



**HAL**  
open science

# Développement d'un instrument endodontique en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux

Marin Vincent

## ► To cite this version:

Marin Vincent. Développement d'un instrument endodontique en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lorraine, 2017. Français. NNT : 2017LORR0137 . tel-01661408

**HAL Id: tel-01661408**

**<https://theses.hal.science/tel-01661408v1>**

Submitted on 11 Dec 2017

**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.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

# THÈSE

Présentée pour obtenir le grade de

**Docteur**

de

**l'Université de Lorraine**

École Doctorale EMMA 409 (Énergie Mécanique Matériaux)

Spécialité : Mécanique – Énergétique

Présentée par

**Marin VINCENT**

Développement d'un instrument endodontique en alliage à  
mémoire de forme monocristallin cuivreux

Soutenance publique le 03 février 2017 à Nancy

Membres du jury :

Mme. Shabnam ARBAB CHIRANI	Professeur des Universités, Université de Brest	Rapporteur
Mme Florence FIORETTI	Maître de Conférences – Praticien Hospitalier, Université de Strasbourg	Rapporteur
M. Reza ARBAB CHIRANI	Professeur des Universités – Praticien Hospitalier, Université de Brest	Examineur
M. Tarak BEN ZINEB	Professeur des Universités, Université de Lorraine	Directeur de thèse
M. Marc ENGELS-DEUTSCH	Maître de Conférences – Praticien Hospitalier, Université de Lorraine	Codirecteur de thèse
M. Frédéric THIÉBAUD	Maître de Conférences, Université de Lorraine	Codirecteur de thèse
M. Philippe HARTEMANN	Professeur des Universités, Université de Lorraine	Invité
M. Laurent BATAILLARD	Directeur Général de MICRO-MEGA	Invité
M. Florian FOUCHÉ	Ingénieur NIMESIS TECHNOLOGY	Invité

## Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au sein du « Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée ».

Je remercie tout d'abord mon directeur de thèse, Monsieur le Professeur Tarak BEN ZINEB, pour son implication et sa disponibilité tout au long de ce travail. Merci pour votre enthousiasme et votre optimisme sans faille qui m'ont permis d'avancer sereinement durant ces trois années à vos côtés. J'adresse également mes plus sincères remerciements à mes codirecteurs de thèse, Messieurs les Docteurs Marc ENGELS-DEUTSCH et Frédéric THIÉBAUD, pour leurs accompagnements sans relâche et leurs précieux conseils. Merci également à Saifeddine BEL HAJ KHALIFA et Paul XOLIN pour leur implication dans la réalisation des analyses numériques.

Je remercie vivement les équipes de MICRO-MEGA® et NIMESIS TECHNOLOGY®, entreprises partenaires sans qui ce projet n'aurait pas pu se construire. Merci pour votre implication dans l'élaboration de ce projet scientifique.

Merci à l'ensemble des membres du Laboratoire d'Énergétique et de Mécanique Théorique et Appliquée et de l'École supérieure des Sciences et Technologies de l'Ingénieur de Nancy pour leur soutien technique dans la mise en place et la réalisation des différentes expérimentations. Merci également pour l'ensemble des discussions scientifiques que j'ai eu l'occasion de tenir avec eux et qui m'ont ouvert vers de nouvelles connaissances.

Merci aux Docteurs Pascale CORNE et Abdesselam DAHOUN de l'Institut Jean Lamour pour leur disponibilité quant à la réalisation des manipulations sous microscope électronique à balayage.

Merci à mes collègues de la faculté d'odontologie de Nancy pour leur soutien sans faille qui m'a permis de mener à bien ce projet.

Enfin, j'adresse mes remerciements les plus sincères à ma famille et mes amis pour leur aide, leur soutien et leur gentillesse dans les bons comme dans les mauvais moments. Un merci tout particulier à Bérengère et Natéa qui ont su me donner le sourire dans les moments les plus difficiles, merci pour votre amour.

À Natéa,  
À Bérengère,

## Table des Matières

Table des Matières .....	4
Introduction.....	6
1. Revue de littérature .....	14
1.1. Évolution des instruments endodontiques .....	14
1.1.1. Les matériaux .....	14
1.1.1.1. Les instruments en acier inoxydable.....	14
1.1.1.2. Les instruments en AMF .....	15
1.1.2. La géométrie instrumentale.....	20
1.1.3. Le mouvement de travail.....	25
1.1.4. Les procédés de fabrication des instruments en AMF .....	26
1.1.5. Discussion.....	30
1.2. Propriétés antimicrobiennes du cuivre.....	32
1.2.1. Brefs rappels historiques.....	32
1.2.2. Activité antibactérienne du cuivre.....	33
1.2.3. Activité antifongique du cuivre.....	34
1.2.4. Conditions nécessaires à l'optimisation de l'activité antimicrobienne du cuivre .....	35
1.2.5. Explication de l'homéostasie cellulaire concernant le cuivre .....	39
1.2.6. Toxicité du cuivre .....	40
1.2.7. Discussion.....	41
2. Analyses par éléments finis de la réponse en flexion / torsion d'instruments endodontiques en alliage à mémoire de forme cuivreux .....	44
2.1. Objectif .....	44
2.2. Matériels et méthodes .....	45
2.2.1. Paramètres matériaux.....	45
2.2.1.1 Modélisation du comportement thermomécanique des AMFs .....	45
2.2.1.2. Identification des paramètres matériaux .....	48
2.2.2. Modélisation géométrique et analyse par éléments finis.....	51
2.2.3. Tests en flexion / torsion .....	52
2.2.4. Tests en flexion / torsion selon la norme ISO 3630-1:2008 modifiée .....	54
2.2.5. Choix de la taille du maillage.....	55
2.3. Résultats .....	56
2.3.1. Le pas .....	58
2.3.2. La conicité.....	59

2.3.3. Diamètre de pointe .....	59
2.3.4. Longueur de lame active .....	59
2.3.5. Géométries optimales en flexion / torsion .....	60
2.4. Discussion .....	66
2.5. Conclusions et perspectives .....	68
3. Analyses expérimentales de la réponse en pénétration / retrait .....	71
3.1. Analyses en pénétration / retrait et rotation continue d'instruments endodontiques en CuAlBe et NiTi .....	71
3.1.1. Objectif .....	71
3.1.2. Matériels et Méthodes .....	73
3.1.2.1. Protocole de P/R en rotation continue .....	73
3.1.2.2. Préparation des blocs en résine .....	78
3.1.2.3. Test des prototypes et des instruments endodontiques .....	82
3.1.2.4. Analyses statistiques .....	85
3.1.3. Résultats .....	85
3.1.3.1. Prototypes en CuAlBe de type broche .....	85
3.1.3.2. Prototypes NiTi et CuAlBe de type SC2 modifié .....	95
3.1.4. Discussion .....	99
3.2. Analyses de la rupture instrumentale par microscope électronique à balayage .....	103
3.2.1. Objectifs .....	103
3.2.2. Matériels et méthodes .....	103
3.2.3. Résultats et discussion .....	103
3.3. Conclusions et perspectives .....	107
4. Analyses numériques complémentaires et comparatives aux résultats expérimentaux de pénétration / retrait .....	110
4.1. Objectifs .....	110
4.2. Matériels et méthodes .....	110
4.3. Modélisation du comportement thermomécanique des AMFs .....	114
4.4. Résultats et discussion .....	115
4.5. Conclusions et perspectives .....	126
Conclusions et perspectives .....	127
Glossaire .....	132
Légendes des figures et tableaux .....	135
Bibliographie .....	141

# Introduction



L'endodontie est une discipline exigeante et complexe de l'art dentaire sur laquelle repose la pérennité de l'organe dentaire. Cette discipline est au carrefour de la dentisterie moderne et constitue un pilier indispensable permettant le bon déroulement de la majeure partie des plans de traitements prothétiques et parodontaux. En moins d'un siècle, cette discipline a considérablement évolué. Les principes fondamentaux sont restés inchangés mais les moyens de les mettre en œuvre se sont considérablement améliorés en termes d'efficacité, de reproductibilité et de sûreté du geste opératoire. Les progrès biochimique et biologique ont apporté l'asepsie de l'acte opératoire, les progrès en matériaux, biomatériaux et mouvement mécanique ont quant à eux amélioré la mise en forme et l'obturation canalaire.

Les objectifs de l'endodontie moderne énoncés par Schilder (Schilder, 1967, 1974) sont de nettoyer, mettre en forme et obturer de manière tridimensionnelle et étanche l'ensemble du système endodontique. L'étape de préparation canalaire intervient dans la mise en forme et le nettoyage endocanalaire et constitue ainsi une des étapes clef du traitement endodontique. Sur le plan mécanique, la mise en forme canalaire par les instruments endodontiques doit permettre de mettre en place une conicité croissante sur toute la longueur du canal sans déviation de sa trajectoire originelle. L'évasement obtenu doit être régulier et homothétique et doit préserver le foramen apical dans sa position initiale. La préparation doit s'accorder à la forme originelle du canal et être confinée à la portion dentaire de celui-ci. Cette préparation mécanique a pour objectif l'élimination de tout le tissu pulpaire vivant, nécrosé ou potentiellement nécrosé, tout en préparant le canal à recevoir une obturation tridimensionnelle et étanche. L'impératif biologique de la préparation canalaire concerne l'état de la dentine radulaire qui constitue l'élément déterminant du degré d'élargissement circonferentiel. Dans le cadre d'une biopulpectomie, l'élimination de la pré-dentine suffit alors que dans le cas d'une nécrose pulpaire septique, l'élimination de la partie canaliculaire envahie par les microorganismes doit également être réalisée. Cette préparation a également pour objectif de permettre aux solutions d'irrigations d'atteindre toutes les zones inaccessibles aux instruments et de parfaitement désinfecter la zone apicale, représentant la zone clef de la réussite du traitement endodontique. La désinfection chimio-mécanique joue un rôle déterminant dans la réussite du traitement et vise à éliminer de façon la plus complète possible la charge bactérienne présente dans le système endocanalaire. Effectivement, la

persistance de bactéries pathogènes peut induire un échec de traitement avec persistance ou apparition d'une lésion infectieuse au niveau de la zone péri-apicale. Cette raison biologique est l'une des principales causes d'échec de traitement endodontique.

En parallèle, la préparation canalaire est une des étapes du traitement endodontique pour laquelle l'instrumentation est extrêmement variée. Par convention, nous pouvons distinguer les instruments en acier inoxydable, essentiellement utilisés de façon manuelle, et ceux en nickel-titane (NiTi), essentiellement utilisés de façon mécanisée. Les instruments manuels en aciers inoxydables ont une base de fer et de carbone et sont constitués à plus de 10% en chrome permettant la formation d'oxyde de chrome (CrO) pour protéger le fer de la corrosion induite par l'humidité et l'oxygène. Les résultats de mise en forme et de nettoyage obtenus par les instruments endodontiques manuels en acier inoxydable sont considérés comme bons. Ils présentent un risque de rupture faible de par leur utilisation manuelle et leur efficacité de coupe est supérieure à celle des limes en NiTi manuelles (Schäfer and Tepel, 1996). Cependant, leur rigidité et leur comportement uniquement élastique entraînent des déplacements de la trajectoire canalaire physiologique, un redressement des courbures, des transports du foramen apical ainsi que des risques de butées et de perforations. Ainsi, plus la section de coupe et le diamètre de ces instruments en acier inoxydable seront importants et plus les risques peropératoires seront grands. En 1993, Mac Spadden souligne que la négociation des courbures canalaires peut s'avérer extrêmement difficile avec des instruments usinés en acier inoxydable, notamment pour des diamètres de pointe supérieurs à 25.100<sup>e</sup> mm (Weine et al., 1975). De plus, leur fabrication doit respecter la norme ISO 3630-1 leur imposant une conicité de 2%, empêchant une mise en forme canalaire suffisante pour permettre une bonne irrigation et donc une bonne désinfection du canal. Ces problèmes imposés par l'acier inoxydable ont permis, à la fin des années 80, de développer un nouveau type d'instruments endodontiques : les instruments endodontiques en alliage à mémoire de forme (AMF), plus précisément en NiTi (Walia et al., 1988). Leur association à la rotation continue quelques années plus tard a permis de révolutionner le monde de l'endodontie (Esposito and Cunningham, 1995).

L'avènement de l'AMF NiTi représente la plus grande avancée en endodontie de ces trente dernières années. Contrairement aux instruments en acier inoxydable,

les instruments en AMF NiTi présentent une transformation de phase lorsqu'ils sont soumis à un chargement thermomécanique. Cette transformation de phase, appelée transformation martensitique, permet aux instruments en AMF NiTi de se déformer de façon réversible jusqu'à 6%, leur permettant de résister à de fortes contraintes. Les propriétés dites superélastiques de cet AMF ont donc permis d'améliorer la mécanisation de l'acte endodontique par la réalisation d'un travail plus sûr, plus rapide et reproductible (Cheung and Liu, 2009; Esposito and Cunningham, 1995; Glossen et al., 1995; Kazemi et al., 2000; Samyn et al., 1996; Saunders, 2005; Schrader et al., 1999; Short et al., 1997; Tepel and Schäfer, 1997; Tepel et al., 1997; Thompson, 2000; Walia et al., 1988). Depuis cette révolution, les fabricants dentaires n'ont cessé d'améliorer les instruments endodontiques en NiTi pour les rendre de plus en plus performants et sûrs pour une utilisation la moins chronophage possible. Effectivement, si la mécanisation de l'acte a grandement amélioré la réalisation de l'acte endodontique, elle a aussi introduit un nouvel élément à prendre en compte : la fatigue instrumentale. En entraînant des instruments à plus de 300 tours par minute, les risques opératoires ont augmenté, tout particulièrement en ce qui concerne la rupture instrumentale. Le nouvel objectif était alors d'améliorer au maximum les propriétés mécaniques des instruments endodontiques afin de limiter ces désagréments pouvant impliquer un échec de traitement. Dans ce but, trois grandes familles de modifications ont progressivement été apportées : (i) la géométrie instrumentale, (ii) le mouvement de travail, (iii) les procédés de fabrication (usinage et post-traitements) de l'instrument. En parallèle à ces notions d'optimisation mécanique, les fabricants dentaires ont également voulu optimiser le temps de travail des traitements endodontiques. Les séquences endodontiques pluri-instrumentales ont été réduites pour aboutir à des systèmes qui tendent vers une notion d'instrument unique permettant de réduire considérablement le temps de travail et les risques d'erreurs peropératoires. Cependant, aucune évolution majeure concernant l'instrumentation canalaire n'a eu lieu en termes d'asepsie. Le NiTi polycristallin est aujourd'hui le seul AMF utilisé en endodontie et ne présente à ce jour aucune activité antimicrobienne prouvée alors que cet aspect représente un enjeu majeur dans la réussite des traitements endodontiques. La désinfection canalaire est aujourd'hui principalement réalisée par une action chimique obtenue à l'aide de solvants organiques et minéraux venant prolonger l'action mécanique réalisée lors du passage instrumental sur les parois canales accessibles. Malgré cette action chimio-mécanique, aucune réelle solution

n'a encore pu être apportée pour éliminer les pathogènes multirésistants incriminés dans les échecs des traitements endodontiques, tels qu'*Enterococcus faecalis* et *Candida albicans*.

En prenant en compte toute la complexité de la problématique endodontique liée au temps et aux aspects mécaniques et biologiques des traitements canalaires, nous nous sommes intéressés à un nouvel AMF à base cuivre : le cuivre-aluminium-béryllium monocristallin (CuAlBe). Sur le plan matériau et structure, sa principale différence avec le NiTi est son caractère monocristallin. Lors de la transformation martensitique, une seule variante (couple plan et direction suivant lesquels a eu lieu la transformation) de martensite est activée dans un monocristal contrairement à un polycristal pouvant compter plusieurs variantes par grain en fonction de son orientation cristallographique et de la nature du chargement local. L'orientation de cette unique variante de martensite est définie par la direction de la contrainte appliquée. De plus, aucune interaction n'apparaît entre les variantes de martensite (car une seule variante est active) ou entre les grains (car un seul grain) au sein d'un AMF monocristallin. Ces interactions interviennent au sein des AMFs polycristallins et sont à l'origine de contraintes internes. La conséquence micro-structurale qui en résulte est une déformation de transformation réversible améliorée pouvant atteindre 10 à 12%, contrairement au NiTi polycristallin utilisé en endodontie où la déformation maximale de transformation n'est que de 4 à 6% (Entemeyer et al., 2000; Gautier and Patoor, 1997; Otsuka et al., 1976). L'AMF CuAlBe monocristallin présente donc de meilleures propriétés superélastiques que le NiTi polycristallin (Entemeyer et al., 2000). En revanche, le caractère monocristallin du CuAlBe est également à l'origine d'une moins bonne résistance à la torsion, comparé au NiTi polycristallin.

En plus de ses propriétés mécaniques intéressantes, l'AMF CuAlBe monocristallin pourrait présenter des propriétés biologiques extrêmement séduisantes. Récemment, l'Agence de Protection Environnementale des États-Unis d'Amérique a enregistré le cuivre en tant que premier matériau solide antimicrobien (Grass et al., 2011). Sur le plan biologique, la littérature est unanime et démontre une activité antimicrobienne des surfaces contenant plus de 70% de cuivre (Prado et al., 2012). Plus spécifiquement, cette activité antimicrobienne permet d'éliminer en quelques minutes des pathogènes multirésistants tels que *Enterococcus faecalis* et *Candida albicans* (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012; Warnes and Keevil, 2011). L'AMF

CuAlBe monocristallin est constitué (poids/poids) à 87,63% de cuivre, 11,7% d'aluminium et 0,67% de béryllium (Wasmer et al., 2009). Il pourrait conjuguer une action antimicrobienne sur les pathogènes responsables des échecs endodontiques à ses propriétés superélastiques meilleures que le NiTi. Un instrument endodontique en CuAlBe monocristallin pourrait donc, dans des conditions données, réaliser une action chimio-mécanique en un seul temps et plus optimisée que celle utilisée jusqu'alors.

Concernant l'aspect biocompatibilité lié à l'utilisation d'un tel instrument, la libération de cuivre dans des conditions plus oxydantes que celles habituellement utilisées en endodontie a été mesurée par des essais antérieurs (Nasreddine, 2016). Les concentrations maximales obtenues de cuivre libéré (8,7 mg/L) restent très inférieures aux niveaux toxiques trouvés dans la littérature (à partir de 35 mg/mL). De plus, les traitements endodontiques sont réalisés sous champ opératoire et aspiration chirurgicale. Seul un accident peropératoire comme une éjection dans le péri-apex pourrait causer une faible absorption de cuivre. Cependant, les aiguilles endodontiques utilisées pour l'irrigation présentent une fenêtre d'éjection latérale, limitant ces phénomènes d'extrusion. Le béryllium est quant à lui toxique, mais cette toxicité est essentiellement liée à l'inhalation de fumées et de poussières de béryllium (Huguet, 1977). Sur les cultures cellulaires, la première manifestation de toxicité surviendrait lorsque l'alliage contiendrait plus de 3% de béryllium (Nakamura et al., 1984), soit presque 6 fois plus que dans l'alliage CuAlBe. De plus, les effets cancérogènes des alliages de coulée dentaire contenant du béryllium n'ont pas été démontrés (Wataha, 2000). En outre, les protocoles d'irrigation et de séchage permettent une élimination appropriée des débris présents dans le système endodontique. Ainsi, les potentiels débris résiduels de l'alliage CuAlBe seraient, d'une part, hors de portée du système immunitaire car présents dans un système endodontique minéralisé dépourvu de tissus vivants et, d'autre part, englués dans l'obturation endodontique finale.

Dans ce contexte, l'objectif de ce travail est de trouver une géométrie instrumentale adaptée à l'utilisation du CuAlBe monocristallin en endodontie. Pour ce faire, nous réaliserons dans une première partie une revue de littérature concernant les principales évolutions des instruments endodontiques et leurs intérêts. Nous y aborderons également l'utilisation du cuivre pour ses propriétés antimicrobiennes dans le domaine médical et sa probable application endodontique. Dans une seconde partie

nous décrirons l'ensemble des analyses par éléments finis réalisées afin de déterminer les paramètres géométriques optimaux pour un instrument endodontique en CuAlBe monocristallin. Enfin, une troisième partie sera consacrée aux différentes études expérimentales mettant en jeu les prototypes instrumentaux issus de nos recherches.

# 1

## Revue de littérature

### Sommaire

---

1.1. Évolution des instruments endodontiques .....	14
1.1.1. Les matériaux .....	14
1.1.1.1. Les instruments en acier inoxydable .....	14
1.1.1.2. Les instruments en AMF .....	15
1.1.2. La géométrie instrumentale .....	20
1.1.3. Le mouvement de travail .....	25
1.1.4. Les procédés de fabrication des instruments en AMF .....	26
1.1.5. Discussion .....	30
1.2. Propriétés antimicrobiennes du cuivre .....	32
1.2.1. Brefs rappels historiques .....	32
1.2.2. Activité antibactérienne du cuivre .....	33
1.2.3. Activité antifongique du cuivre .....	34
1.2.4. Conditions nécessaires à l'optimisation de l'activité antimicrobienne du cuivre .....	35
1.2.5. Explication de l'homéostasie cellulaire concernant le cuivre .....	39
1.2.6. Toxicité du cuivre .....	40
1.2.7. Discussion .....	41

---

## **1. Revue de littérature**

### **1.1. Évolution des instruments endodontiques**

La complexité anatomique des systèmes endo-canalaires engendre des contraintes importantes pour les instruments endodontiques ayant pour objectif leur mise en forme. Les courbures canalaires sont à l'origine des sollicitations de flexion et de torsion directement proportionnelles aux diamètres de pointe et conicités des instruments endodontiques utilisés. De plus, les mouvements de travail de ces instruments, en rotation continue ou réciprocity, entraînent une fatigue cyclique au sein du matériau. La rupture instrumentale peut être une des conséquences des sollicitations répétées sur un instrument endodontique, empêchant l'achèvement correct d'un traitement canalair pouvant ainsi conduire à son échec (Hess et al., 1925; Peters et al., 2001)

Pour limiter le risque de rupture instrumentale, de nombreuses études se sont penchées sur l'amélioration des propriétés mécaniques des instruments endodontiques afin de rendre leur utilisation plus sûre. Quatre paramètres intrinsèques sont à prendre en considération pour limiter ces ruptures :

- Les matériaux,
- La géométrie des instruments,
- Le mouvement de travail des instruments,
- Les procédés de fabrication.

La partie suivante tend à analyser l'état de l'art concernant ces quatre paramètres afin d'en tirer des conclusions quant à l'élaboration d'un nouvel instrument endodontique.

#### **1.1.1. Les matériaux**

##### **1.1.1.1. Les instruments en acier inoxydable**

L'utilisation de l'acier inoxydable pour les instruments endodontiques a rapidement montré des limites sur le plan mécanique, essentiellement en termes de flexibilité (déviation de la trajectoire canalair, non-respect de la position du foramen apical, etc.), mais également sur le plan biologique en raison de la norme ISO 3630-1 leur imposant une conicité de 2%, insuffisante pour préparer de façon optimale les



canaux dentaires et assurer ainsi une irrigation satisfaisante de la région apicale. Ces raisons mécaniques et biologiques ont rapidement conduit à utiliser une autre famille de matériaux : celle des alliages à mémoire de forme.

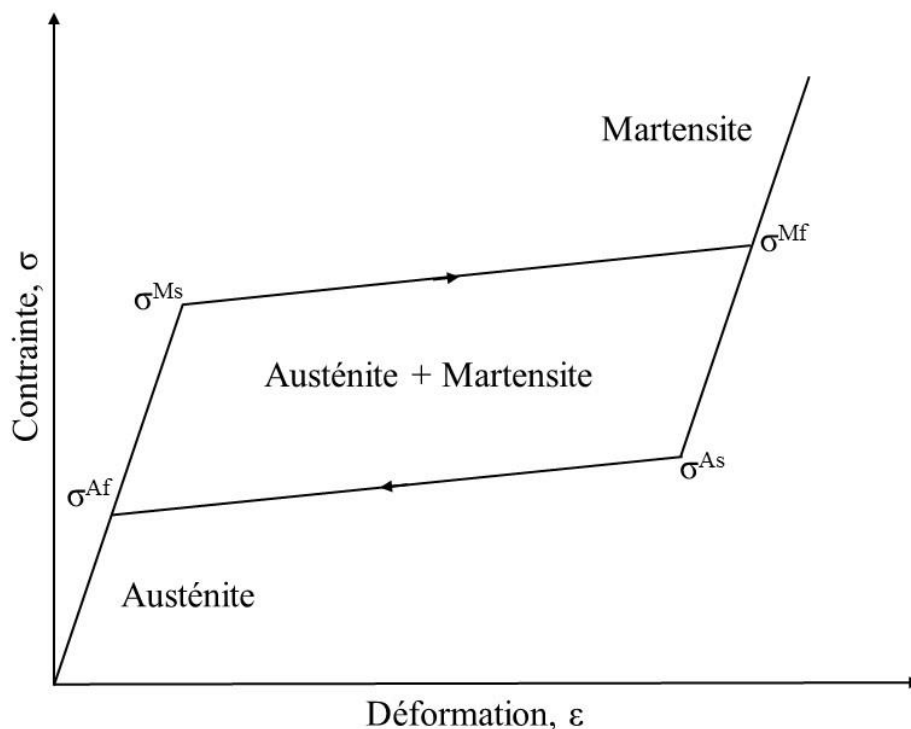
### 1.1.1.2. Les instruments en AMF

Les AMFs sont découverts dans les années 1930. Ils présentent alors un comportement mécanique particulier en comparaison aux autres métaux. Lorsqu'ils sont soumis à des contraintes externes dépassant leur limite d'élasticité, ils se déforment avant de revenir à leur forme initiale lors de la décharge de la contrainte. Cette propriété prendra rapidement le nom de « superélasticité » et aboutira à de nombreuses applications dans des domaines aussi variés que l'aéronautique et le domaine médical.

Il existe plusieurs familles d'AMF : (i) ceux à base de NiTi, (ii) ceux à base de fer (exemple FeMnSi), (iii) ceux à base d'or (exemple AuCd) et (iv) ceux à base de cuivre (exemple CuAlNi et CuAlBe). Aujourd'hui, seuls les AMFs à base de NiTi sont utilisés en pratique endodontique.

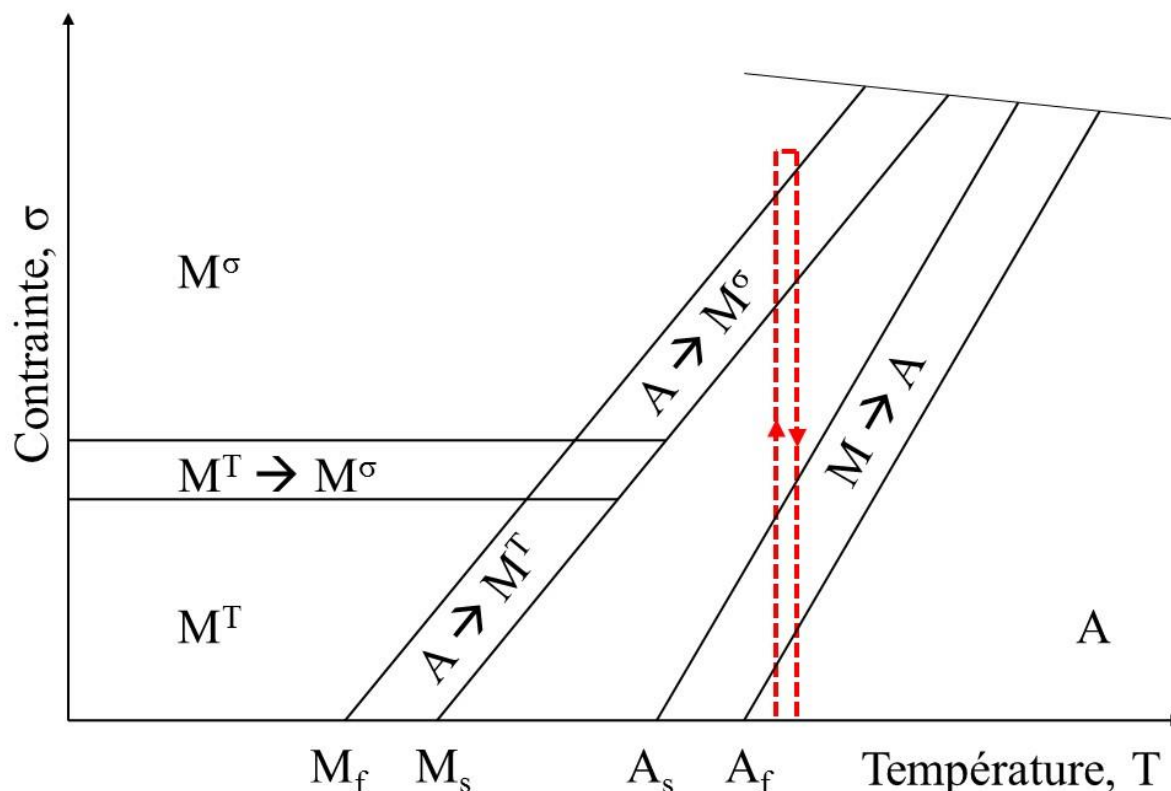
- Propriétés superélastiques

Les AMFs sont extrêmement intéressants en pratique endodontique de par leur propriété superélastique leur permettant une importante déformation réversible. Cette superplasticité résulte d'une transformation de phase martensitique pendant laquelle une phase cubique stable à hautes températures, appelée austénite (ou phase austénitique), se transforme en une phase martensitique métastable à basses températures présentant un plus faible degré de symétrie. La particularité de cette transformation est qu'elle est parfaitement réversible et sans aucune déformation plastique résiduelle (**Figure 1.1**).



**Figure 1.1.** Diagramme de contrainte – déformation illustrant le comportement superélastique d'un AMF.  $\sigma^{Ms}$  : contrainte limite de début de transformation directe austénite – martensite ;  $\sigma^{Mf}$  : contrainte limite de fin de transformation directe austénite – martensite ;  $\sigma^{As}$  : contrainte limite de début de transformation inverse martensite – austénite ;  $\sigma^{Af}$  : contrainte limite de fin de transformation inverse martensite – austénite.

Elle se réalise dans des conditions thermomécaniques spécifiques pour chaque AMF. À une température constante avoisinant la température de fin de transformation austénitique ( $A_f$ ), l'application d'une contrainte induit la formation de variantes de martensite. Une déformation de transformation est observée jusqu'à ce que l'AMF testé soit complètement transformé. Durant la phase de décharge, la transformation inverse se produit et la déformation de transformation est récupérée jusqu'à ce que l'AMF testé retrouve complètement sa phase austénitique. Il se produit une décharge élastique austénitique et l'échantillon reprend sa forme initiale à la fin du déchargement (**Figure 1.2**).



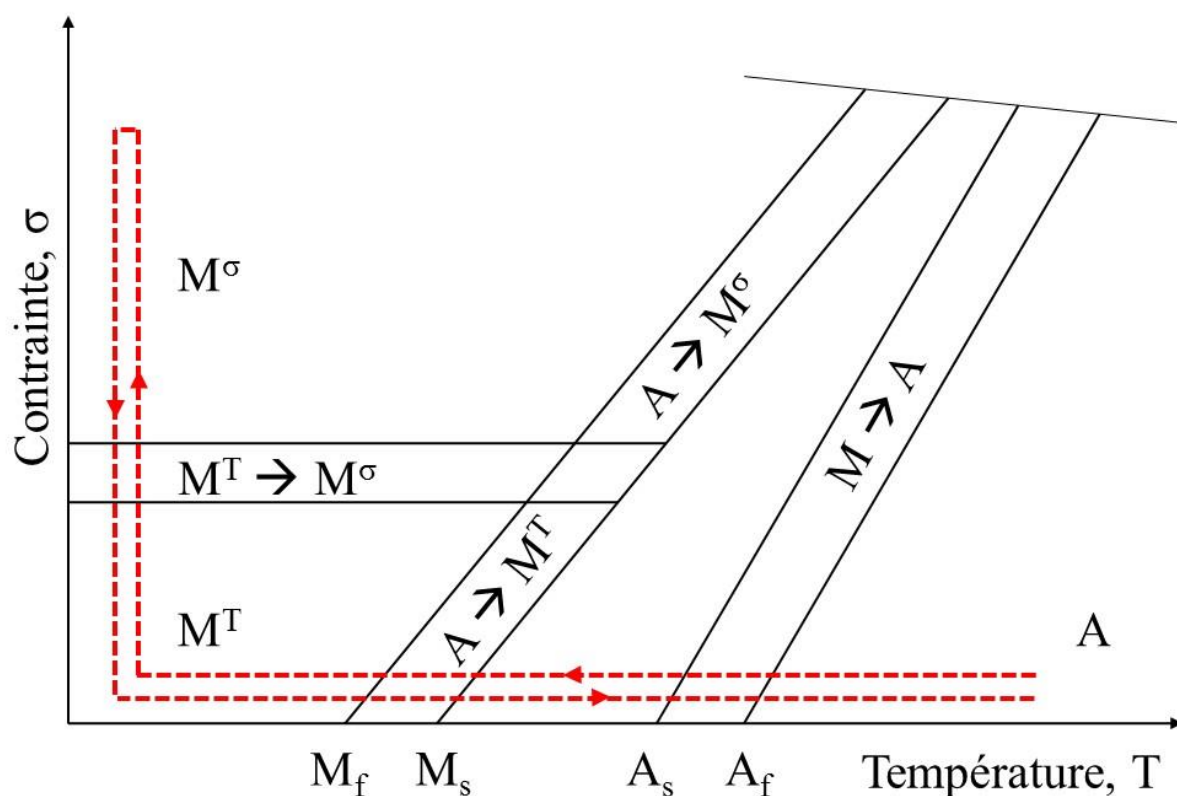
**Figure 1.2a.** Diagrammes de transformation de phase mettant en évidence l'effet superélastique d'un alliage à mémoire de forme (en rouge). A : phase austénitique ; M : phase martensitique ; M<sup>T</sup> : martensite auto-accommodée ; M<sup>σ</sup> : martensite orientée.

- Propriété de mémoire de forme

En plus de leur propriété superélastique, les AMFs présentent également des propriétés dites « effet de mémoire de forme ». Les propriétés de mémoire de forme des AMFs sont dues à un phénomène cristallographique sur leur plan microstructural : la transformation martensitique thermoélastique. Effectivement, un abaissement de la température est également à l'origine d'une transformation de phase martensitique. Une fois en phase martensitique par refroidissement, les variantes de martensite sont auto-accommodées et la déformation martensitique qui en résulte est nulle. L'application d'une contrainte, à l'issue du refroidissement, entraîne une orientation de ces variantes de martensite passant d'un état dit « auto-accommodé » à un état « orienté » induisant une déformation macroscopique de transformation non nulle et rémanente après décharge. Suite à une augmentation de la température à contrainte nulle, la transformation inverse se produit, la transformation de la martensite orientée en austénite induit une remise à la forme initiale du matériau.

Cet effet mémoire de forme est très peu utilisé en endodontie et se limite à quelques instruments de préparation canalaire (ex : HyFlex®). L'instrument a ainsi tendance à se déformer plutôt qu'à se fracturer lorsqu'il est soumis à de trop fortes contraintes. Ensuite, au cours du cycle de stérilisation, l'augmentation de température permet à l'instrument de retrouver sa forme initiale par transformation de phase inverse.

L'effet mémoire de forme est uniquement possible si les températures de transformation martensitique de l'alliage sont appropriées aux températures de fonctionnement des instruments endodontiques.



**Figure 1.2b.** Diagramme de transformation de phase mettant en évidence l'effet mémoire de forme d'un alliage à mémoire de forme (en rouge). A : phase austénitique ; M : phase martensitique ;  $M^T$  : martensite auto-accommodée ;  $M^\sigma$  : martensite orientée.

- Application endodontique

Les propriétés superélastiques des AMFs permettent d'atteindre des degrés de déformation propres à chaque AMF. Les AMFs en NiTi polycristallin peuvent ainsi atteindre une déformation complètement réversible de l'ordre de 4 à 6% alors que l'acier inoxydable, représentant le second matériau endodontique utilisé, présente une déformation plastique irréversible dès qu'il dépasse la limite d'élasticité induisant une déformation élastique de 0,2%.

Ainsi, à géométrie équivalente, les instruments en NiTi sont 6 à 8 fois plus flexibles que leurs homologues en acier inoxydable (Kazemi et al., 2000; Saunders, 2005). Ce phénomène s'explique par un module de Young significativement plus faible pour le NiTi que pour l'acier inoxydable et par la présence d'une déformation réversible induite par transformation de phase dans les AMFs. Les instruments en NiTi restent plus flexibles, même en augmentant leur diamètre de pointe, et peuvent être utilisés dans des canaux courbes sans risque de déviation de la trajectoire canalaire (Bishop and Dummer, 1997; Hülsmann et al., 2001; Mc Spadden, 1993; Meireles et al., 2012; Peters, 2004; Roig-Cayón et al., 1997; Samyn et al., 1996; Schäfer et al., 2004; Versümer et al., 2002; Walia et al., 1988; Zmener and Balbachan, 1995). Leur calibre peut donc être choisi en fonction de l'anatomie canalaire initiale ou envisagée en fin de préparation (Mc Spadden, 1993).

En termes de tenue à la fatigue, les instruments endodontiques en NiTi peuvent supporter 120 à 800 cycles contre seulement 10 à 60 pour l'acier inoxydable (Pruett et al., 1997; Tepel et al., 1997). Les limes en NiTi sont 2 à 4 plus flexible que leur homologue en acier inoxydable (Tepel and Schäfer, 1997; Tepel et al., 1997; Walia et al., 1988); leur résistance à la torsion est également meilleure (Wolcott and Himel, 1997). Enfin, les limes en NiTi présentent un couple nécessaire moins important que leurs homologues en acier inoxydable. En revanche, elles présentent une efficacité de coupe moins importante (Haïkel et al., 1998; Tepel and Schäfer, 1997; Tepel et al., 1997). Cependant, cette dernière est largement compensée par la conicité augmentée des instruments en NiTi et leur mouvement mécanisé (Schäfer et al., 2004; Walia et al., 1988).

C'est pour l'ensemble de ces raisons que l'utilisation du NiTi est devenue indispensable et a révolutionné la pratique endodontique en rendant l'acte opératoire

reproductible de façon plus sûre, plus simple et en un temps plus court (Esposito and Cunningham, 1995; Glossen et al., 1995; Schrader et al., 1999; Short et al., 1997). À l'heure actuelle le NiTi est le seul AMF à être utilisé en endodontie. Cependant, d'autres AMFs présentent de meilleures propriétés superélastiques. C'est le cas des AMFs monocristallins à base cuivre, comme le CuAlBe et le CuAlNi, qui présentent des propriétés superélastiques permettant une déformation réversible allant jusqu'à 10 à 12% (Šittner et al., 2003).

### **1.1.2. La géométrie instrumentale**

La géométrie des instruments endodontiques en NiTi est sans nul doute le paramètre le plus étudié dans la littérature. Chaque séquence opératoire et chaque fabricant présentent des profils de limes endodontiques différents et propres à un protocole élaboré spécifiquement pour l'instrument.

En termes de diamètre de pointe, l'utilisation d'un diamètre de 0.30 mm est recommandée pour améliorer le nettoyage et la mise en forme canalaire, tout particulièrement pour la région apicale (Albrecht et al., 2004; Plotino et al., 2014; Wu and Wesselink, 1995). Cependant, plus le diamètre de pointe est important, plus l'instrument devient volumineux et plus sa rigidité est augmentée. De plus, le comportement en fatigue de l'instrument est directement proportionnel à ce diamètre de pointe (Bahia and Buono, 2005; Baumann and Roth, 1999; Chaves Craveiro de Melo et al., 2002; Haïkel et al., 1999; Pruett et al., 1997). Les instruments endodontiques avec un diamètre de pointe important présentent une résistance à la torsion diminuée en raison d'un couple (torque) nécessairement plus élevé, en particulier dans la région apicale. Le choix du diamètre de pointe doit donc être un compromis entre efficacité de préparation canalaire et désinfection canalaire : plus il sera élevé, plus l'action et la pénétration des solutions d'irrigation seront efficaces en raison d'une préparation canalaire importante, mais plus le risque de rupture instrumentale sera élevé. Ce choix ne sera donc pas universel et devra se faire en fonction de chaque situation clinique.

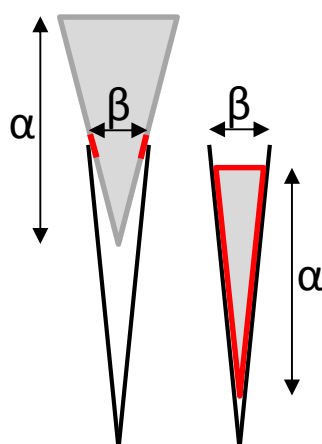
La problématique concernant la conicité des instruments endodontiques repose sur les mêmes observations. Pour les mêmes raisons, une augmentation de la conicité apporte les avantages chimio-mécaniques suivants :

- meilleure préparation chimio-mécanique (Schäfer et al., 2004; Schrader et al., 1999; Suneelkumar et al., 2010),
- meilleure remontée des débris dentinaires issus du travail des limes,
- diminution du risque d'éjection de débris dentinaires et de produits bactériens dans le péri-apex, limitant les complications post-opératoires (Ferraz et al., 2001; Kuştarci et al., 2008),
- amélioration de l'irrigation dans les secteurs apicaux (Akhlaghi et al., 2014).

Au même titre qu'une augmentation du diamètre de pointe, une augmentation de la conicité entraînera une augmentation du volume de l'instrument et donc sa rigidité. De ce fait, une conicité supérieure à 4% impliquera une majoration du risque de rupture instrumentale (Sattapan et al., 2000a; Schäfer et al., 2003). Plus la conicité sera importante, plus les risques peropératoires suivants seront à considérer :

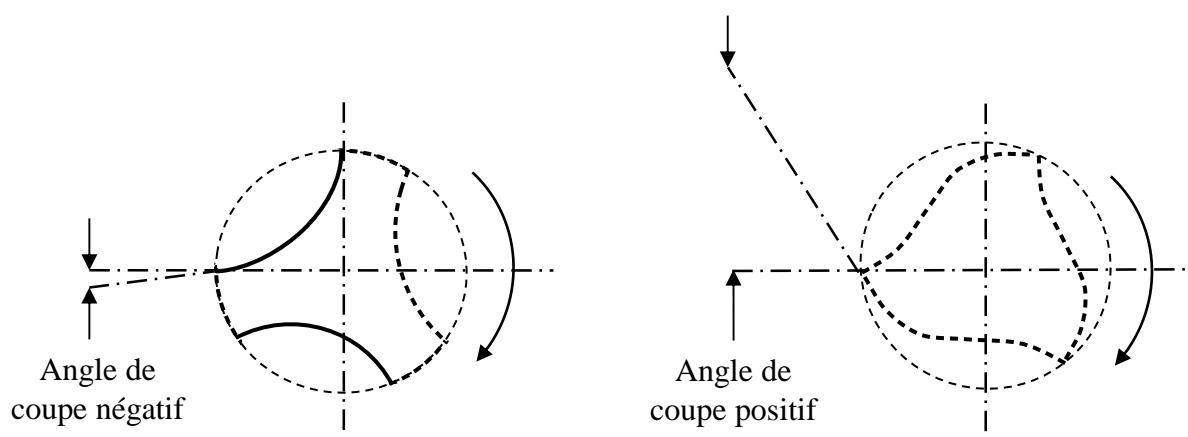
- effet de vissage au niveau des constrictions apicales,
- blocage canalaire par création de butée,
- nombre de cycles avant rupture plus faible (Bahia and Buono, 2005; Haïkel et al., 1999).

Pour limiter les risques liés au phénomène de vissage de l'instrument dans la région apicale (Guelzow et al., 2005), Berutti *et al.* recommandent l'utilisation en alternance de plusieurs instruments endodontiques de conicités différentes, réduisant ainsi les contraintes de chaque instrument par diminution des zones de contact (Berutti et al., 2004) (**Figure 1.3**).



**Figure 1.3.** Effet d'une conicité majorée pour une même longueur de lame active ( $\alpha$ ) et un même diamètre canalaire ( $\beta$ ). En rouge : la zone de contact entre l'instrument endodontique et les parois canales.

Enfin, la section de coupe joue un rôle très important dans la réponse mécanique des instruments endodontiques. Les instruments présentant une section de coupe triangulaire possèdent une meilleure flexibilité de par leur noyau métallique proportionnellement plus faible et une meilleure efficacité de coupe en raison d'angles plus vifs que les instruments à section de coupe quadrangulaire, eux-mêmes plus actifs que les instruments à section de coupe rhomboïde (Kim et al., 2009). Certains instruments présentent des méplats radians, augmentant les contacts avec les parois canales et diminuant les risques de blocage instrumental. Cependant, les méplats radians sont associés à des angles de coupe neutres ou négatifs, diminuant grandement l'effet de coupe de l'instrument ; la préparation canalair se fait alors essentiellement par effet d'usure. Ces angles négatifs entraînent une augmentation du couple nécessaire majorant ainsi les risques de ruptures instrumentales. Les instruments sans méplat radian possèdent quant à eux un angle de coupe positif et donc une meilleure efficacité de coupe, mais un risque de vissage instrumental plus important (**Figure 1.4**).

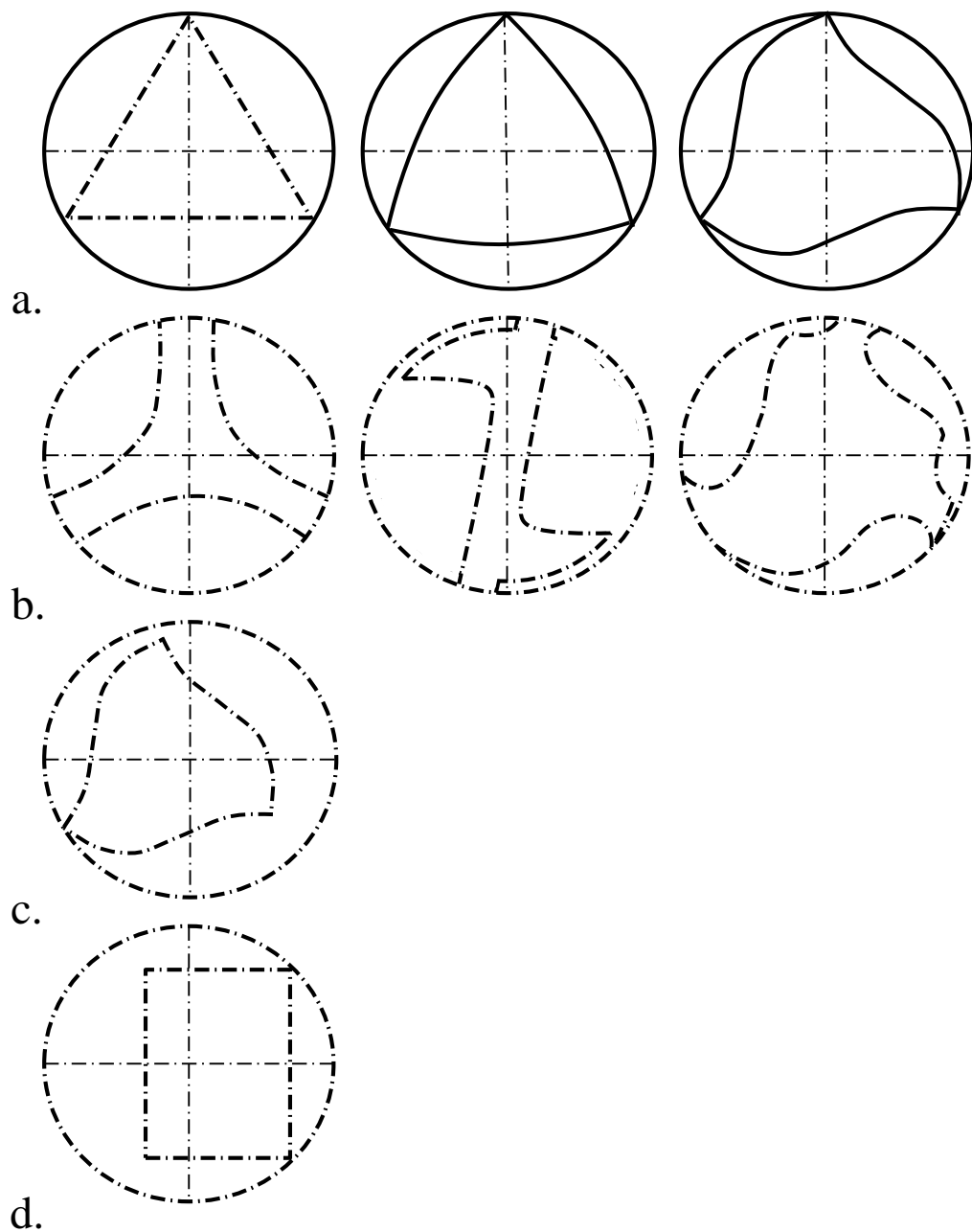


**Figure 1.4.** Exemple d'angles de coupe négatif (gauche, avec méplats radians) et positif (droite, sans méplat radian).

Chaque paramètre est donc un compromis entre efficacité et risque. Chaque modification de la géométrie instrumentale aura un impact direct sur la réponse mécanique de l'instrument. Des instruments présentent ainsi des géométries particulières, comme une conicité, un pas ou encore un angle d'hélice variable (Diemer and Calas, 2004) permettant de jouer directement sur cette réponse mécanique. Aujourd'hui, certains instruments présentent des sections de coupe dissymétriques à



face décalée ou des sections de coupe décentrées permettant de diminuer leur volume et ainsi de diminuer les contraintes engendrées, tout particulièrement dans la région apicale (Capar et al., 2014a; Medha et al., 2014; Pereira et al., 2013) (**Figure 1.5**). Ils présentent ainsi une meilleure flexibilité, un phénomène de vissage moins important et une meilleure élimination des débris (Capar et al., 2014b; Pérez-Higueras et al., 2014). Enfin, tous les auteurs s'accordent à dire que la section de coupe conditionne directement la distribution des contraintes de flexion / torsion et donc la rupture instrumentale, tout comme le pas, la conicité et le diamètre de pointe (Berutti et al., 2003; Peters et al., 2003; Schäfer and Tepel, 2001; Ullmann and Peters, 2005; Yared et al., 2003).



**Figure 1.5.** (a) Sections de coupe avec lames actives. De gauche à droite : Race<sup>®</sup>, ProTaper Universal<sup>®</sup>, Hero Shaper<sup>®</sup> ; (b) Sections de coupe avec méplats radians. De gauche à droite : ProFile<sup>®</sup>, Quantec<sup>®</sup>, K3<sup>®</sup> ; (c) Section de coupe dissymétrique à face décalée avec lames actives : Revo-S<sup>®</sup> ; (d) Section de coupe décentrée : ProTaper Next<sup>®</sup>.

En conclusion, la géométrie instrumentale joue un rôle clef dans la réponse mécanique de l'instrument lors de son utilisation clinique (Parashos et al., 2004). C'est pour cette raison que notre première étude réalisée dans le cadre du développement d'un nouvel instrument endodontique a été la détermination, par éléments finis, des paramètres géométriques optimaux adaptés à un alliage à mémoire de forme cuivreux monocristallin.

### **1.1.3. Le mouvement de travail**

La mise en rotation continue des instruments endodontiques, grâce à l'avènement du NiTi, représente sans nul doute une des avancées majeures de la préparation canalaire. Un très grand nombre d'études préalablement citées ont démontré la supériorité des instruments en AMF NiTi mécanisés par rapport aux instruments en acier inoxydable en termes de préparation canalaire. Deux types de mouvements sont très largement représentés, mais aucune étude ne distingue une supériorité de l'un par rapport à l'autre :

- La rotation continue : c'est aujourd'hui la référence en termes de préparation canalaire et c'est également le mouvement le plus fréquemment retrouvé dans les séquences cliniques.
- La réciprocité : les instruments réalisent des successions de cycles de mouvements antihoraires et horaires d'amplitudes différentes. Ce mouvement a été mis en place afin de diminuer les risques de rupture instrumentale liés à l'accumulation trop importante des contraintes de rotation continue.

L'inconvénient de la mécanisation instrumentale repose sur les contraintes majorées subies par les limes endodontiques, augmentant leur risque de rupture. Cette conséquence est liée à la sollicitation de flexion rotative induisant une succession de traction / compression subie par l'instrument lorsqu'il travaille dans le canal et ceci étant directement lié au rayon de courbure canalaire (Larsen et al., 2009; Sattapan et al., 2000b; Spili et al., 2005). C'est pour minimiser ce risque de séparation que la réciprocité asymétrique a été développée. Le mouvement antihoraire permet (i) d'éliminer les risques d'aspiration et de vissage instrumental grâce à l'alternance de mouvements horaires et antihoraires, (ii) de relâcher les contraintes de torsion accumulées sur l'instrument afin d'éviter une rupture par fatigue (Abou El Nasr and Abd El Kader, 2014; Kiefner et al., 2014; Pedullà et al., 2013; Vadhana et al., 2014),

(iii) de diminuer les risques d'extrusion de débris dans le péri-apex (De-Deus et al., 2015; Tinoco et al., 2014), (iv) de parfaire le centrage de l'instrument au sein du canal (Yared, 2008) et (v) de diminuer les risques de fêlures dentinaires (Abou El Nasr and Abd El Kader, 2014; Kansal et al., 2014).

C'est pour toutes ces raisons que ces types de mouvement seront testés au cours du développement du nouvel instrument en CuAlBe. L'AMF CuAlBe monocristallin présente une déformation maximale de transformation plus élevée que celle de l'AMF en NiTi (Entemeyer et al., 2000). Cependant, sa résistance à la rupture en torsion est moins élevée que celle d'un NiTi polycristallin. Nous commencerons donc par tester la réponse des prototypes obtenus suite à l'étude par éléments finis en rotation continue, où la torsion est majorée par le mouvement, avant de les tester en réciprocité. L'hypothèse établie au départ est que la réponse des instruments en AMF CuAlBe monocristallin devrait être meilleure en réciprocité, en raison d'un effet de vissage plus faible et donc une sollicitation en torsion moins importante.

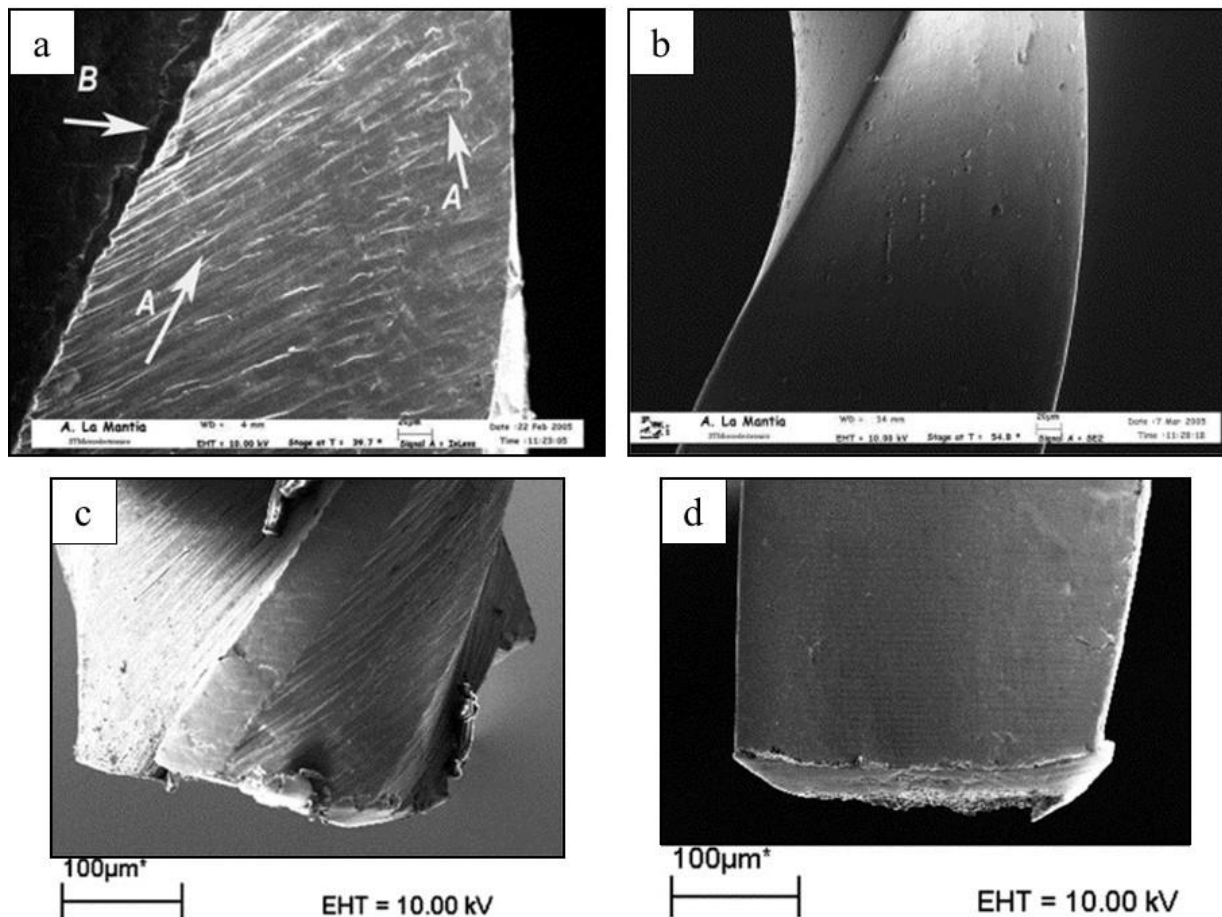
#### **1.1.4. Les procédés de fabrication des instruments en AMF**

À l'heure actuelle, le NiTi est le seul AMF à être utilisé en endodontie et des progrès significatifs ont été réalisés permettant de sans cesse repousser les limites de cet alliage. Les procédés de fabrication des instruments sont à l'origine des améliorations des propriétés mécaniques du NiTi.

Par exemple, les instruments endodontiques usinés ont tendance à moins résister à la torsion que leurs homologues torsadés. De plus, ils montrent moins de déformations visibles avant une potentielle rupture, contrairement aux instruments torsadés qui ont tendance à se détorsader (Seto et al., 1990). En effet, les procédés d'usinage sont à l'origine de stries d'usinage en surface de l'instrument constituant des zones de concentration de contraintes pouvant induire des initiations à la rupture. Ces stries d'usinage n'existent pas sur les instruments torsadés ; ces derniers résistent donc mieux à une potentielle rupture par torsion. Ainsi, les procédés de fabrication d'instruments en NiTi par torsion semblent mieux convenir aux mouvements mécanisés.

D'autres aspects sont également à considérer, plus particulièrement les traitements post-fabrication. Dans ce domaine, les traitements de surface constituent une voie de recherche très intéressante et ont permis d'augmenter significativement

les propriétés mécaniques des instruments en NiTi. Ces traitements ont pour objectif de diminuer les irrégularités de surface créées par l'usinage de l'instrument, diminuant ainsi les zones de concentration des contraintes. À l'heure actuelle, le traitement de surface de référence est l'électro-polissage, même si la littérature n'est pas unanime quant à sa réelle efficacité (Boessler et al., 2009; Herold et al., 2007). Ce procédé permettrait de réduire significativement les défauts de surface liés à l'usinage et ainsi d'augmenter significativement la résistance à la rupture des instruments endodontiques en NiTi (Anderson et al., 2007; Tripi et al., 2006) (**Figure 1.6**). Ce procédé serait à l'origine d'une diminution de l'efficacité de coupe des instruments, mais la littérature n'est pas unanime sur ce point. En revanche, il permettrait de réduire la perte d'efficacité de coupe des instruments liée à leurs cycles de stérilisation répétés. Des études complémentaires concernant ces traitements sont donc encore nécessaires afin d'améliorer les propriétés mécaniques (résistance à la rupture) et physique (efficacité de coupe) des instruments endodontiques. À ce titre, cette voie a suscité de nombreuses recherches, comme celle de Lee *et al.* décrivant l'inclusion de bore sous forme ionique pour améliorer la dureté de surface (Lee et al., 1996) et celle de Rapisarda *et al.* démontrant une augmentation de la résistance à l'usure et de l'efficacité de coupe des instruments NiTi suite à la déposition à leur surface d'un film de nitrure de titane (Rapisarda et al., 2000).



**Figure 1.6.** a : Micrographie d'un instrument ProFile® neuf, sans traitement d'électro-polissage (x380) (flèche A : défaut d'usinage ; flèche B : bord émoussé) ; b : Micrographie d'un instrument Race® neuf, avec traitement d'électro-polissage (x380) ; c : Micrographie d'un instrument ProFile® après test de fatigue cyclique montrant une augmentation des micro-cracks autour du trait de rupture ; d : Micrographie d'un instrument Race® après test de fatigue montrant une moindre présence de défauts autour du trait de rupture (Tripi et al., 2006).

Le deuxième traitement post-fabrication utilisé en endodontie est le traitement thermique. Ces traitements constituent une approche fondamentale permettant d'ajuster les températures de transformation martensitique des AMFs. La tendance actuelle consiste également en l'ajout d'autres composants modifiant ces températures et ainsi les propriétés des AMFs. Cette voie de recherche a déjà donné de nombreux résultats pour le NiTi :

- Le M-Wire (2007, Dentsply) est le résultat d'une série de traitements thermiques. Les instruments ainsi traités présentent de meilleures propriétés superélastiques et une fatigue cyclique améliorée (150-400%) par rapport aux instruments NiTi conventionnels (Elnaghy, 2014; Gao et al., 2010, 2012; Johnson et al., 2008). Leur propriété en torsion reste cependant identique (Kramkowski and Bahcall, 2009).
- En 2008, la technologie de fabrication par torsion des instruments NiTi a été introduite par SybronEndo™ avec les Twisted File®. Ces instruments subissent un traitement thermique permettant d'activer la phase-R avant l'apparition de la martensite. La phase-R correspond à une structure intermédiaire présente lors du passage de la phase austénitique à la phase martensitique pendant une transformation martensitique induite par des changements thermiques. Elle permet un plus grand degré de transformation en phase austénitique au cours de la transformation martensitique et permet ainsi d'augmenter la résistance à la rupture et la flexibilité des instruments endodontiques, en comparaison au NiTi conventionnel (Elnaghy, 2014; Gambarini et al., 2011; Hou et al., 2011; Kim et al., 2010; Lopes et al., 2013; Rodrigues et al., 2011) et au M-Wire (Elnaghy, 2014; Gambarini et al., 2011; Lopes et al., 2013).
- Enfin, le CM-Wire (2012, CS Dental™) est élaboré selon un procédé thermomécanique spécial qui contrôle la mémoire de forme du NiTi, le rendant extrêmement flexible. Ce procédé est également basé sur une augmentation de la température  $A_f$  du NiTi permettant aux instruments d'être en phase martensitique à température corporelle. Les instruments ainsi traités sont 300-800% plus résistants à la rupture et présentent une fatigue cyclique 4-9 supérieure à leurs homologues en NiTi superélastiques (Shen et al., 2011, 2012). Cependant, tout comme pour le M-Wire, aucune différence n'est relevée en termes de résistance à la torsion (Peters et al., 2012).

Ces procédés de fabrication ont donc une importance majeure sur le comportement mécanique des instruments en NiTi. Ils constitueront la dernière étape dans l'élaboration des instruments endodontiques en AMF cuivreux. Cette partie sera traitée et décrite ultérieurement et ne sera pas mentionnée dans ce travail de thèse.

### 1.1.5. Discussion

La géométrie instrumentale est certainement le paramètre qui a été le plus étudié dans la littérature endodontique. Plus l'instrument présentera une section de coupe volumineuse, plus il sera rigide et moins il sera adapté au traitement endodontique (Kim et al., 2009). Les paramètres géométriques les plus importants à considérer sont donc le diamètre de pointe (Bahia and Buono, 2005; Baumann and Roth, 1999; Chaves Craveiro de Melo et al., 2002; Haïkel et al., 1999; Pruett et al., 1997), la conicité (Sattapan et al., 2000b; Schäfer et al., 2003) et l'aspect global de la section de coupe instrumentale (Berutti et al., 2003; Kim et al., 2009; Peters et al., 2003; Schäfer and Tepel, 2001; Ullmann and Peters, 2005; Yared et al., 2003). Chaves Craveiro De Melo *et al.* ont démontré que le diamètre de pointe est le facteur influençant le plus la résistance à la fatigue des instruments endodontiques (Chaves Craveiro de Melo et al., 2002). De même, Pruett *et al.* ont montré que le nombre de cycles réalisé par une lime endodontique était inversement proportionnel à son diamètre de pointe (Pruett et al., 1997). Schäfer *et al.* ont quant à eux montré que les instruments endodontiques présentant une conicité supérieure à 4% étaient moins adaptés à la préparation apicale des racines dentaires courbes en raison de leur forte rigidité (Schäfer et al., 2003). De même, le pas influence la réponse mécanique des instruments en permettant de limiter les effets de vissage et d'aspiration incriminés dans les ruptures par torsion. Enfin, la longueur instrumentale influence également la réponse mécanique de l'instrument. Un instrument verra sa flexibilité augmenter proportionnellement avec sa longueur. En règle générale, si un paramètre géométrique d'une lime endodontique est fortement modifié, le reste de sa géométrie doit être adaptée afin de compenser cette modification. Les paramètres géométriques des instruments endodontiques sont interdépendants et permettent d'obtenir des limes tantôt plus coupantes tantôt plus flexibles en fonction des situations cliniques à traiter (Diemer and Calas, 2004). Ainsi, ces améliorations sont forcément contrebalancées par une variation géométrique globale permettant un travail optimal sans risque d'effets indésirables (vissage, rupture, etc.).



De même que pour les paramètres géométriques, la compréhension du mouvement de travail instrumental a permis d'améliorer la qualité des traitements endodontiques. Tout d'abord, l'apport de la rotation continue a amélioré et simplifié la préparation canalaire et le geste opératoire (Esposito and Cunningham, 1995; Schrader et al., 1999). La réciprocité a, quant à elle, permis de diminuer les risques de rupture instrumentale en permettant une décharge des contraintes accumulées lors du travail (Abou El Nasr and Abd El Kader, 2014; De-Deus et al., 2015; Kansal et al., 2014; Kiefner et al., 2014; Pedullà et al., 2013; Tinoco et al., 2014; Vadhana et al., 2014). Aucune étude n'a clairement établi la supériorité d'une technique par rapport à l'autre. Le choix du type de mouvement peut donc être critique dans certaines situations cliniques alors que la géométrie instrumentale et le type de matériau le seront dans d'autres.

Depuis l'avènement des AMFs en NiTi en dentisterie, les instruments endodontiques ont vu leur géométrie et leur mouvement de travail évoluer en raison d'une meilleure compréhension et connaissance de l'anatomie canalaire, des duretés dentinaires et des contraintes intra-canales. Cependant et sur le plan endodontique, aucune modification de l'alliage, autrement que par des post-traitements, n'a été réalisée. Les traitements thermiques ont permis d'optimiser les propriétés mécaniques du NiTi, mais aucune amélioration d'ordre biologique n'a été effectuée. Cependant, nous savons depuis longtemps que la non élimination de la flore bactérienne intra-canalaire est une des causes majeures d'échec endodontique (Kakehashi et al., 1965). Un instrument endodontique présentant à la fois des propriétés mécaniques superélastiques et antimicrobiennes pourrait permettre d'accroître ce taux de succès. Les AMFs monocristallins à base cuivre comme le CuAlBe pourraient présenter ces deux propriétés combinées. Ces derniers mettent en avant des propriétés superélastiques meilleures que le NiTi (Šittner et al., 2003) et pourraient présenter des propriétés antimicrobiennes en raison de leur fort taux de cuivre sur des pathogènes hautement responsables d'échecs endodontiques tels que *E. faecalis* et *C. albicans* (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012; Warnes and Keevil, 2011). Dans ce contexte, nous allons à présent étudier la littérature quant aux propriétés antimicrobiennes des alliages cuivreux.

## 1.2. Propriétés antimicrobiennes du cuivre

L'intérêt de ce travail bibliographique était, d'une part, de mettre en évidence les principaux paramètres permettant d'optimiser les propriétés antimicrobiennes du cuivre et, d'autre part, de montrer que l'application de la plupart de ces paramètres était possible en endodontie. Cette partie étaié les divers aspects des propriétés antibactériennes et antifongiques du cuivre retrouvés dans la littérature (Vincent et al., 2016).

### 1.2.1. Brefs rappels historiques

Depuis toujours les grandes civilisations antiques ont utilisé le cuivre et ses composés pour leur hygiène quotidienne ainsi que dans le traitement de nombreuses maladies et affections telles que les maladies bucco-dentaires (Dollwet and Sorenson, 1985). Les intérêts portés aux agents antimicrobiens tel que le cuivre se sont multipliés vers la fin des années 1980-90 en raison de l'émergence de bactéries multirésistantes aux antibiotiques conventionnels. Depuis, de nombreuses études cliniques ont démontré que des surfaces contenant au moins 55% à 70% de cuivre permettaient l'élimination rapide de nombreux micro-organismes pathogènes tels que des bactéries (entre autres *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Enterococcus faecalis*), des champignons tels que *Candida albicans* et des virus comme les virus grippaux et le virus de l'immunodéficience humaine (VIH) (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012; Warnes and Keevil, 2011). En 2008, l'agence américaine de protection environnementale (EPA) a référencé environ 300 alliages de cuivre comme agents antimicrobiens pouvant lutter efficacement contre la prolifération des bactéries responsables d'infections potentiellement mortelles (<http://www.epa.gov/pesticides/factsheets/copper-alloy-products.htm>). Aujourd'hui, de nombreuses recherches quant aux propriétés antimicrobiennes du cuivre sont menées et tendent à démontrer l'intérêt de son utilisation en santé publique. Ses applications sont vastes et s'étendent des chantiers de construction, comme par exemple pour le traitement de l'eau (Cervantes et al., 2013; Kishida et al., 2013; Lu et al., 2013), le chauffage et la ventilation (Schmidt et al., 2012a; Weaver et al., 2010), à la lutte anti-infectieuse dans les hôpitaux (Casey et al., 2010; Gosau et al., 2010, 2013; Gould et al., 2009; Karpanen et al., 2012; Klinkajon and Supaphol, 2014; Lazary et al., 2014; Marais et al., 2010; Mikolay et al., 2010; Monk et al., 2014; Prado J et al., 2013; Rai et

al., 2012; Salgado et al., 2013; Schmidt et al., 2012b, 2013; Teli and Sheikh, 2013; Varghese et al., 2013). Concernant plus spécifiquement le domaine dentaire, sa seule application à visée antimicrobienne est faite au travers des amalgames dentaires (Morrier et al., 1998).

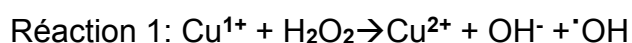
Cette partie se concentre sur les données actuelles concernant les propriétés antibactériennes et antifongiques du cuivre. Nous traiterons l'activité antimicrobienne du cuivre sous sa forme solide, laissant volontairement de côté sa forme particulaire ; cette dernière n'intéresse pas notre travail au sujet d'un instrument endodontique, assimilé à une surface de cuivre.

### 1.2.2. Activité antibactérienne du cuivre

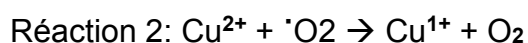
En 2008, l'EPA reconnaît la capacité du cuivre et des alliages cuivreux à éliminer 99,9% des bactéries pathogènes en deux heures. L'effet bactéricide du cuivre, connu sous le nom de « *contact killing* », permet une élimination bactérienne de 7 à 8 log par heure. De plus, aucun micro-organisme testé ne survit après une incubation prolongée sur une surface de cuivre (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012). Cependant, le mécanisme de « *contact killing* » n'est pas encore clairement établi et aucune étude ne le décrit avec certitude.

Les études suggèrent que le point de départ du « *contact killing* » serait lié à la dissolution d'ions cuivreux en surface du cuivre causant par la suite des altérations membranaires au niveau cellulaire (Espírito Santo et al., 2011, 2012; Grass et al., 2011; Hong et al., 2012; Molteni et al., 2010; Speer et al., 2013; Warnes et al., 2012).

Suite à ces dégradations membranaires, les ions cuivre libérés peuvent alors pénétrer dans la cellule. L'augmentation de la quantité intrinsèque de cuivre provoque rapidement un stress oxydatif important mis en évidence par des cycles redox entre les différentes espèces d'ions cuivreux : Cu natif, Cu(I) et Cu(II) (Applerot et al., 2012; Espírito Santo et al., 2011; Li et al., 2013; Pramanik et al., 2012). Dans des conditions aérobies, le potentiel d'oxydo-réduction permet la production par le cuivre de radicaux hydroxyles selon les réactions de Haber-Weiss et Fenton (**Éq 1.1**) (Liochev and Fridovich, 2002).



**Éq 1.1**



La libération de ROS (*Reactive Oxygen Species*) conduit à des dommages sur les lipides, les protéines et les acides nucléiques cellulaires et entraîne finalement la destruction de tout matériel génétique. Les différentes étapes du « *contact killing* » serait donc (i) la dégradation membranaire, (ii) la pénétration d'ions cuivre, (iii) un stress oxydatif intracellulaire puis (iv) la dégradation de l'ADN (acide désoxyribonucléique) (Espírito Santo et al., 2012; Pramanik et al., 2012; Tian et al., 2012). Toutes ces données sont en accord avec les revues de Grass et al. et de Prado et al. qui suggèrent la même hypothèse de mécanisme du « *contact killing* » (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012).

Cependant, le mécanisme moléculaire exact du « *contact killing* » reste controversé. D'autres études ont montré une mort cellulaire par arrêt de la respiration cellulaire et dommage de l'ADN, sans toutefois porter préalablement atteinte aux membranes cellulaires (Weaver et al., 2010). Les mêmes résultats ont été obtenus par Warnes et al. sur *Enterococcus faecalis* (ATCC 51 299) et *Enterococcus faecium* (NCTC 12202) résistants à la vancomycine (VRE) et ce dans les mêmes conditions expérimentales (Warnes and Keevil, 2011; Warnes et al., 2010). Ces études ont permis de prouver que les dommages membranaires ne pouvaient pas être considérés comme un mécanisme universel et unique du « *contact killing* ». Une seconde hypothèse a alors été proposée où l'efficacité antimicrobienne du cuivre était corrélée à la libération d'ions cuivreux et où la production de ROS était liée à l'arrêt de la respiration cellulaire et à la dégradation de l'ADN dans les premières étapes de la mort cellulaire.

À ce jour, la plupart des mécanismes antibactériens du cuivre sont connus mais de nombreux points doivent encore être clarifiés. Les études ne sont pas unanimes sur le déroulement exact du « *contact killing* » et sur ses répercussions, mais toutes, en conformité avec les critères de l'EPA, montrent une puissante action antibactérienne du cuivre. De plus, il est intéressant de noter que quelle que soit l'hypothèse retenue, la libération d'ion cuivre est indispensable.

### **1.2.3. Activité antifongique du cuivre**

L'activité antifongique du cuivre a également été décrite. La littérature, plus pauvre à ce sujet, montre un mécanisme antifongique de « *contact killing* » similaire au mécanisme antibactérien.

Une récente étude a démontré une activité antifongique du cuivre sur de nombreux agents pathogènes tel que *Candida albicans*, connu pour être le pathogène fongique hospitalier le plus important (Usman et al., 2013). De plus, il fait partie des pathogènes multirésistants responsables d'échecs endodontiques. Les études montrent également que la membrane cellulaire est la première cible, entraînant rapidement un important stress oxydatif intracellulaire (Quaranta et al., 2011).

Sur le plan endodontique, l'application de l'activité antibactérienne et antifongique du cuivre pourrait donc se faire dans un même temps opératoire.

#### **1.2.4. Conditions nécessaires à l'optimisation de l'activité antimicrobienne du cuivre**

Comme nous l'avons précédemment décrit, le cuivre est un puissant agent antimicrobien auquel aucun microorganisme ne résiste. Cependant, plusieurs conditions doivent être considérées pour potentialiser son activité antimicrobienne :

1. Température et humidité : Ojeil et al. ont testé l'activité antimicrobienne du cuivre en fonction de la température, de l'humidité relative ambiante et de l'encrassement des surfaces, en accord avec le protocole JIS Z 2801 modifié (Ojeil et al., 2013). Ils ont montré que l'activité antimicrobienne des alliages de cuivre était plus efficace à 37°C et 100% d'humidité relative (paramètres utilisés reflétant la norme ISO 22196:2011), montrant une réduction supérieure à 4 log<sub>10</sub> après 30 minutes, qu'à 20°C et 50% d'humidité relative ou 20°C et 40% d'humidité relative (paramètres reflétant les conditions hospitalières), pour lesquels 60 minutes étaient nécessaires pour obtenir un résultat du même ordre de grandeur. Cette étude met en évidence l'efficacité du « *contact killing* » dans des conditions de haute température et d'humidité élevée. Ces conclusions sur ces conditions d'optimisation de l'activité antimicrobienne du cuivre sont en accord avec d'autres études publiées antérieurement (Elguindi et al., 2009; Faúndez et al., 2004; Michels et al., 2009; Noyce et al., 2006; Quaranta et al., 2011; Wilks et al., 2005). Cette étude met également en évidence les limites de l'utilisation du cuivre comme surface antimicrobienne ; les conditions optimales de cette étude (37°C et 100% d'humidité relative) ne sont pas compatibles avec l'environnement hospitalier. Cependant, les conditions bucco-dentaires (34°C et milieu proche de la saturation en humidité) se

rapprochent grandement de ces paramètres optimaux, confortant l'idée d'une bonne efficacité antimicrobienne d'un instrument endodontique cuivreux.

2. Application humide ou sèche : En parallèle, les modes d'applications de micro-organismes sur les surfaces de cuivre sont très importants à considérer. Elguindi et al. ont montré que *Cronobacter spp* était tué en 10 minutes lorsqu'il était sur un alliage de cuivre (99.9%) maintenu humide et en moins de 1 minute sur un alliage de cuivre (99.9%) sec (Elguindi et al., 2012). Les souches résistantes de *Salmonella typhimurium* (DT193 S9, DT120 S19 et DT66 S20) n'ont survécu que 10 à 15 minutes lors d'une incubation en milieu sec contre 30 minutes à 2 heures lors d'une incubation en milieu humide (Zhu et al., 2012). Ces études sont cohérentes avec les résultats antérieurs obtenus dans d'autres études (Grass et al., 2011; Warnes and Keevil, 2011). En condition sèche, l'activité antimicrobienne du cuivre se fait en quelques minutes alors que plusieurs heures sont nécessaires en conditions humides, ce qui soulève des questions intéressantes sur les mécanismes du « *contact killing* ». Cependant, la plupart des microorganismes tels que *Salmonella* ne survivent pas au processus de séchage, de façon indépendante à la surface testée. Ainsi, mettre en évidence l'efficacité d'une surface antimicrobienne lorsque ces micro-organismes sont séchés à la surface de cette dernière apparaît très difficile. Des études supplémentaires avec des protocoles et des contrôles appropriés sont donc encore nécessaires pour confirmer ces résultats.
  
3. Concentration de cuivre : Toutes les études mentionnées ici montrent une meilleure efficacité antimicrobienne pour des concentrations en cuivre supérieures ou égales à 55%. Systématiquement, les études utilisant des coupons de cuivre C11000 (99,9% Cu) montrent une meilleure action antimicrobienne avec en général une élimination complète et rapide des agents pathogènes testés. Plus la concentration en cuivre est élevée et plus son action antimicrobienne est rapide et efficace (Elguindi et al., 2009; Pandiyarajan et al., 2013; Souli et al., 2013; Wilks et al., 2005; Zhu et al., 2012). Dans notre cas, le CuAlBe monocristallin est composé à plus de 87%

de cuivre et apparaît à ce titre comme un alliage présentant un fort potentiel antimicrobien.

4. Taille des éléments antimicrobiens : Cette propriété est à prendre en compte uniquement pour la forme particulière du cuivre. Plus la taille particulière est petite et plus l'activité antibactérienne est élevée en raison d'une pénétration bactérienne plus aisée (Applerot et al., 2012; Azam et al., 2012; Thekkae Padil and Černík, 2013; Wiegand et al., 2008).
  
5. Type de contact : La libération d'ion cuivre est un élément clé dans le processus du « *contact killing* », mais qu'en est-il du contact intime entre bactéries et cuivre ? Lorsque la surface de cuivre est recouverte par un réseau de polymère inerte, pour éviter tout contact direct entre *Enterococcus hirae* et le cuivre, il n'y a pas de réduction de libération ionique en cuivre. En revanche, la mort bactérienne est plus faible. De même, lorsque des cellules de *E. hirae* ont été exposées à des surfaces de fer, la perte de viabilité cellulaire était la même que sur le verre. Toutefois, l'ajout de 4 mM de  $\text{CuSO}_4$  sur ces surfaces de fer permettait une mort cellulaire complète en 100 minutes (Mathews et al., 2013). Cette étude montre que le contact direct bactéries / cuivre cause des dommages cellulaires importants, expliqués principalement par une meilleure diffusion des ions cuivre au niveau de la membrane cellulaire.
  
6. Forme du cuivre : Plusieurs études ont montré que la libération d'ions cuivre, corrélée à son efficacité antibactérienne, était plus importante pour le cuivre pur, suivie par les nanoparticules  $\text{Cu}_2\text{O}$  et  $\text{CuO}$  (Giannousi et al., 2014; Hans et al., 2013). Ces études récentes nous permettent d'affirmer que l'effet antimicrobien du cuivre est directement lié à ses formes d'oxydation. Plus le degré d'oxydation du cuivre est important et plus son potentiel antimicrobien est important. De plus, ces études montrent une meilleure efficacité antimicrobienne du cuivre sous sa forme solide, en comparaison à ses formes particulières. Ces résultats ont été suggérés lors d'une précédente étude réalisée par des membres de notre équipe (Hartemann et al., 1995). Cette donnée nous intéresse également car elle est parfaitement compatible

avec nos conditions expérimentales de développement d'instruments endodontiques solides.

7. Mode de préparation : La surface de cuivre doit être aussi propre que possible pour éviter de créer des perturbations dans la libération des ions cuivre et empêcher une chélation éventuelle de ces ions par contamination, induisant ainsi une réduction de l'efficacité antimicrobienne (Warnes and Keevil, 2011; Zhu et al., 2012). Elguindi et al. ont amené une nouvelle variable à l'efficacité antimicrobienne du cuivre : le procédé de préparation du cuivre (Elguindi et al., 2011). Ils ont déterminé qu'une surface de cuivre traitée contre la corrosion permettait une survie prolongée des bactéries résistantes (*E. coli* et *E. faecium*) placées à sa surface. Ils ont conclu que les traitements anticorrosion diminuaient la libération des ions cuivre provoquant une diminution de l'action antimicrobienne. Champagne et Helfritsch ont comparé l'efficacité antimicrobienne de trois surfaces sur lesquelles le cuivre avait été déposé par jet de plasma, pulvérisation à l'arc et pulvérisation à froid. Après une inoculation de 2 heures avec des *S. aureus* multirésistants, le procédé de dépôt par pulvérisation à froid présentait une meilleure efficacité antimicrobienne que les deux autres procédés, grâce à une meilleure diffusion des ions, essentielle pour l'activité antimicrobienne (Champagne and Helfritsch, 2013). À ce jour, la plupart des études utilise seulement de l'acétone et de l'éthanol pour nettoyer et dégraisser les surfaces. Des études sont encore nécessaires pour développer un protocole de nettoyage permettant de ne pas diminuer le taux de diffusion ionique et de potentialiser les propriétés antimicrobiennes du cuivre. De même, les procédés de stérilisation en cabinet dentaire devront être testés afin de s'assurer du maintien de cette activité antimicrobienne. Effectivement, il est nécessaire de s'assurer qu'un cycle de stérilisation dentaire standard (134°C pendant 18 minutes) n'entraînerait pas une oxydation trop importante du matériau aboutissant à une diminution significative de son potentiel antimicrobien. Dans le cas contraire, l'orientation vers un instrument à usage unique devra être envisagée.



8. Type de support : les solutions tampons jouent un rôle important dans la libération d'ions cuivre, et donc dans l'activité antimicrobienne du cuivre. Molteni *et al.* ont montré que l'application de bactéries sur des surfaces de cuivre dans des tampons Tris-Cl améliorerait le « *contact killing* » par une libération d'ions cuivre plus élevée (Molteni *et al.*, 2010). Hans *et al.* ont également montré que le tampon Tris-Cl induisait une libération 10 à 50 fois plus rapide en ions cuivre par rapport à un tampon phosphate (PBS) (Hans *et al.*, 2013). Ainsi, l'environnement dans lequel se trouve le cuivre joue un rôle crucial dans son mécanisme de « *contact killing* ». Une solution dérivée d'un tampon Tris-Cl pourrait permettre une libération intra-canaire d'ions cuivreux. D'autres études sont néanmoins encore nécessaires pour déterminer quels milieux seront les meilleurs en termes de libération ionique, notamment dans un contexte de traitement endodontique.

Les conditions cliniques d'utilisation d'un instrument endodontique permettent de regrouper la majeure partie des conditions énumérées. Ainsi, le CuAlBe monocristallin pourrait exprimer, lors d'une utilisation endodontique, un potentiel antimicrobien majoré. Néanmoins, nous devons également tenir compte d'autres éléments, tels que la méthode de préparation, les types de support, les souches testées, les milieux d'action, les différents matériaux et méthodes utilisées ainsi que l'opérateur lui-même afin d'être exhaustif. Des études complémentaires, certes complexes, prenant en considération l'ensemble de ces conditions en les faisant varier une à une, sont encore à réaliser afin de déterminer les conditions paramétriques idéales pour l'utilisation d'un instrument en AMF à base cuivre en endodontie.

#### **1.2.5. Explication de l'homéostasie cellulaire concernant le cuivre**

Pour résister, les bactéries doivent être en mesure de s'adapter rapidement à leur environnement. Face à des microorganismes, le corps humain se défend en utilisant les mécanismes du système immunitaire inné, comme la production de ROS. Plusieurs études suggèrent que notre immunité innée utilise des concentrations de cuivre élevées comme agent toxique contre les bactéries indésirables (Ballou and Wilson, 2016; Besold *et al.*, 2016) et, qu'en réponse, les bactéries activent des voies d'homéostasie pour augmenter leur résistance au cuivre. Le contrôle de l'homéostasie du cuivre agit donc essentiellement comme un système de défense pour les bactéries pathogènes.

En général, les bactéries utilisent des mécanismes spécifiques de défense induite au cuivre pour résister au « *contact killing* ». Les trois mécanismes de régulation transcriptionnelle (intra-cytoplasmiques ou périplasmiques) les plus rencontrés sont :

- (i) l'exportation de cuivre dans le milieu extracellulaire avec des « *copper-ATPase export* » ;
- (ii) la séquestration de cuivre avec des « *copper-binding metal chaperones* » ;
- (iii) la production d'ions cuivre sous la forme Cu(II), moins toxique, par oxydation.

Il a été montré que ces mécanismes de défense, principalement représentés par des pompes ATPases, étaient plus fortement exprimés chez les micro-organismes en contact avec des environnements riches en cuivre (Besaury et al., 2013). En plus de ces régulateurs transcriptionnels de l'homéostasie du cuivre, des régulateurs de l'homéostasie à des niveaux post-transcriptionnel et post-translationnel ont récemment été découverts (Rademacher et al., 2012).

L'homéostasie du cuivre joue donc un rôle crucial dans la résistance au cuivre et dans la virulence des bactéries. Cependant, à ce jour et à notre connaissance, il n'a jamais été découvert de véritable mécanisme de résistance au cuivre mais seulement des systèmes pour améliorer la tolérance à ce dernier. Les bactéries qui y sont exposées parviennent à survivre plus longtemps, mais meurent systématiquement à plus ou moins court terme. Cette absence de véritable résistance est probablement due à la dégradation de l'ADN lors du « *contact killing* » et à sa rapidité de mise en œuvre empêchant ainsi les divisions cellulaires lors du « *contact killing* » et donc également une éventuelle transmission de résistance (Grass et al., 2011). Une solution antimicrobienne à base de cuivre pourrait donc permettre une élimination des bactéries multirésistantes responsables des échecs endodontiques, puisque non éliminées par les moyens de désinfection endodontique actuels.

#### **1.2.6. Toxicité du cuivre**

Le cuivre est un oligo-élément essentiel pour la vie et son homéostasie cellulaire est strictement régulée (Festa and Thiele, 2011). En effet, le cuivre peut s'avérer toxique en cas d'excès. Cette toxicité est principalement due à ses hauts potentiels redox générant des radicaux hydroxyles hautement réactifs qui peuvent endommager

les protéines et les lipides membranaires ainsi que les acides nucléiques (Jomova et al., 2012). Le cuivre peut également interagir avec les protéines et les enzymes impliquées dans le maintien de la stabilité du génome (Schwerdtle et al., 2007). Concernant la toxicité du cuivre, de nombreux éléments comme la taille, la morphologie, la surface, la cristallinité, la composition élémentaire ou encore la solubilité du cuivre sont à considérer (Sayes and Warheit, 2009).

La plupart des études concernant la toxicité du cuivre est en relation avec ses diverses formes particulières, plus aptes à pénétrer les membranes bactériennes de par leur petite taille, et met en exergue un manque de données à ce sujet. En ce qui concerne les surfaces de cuivre, de faible pourcentage de cuivre (4,5%) n'entraînerait pas de toxicité (Chai et al., 2011). Néanmoins, Faundez *et al.* ont étudié l'absorption de cuivre dans de la viande exposée à une surface cuivreuse (Faúndez et al., 2004). Ils ont montré que l'absorption de cuivre avait tendance à atteindre une valeur maximale d'environ 2,5 mg de cuivre / 100 g de viande. L'apport nutritionnel recommandé pour le cuivre est de 0,9 mg pour les adultes, donc cette absorption excessive de cuivre est un facteur limitant à prendre en compte pour éviter une toxicité potentielle. Cependant, aucune étude sur cette potentielle toxicité lors d'un contact répété avec des surfaces n'a été réalisée. Des recherches sont donc encore nécessaires afin de déterminer où se trouvent les limites d'une utilisation antimicrobienne bénéfique du cuivre sans risque pour la santé.

L'environnement canalaire d'une dent dépulpée est un milieu à parois minérales relativement isolé du reste de l'organisme et dans lequel le système immunitaire n'opère pas. Il est cependant indispensable de réaliser des tests de cyto- et géotoxicité du CuAlBe monocristallin. Effectivement, une rupture instrumentale au-delà de l'apex physiologique de la dent induirait la présence d'un fragment de CuAlBe monocristallin dans des tissus vivants. Il est donc indispensable de prendre en considération ce genre d'erreur peropératoire.

### **1.2.7. Discussion**

Les propriétés antimicrobiennes des surfaces de cuivre dans la lutte contre les infections nosocomiales sont désormais clairement établies. De nombreux alliages de cuivre ont été testés dans ce contexte et des études sont encore nécessaires pour déterminer l'association optimale entre environnement d'utilisation et forme du cuivre.

Nous savons que certaines conditions sont favorables à l'utilisation du cuivre comme agent antimicrobien : haute température, humidité élevée, contact des pathogènes sur une surface sèche et propre, forte concentration, taille particulière nanométrique, contact direct microorganisme / cuivre et formes oxydées. Il serait nécessaire de mener des études prenant en compte l'ensemble de ces paramètres intrinsèques, mais également l'ensemble des paramètres extrinsèques, tels que les méthodes de préparation du cuivre ou les actes opérateurs dépendants.

Au vu de l'ensemble de ces données, la perspective d'un instrument endodontique à base de cuivre est très prometteuse. Un tel instrument, en plus de ses propriétés superélastiques remarquables, serait capable dans des conditions bien données de réaliser une désinfection canalaire dans le même temps que la préparation mécanique du canal. Les intérêts seraient une efficacité antimicrobienne bien supérieure aux moyens de désinfection actuels et un gain de temps considérable pour la réalisation du geste opératoire. Cependant, des études sont encore à réaliser, notamment en termes de toxicité vis-à-vis d'un tel produit.

# 2

## Analyses par éléments finis de la réponse en flexion / torsion d'instruments endodontiques en alliage à mémoire de forme cuivreux

### Sommaire

---

2.1. Objectif .....	44
2.2. Matériels et méthodes .....	45
2.2.1. Paramètres matériaux .....	45
2.2.1.1 Modélisation du comportement thermomécanique des AMFs .....	45
2.2.1.2. Identification des paramètres matériaux .....	48
2.2.2. Modélisation géométrique et analyse par éléments finis .....	51
2.2.3. Tests en flexion / torsion .....	52
2.2.4. Tests en flexion / torsion selon la norme ISO 3630-1:2008 modifiée .....	54
2.2.5. Choix de la taille du maillage .....	55
2.3. Résultats .....	56
2.3.1. Le pas .....	58
2.3.2. La conicité .....	59
2.3.3. Diamètre de pointe .....	59
2.3.4. Longueur de lame active .....	59
2.3.5. Géométries optimales en flexion / torsion .....	60
2.4. Discussion .....	66
2.5. Conclusions et perspectives .....	68

---

## **2. Analyses par éléments finis de la réponse en flexion / torsion d'instruments endodontiques en alliage à mémoire de forme cuivreux**

Les résultats éléments finis présentés dans ce chapitre sont issus des travaux réalisés par Mr Saifeddine Bel Haj Khalifa dans le cadre de son stage de fin d'études d'ingénieur.

### **2.1. Objectif**

L'objectif de cette étude est d'établir une conception adaptée pour un nouvel instrument endodontique en AMF monocristallin à base cuivre par la méthode des éléments finis. L'utilisation d'un tel matériau en endodontie apporterait :

- Une meilleure réponse des limes endodontiques vis-à-vis du ratio flexibilité / résistance. En effet, les AMFs monocristallins en CuAlBe présentent de meilleures propriétés superélastiques que les AMFs en NiTi (Entemeyer et al., 2000). Contrairement aux AMFs polycristallins, une seule variante de martensite est activée dans les AMFs monocristallins. Cette variante est orientée par la direction de la contrainte. De ce fait, l'absence d'interactions entre les grains et les variantes à l'intérieur du grain permet d'aboutir à une déformation de transformation maximale plus élevée pouvant atteindre jusqu'à 12% (Gautier and Patoor, 1997; Otsuka et al., 1976).
- Un comportement antimicrobien, contrairement aux AMFs en NiTi en raison de sa composition en cuivre supérieure à 85% (Wasmer et al., 2009). En effet, l'AMF CuAlBe fait partie des alliages cuivreux présentant des propriétés antimicrobiennes (EPA, 2008). Cette activité antimicrobienne est d'autant plus intéressante qu'elle concerne des pathogènes résistants hautement incriminés dans les échecs endodontiques (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012; Warnes and Keevil, 2011). De plus, cette activité antimicrobienne est en parfaite adéquation avec la durée d'un traitement canalair.

C'est dans ce contexte tout particulier qu'il a été décidé d'entreprendre cette étude pilote par éléments finis. Premièrement, les paramètres matériaux des AMFs monocristallin à base cuivre et en NiTi polycristallin ont été identifiés et validés à l'aide d'essais de traction à température ambiante et d'essais de calorimétrie (DSC). Après l'élaboration d'un modèle géométrique paramétré de la lime endodontique, les

analyses par éléments finis ont été réalisées en faisant varier un à un les différents paramètres géométriques caractéristiques de la lime. La loi décrivant le comportement thermomécanique non linéaire des AMFs en CuAlBe monocristallin et en NiTi polycristallin est issue des travaux de thèses de Y. Chemisky et A. Duval (Chemisky et al., 2011). Après analyse des résultats, trois jeux de paramètres géométriques optimaux ont été retenus, fabriqués par MICRO-MEGA® et testés à leur tour en flexion / torsion.

## 2.2. Matériels et méthodes

### 2.2.1. Paramètres matériaux

#### 2.2.1.1 Modélisation du comportement thermomécanique des AMFs

Le modèle de comportement thermomécanique utilisé dans cette étude a été développé dans le cadre des thèses de Y. Chemisky et A. Duval (Chemisky et al., 2011). Ce modèle est issu d'une formulation thermodynamique décrivant les effets de la transformation de phase austénite-martensite, de réorientation de martensite et d'accommodation de macles au niveau de la martensite auto-accommodée. Il présente deux variables scalaires (fractions volumiques de toute la martensite et de la partie orientée de la martensite) et deux variables tensorielles (orientations moyennes des déformations de transformation et d'accommodation des macles au niveau de la martensite auto-accommodée). En considérant les déformations induites par transformation et par accommodation des macles et les déformations élastique et thermique, supposées identiques dans les phases martensitique et austénitique, et en supposant un champ de température uniforme au niveau du Volume Élémentaire Représentatif (VER), la déformation totale peut être décomposée de la façon suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^e + \boldsymbol{\varepsilon}^{th} + \boldsymbol{\varepsilon}^T + \boldsymbol{\varepsilon}^{twin} \quad (\text{Éq 2.1})$$

Où  $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ ,  $\boldsymbol{\varepsilon}^{th}$ ,  $\boldsymbol{\varepsilon}^T$ ,  $\boldsymbol{\varepsilon}^{twin}$  correspondent respectivement aux déformations élastique et thermique, à la déformation de transformation et la déformation due à l'accommodation des macles au niveau de la martensite auto-accommodée.

La déformation de transformation est déterminée par la moyenne de la déformation de transformation locale sur le VER. Elle peut alors être exprimée comme une fonction de la fraction volumique de martensite  $f$  et de la déformation de transformation moyenne  $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T$  de la façon suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^T = \frac{1}{V} \int_V \boldsymbol{\varepsilon}^T(r) dV = \frac{V_M}{V} \frac{1}{V_M} \int_{V_M} \boldsymbol{\varepsilon}^T(r) dV = f \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T \quad (\text{Éq 2.2})$$

La déformation résultant de l'accommodation des macles est déterminée par la moyenne de la déformation locale des macles sur le VER. Elle peut être exprimée comme une fonction de la fraction volumique de la martensite auto-accommodée  $f^{FA}$  et de la déformation d'accommodation moyenne des macles  $\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin}$  de la façon suivante :

$$\boldsymbol{\varepsilon}^{twin} = \frac{1}{V} \int_V \boldsymbol{\varepsilon}^{twin}(r) dV = \frac{V_M^{FA}}{V} \frac{1}{V_M^{FA}} \int_{V_M^{FA}} \boldsymbol{\varepsilon}^{twin}(r) dV = f^{FA} \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} \quad (\text{Éq 2.3})$$

En considérant les équations (2.2) et (2.3) et la relation entre contraintes et déformations élastiques, l'équation (2.1) donne :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{S} : \boldsymbol{\sigma} + \boldsymbol{\alpha}(T - T_{ref})\boldsymbol{\delta} + f\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T + f^{FA}\bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} \quad (\text{Éq 2.4})$$

Où  $\boldsymbol{S}$ ,  $\boldsymbol{\sigma}$ ,  $\boldsymbol{\alpha}$ ,  $\boldsymbol{\delta}$ ,  $T$  et  $T_{ref}$  sont, respectivement, le tenseur des souplesses supposé isotrope et identique pour les phases d'austénite et de martensite, le tenseur de contrainte moyenne sur le VER, le coefficient de dilatation thermique supposée isotrope, la fonction Kronecker et les températures ambiante et de référence.

Le premier principe de la thermodynamique combiné à la précédente décomposition de la déformation aboutit à l'expression suivante de l'énergie libre de Gibbs, après quelques développements détaillés dans Chemisky *et al.* (Chemisky et al., 2011) :

$$\begin{aligned} G = & U^A - TS^A + B(T - T_0)f - \frac{1}{2} \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{S} : \boldsymbol{\sigma} - \boldsymbol{\sigma} : \boldsymbol{\alpha}(T - T_{ref}) - \boldsymbol{\sigma} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T f - & (\text{Éq 2.5}) \\ & \boldsymbol{\sigma} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} f^{FA} + \frac{1}{2} H_f f^2 + \frac{1}{2} f H_\varepsilon \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^T + \\ & \frac{1}{2} f^{FA} H_{twin} \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} : \bar{\boldsymbol{\varepsilon}}^{twin} + C_v \left[ (T - T_0) - T \log \frac{T}{T_0} \right] \end{aligned}$$

Cette énergie libre de Gibbs comprend les contributions chimiques et mécaniques, l'interaction entre les variantes de martensite et les interactions entre les grains.  $U^A, S^A, B, T_0, H_f, H_\varepsilon, H_{twin}$  et  $C_v$  sont, respectivement, l'énergie interne et l'entropie de la phase austénitique, la différence entre les entropies de l'austénite et de la martensite liée à la pente contrainte-température des limites de transformation, la température d'équilibre thermodynamique entre les phases austénitique et



martensitique, le coefficient de pseudo-écrouissage induit par la transformation de phase, les deux paramètres matériau décrivant les interactions (liés aux incompatibilités relatives à la transformation de phase et d'accommodation des macles) et le coefficient de chaleur latente de transformation.

L'application du second principe de la thermodynamique amène à l'expression suivante de l'inégalité de Clausius-Duhem dépendant de l'expression de l'énergie libre de Gibbs et définie par l'équation **(2.5)** :

$$-\frac{\partial G}{\partial \sigma} : \dot{\sigma} - \frac{\partial G}{\partial T} : \dot{T} - \frac{\partial G}{\partial V_k} : \dot{V}_k - \dot{\sigma} : \varepsilon - \vec{q} \cdot \frac{\overrightarrow{\text{grad}T}}{T} \geq 0 \quad (\text{Éq 2.6})$$

Dans cette équation, l'énergie libre de Gibbs est exprimée en fonction des variables d'état  $(\sigma, T)$  et internes  $(V_k=f, f^{FA}, \bar{\varepsilon}^T \text{ and } \bar{\varepsilon}^{twin})$  et des constantes matériaux. À partir de cette expression, il est possible de dériver l'expression des forces motrices en relation avec les variables d'état et internes.

Ici, seules les forces motrices correspondant aux processus dissipatifs sont données. L'expression des autres forces motrices est détaillée dans Chemisky *et al.* (Chemisky et al., 2011).  $\sigma^d$  est le tenseur de contrainte déviatorique.

$$A_f = \frac{\partial G}{\partial f} = B(T - T_0)f - \sigma : \bar{\varepsilon}^T - f^{FA} \sigma : \bar{\varepsilon}^{twin} + \quad (\text{Éq 2.7})$$

$$\frac{1}{2} H_\varepsilon \bar{\varepsilon}^T : \bar{\varepsilon}^T + \frac{1}{2} H_f f + \frac{1}{2} H_{twin} \bar{\varepsilon}^{twin} : \bar{\varepsilon}^{twin}$$

$$A_{\bar{\varepsilon}^T} = \frac{\partial G}{\partial \bar{\varepsilon}^T} = -f \sigma^d + f H_\varepsilon \bar{\varepsilon}^T \quad (\text{Éq 2.8})$$

$$A_{\bar{\varepsilon}^{twin}} = \frac{\partial G}{\partial \bar{\varepsilon}^{twin}} = -f^{FA} \sigma^d + f^{FA} H_{twin} \bar{\varepsilon}^{twin} \quad (\text{Éq 2.9})$$

Afin de tenir compte des propriétés d'hystérésis de la transformation de phase martensitique et de réorientation, des forces critiques sont attribuées à chacune de ces trois forces motrices conduisant aux critères de transformation de phase, d'orientation et d'accommodation des macles permettant l'élaboration du diagramme de transformation de phase **(Figure 1.2)**. A partir de ces critères et de leur évolution, l'activation des mécanismes (la transformation de phase, l'orientation de la martensite et l'accommodation des macles) et les lois d'évolution des variables internes sont déduites en admettant la condition de cohérence. Une loi spécifique d'évolution dépendante de  $f$  est adoptée pour  $f^{FA}$  :

$$\dot{f}^{FA} = \xi^{FA} \dot{f} \begin{cases} \xi^{FA} = \frac{\varepsilon_{SAT}^T - \bar{\varepsilon}_{eq}^T}{\varepsilon_{SAT}^T}, si \dot{f} > 0 \\ \xi^{FA} = \frac{f_r^{FA}}{f_r}, si \dot{f} < 0 \end{cases} \quad (\text{Éq 2.10})$$

Où  $\varepsilon_{SAT}^T$ ,  $\bar{\varepsilon}_{eq}^T$ ,  $f_r$ ,  $f_r^{FA}$  sont respectivement, un paramètre matériau caractérisant la déformation de transformation maximale, la déformation de transformation moyenne équivalente de von Mises et les fractions volumiques de martensite et de martensite auto-accommodée au cours de la transformation inverse.

Ce modèle de comportement prend en compte la dissymétrie entre la tension et la compression en considérant que la déformation de transformation moyenne maximale dépend des deuxième et troisième invariants du tenseur des contraintes. Toutes les spécificités supplémentaires de ce modèle sont détaillées dans Chemisky *et al.* (Chemisky *et al.*, 2011). Afin de procéder à une analyse numérique de la réponse des applications en AMFs par la méthode des éléments finis, ce modèle a été implémenté dans le code éléments finis ABAQUS® via la subroutine UMAT.

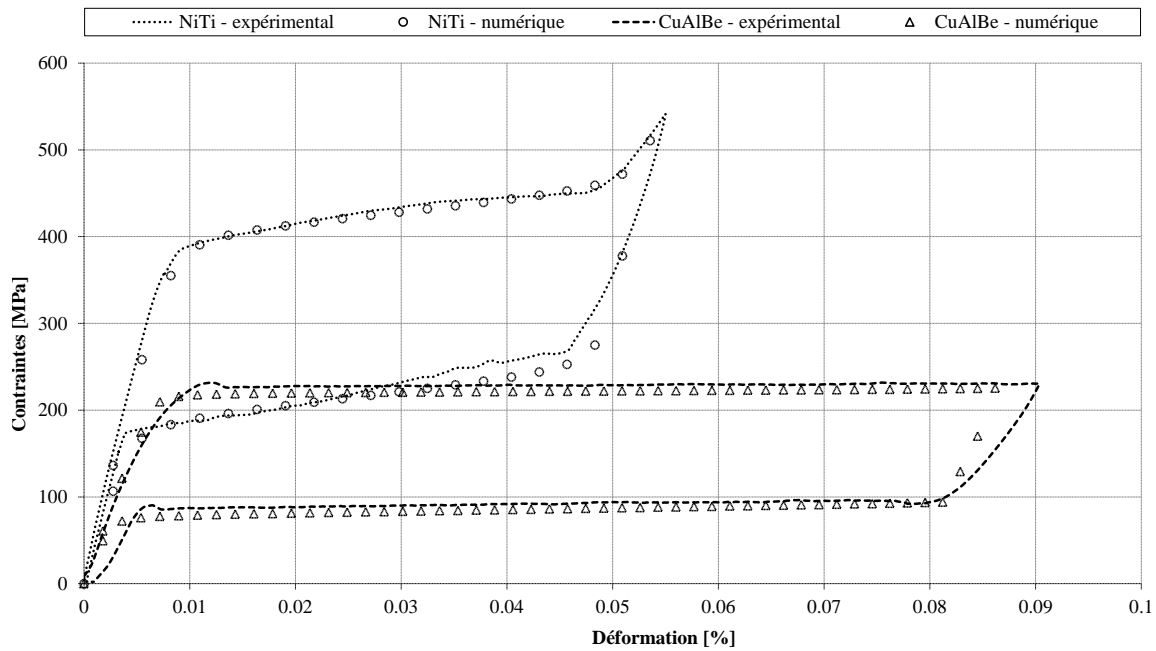
### 2.2.1.2. Identification des paramètres matériaux

Le modèle de comportement décrit au paragraphe précédent et adopté pour cette étude présente l'ensemble des paramètres matériaux définis par le **Tableau 2.1**. Ces paramètres ont été identifiés pour des AMFs en NiTi polycristallin classiques et à base cuivre monocristallin. Le processus d'identification est basé sur une courbe contrainte-déformation correspondant à un essai de chargement-déchargement en traction à température ambiante pour chacun des deux alliages. De plus, des tests de calorimétrie (DSC) ont été effectués afin d'identifier les températures de début et de fin de transformation directe et inverse des deux AMFs. Dans les deux cas, l'essai de traction a été appliqué sur un fil d'un diamètre de 0,25 mm en utilisant une machine de traction compression (Zwick/Roell® - cellule de force 10 kN, Ulm, Germany). Le chargement appliqué est réalisé dans des conditions quasi-statiques (taux de chargement de déformation de 0,0001/s) : la contrainte maximale appliquée lors de la phase de chargement est choisie afin d'atteindre le domaine élastique de la martensite. La machine de traction présente une cellule force permettant de mesurer l'effort appliqué (et donc la contrainte appliquée) alors que la déformation longitudinale est donnée à partir de la mesure du déplacement. En considérant ces courbes comme

références, les paramètres matériau de ce modèle ont été identifiés en simulant l'essai de traction par éléments finis. La superposition des deux courbes expérimentale et numérique pour chaque AMF montre la corrélation entre la théorie et l'expérimental et valide le processus d'identification (**Figure 2.1**). Les valeurs obtenues pour ces paramètres sont données dans le **Tableau 2.1**. La signification physique de chaque paramètre est définie dans les thèses de Chemisky et Duval (Chemisky, 2009; Duval, 2009). Le principal inconvénient de ce processus d'identification est la sous-estimation du module d'élasticité de Young des deux AMFs. En effet, ce paramètre élastique est obtenu à partir de la partie élastique de la courbe de contrainte-déformation au niveau des états austénitique et martensitique. La pente obtenue est inférieure à celle attendue. Des valeurs plus précises du module de Young sont généralement obtenues par des techniques plus sophistiquées, notamment par la méthode des ultrasons (Šittner et al., 2003). Néanmoins, cet inconvénient a une influence très limitée sur la qualité de notre analyse. Le processus régissant la raideur apparente et l'état de contrainte des instruments étudiés est essentiellement lié à la transformation de phase. La déformation induite par transformation de phase (environ 4-6% pour les AMFs en NiTi polycristallin et environ 10-12% pour les AMFs à base cuivre monocristallin) est beaucoup plus élevée que la déformation élastique (environ 0,2%).

**Tableau 2.1.** Paramètres matériaux du CuAlBe et du NiTi.

Paramètres	Description	CuAlBe	NiTi
$E$	Module de Young	33840 MPa	49620 MPa
$\nu$	Coefficient de Poisson	0.3	0.3
$\epsilon_{tract}^T$	Déformation de transformation maximale en traction	0,084	0,042
$\epsilon_{comp}^T$	Déformation de transformation maximale en compression	0,084	0,042
$b_d$	Pente de transformation directe en traction dans le diagramme contrainte-température	11,2 MPa/°C	5,75 MPa/°C
$b_r$	Pente de transformation inverse en traction dans le diagramme contrainte-température	17,2 MPa/°C	3,5 MPa/°C
$M_s$	Température de début de transformation austénite → martensite	0°C	-36,39°C
$A_f$	Température de fin de transformation martensite → austénite	16°C	-11,42°C
$r_f$	Coefficient définissant l'amplitude des boucles internes	0,6	0,6
$F_{\epsilon^T}$	Contrainte limite de début de transformation	160 MPa	120 MPa
$H_f$	Coefficient d'interaction lié à la transformation	0,34 MPa	2,5 MPa
$H_{\epsilon^T}$	Coefficient d'interaction lié à la réorientation	71,17 MPa	2500 MPa
$H_{twin}$	Coefficient d'interaction lié à l'accommodation des macles	42375 MPa	40000 MPa
$H_s$	Coefficient lié au décalage des températures de retour austénitique de la martensite orientée	10 MPa	11 MPa

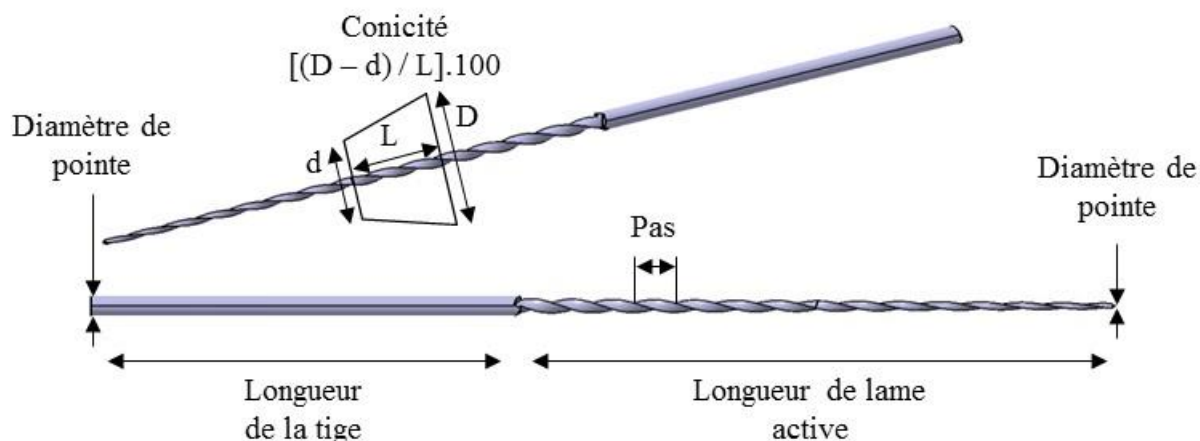


**Figure 2.1.** Comparaison entre les diagrammes contrainte-déformation expérimental et théorique des AMFs NiTi polycristallin et CuAlBe monocristallin.

### 2.2.2. Modélisation géométrique et analyse par éléments finis

Un modèle géométrique paramétré de la lime endodontique a été réalisé en utilisant le logiciel de construction assistée par ordinateur (CAO) CATIA® V5. Ce modèle a ensuite été importé dans le logiciel ABAQUS® pour permettre de simuler sa réponse lors d'un cycle de chargement en flexion / torsion. Cette géométrie a été maillée à l'aide d'éléments finis triangulaires continus avec interpolation linéaire. Une condition aux limites de déplacement a été appliquée correspondant aux chargements en flexion ou torsion. Le comportement du matériau est décrit par le modèle de comportement mentionné ci-dessus. De plus, une étude de finesse du maillage a été réalisée dans le but d'aboutir à un compromis entre précision de résultats et temps de calcul. Les paramètres géométriques utilisés dans cette étude sont la longueur de la lame active (L), la longueur de la tige (l), le pas (p), la conicité (C), le diamètre de pointe (d), et le diamètre de tige (D) (**Figure 2.2**). Ces paramètres géométriques ne sont pas totalement indépendants et sont reliés par l'équation suivante :

$$C = 100 \frac{D - d}{L} \quad (\text{Éq 2.11})$$



**Figure 2.2.** Paramètres géométriques d'une lime endodontique.

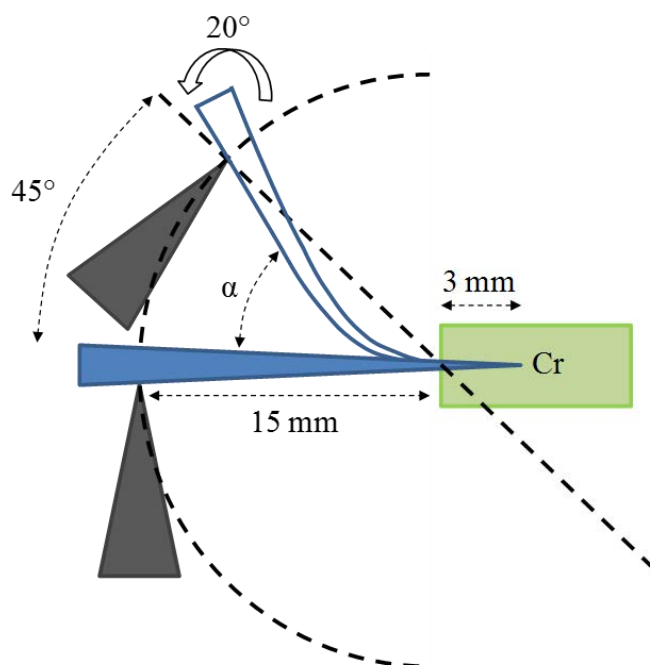
Le diamètre de la tige est fixé à 0,8 mm. La section de coupe de l'instrument est triangulaire (Kim et al., 2009). Seules les valeurs de deux paramètres géométriques sont données (conicité et diamètre de pointe par exemple), la troisième valeur est déduite à partir de l'équation (2.11) (longueur de lame active selon le même exemple). Pour chaque ensemble de paramètres adoptés, un modèle éléments finis est élaboré et testé en flexion / torsion combinées. Chaque paramètre est ensuite examiné séparément, en supposant les autres comme étant à des valeurs de référence constantes. Suite à cette étude préliminaire, les modèles CAO des limes endodontiques présentant des jeux de paramètres géométriques optimaux sont élaborés et fabriqués par MICRO-MEGA®.

### 2.2.3. Tests en flexion / torsion

Les essais de flexion à 45° sont effectués conformément à la norme ISO 3630-1:2008. Les moments de réaction en flexion et les angles de déflexion sont mesurés. En outre, une rotation en torsion de 20° est appliquée afin de reproduire au mieux le comportement mécanique d'une lime endodontique contrainte à la géométrie d'un canal dentaire (**Figure 2.3**) ; les moments de réaction en torsion sont également mesurés. Les angles maximums de flexion et de torsion sont atteints simultanément. Les rigidités en flexion et en torsion sont déduites des courbes de résistance en flexion et du moment de résistance en torsion, respectivement (**Eq 2.12**).

$$K = \frac{Mr}{\alpha} \quad (\text{Éq 2.12})$$

Où K correspond à la rigidité en flexion / torsion, Mr au moment de réaction et  $\alpha$  à l'angle de déflexion.



**Figure 2.3.** Tests en flexion / torsion basés sur la norme ISO 3630-1:2008.

Les valeurs de contrainte maximale sont directement déduites à partir de l'analyse par éléments finis. Pour une géométrie donnée, l'élément présentant la contrainte la plus élevée à la fin du chargement en flexion / torsion est identifié. La valeur relevée correspond à la contrainte maximale subie par l'instrument. Pour chaque paramètre étudié, les rigidités en flexion et en torsion et la contrainte maximale de von Mises sont ainsi recueillies. Dans cette étude, seuls les effets d'un chargement mécanique ont été étudiés pour analyser le comportement superélastique des matériaux. Enfin, après détermination des paramètres géométriques optimaux, la réponse des limes endodontiques optimales est analysée par éléments finis pour un chargement de flexion / torsion. À titre de comparaison, ces derniers tests sont réalisés en chargeant les paramètres matériaux du NiTi polycristallin et du CuAlBe monocristallin énoncés précédemment (**Tableau 2.1**).

En plus de la rigidité en flexion et en torsion et de la contrainte maximale de von Mises, les fractions volumiques de transformations de phase des limes endodontiques optimales, en NiTi polycristallin et CuAlBe monocristallin, ont été relevées au cours des essais de flexion / torsion. Pour le NiTi polycristallin, la transformation de phase permet de réaliser une déformation significative tout en ayant des valeurs de contraintes raisonnables. Pour le CuAlBe monocristallin, cette déformation est significativement plus élevée tout en ayant des valeurs de contraintes pratiquement constantes (**Figure 2.1**). L'évolution de la transformation de phase provoque une diminution (taux déplacement-force ou moment-rotation) de la rigidité apparente par rapport au cas purement élastique. Dans le contexte d'un instrument endodontique fortement soumis à des contraintes de torsion lors de son utilisation clinique, nous sommes à la recherche d'un compromis acceptable entre flexibilité et rigidité. L'instrument doit avoir une rigidité suffisante pour avoir une réponse satisfaisante en torsion et ainsi éviter une potentielle rupture. La rigidité est directement proportionnelle à la force (respectivement au moment) et inversement proportionnelle au déplacement (respectivement à la rotation). La force et le déplacement dépendent de la section et de la longueur, respectivement. Le diamètre de pointe et la conicité de l'instrument affectent directement la section de l'instrument. Ainsi, tous les paramètres géométriques de l'instrument influencent les contraintes subies et la rigidité de l'instrument. C'est pourquoi il était essentiel de réaliser des simulations en tenant compte des effets de la transformation de phase.

### **2.2.4. Tests en flexion / torsion selon la norme ISO 3630-1:2008 modifiée**

La norme ISO 3630-1:2008 exige que la contrainte de flexion soit appliquée à une distance de 15 mm de la partie encastrée, donc à 18 mm de la pointe de l'instrument. Au cours des tests en flexion / torsion faisant varier les longueurs de la lame active, les longueurs supérieures à 18 mm ont une influence directe sur les contraintes subies par la lame active. Pendant le traitement endodontique, les rotations de flexion et de torsion sont appliquées en un point situé sur le manche de la lime endodontique. Ces résultats ne reflètent donc pas la réalité et nécessitent une modification de la norme ISO 3630-1:2008. De ce fait et dans ces conditions de tests, le point d'application des rotations est appliqué à une distance variable de la partie encastrée, en accord avec l'équation **(2.13)** :

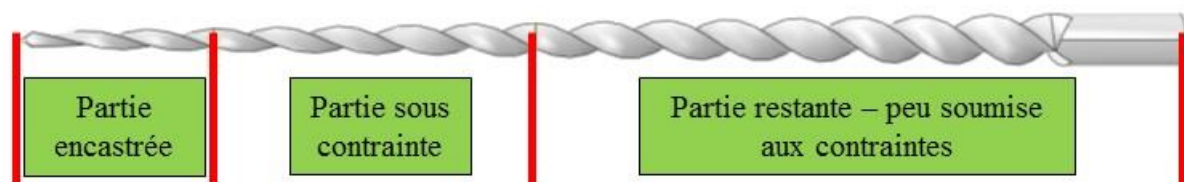


$$L - 3[\text{mm}] + \beta \quad (\text{Éq 2.13})$$

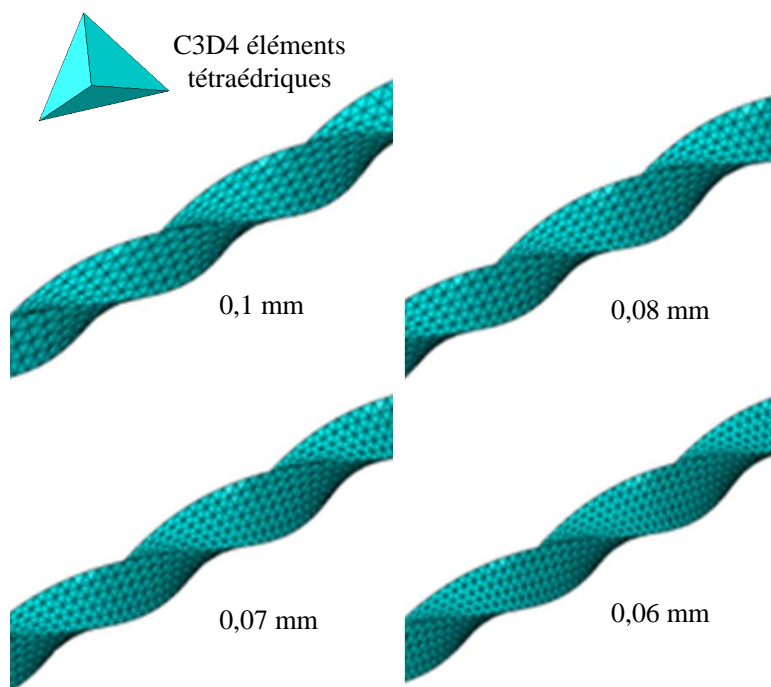
Où  $L$  est la longueur de lame active et  $\beta$  la longueur de la tige fixée à 6 mm.

### 2.2.5. Choix de la taille du maillage

La lime endodontique est maillée avec des éléments tétraédriques continus avec interpolation linéaire identifiés par le terme C3D4 dans ABAQUS®. Elle est divisée en trois parties : (i) une partie encastrée (3 mm), (ii) une partie correspondant à la section subissant le plus de contraintes et (iii) la partie restante, moins exposée aux contraintes (**Figure 2.4**). Après un test de convergence pour améliorer le temps de calcul et la précision des résultats, les parties 1-3 et 2 sont associées à un maillage d'environ 0,2 mm et 0,08 mm, respectivement (**Figure 2.5**). Enfin, 10 145 éléments C3D4 (8619 degrés de liberté) ont été nécessaires pour le modèle numérique présenté.



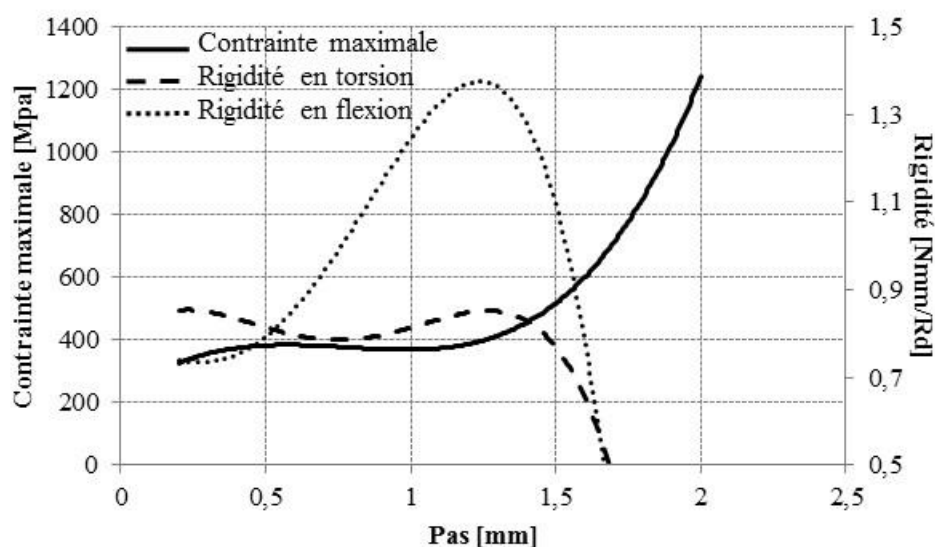
**Figure 2.4.** Subdivision de la lime endodontique pour détermination des paramètres de maillage.



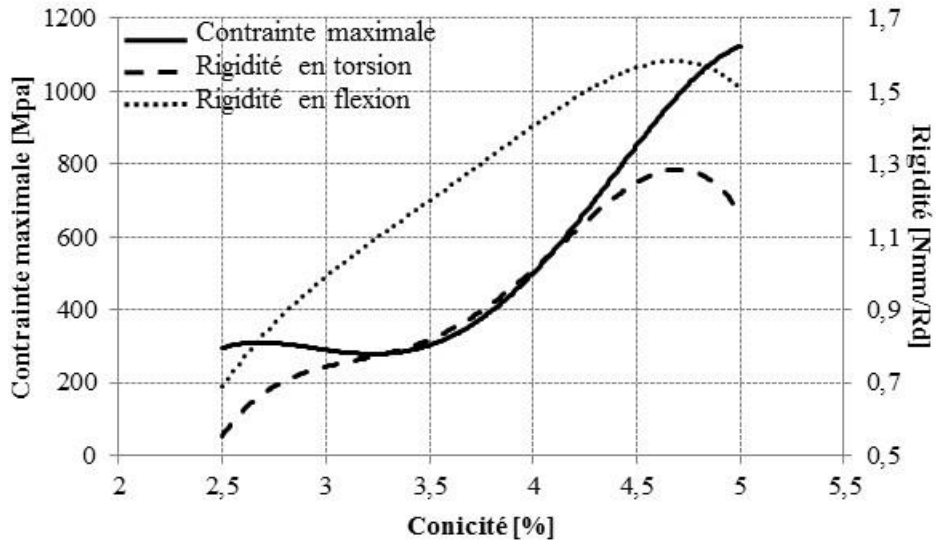
**Figure 2.5.** Différentes tailles de maille considérées pour l'analyse par éléments finis de la lime endodontique.

### 2.3. Résultats

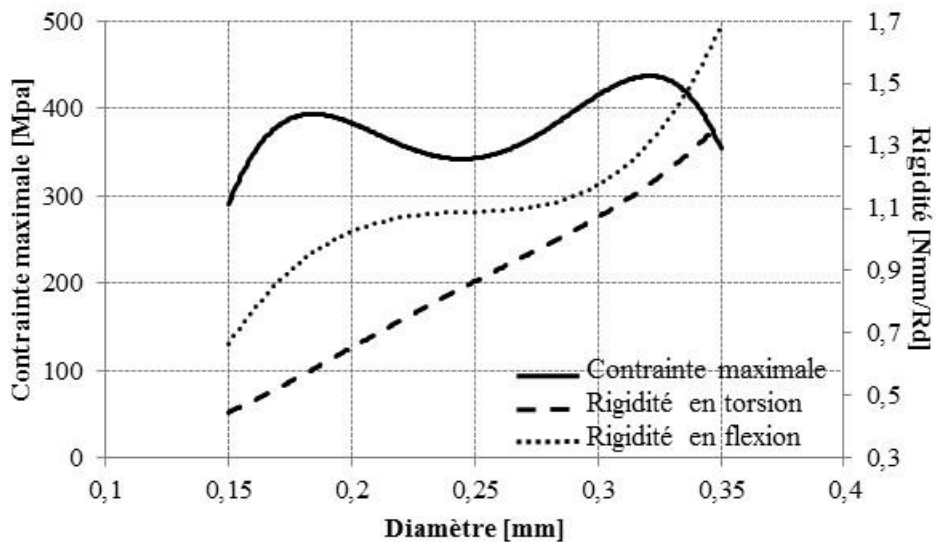
Les résultats des différents paramètres géométriques testés concernant les limes endodontiques en CuAlBe monocristallin sont donnés dans les **Figures 2.6a-2.6e**.



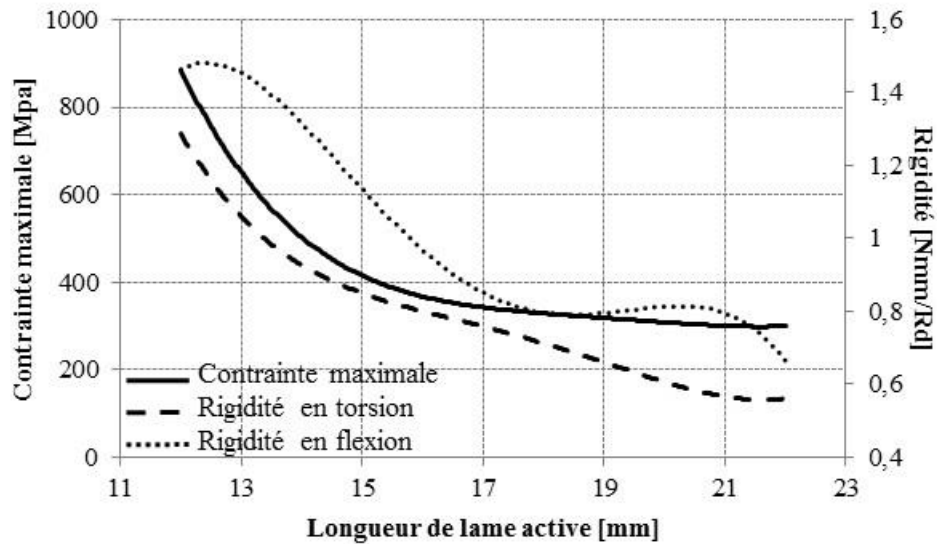
**Figure 2.6a.** Tests en flexion / torsion sur les variations de pas des limes endodontiques en CuAlBe.



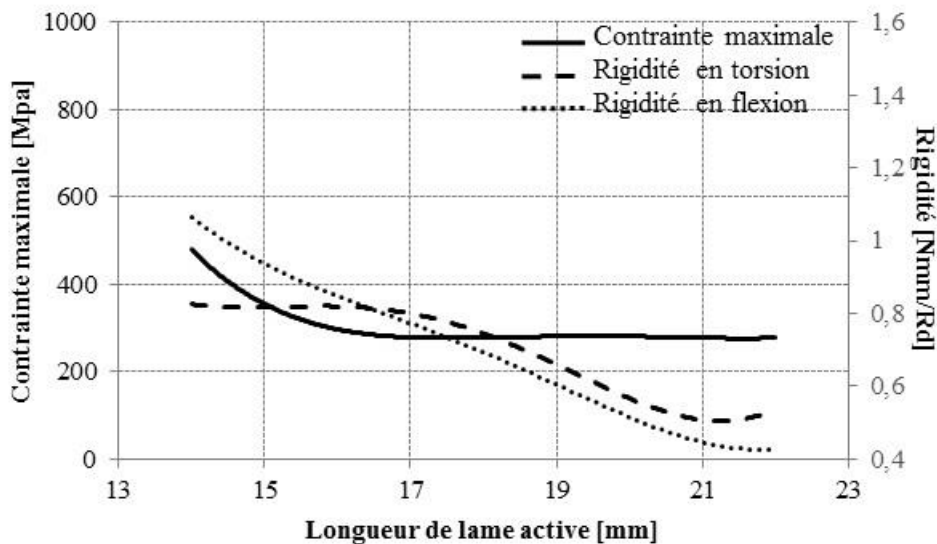
**Figure 2.6b.** Tests en flexion / torsion sur les variations de conicité des limes endodontiques en CuAlBe.



**Figure 2.6c.** Tests en flexion / torsion sur les variations de diamètre de pointe des limes endodontiques en CuAlBe.



**Figure 2.6d.** Tests en flexion / torsion sur les variations de longueur de lame active des limes endodontiques en CuAlBe selon la norme 3630-1:2008.



**Figure 2.6e.** Tests en flexion / torsion sur les variations de longueur de lame active des limes endodontiques en CuAlBe selon la norme 3630-1:2008 modifiée.

### 2.3.1. Le pas

Le pas permet de contrôler la rigidité en flexion pour des valeurs inférieures à 1 mm ou supérieures à 1,4 mm. Cependant et pour la rigidité en torsion, la courbe obtenue souligne une moindre influence du pas. Le CuAlBe monocristallin est un AMF plus souple que le NiTi polycristallin, il présente donc une rigidité inférieure mais également une réponse fragile en torsion. Par conséquent, le pas a été choisi pour augmenter la rigidité de la lime. Pour un pas de 1 mm et comparé à 0,9 mm, la rigidité

en torsion n'est pas statistiquement plus élevée, bien que légèrement meilleure, contrairement à la rigidité en flexion. Pour un pas supérieur à 1 mm, les valeurs de rigidité en flexion deviennent en revanche trop élevées. De plus, une augmentation significative de la contrainte maximale est constatée pour un pas supérieur à 1,4 mm. Compte tenu de ces analyses, un pas de 1 mm a été choisi. De plus, un pas de 1 mm est plus représentatif des instruments endodontiques actuellement commercialisés.

### **2.3.2. La conicité**

La rigidité en flexion augmente linéairement avec la conicité de l'instrument. Par conséquent, la conicité peut être choisie en fonction de la rigidité en flexion souhaitée. De même, la rigidité en torsion augmente avec la conicité. Enfin, la contrainte maximale subie par une lime endodontique est constante (inférieure à 300 MPa) pour une conicité inférieure à 3,5%. Au-delà d'une conicité de 3,75%, les contraintes augmentent considérablement et dépassent la limite d'élasticité du CuAlBe.

### **2.3.3. Diamètre de pointe**

En flexion, une augmentation de la rigidité est constatée avec des diamètres de pointe allant de 0,2 à 0,3 mm. En torsion, le comportement de la lime endodontique est proportionnel au diamètre de pointe. Les rigidités en flexion et en torsion peuvent donc être calibrées en fonction des diamètres de pointe sélectionnés. Les résultats indiquent la nécessité d'éviter un diamètre de pointe de 0,3 mm en raison des contraintes subies supérieures à 400 MPa et de 0,35 mm en raison des rigidités en flexion et torsion excessives.

### **2.3.4. Longueur de lame active**

En flexion, la rigidité diminue pour des longueurs de lames actives inférieures à 18 mm. Entre 18 et 21 mm, la rigidité augmente légèrement avant de reprendre une tendance à la baisse. En torsion, la diminution de la rigidité est proportionnelle à la longueur de la lame active. Dans les deux cas, les rigidités en flexion et torsion n'atteignent jamais des valeurs trop élevées. Concernant la contrainte maximale subie par la lime endodontique, elle est minimale pour une longueur de lame active de 19 mm. De plus, les contraintes subies par la lime endodontique sont inversement proportionnelles à la longueur de la lame active. Il n'y a que très peu de différences entre les tests effectués prenant en considération la longueur de la lame active selon les normes ISO 3630-1:2008 normale et modifiée. Selon la norme modifiée, la

longueur totale de la lime endodontique entre ses points d'encastrement et de déplacement est plus importante pour  $L > 15$  mm. De ce fait, la lime devient légèrement plus flexible, comme le soulignent nos résultats. Enfin et quelle que soit la norme choisie, aucune différence n'est à noter en termes de contrainte maximale.

### 2.3.5. Géométries optimales en flexion / torsion

Après avoir testé l'ensemble des paramètres géométriques selon des essais de flexion / torsion, plusieurs géométries optimales ont été retenues en lien avec les résultats obtenus et les contraintes cliniques liées à un traitement endodontique (**Tableau 2.2**). Des simulations par éléments finis concernant trois géométries optimales ont été effectuées en utilisant les paramètres matériaux du CuAlBe monocristallin et du NiTi polycristallin précédemment décrits afin de comparer les comportements mécaniques de ces deux matériaux pour une même géométrie.

**Tableau 2.2.** Paramètres géométriques optimaux en flexion / torsion des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin.

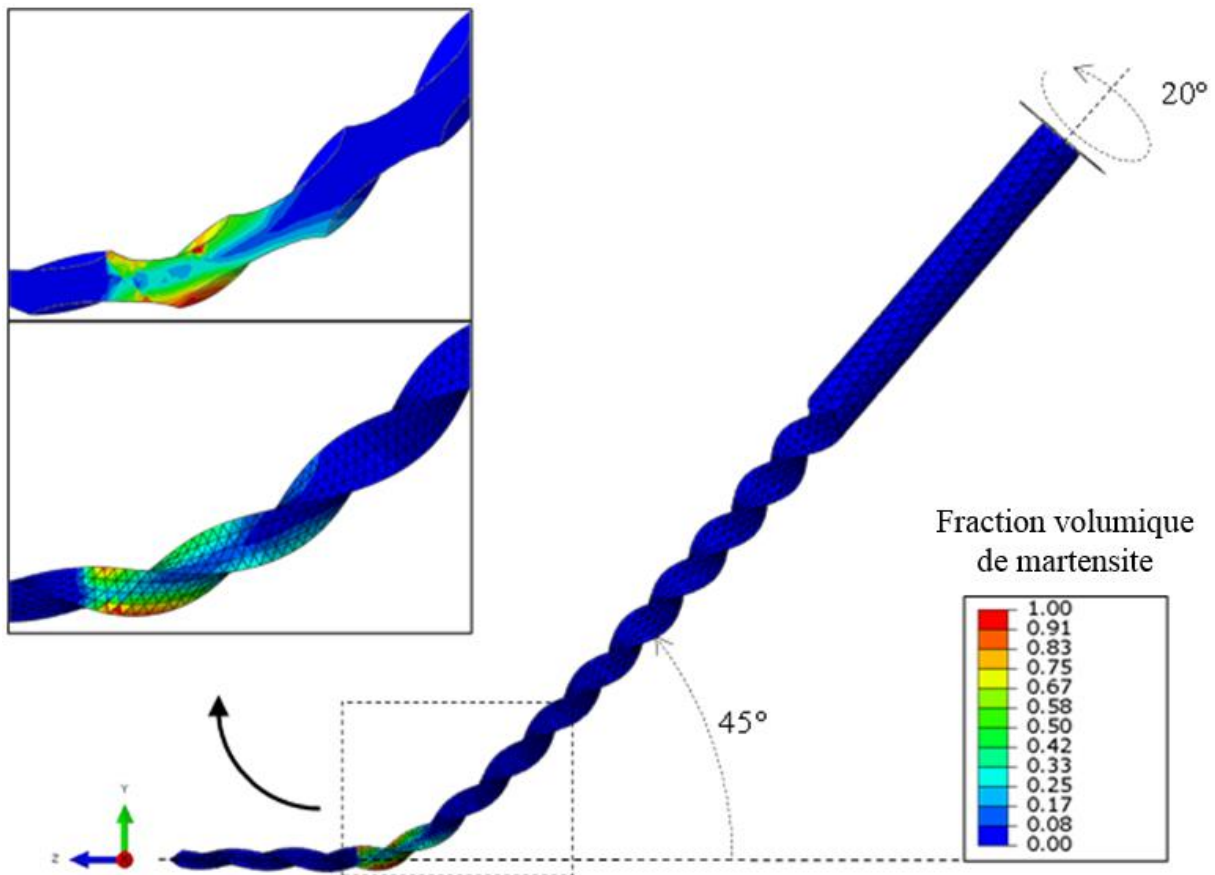
	Instrument 1	Instrument 2	Instrument 3
<b>Diamètre de pointe (mm)</b>	0,25	0,3	0,25
<b>Conicité (%)</b>	3,75	3,75	4
<b>Lame active (mm)</b>	14,6	13,33	13,75
<b>Pas (mm)</b>	1	1	1
<b>Longueur de tige (mm)</b>	6	6	6
<b>Diamètre de tige (mm)</b>	0,8	0,8	0,8

L'instrument endodontique 1 présente une rigidité en flexion et torsion minimale et une contrainte maximale de 433 MPa. L'instrument 2 montre une rigidité en flexion et en torsion maximale comparée aux autres géométries optimales avec une contrainte maximale de 588 MPa. Enfin, l'instrument 3 présente une rigidité en flexion modérée, une rigidité en torsion faible et une contrainte maximale de 725 MPa (**Tableau 2.3**). On note que la transformation martensitique est complète dans la région la plus apicale de la section 2, plus précisément à l'extérieur de la courbe où les contraintes sont très élevées (**Figure 2.7**). Au cours de l'essai en flexion / torsion, les trois limes

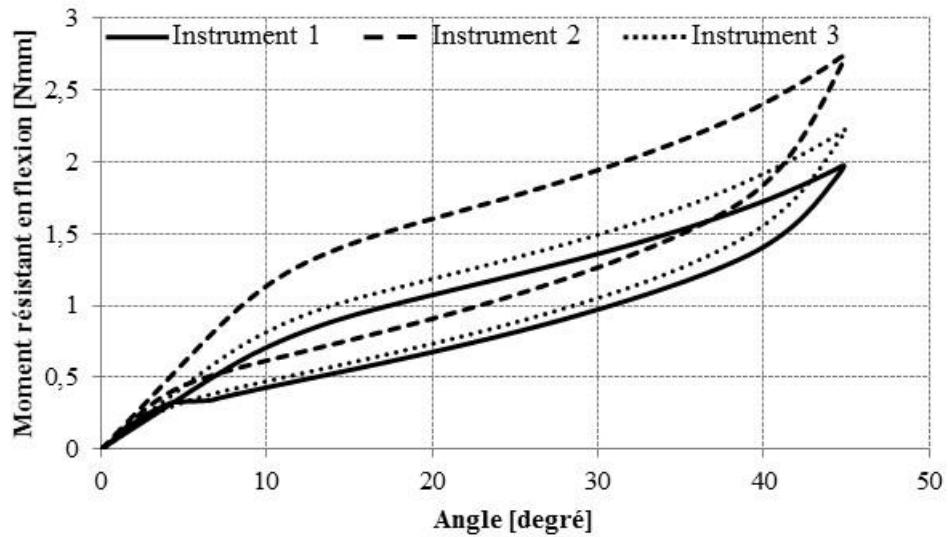
endodontiques de géométries optimales atteignent une transformation de phase martensitique de 100% (**Figure 2.8a-2.8d**).

**Tableau 2.3.** Propriétés mécaniques des instruments de géométries optimales.

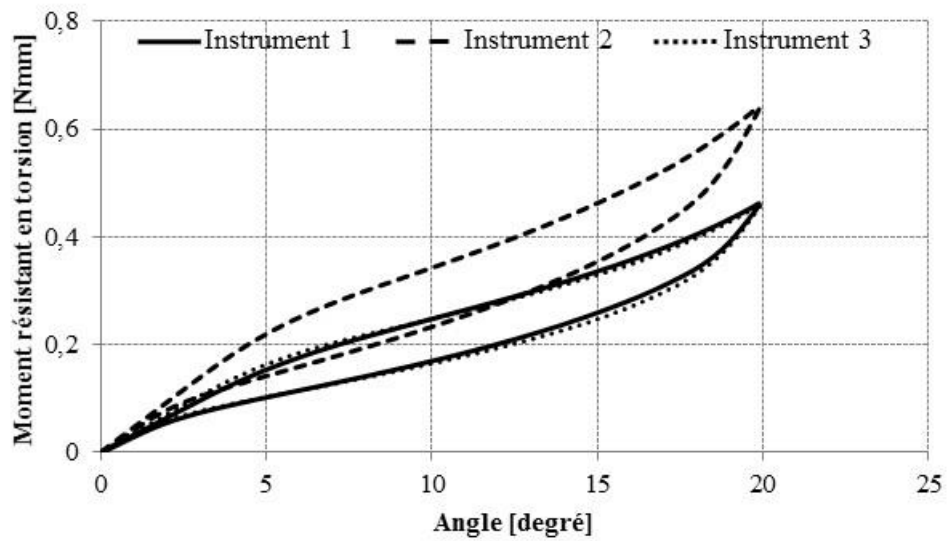
	Matériau	Rigidité en flexion [Nmm/rd]	Rigidité en torsion [Nmm/rd]	Contrainte Maximale [MPa]
Instrument 1	CuAlBe	3,141	1,945	433
	NiTi	6,464	3,679	617
Instrument 2	CuAlBe	5,351	2,781	588
	NiTi	9,958	5,859	774
Instrument 3	CuAlBe	3,661	2,045	725
	NiTi	7,445	4,287	767



**Figure 2.7.** Fraction volumique de martensite d'une lime en CuAlBe monocristallin en flexion / torsion.

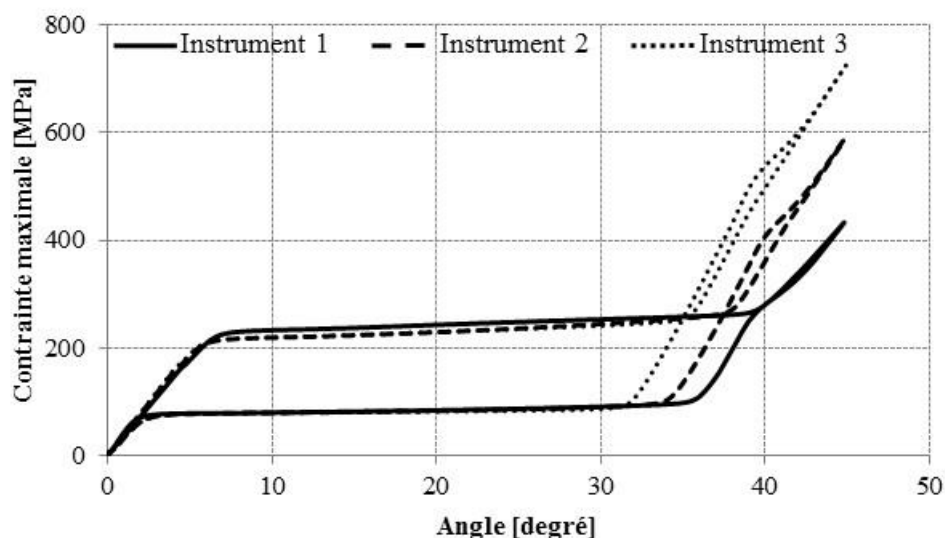


**Figure 2.8a.** Moment résistant en flexion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin de géométrie optimale.

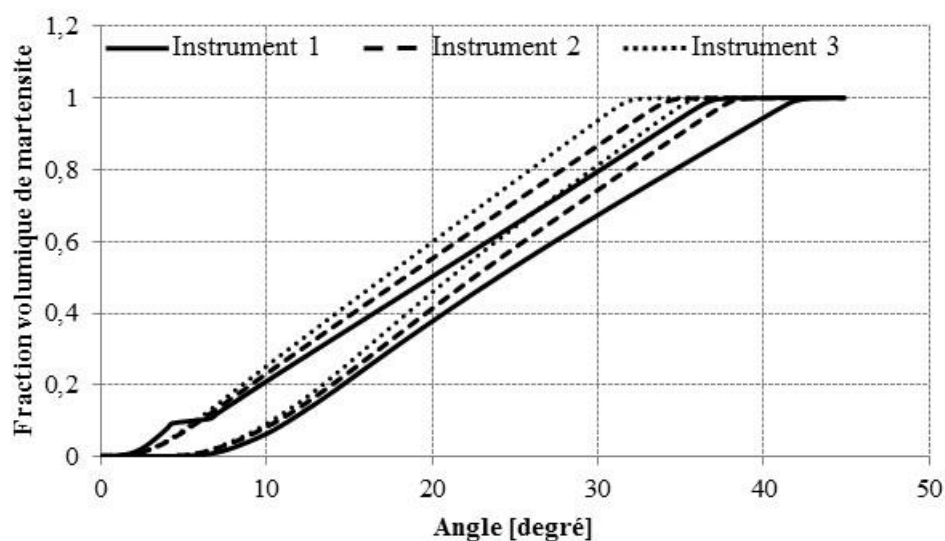


**Figure 2.8b.** Moment résistant en torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin de géométrie optimale.





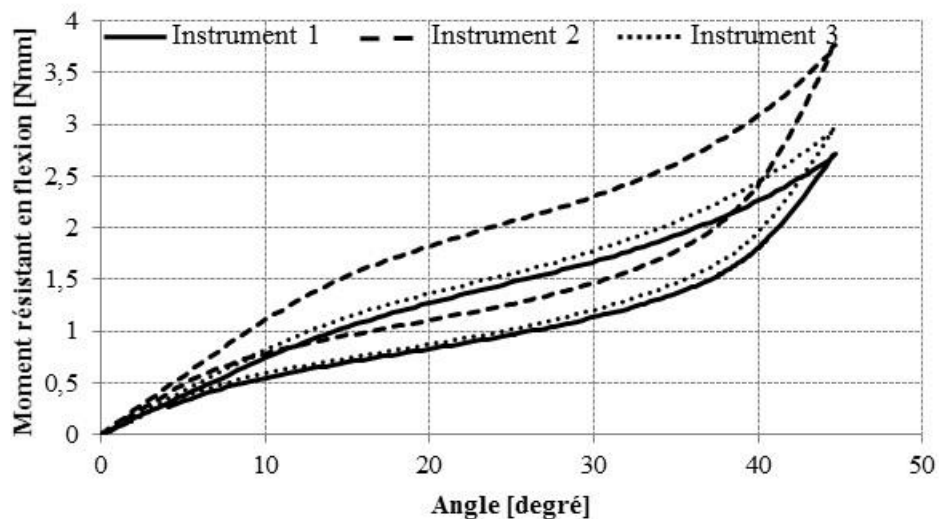
**Figure 2.8c.** Contraintes maximales en flexion / torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin de géométrie optimale.



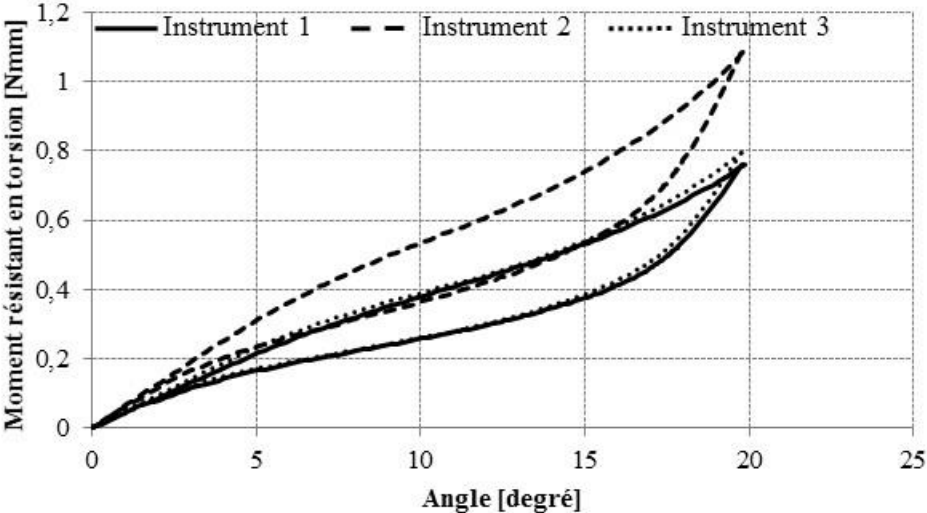
**Figure 2.8d.** Fraction volumique de martensite en flexion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin de géométrie optimale.

Les résultats obtenus pour les instruments endodontiques en NiTi polycristallin montrent les mêmes tendances que celles en CuAlBe monocristallin (**Figure 2.9a-2.9d**). L'instrument 1 semble être le meilleur compromis pour réaliser un traitement canalaire et présente les meilleures propriétés mécaniques. Cependant, toutes les limes endodontiques en NiTi polycristallin présentent des résultats mécaniques significativement plus élevés que ceux des limes en CuAlBe monocristallin, et ce quelle

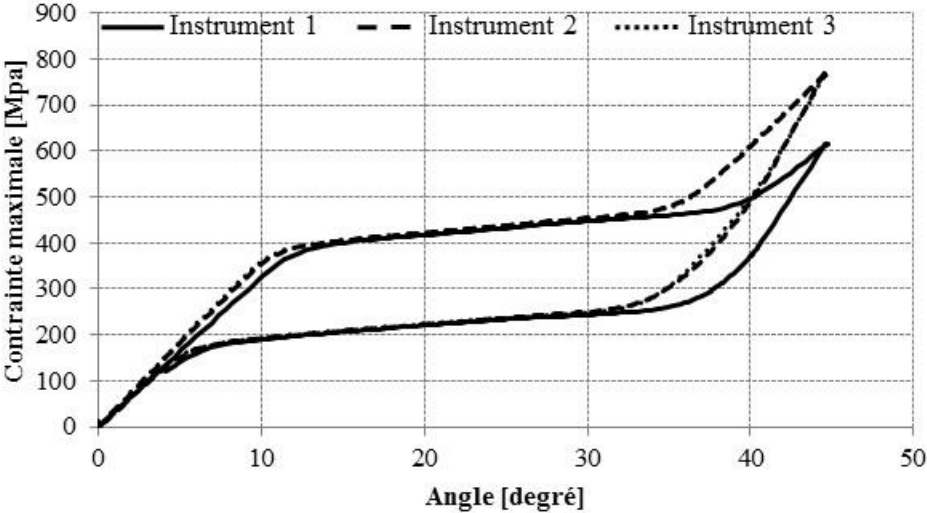
que soit la géométrie (**Tableau 2.3**). En effet, l'instrument 1 en NiTi polycristallin montre des rigidités en flexion et en torsion respectivement égales à 6,464 et 3,679 Nmm/rd et une contrainte maximale égale à 617 MPa alors que le même instrument en CuAlBe monocristallin présente des rigidités en flexion et en torsion respectivement égales à 3,141 et 1,945 Nmm/rd et une contrainte maximale de 433 MPa. Cette observation est également valable pour les instruments 2 et 3. Ces résultats numériques montrent que les résultats mécaniques obtenus pour les limes endodontiques à base de cuivre sont significativement meilleurs que pour celles en NiTi polycristallin.



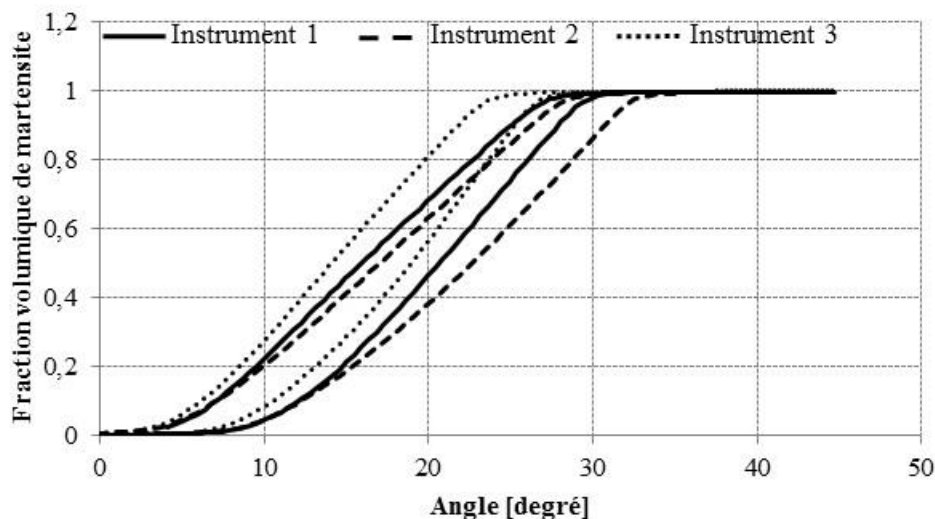
**Figure 2.9a.** Moment résistant en flexion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en NiTi polycristallin présentant les mêmes géométries optimales que celles en CuAlBe monocristallin.



**Figure 2.9b.** Moment résistant en torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en NiTi polycristallin présentant les mêmes géométries optimales que celles en CuAlBe monocristallin.



**Figure 2.9c.** Contraintes maximales en flexion / torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en NiTi polycristallin présentant les mêmes géométries optimales que celles en CuAlBe monocristallin.



**Figure 2.9d.** Fraction volumique de martensite en flexion / torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en NiTi polycristallin présentant les mêmes géométries optimales que celles en CuAlBe monocristallin.

## 2.4. Discussion

En ce qui concerne les limes endodontiques en CuAlBe monocristallin et en tenant compte du mouvement de rotation continue et des paramètres géométriques retenus, l'instrument 1 semble être le plus approprié pour résister à des contraintes élevées telles que celles liées à un traitement canalaire. Sa conicité de 3,75% et son diamètre de pointe de 0,25 mm permettent un travail plus sûr qu'avec les instruments 2 et 3. L'instrument endodontique 2 a un diamètre de pointe de 0,3 mm contre 0,25 pour l'instrument 1 ; comme mentionné ci-dessus, un diamètre de pointe de 0,3 mm entraîne de plus grandes contraintes sur l'instrument endodontique et augmente le risque de rupture instrumentale. Il est effectivement démontré dans la littérature que le risque de rupture augmente de manière significative avec une augmentation de diamètre de pointe de l'instrument (Bahia and Buono, 2005; Baumann and Roth, 1999; Chaves Craveiro de Melo et al., 2002; Fife et al., 2004; Haïkel et al., 1999; Pruett et al., 1997). L'instrument 3 présente quant à lui une conicité 0,25% supérieure à celle de l'instrument 1. De même, la littérature démontre que l'augmentation de la conicité entraîne un risque de rupture plus élevé (Bahia and Buono, 2005; Haïkel et al., 1999; Sattapan et al., 2000b; Schäfer et al., 2003). De plus, cette étude souligne qu'une petite augmentation de conicité, ici 0,25%, peut causer une importante différence dans le comportement mécanique des instruments. Dans les deux cas, une augmentation

du diamètre de pointe et/ou de la conicité affecte directement la réponse mécanique des instruments endodontiques en CuAlBe monocristallin. Pour les paramètres donnés (instrument 1), une augmentation de la conicité (instrument 3) aura un impact plus faible sur le comportement mécanique qu'une augmentation du diamètre de pointe (instrument 2). L'instrument 3 est moins rigide que l'instrument 2 et montre une meilleure réponse mécanique en flexion et en torsion, il est donc plus approprié pour les canaux courbes. En effet, les résultats des tests de flexion et de torsion révèlent des valeurs maximales inférieures pour l'instrument 3 en comparaison à l'instrument 2, mettant en évidence de meilleures propriétés élastiques. Cependant, l'instrument 3 réalise une transformation martensitique complète plus rapidement que l'instrument 2 et accumule ainsi rapidement des contraintes élevées. Ceci peut être expliqué par une section de coupe plus large de l'instrument 2 par rapport à l'instrument 3. Nous pouvons ainsi dire que l'instrument 2 est plus résistant aux contraintes, mais plus rigide que l'instrument 3.

A notre connaissance, aucune étude paramétrique n'a été faite en vue d'utiliser le CuAlBe monocristallin en endodontie. Les effets des paramètres géométriques sont bien connus pour les instruments en NiTi polycristallin mais aucunement pour les instruments en AMFs à base cuivre. Pour des contraintes croissantes, le NiTi classiquement utilisé en endodontie offre une faible déformation (4-6%) comparé au CuAlBe monocristallin pouvant se déformer deux fois plus à des contraintes constantes.

Suite à ces propriétés superélastiques distinctes, l'hypothèse de l'influence des paramètres géométriques sur les propriétés élastiques entre ces deux AMFs a été posée. Toutefois, les instruments en CuAlBe monocristallin de géométries optimales ont des paramètres communs à de nombreux instruments en NiTi polycristallin. Il peut être conclu dans cette étude que, malgré le changement de matériaux, les paramètres géométriques doivent rester très similaires pour obtenir une efficacité de travail appropriée. En effet, malgré les résultats significativement différents obtenus pour ces deux AMFs et outre la déformation maximale passant du simple (NiTi polycristallin) au double (CuAlBe monocristallin), leurs comportements mécaniques restent relativement similaires. Par conséquent, il ressort de ces résultats que la conicité et le diamètre de pointe influencent respectivement la contrainte admissible et la rigidité des limes en CuAlBe. L'instrument 1 en CuAlBe, présentant le plus petit couple diamètre

de pointe / conicité, obtient donc les meilleurs résultats en termes de rigidité et de contraintes admissibles.

## 2.5. Conclusions et perspectives

Les concepts actuels en endodontie ne préconisent pas l'utilisation en première intention d'instruments tels que ceux testés dans notre étude (Schilder, 1974). Dans une pratique clinique appropriée, un cathétérisme manuel initial doit être effectué à un diamètre de 0,10 ou 0,15 mm et une conicité de 2% avant d'utiliser une séquence mécanisée. En règle générale, le premier instrument mécanisé peut être passé dans un canal cathétérisé ou pré-élargi en 0,15 / 0,2 mm de diamètre et 2 / 4% de conicité. Dans ce contexte, il serait intéressant de tester les instruments en CuAlBe monocristallin 1, 2 et 3 *in vitro* tout d'abord, puis cliniquement. Ainsi, l'instrument 1 pourrait donner de meilleurs résultats d'ordre mécanique que ceux observés dans la présente étude lors de son utilisation dans un canal radiculaire préparé au préalable avec un diamètre de 0,15 / 0,2 mm et une conicité de 2%. De la même manière, les instruments en CuAlBe 2 et 3 pourraient être utilisés pour continuer la préparation canalaire après passage de l'instrument 1. Par conséquent, l'instrument CuAlBe 1 doit être considéré comme un instrument endodontique faisant partie d'une séquence instrumentale et ne peut pas être utilisé en instrument unique de préparation canalaire. En outre, il serait utile de tester d'autres instruments en CuAlBe monocristallin avec des couples diamètre de pointe / conicité plus importants afin de répondre aux besoins biologiques d'un traitement canalaire (Akhlaghi et al., 2014; Albrecht et al., 2004; Bidar et al., 2004; Ferraz et al., 2001; Kuştarci et al., 2008; Plotino et al., 2014; Schäfer et al., 2004; Schrader et al., 1999; Suneelkumar et al., 2010; Wu and Wesselink, 1995).

Pour conclure, les instruments endodontiques à base cuivre pourraient avoir à la fois une action mécanique pour la préparation canalaire et une action chimique sur le biofilm grâce à son action antimicrobienne (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012; Quaranta et al., 2011; Warnes and Keevil, 2011). Aucun instrument n'est actuellement capable de combiner ces deux actions simultanément. Ces propriétés pourraient être très utiles dans la pratique endodontique où la persistance de microorganismes résistants représente une des principales causes d'échecs de traitement. Comme lors de l'avènement du NiTi en endodontie, les AMFs à base cuivre tel que le CuAlBe pourraient à leur tour révolutionner la pratique endodontique. Néanmoins, les résultats actuels sont le fruit d'une simulation numérique et d'autres études doivent être menées

avant de confirmer ces hypothèses, tout particulièrement des études de prototypage issues des recherches effectuées par éléments finis. Dans ce cadre, des essais sur une machine de traction ont été réalisés avec les prototypes issus de ces premiers résultats numériques. Ces tests avaient pour objectif de vérifier la réponse mécanique des instruments en CuAlBe dans des conditions proches d'une utilisation clinique. Dans ce cadre, des essais suivant un protocole de pénétrations et de retraits canaux a été mis en place. La partie suivant explique en détail l'ensemble de ces expérimentations.

# 3

## Analyses expérimentales de la réponse en pénétration / retrait

### Sommaire

---

3.1. Analyses en pénétration / retrait et rotation continue d'instruments endodontiques en CuAlBe et NiTi .....	71
3.1.1. Objectif.....	71
3.1.2. Matériels et Méthodes.....	73
3.1.2.1. Protocole de P/R en rotation continue .....	73
3.1.2.2. Préparation des blocs en résine.....	78
3.1.2.3. Test des prototypes et des instruments endodontiques.....	82
3.1.2.4. Analyses statistiques .....	85
3.1.3. Résultats .....	85
3.1.3.1. Prototypes en CuAlBe de type broche .....	85
3.1.3.2. Prototypes NiTi et CuAlBe de type SC2 modifié .....	95
3.1.4. Discussion.....	99
3.2. Analyses de la rupture instrumentale par microscope électronique à balayage .....	103
3.2.1. Objectifs .....	103
3.2.2. Matériels et méthodes .....	103
3.2.3. Résultats et discussion .....	103
3.3. Conclusions et perspectives.....	107

---



### **3. Analyses expérimentales de la réponse en pénétration / retrait**

#### **3.1. Analyses en pénétration / retrait et rotation continue d'instruments endodontiques en CuAlBe et NiTi**

##### **3.1.1. Objectif**

Les précédentes études par éléments finis ont permis d'entrevoir une possible utilisation de l'AMF CuAlBe monocristallin en endodontie. L'objectif de cette dernière partie a été, en partant des résultats numériques obtenus, de fabriquer des prototypes de limes endodontiques en CuAlBe monocristallin avant de les soumettre à un protocole de test en pénétration / retrait (P/R) simulant les conditions de leur utilisation clinique en rotation continue. Comme cité précédemment, de nombreuses études ont montré que les réponses mécaniques des instruments endodontiques étaient en lien direct avec leur conicité, leur diamètre de pointe et leur section de coupe (Bahia and Buono, 2005; Baumann and Roth, 1999; Berutti et al., 2003; Chaves Craveiro de Melo et al., 2002; Haïkel et al., 1999; Kim et al., 2009; Peters et al., 2003; Pruett et al., 1997; Sattapan et al., 2000b; Schäfer and Tepel, 2001; Schäfer et al., 2003; Ullmann and Peters, 2005; Yared et al., 2003). Tenant compte de ce constat, nous avons fabriqué plusieurs prototypes en CuAlBe monocristallin en faisant varier ces différents paramètres géométriques. Le but de ces expérimentations était de moduler les résultats mécaniques obtenus par ces prototypes et ainsi mieux comprendre leurs réponses mécaniques en vue d'une potentielle utilisation clinique.

Par convention et pour l'ensemble de notre travail, nous identifierons les limes endodontiques testées / fabriquées par leur couple diamètre de pointe (100<sup>e</sup> de millimètres) - conicité (%). Ainsi, une lime endodontique identifiée en 25-04 correspondra à une lime de diamètre de pointe 0,25 millimètres et de conicité 4%.

Deux séries de prototypes en CuAlBe monocristallin ont été fabriquées avec une section de coupe triangulaire, de type broche, afin de respecter les données numériques obtenues lors de nos analyses par éléments finis (Vincent et al., 2015) :

- prototypes 25-0375, correspondant aux paramètres géométriques de l'instrument 1 de notre étude par éléments finis,
- prototypes 30-0375, correspondant aux paramètres géométriques de l'instrument 2 de notre étude par éléments finis.

Afin de mieux répondre aux exigences chimio-mécaniques d'une préparation canalaire (Akhlaghi et al., 2014; Albrecht et al., 2004; Bidar et al., 2004; Ferraz et al., 2001; Kuştarci et al., 2008; Plotino et al., 2014; Schäfer et al., 2004; Schrader et al., 1999; Suneelkumar et al., 2010; Wu and Wesselink, 1995), deux séries de prototypes en CuAlBe de conicité 4% ont été fabriquées. De plus, l'usinage de prototypes en 4% permettait de réaliser une comparaison avec des instruments en NiTi polycristallin présentant les mêmes couples diamètre de pointe / conicité :

- prototypes 25-04 de type broche, correspondant aux paramètres géométriques de l'instrument 3 de notre étude par éléments finis,
- prototypes 30-04 de type broche.

Ces deux jeux de prototypes, en 3,75% et 4% de conicité, nous permettaient de faire varier distinctement soit le diamètre de pointe des prototypes, soit leur conicité, et voir ainsi l'influence de chaque paramètre sur la réponse mécanique de l'instrument.

Enfin, tous les auteurs s'accordent concernant le rôle majeur que joue la section de coupe instrumentale dans la réponse mécanique de l'instrument endodontique (Berutti et al., 2003; Kim et al., 2009; Peters et al., 2003; Schäfer and Tepel, 2001; Ullmann and Peters, 2005; Yared et al., 2003). La littérature suggère que les sections de coupe présentant une face décalée, comme le RevoS<sup>®</sup>, présentent de meilleures propriétés mécaniques (Celik et al., 2013; Diemer et al., 2013; Hashem et al., 2012). De plus, la section de coupe des instruments RevoS<sup>®</sup> est très proche de celle des instruments HERO Shaper<sup>®</sup>, également testés dans notre étude. Nous avons donc fait varier la section de coupe instrumentale en fabriquant deux nouveaux prototypes :

- prototypes 25-04 de type RevoS<sup>®</sup> SC2 à face décalée de 0,05 mm,
- prototypes 30-04 de type RevoS<sup>®</sup> SC2 à face décalée de 0,05 mm.

L'ensemble de ces prototypes a ensuite été testé selon un protocole de rotation continue en P/R dans des canaux artificiels en résine courbés à 70° (rayon de courbure 4 mm). En comparaison à ces tests de P/R des prototypes en CuAlBe monocristallin, des tests similaires ont été effectués sur des instruments endodontiques et des prototypes en NiTi présentant les mêmes paramètres géométriques.

Le but de cette étude était de comparer les réponses mécaniques des prototypes en CuAlBe monocristallin avec celles des instruments endodontiques en

NiTi polycristallin de géométries équivalentes. Nos résultats montrent que les prototypes en CuAlBe monocristallin de type RevoS® SC2 à face décalée de 0,05 mm présentent des performances mécaniques équivalentes aux instruments en NiTi polycristallin, en plus de leurs propriétés antimicrobiennes très intéressantes énoncées précédemment (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012; Quaranta et al., 2011; Warnes and Keevil, 2011).

### **3.1.2. Matériels et Méthodes**

Les instruments endodontiques et les préparations canalaires sont identifiés par le couple diamètre de pointe / conicité. Le diamètre de pointe est exprimé en centième de millimètre et la conicité en pourcentage.

#### **3.1.2.1. Protocole de P/R en rotation continue**

L'élaboration d'un protocole de P/R en rotation continue a été réalisée sur une machine de traction (Zwick/Roell® - cellule de force 50 N, Ulm, Germany) pilotée à l'aide du logiciel testXpert® II (Zwick/Roell®). Ce protocole correspond à un essai libre de P/R faisant intervenir 25 cycles successifs de charge / décharge, divisés en 9 groupes de cycles, permettant la descente et le travail de l'instrument endodontique testé dans un bloc en résine courbé à 70° (rayon de courbure de 4,5 mm) (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland). Un retrait instrumental complet est réalisé entre chaque groupe de cycle permettant (i) une irrigation canalaire pour éliminer les débris et (ii) une vérification du maintien de la perméabilité apicale. Ce protocole a été établi afin de respecter au mieux la réalité clinique tout en étant reproductible, il fait apparaître trois groupes de jeux paramétriques appropriés au travail de la section canalaire associée :

- Pénétration canalaire de 8 à 12 mm, avant la courbure (**Tableau 3.1a**),
- Pénétration canalaire de 12 à 14 mm, dans la partie la plus coronaire de la courbure (**Tableau 3.1b**),
- Pénétration canalaire de 14 à 16 mm, dans la partie la plus apicale de la courbure (**Tableau 3.1c**).

L'instrument endodontique est monté sur un contre-angle endodontique relié à un moteur endodontique programmable (X-Smart®, Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland). L'instrument testé est positionné à 1 mm du bord occlusal du bloc en

résine à l'aide d'une cale. Tous les tests ont été réalisés à une vitesse de rotation de 350 rpm (rotation par minute) et à un couple de 2 Ncm afin d'être le plus proche possible d'un protocole de rotation continue conventionnel (**Figures 3.1 et 3.2**).

**Tableau 3.1a.** Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 8 à 12 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.

			<b>Pénétration</b>	<b>Vitesse</b>	<b>Arrêt</b>
			<b>[mm]</b>	<b>[mm/s]</b>	<b>[s]</b>
<b>Groupe 1</b>	Cycle 1	Charge	9	5	
		Décharge	8,5	5	
	Cycle 2	Charge	9,5	5	
		Décharge	9	5	
	Cycle 3	Charge	10	5	
	Décharge	9,5	5		
	Irrigation		-51	15	5
<b>Groupe 2</b>	Cycle 4	Charge	10,5	5	
		Décharge	10	5	
	Cycle 5	Charge	11	5	
		Décharge	10,5	5	
	Cycle 6	Charge	11,5	5	
	Décharge	11	5		
	Irrigation		-51	15	5
<b>Groupe 3</b>	Cycle 7	Charge	12	5	
		Décharge	11,5	5	
	Cycle 8	Charge	12,5	5	
		Décharge	12	5	
	Cycle 9	Charge	13	5	
	Décharge	12,5	5		
	Irrigation		-51	15	5

**Tableau 3.1b.** Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 12 à 14 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.

		<b>Pénétration</b>	<b>Vitesse</b>	<b>Arrêt</b>	
		<b>[mm]</b>	<b>[mm/s]</b>	<b>[s]</b>	
<b>Groupe 4</b>	Cycle	Charge	13,25	2	
	10	Décharge	13	2	
	Cycle	Charge	13,5	2	
	11	Décharge	13,25	2	
	Cycle	Charge	13,75	2	
	12	Décharge	13,5	2	
	Cycle	Charge	14	2	
	13	Décharge	13,75	2	
	Irrigation		-51	15	5
	<b>Groupe 5</b>	Cycle	Charge	14,25	2
14		Décharge	14	2	
Cycle		Charge	14,5	2	
15		Décharge	14,25	2	
Cycle		Charge	14,75	2	
16		Décharge	14,5	2	
Cycle		Charge	15	2	
17		Décharge	14,75	2	
Irrigation		-51	15	5	

**Tableau 3.1c.** Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 14 à 16 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.

			<b>Pénétration</b>	<b>Vitesse</b>	<b>Arrêt</b>
			<b>[mm]</b>	<b>[mm/s]</b>	<b>[s]</b>
<b>Groupe 6</b>	Cycle	Charge	15,25	2	
	18	Décharge	15	2	
	Cycle	Charge	15,5	2	
	19	Décharge	15,25	2	
	Irrigation			-51	15
<b>Groupe 7</b>	Cycle	Charge	15,75	2	
	20	Décharge	15,5	2	
	Cycle	Charge	16	2	
	21	Décharge	15,75	2	
	Irrigation			-51	15
<b>Groupe 8</b>	Cycle	Charge	16,25	2	
	22	Décharge	16	2	
	Cycle	Charge	16,5	2	
	23	Décharge	16,25	2	
	Irrigation			-51	15
<b>Groupe 9</b>	Cycle	Charge	16,75	2	
	24	Décharge	16,5	2	
	Cycle	Charge	17	2	
	25	Décharge	16,75	2	
	Irrigation			-51	15

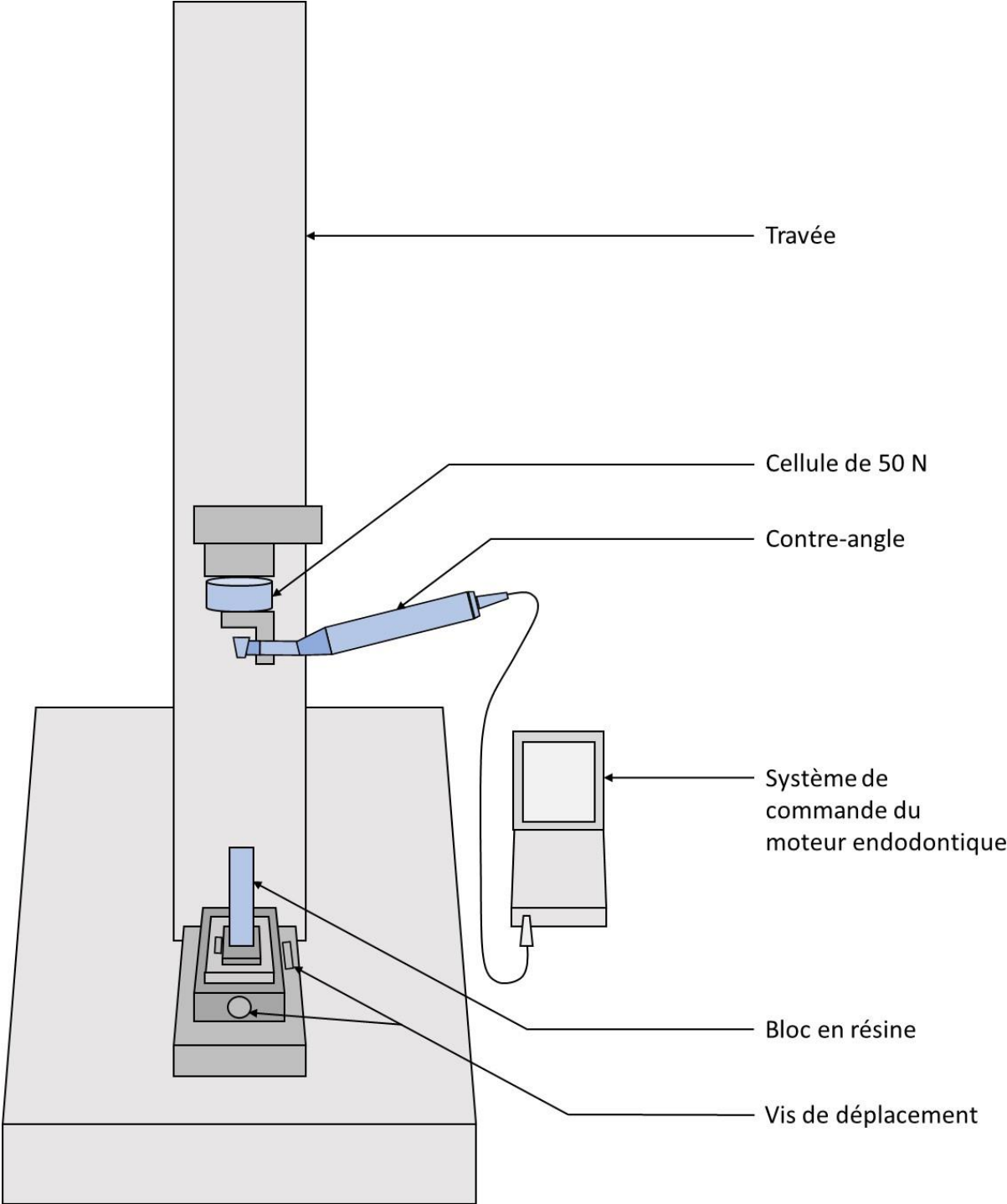


Figure 3.1. Schéma du banc d'essais servant aux manipulations en P/R.



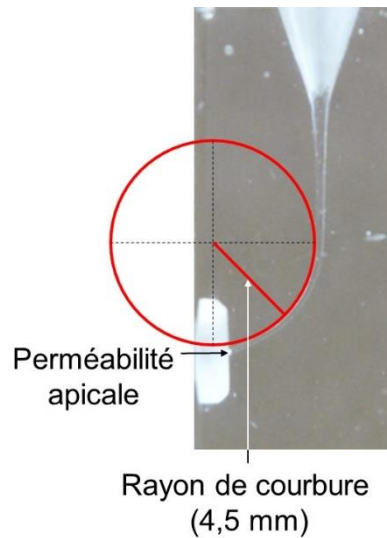
**Figure 3.2.** Photographie du banc d'essais servant aux manipulations en P/R et rotation continue.

### 3.1.2.2. Préparation des blocs en résine

Les blocs en résine utilisés présentent une perméabilité apicale, une courbure canalaire de 70 degrés, un rayon de courbure de 4,5 mm et une longueur canalaire de 16 mm (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) (**Figure 3.3**). Suivant le même protocole de P/R, les blocs en résine ont été pré-préparés en 15-06 (groupes 1.a), 20-04 (groupe 1.b) et 25-04 (groupes b) (**Tableaux 3.2a et 3.2b**). Les pré-préparations en 15-06 sont réalisées à l'aide d'instruments iRace<sup>®</sup> R1 (FKG, La Chaux-de-Fonds, Switzerland), les 20-04 à l'aide d'instruments HyFlex<sup>®</sup> (COLTENE, Allstetten,



Switzerland) et les 25-04 à l'aide d'instruments iRace® R2 (FKG, La Chaux-de-Fonds, Switzerland).



**Figure 3.3.** Bloc de résine Dentsply Maillefer utilisé lors des essais expérimentaux.

Les couples diamètre de pointe / conicité des instruments endodontiques servant aux pré-préparations ont été sélectionnés afin de mieux répondre à la réalité clinique. Effectivement, un instrument endodontique 25-04 est l'instrument le plus souvent utilisé après le passage d'un instrument 15-06 ou encore 20-04. De même, un instrument endodontique 30-04 succède généralement au passage d'un instrument 25-04. De plus, les tests effectués dans ce travail ont été réalisés dans l'optique d'intégrer des instruments endodontiques en CuAlBe dans une séquence instrumentale.

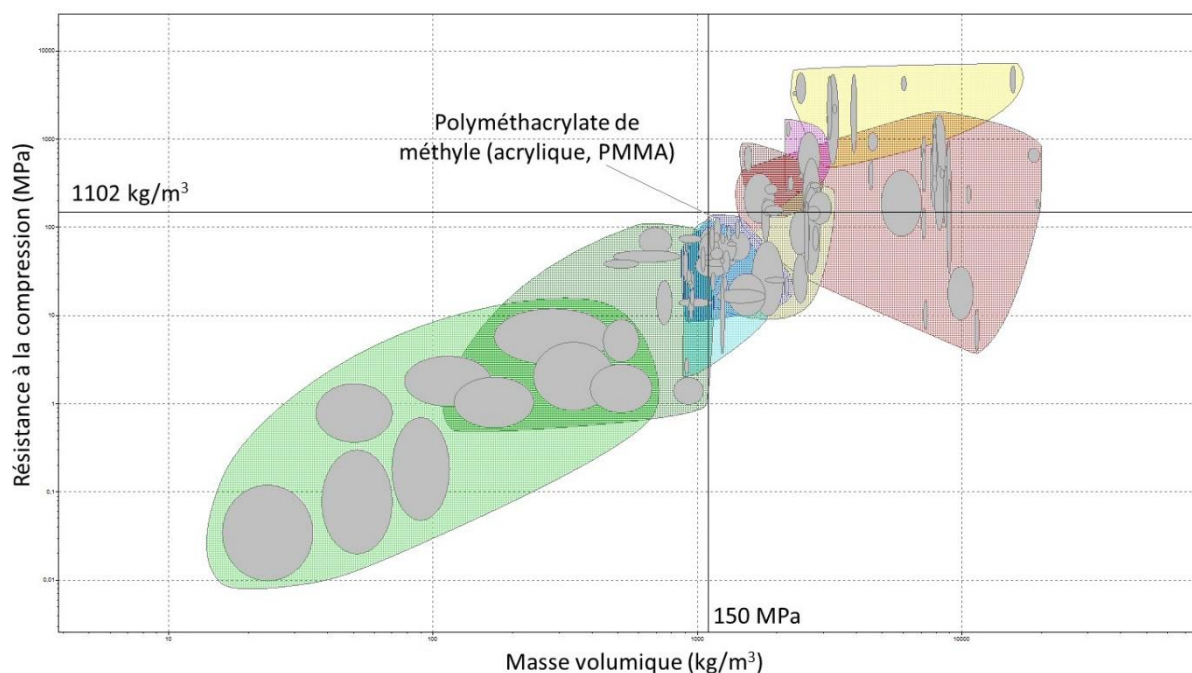
**Tableau 3.2a.** Couples instrument endodontique / bloc en résine testés expérimentalement.

		<b>Groupes 1</b>		<b>Groupe 2</b>
		<b>Pré- préparation 15- 06 Groupe 1.a</b>	<b>Pré- préparation 20- 04 Groupe 1.b</b>	<b>Pré- préparation 25- 04 Groupe 2</b>
<b>Prototypes en CuAlBe</b>	<b>Broche</b> (Vincent et al., 2015)	25-04	25-04	30-04
		25-0375	25-0375	30-0375
	<b>RevoS® SC2 modifié</b>	25-04 avec face décalée de 0,05 mm	25-04 avec face décalée de 0,05 mm	30-04 avec face décalée de 0,05 mm
<b>NiTi</b>	<b>iRace®</b>	25-04	25-04	30-04
	<b>HyFlex®</b>	25-04	25-04	30-04
	<b>HERO Shaper®</b>	25-04	25-04	30-04
<b>Prototypes en NiTi</b>	<b>RevoS® SC2 modifié</b>	25-04 avec face décalée de 0,05 mm	25-04 avec face décalée de 0,05 mm	30-04 avec face décalée de 0,05 mm

**Tableau 3.2b.** Paramètres géométriques des instruments endodontiques testés.

	Diamètre de pointe [mm]	Conicité [%]	Diamètre de tige [mm]	Longueur de lame active [mm]
<b>iRace®</b>	0,25 et 0,30	4	0,95	17
<b>HyFlex®</b>	0,25 et 0,30	4	0,95	16
<b>HERO Shaper®</b>	0,25 et 0,30	4	0,75	12
<b>CuAlBe type « broche »</b>	0,25 et 0,30	4	1,05	17
<b>CuAlBe type « SC2 modifié »</b>	0,25 et 0,30	4	0,95	21
<b>NiTi type « SC2 modifié »</b>	0,25 et 0,30	4	0,95	21

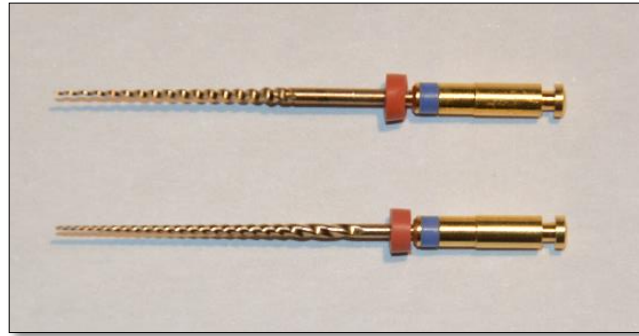
Les blocs de résine utilisés sont en polyméthacrylate de méthyle (PMMA). Ils présentent une densité de 1102,30 kg/m<sup>3</sup>. Les essais de compression sur ces blocs de résine ont identifié un module de Young de 2,29 GPa, une limite d'élasticité de 62,1 MPa et une résistance à la traction de 150 MPa (**Figure 3.4**). Pendant le protocole, le travail de la lime endodontique dans le canal est considéré comme quasi-statique (350 tr/min, 2-5 mm/s). Par conséquent, la quantité de chaleur générée lors du travail a le temps de se dissiper. Il n'y a pas d'effets d'adhérence / glissement des limes endodontiques au contact de la résine dus au mouvement de rotation continue avec ajustement du couple (2 Ncm) permettant de réaliser une coupe continue. La rugosité et l'abrasivité du bloc de résine n'influencent pas les conditions de coupe. La probabilité que les limes endodontiques soient bloquées est directement liée au couple diamètre de pointe / conicité du canal pré-préparé, à la géométrie de la lime endodontique et au couple initialement établi du moteur endodontique. Lors du blocage de la pointe instrumentale, un phénomène de torsion se produit ; le moteur endodontique s'arrête lorsque le couple établi à 2 Ncm est dépassé. Dans les quelques cas mentionnés dans ce travail, des limes endodontiques se sont fracturées suite à un état de contrainte trop important.



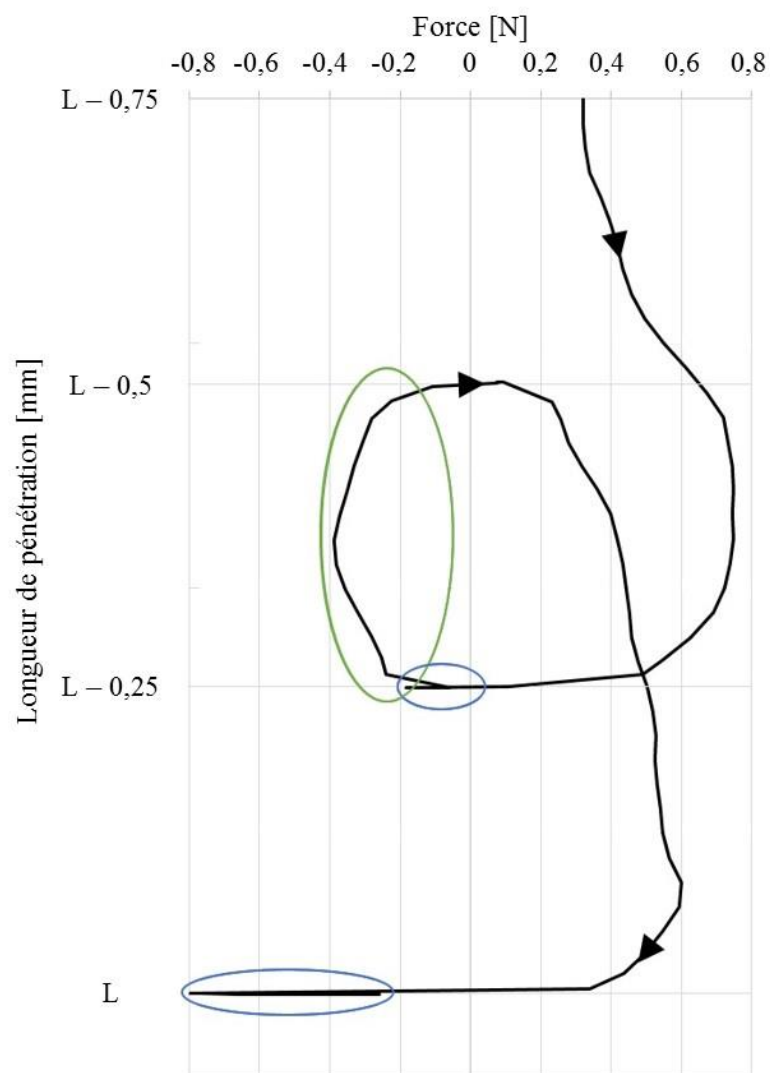
**Figure 3.4.** Diagramme d'identification masse volumique / contrainte à la rupture du matériau constituant les blocs en résine.

### 3.1.2.3. Test des prototypes et des instruments endodontiques

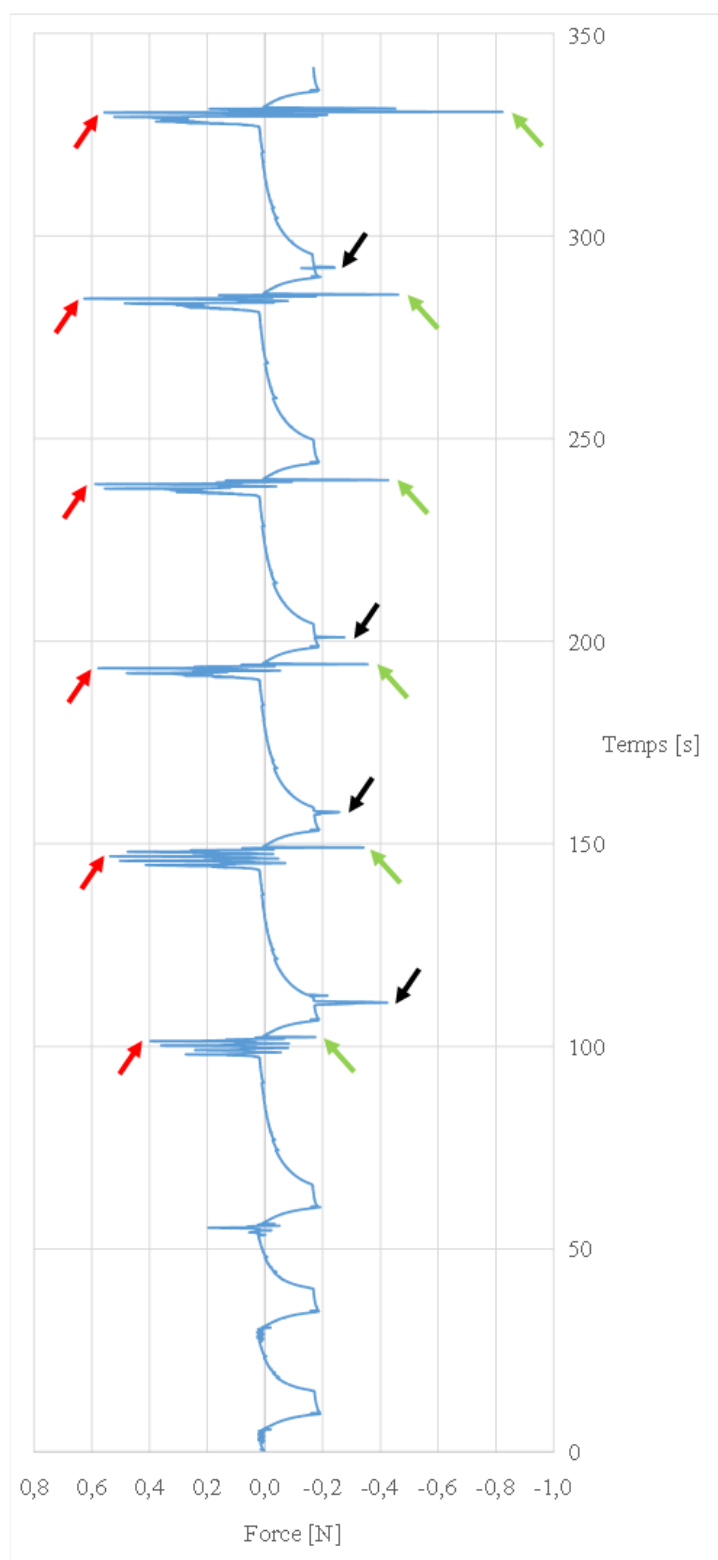
Chaque test est réalisé cinq fois impliquant cinq limes endodontiques neuves et identiques. Les essais sont réalisés avec des prototypes NiTi et CuAlBe (Vincent et al., 2015) (**Figure 3.5**) ainsi que des limes endodontiques iRace<sup>®</sup> (FKG, La Chaux-de-Fonds, Switzerland), HyFlex<sup>®</sup> (COLTENE, Allstetten, Switzerland), RevoS<sup>®</sup> (MICRO-MEGA, Besançon, France) et HERO Shaper<sup>®</sup> (MICRO-MEGA, Besançon, France) présentant des conicités et diamètres de pointe identiques (**Tableaux 3.2a et 3.2b**). Le réseau cristallin des fils de CuAlBe utilisés pour les prototypes présentait une orientation de type [1 0 0] correspondant à l'axe du fil dans lequel les prototypes ont été usinés. Les composantes verticales de la force et du déplacement ont été mesurées (**Figure 3.6**). À la fin de chaque test, les forces maximales obtenues en pénétration et au retrait de chaque groupe de cycle ont été relevées (**Figure 3.7**).



**Figure 3.5.** Prototypes en CuAlBe 30-04. En haut : type broche ; en bas : type SC2 modifié.



**Figure 3.6.** Analyse des courbes de P/R à une longueur de pénétration  $L = 15$  mm ( $L = 16$  mm avec la cale de 1mm) au cours du septième groupe de cycle. Cercles bleus : « effet de vissage » en fin de pénétration ; Cercle vert : « effet de vissage » au cours du retrait.



**Figure 3.7.** Courbe de P/R d'une lime CuAlBe 25-04 dans un bloc de résine préparé en 15-06. Flèche rouge : valeur maximale de la force de pénétration pour un groupe de cycle donné ; Flèche verte : valeur maximale de la force en retrait pour un groupe de cycle donné ; Flèche noire : artefact lié au nettoyage de la lime endodontique.

#### 3.1.2.4. Analyses statistiques

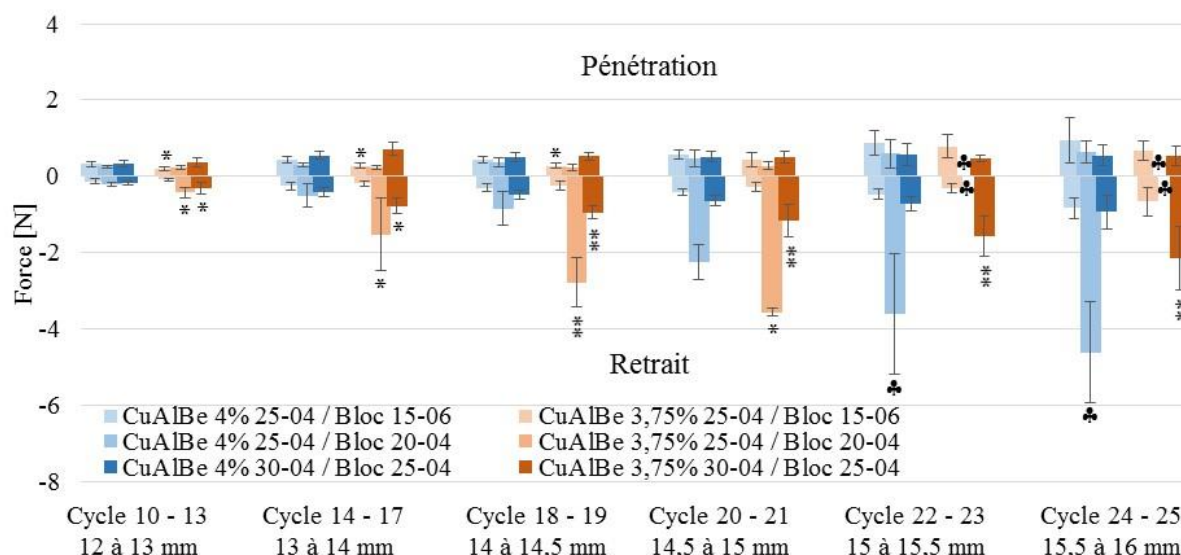
Les moyennes et les écarts-types sont calculés pour chacun des cinq tests identiques effectués, et ce pour chaque groupe de cycles. Les distributions ne suivant pas une loi Gaussienne et les échantillons étant de petite taille ( $n = 5$ ), les forces verticales mesurées ont été analysées en utilisant des tests statistiques non paramétriques de type Kruskal-Wallis et une significativité était prédéterminée pour  $P < 0,05$ . Les comparaisons deux à deux ont ensuite été réalisées à l'aide d'une correction de Dunn ( $\alpha < 0,05$ ).

L'ensemble des analyses statistiques a été réalisé à l'aide du logiciel GraphPad® Prism 6 (GraphPad Software San Diego, CA, USA).

#### 3.1.3. Résultats

##### 3.1.3.1. Prototypes en CuAlBe de type broche

Pour un diamètre de pointe donné, les limes CuAlBe en 3,75% de conicité montrent des résultats en pénétration équivalents à leur homologue en 4%. Cependant, pour des longueurs de pénétration supérieures à 14 mm, les limes CuAlBe en 3,75% testées dans des blocs en résine pré-préparés en 20-04 et 25-04 montrent des forces au retrait significativement plus élevées que leur homologue en 4% ( $P < 0,05$  ou  $0,01$ ) (**Figure 3.8**). Il est également à noter que dans les conditions expérimentales les moins pré-élargies (groupe 1.b), les limes CuAlBe en 3,75% de conicité ont systématiquement fracturé au cours de leur dernier ou avant dernier cycle de charge / décharge, correspondant à la préparation la plus apicale des blocs en résine.



**Figure 3.8.** Réponse des prototypes CuAlBe de type broche en 3,75 et 4%.  
Symboles \* : différence significative avec les prototypes CuAlBe en 4% ; ♣ : rupture instrumentale.

Les limes CuAlBe en 4% de conicité montrent une réponse mécanique similaire aux limes NiTi avec des valeurs maximales moyennes de P/R de +1/-6 N (**Figures 3.9a-3.6c**). Elles présentent des forces de pénétration quasi-constantes quelles que soient les conditions expérimentales, tout comme les limes HERO Shaper<sup>®</sup>. En retrait, elles ne montrent pas de différence significative avec les autres limes en NiTi testées, quelles que soient les conditions expérimentales. Cependant, deux limes en CuAlBe 25-04 se sont fracturées au cours de leur dernier et avant dernier cycle lors de la mise en forme de blocs de résine pré-préparés en 20-04 (groupe 1.b).

En pénétration, les prototypes en CuAlBe 4% montrent des résultats en pénétration significativement meilleurs que les limes HyFlex<sup>®</sup> dès 15 mm de longueur de pénétration et quelles que soient les conditions expérimentales de préparations ; ces résultats sont d'autant plus marqués dans la partie la plus apicale, correspondant à la zone où l'instrument subit les plus hautes contraintes ( $P < 0,05$  pour le groupe 1.a ;  $P < 0,01$  pour le groupe 1.b ;  $P < 0,001$  pour le groupe 2). Les limes HyFlex<sup>®</sup> ont systématiquement montré de très fortes désérialisations dans tous les tests effectués mais aucune rupture instrumentale n'a été relevée. À 15,5 mm de longueur de pénétration, les prototypes en CuAlBe 4% des groupes 1.a et 2 montrent des réponses en pénétration significativement meilleures que les limes iRace<sup>®</sup> ( $P < 0,05$ ), mais aucune différence n'est observée dans la région la plus apicale. Enfin,

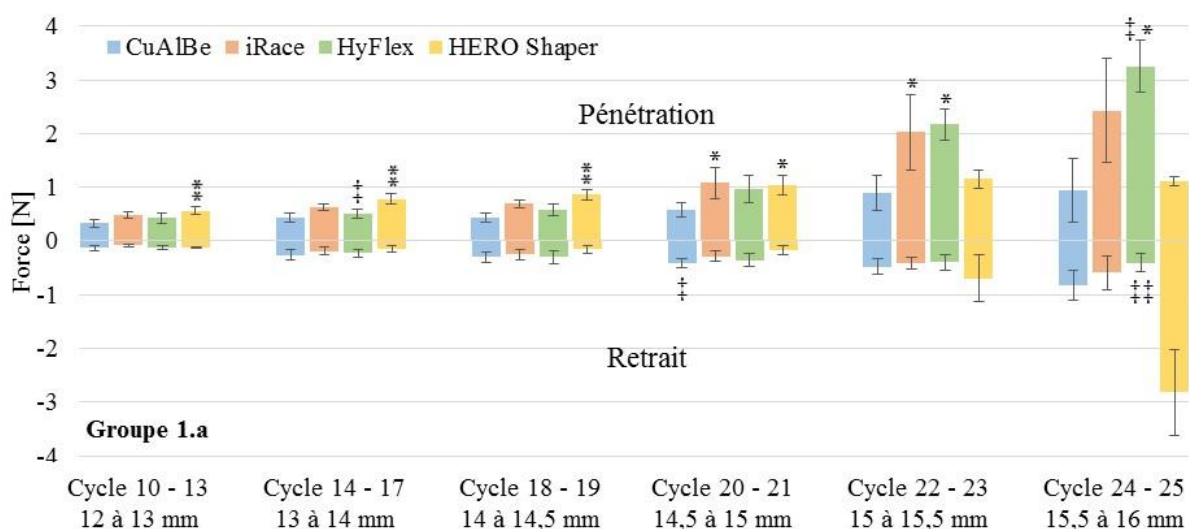


aucune différence significative n'est observée entre les prototypes CuAlBe 4% et les limes HERO Shaper® concernant les résultats de pénétration (**Figures 3.9a-3.6c**).

En retrait, les prototypes en CuAlBe 4% montrent des réponses similaires à celles des limes iRace® et HyFlex®. Les limes HERO Shaper® montrent quant à elles des forces au retrait significativement plus élevées que les limes HyFlex® :

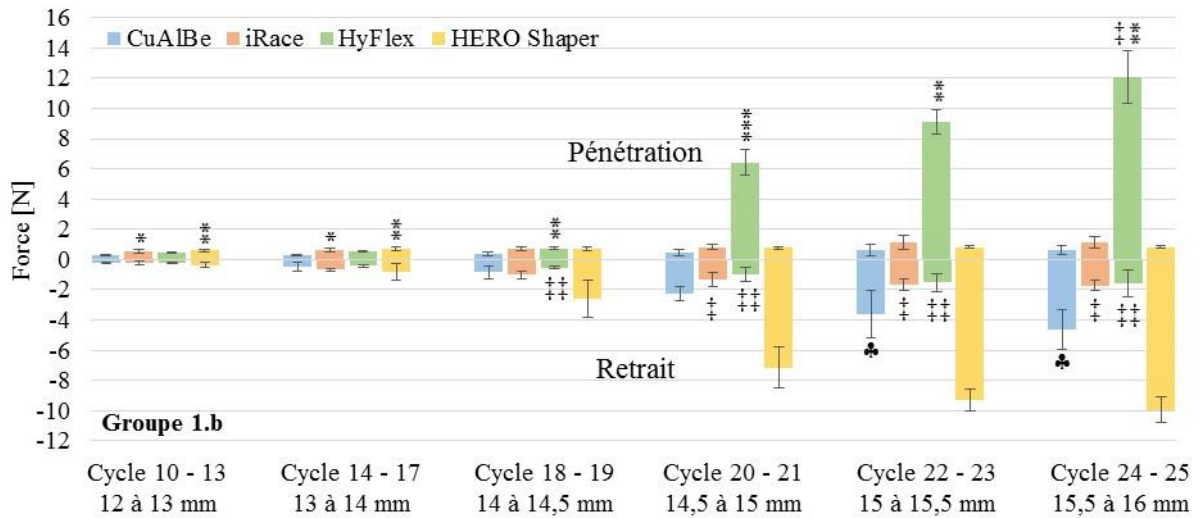
- à 16 mm de longueur de pénétration pour le groupe 1.a ( $P < 0,01$ ) ;
- dès 14,5 mm de longueur de pénétration pour le groupe 1.b ( $P < 0,01$ ) ;
- dès 13 mm de longueur de pénétration pour le groupe 2 ( $P < 0,05$  et  $0,01$ ).

De plus, les limes HERO Shaper® du groupe 1.b montrent des forces au retrait significativement plus élevées que pour les limes iRace® dès 15 mm ( $P < 0,01$ ). Cependant, aucune différence significative n'est observée entre les limes HERO Shaper® et les prototypes en CuAlBe 4% (**Figures 3.9a-3.6c**).

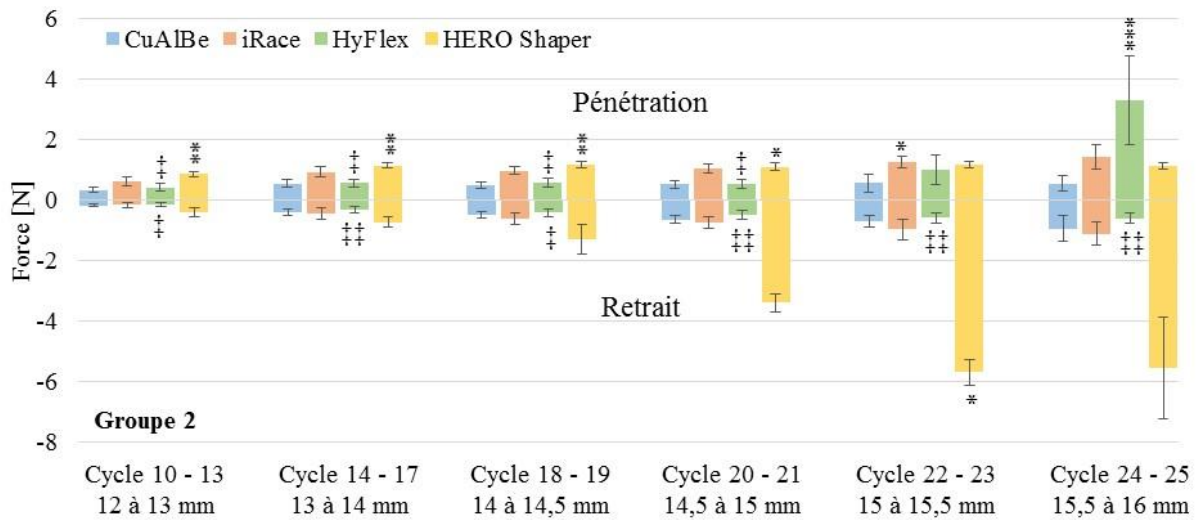


**Figure 3.9a.** Réponse des prototypes CuAlBe de type broche en 4% et des limes endodontiques NiTi dans des blocs résines pré-préparés en 15-06 (groupe 1.a). Symboles \* et ‡ : différence significative avec les prototypes en CuAlBe et les limes HERO Shaper®, respectivement.

### Partie 3. Analyses expérimentales de la réponse en pénétration / retrait

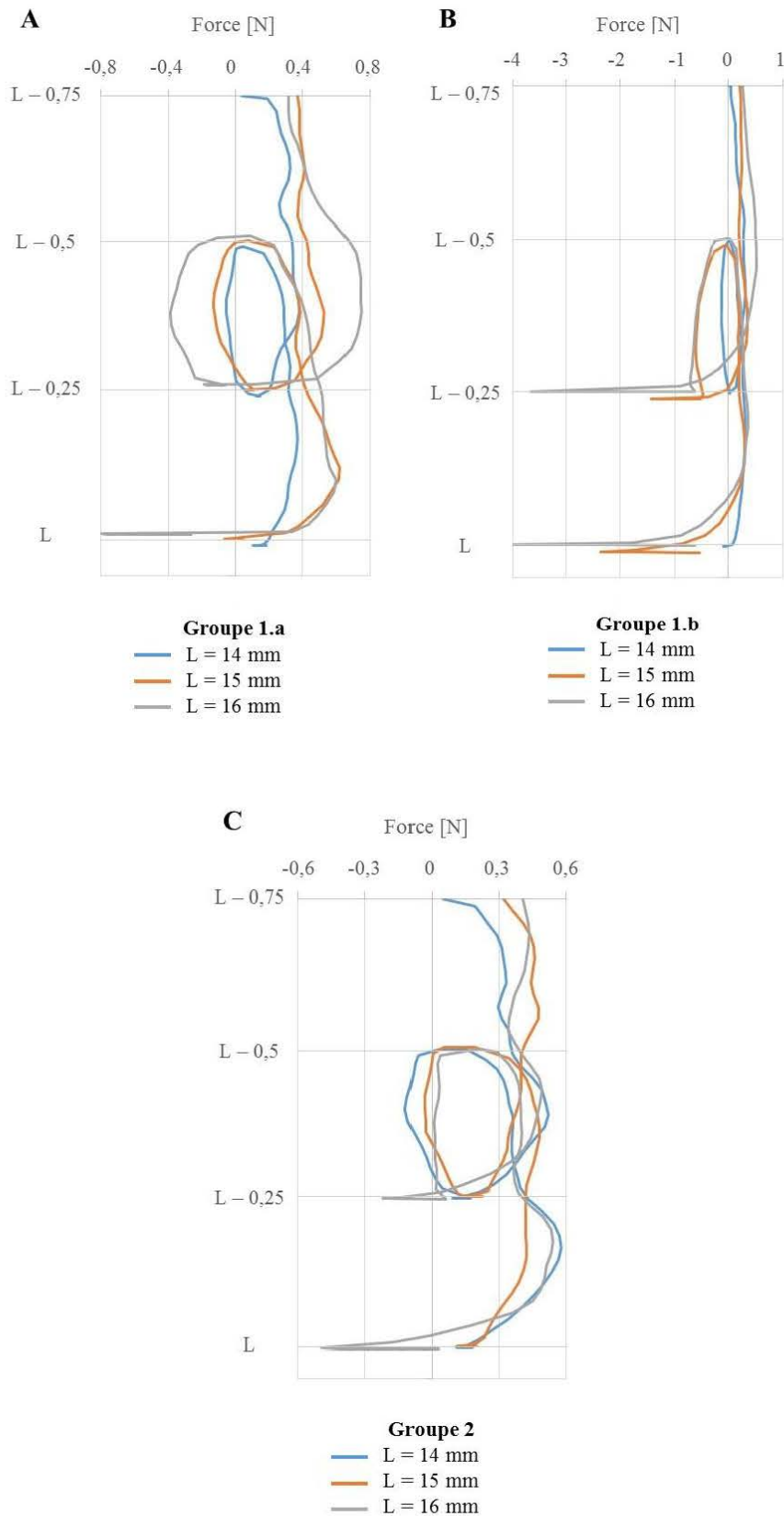


**Figure 3.9b.** Réponse des prototypes CuAlBe de type broche en 4% et des limes endodontiques NiTi dans des blocs résines pré-préparés en 20-04 (groupe 1.b). Symboles \* et ‡ : différence significative avec les prototypes en CuAlBe et les limes HERO Shaper®, respectivement ; ♣ : rupture instrumentale.

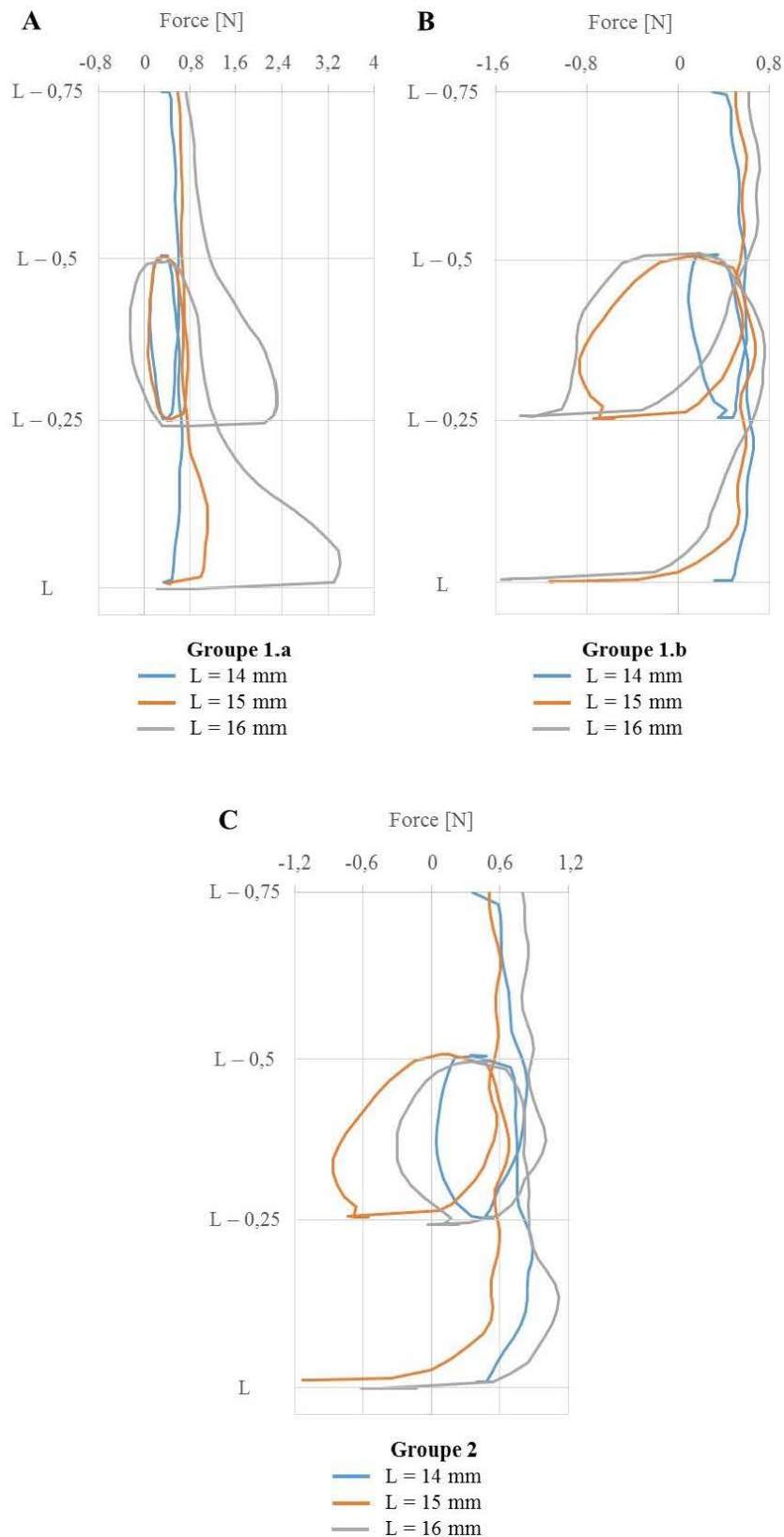


**Figure 3.9c.** Réponse mécanique des prototypes CuAlBe de type broche en 4% et des limes endodontiques NiTi dans des blocs résines pré-préparés en 25-04 (groupe 2). Symboles \* et ‡ : différence significative avec les prototypes en CuAlBe et les limes HERO Shaper®, respectivement.

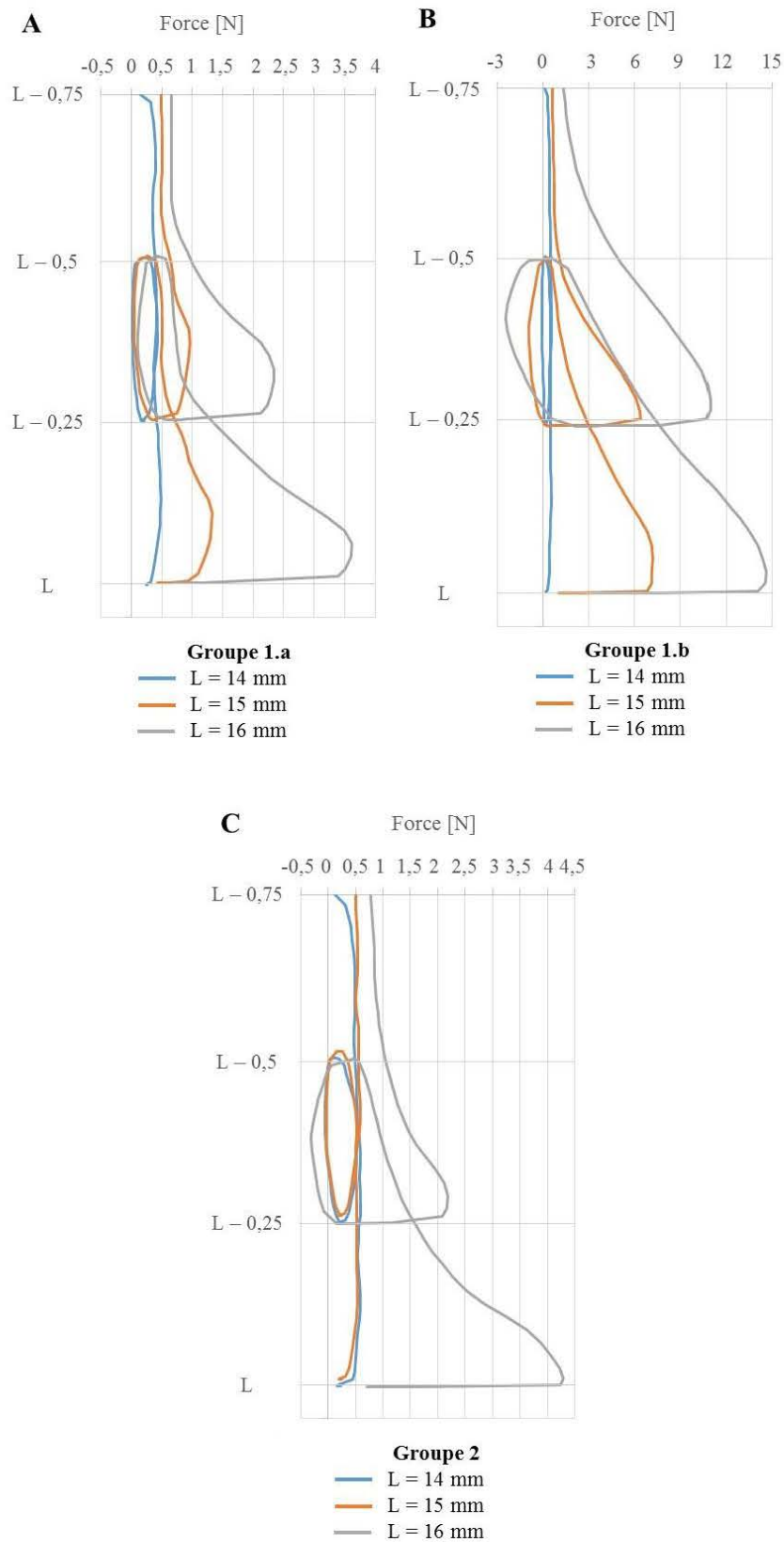
L'analyse des courbes en P/R à 14, 15 et 16 mm de longueur de pénétration permet de mettre en évidence de façon plus claire les « effets de vissage », ces dernières pouvant intervenir lors de la pénétration ou du retrait canalaire de l'instrument (**Figure 3.6**). Cette analyse montre que les instruments endodontiques testés présentent des valeurs maximales de contraintes en P/R lorsqu'ils sont amenés à préparer des canaux en 20-04, en comparaison à la préparation des canaux en 15-06 et 25-04 (**Figures 3.10a-3.10d**). De même, ces « effets de vissage » sont très marqués lorsque les instruments endodontiques travaillent la région apicale des canaux, correspondant à la zone la plus étroite du canal (**Figure 3.10e**). L'augmentation des contraintes est donc directement liée à l'étroitesse des canaux à préparer, et ce quel que soit le type d'alliage des instruments endodontiques. Lors de la pénétration, les limes HERO Shaper® montrent les « effets de vissage » les plus forts, suivies par les prototypes en CuAlBe 4%. Au retrait, l'ensemble des instruments endodontiques testés montre des résultats équivalents (**Figures 3.10a-3.10e**).



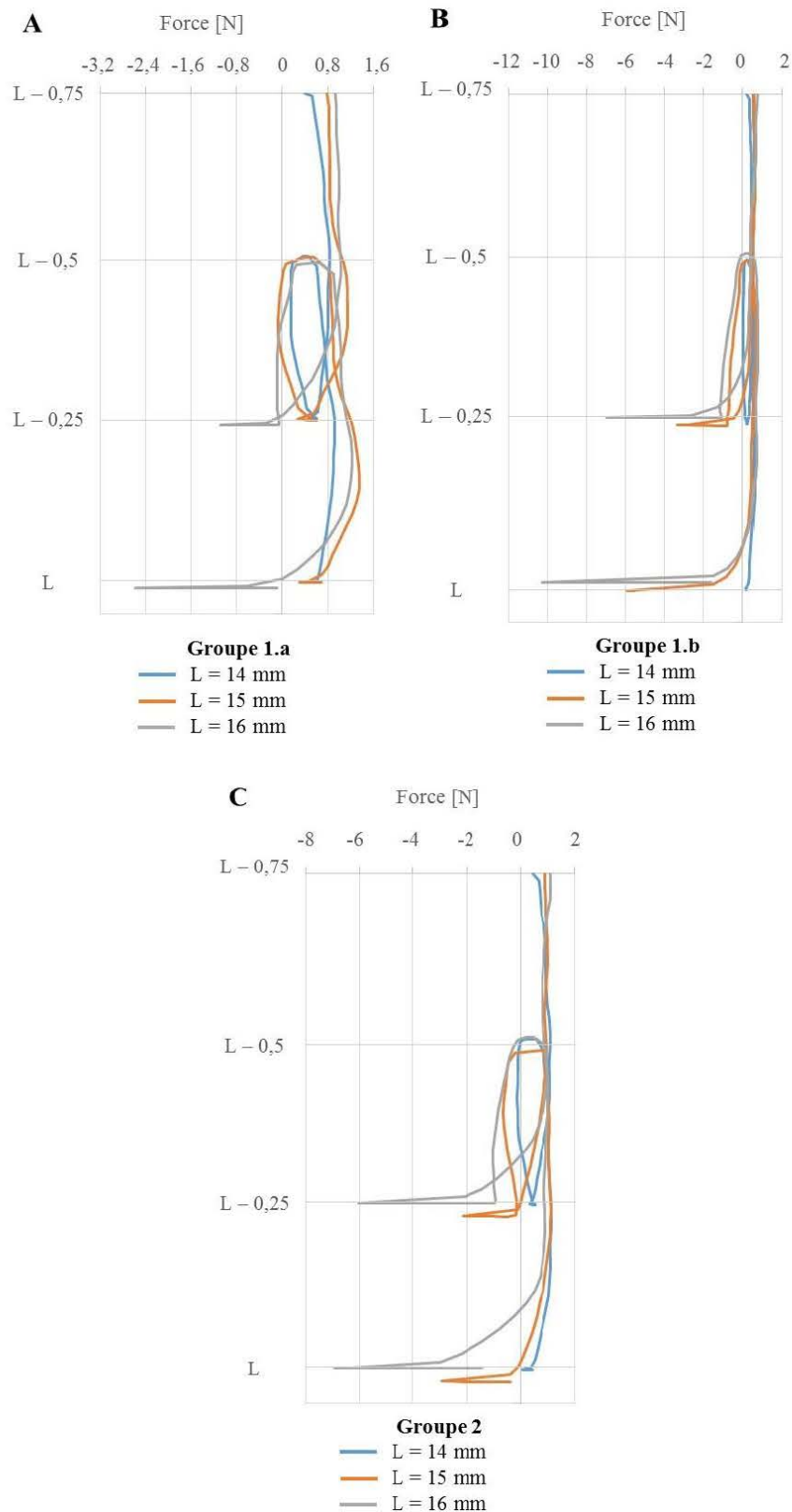
**Figure 3.10a.** Courbes de P/R à 14, 15 et 16 mm des prototypes CuAlBe de type broche. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.



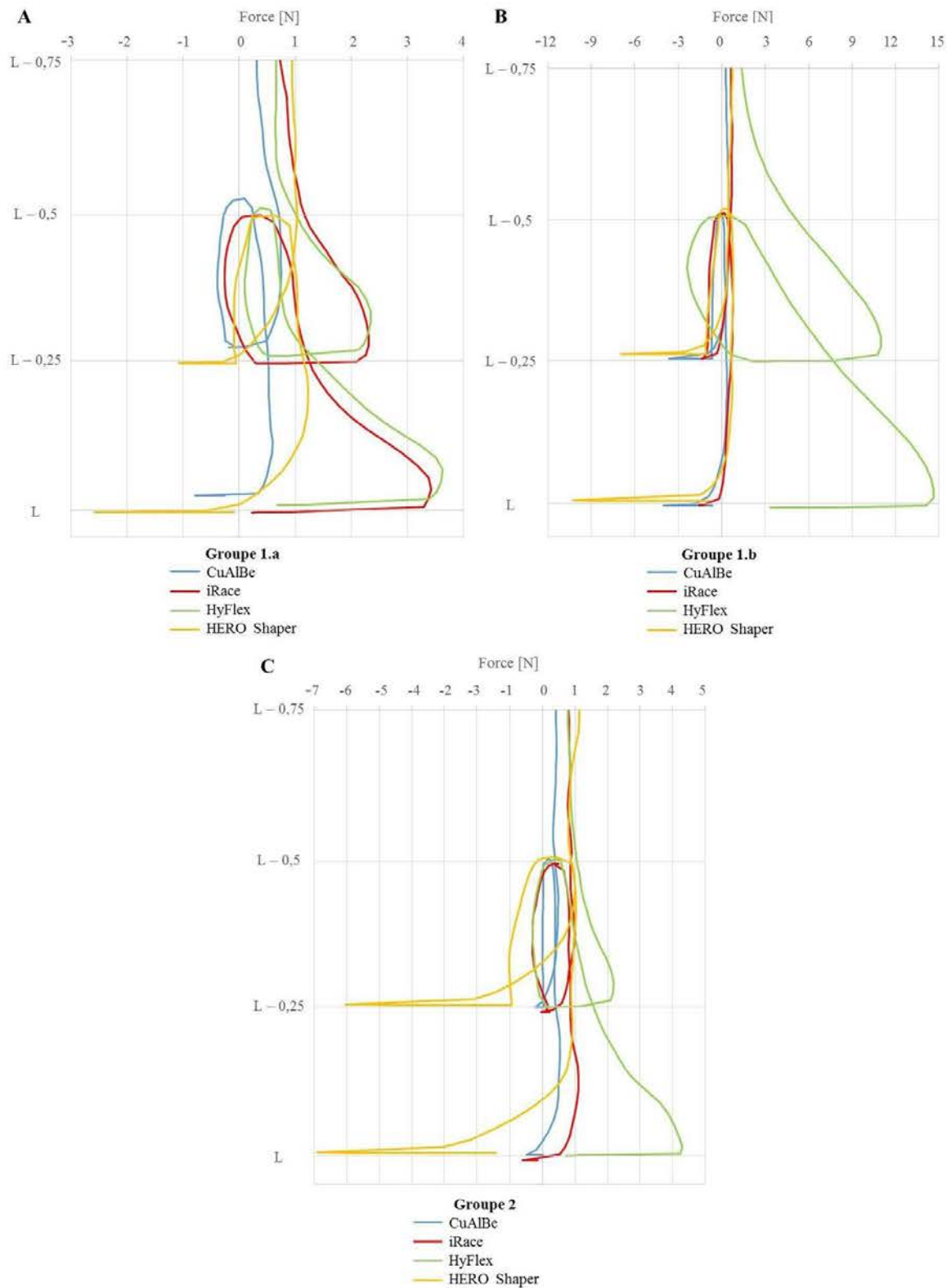
**Figure 3.10b.** Courbes de P/R à 14, 15 et 16 mm des limes endodontiques iRace®.  
A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.



**Figure 3.10c.** Courbes de P/R à 14, 15 et 16 mm des limes endodontiques HyFlex®.  
 A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.



**Figure 3.10d.** Courbes de P/R à 14, 15 et 16 mm des limes endodontiques HERO Shaper®. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.



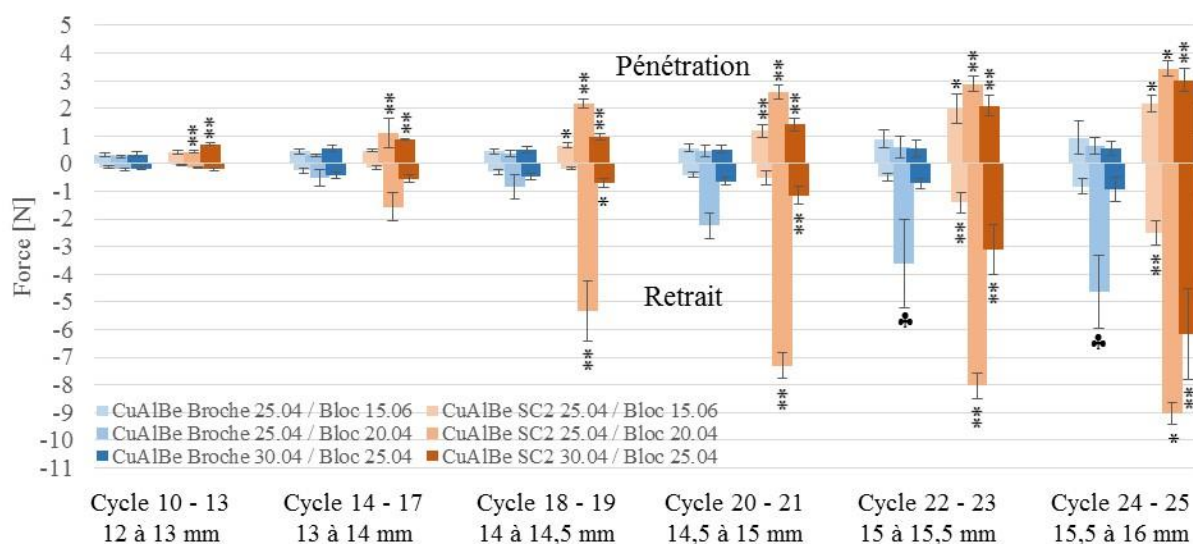
**Figure 3.10e.** Courbes de P/R à L = 16 mm des limes endodontiques en CuAlBe de type broche, iRace®, HyFlex® et HERO Shaper®. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.



### 3.1.3.2. Prototypes NiTi et CuAlBe de type SC2 modifié

Les prototypes CuAlBe 25-04 et 30-04 de type SC2 modifié montrent des résultats comparables aux limes HERO Shaper® et aux prototypes NiTi de type SC2 modifié.

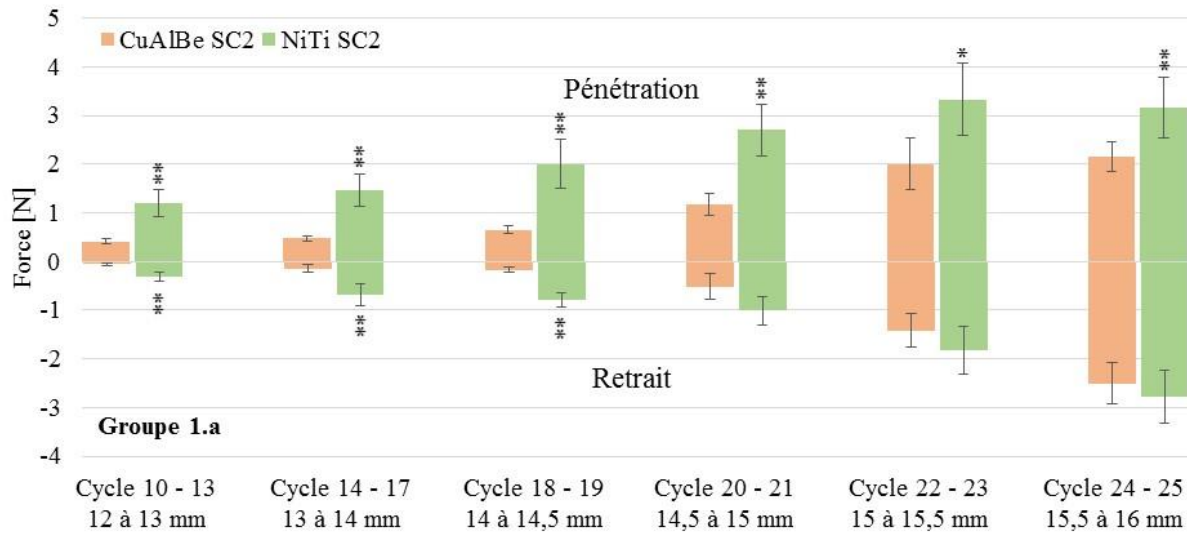
En pénétration, les prototypes CuAlBe de type SC2 modifié présentent des forces significativement plus élevées que pour les prototypes CuAlBe de type broche ( $P < 0,05$  ou  $0,01$ ). En termes de retrait, ils montrent également des forces significativement plus élevées ( $P < 0,05$  ou  $0,01$ ), mais aucune rupture instrumentale n'est relevée, tout comme pour les limes HERO Shaper® précédemment testées (**Figure 3.11**).



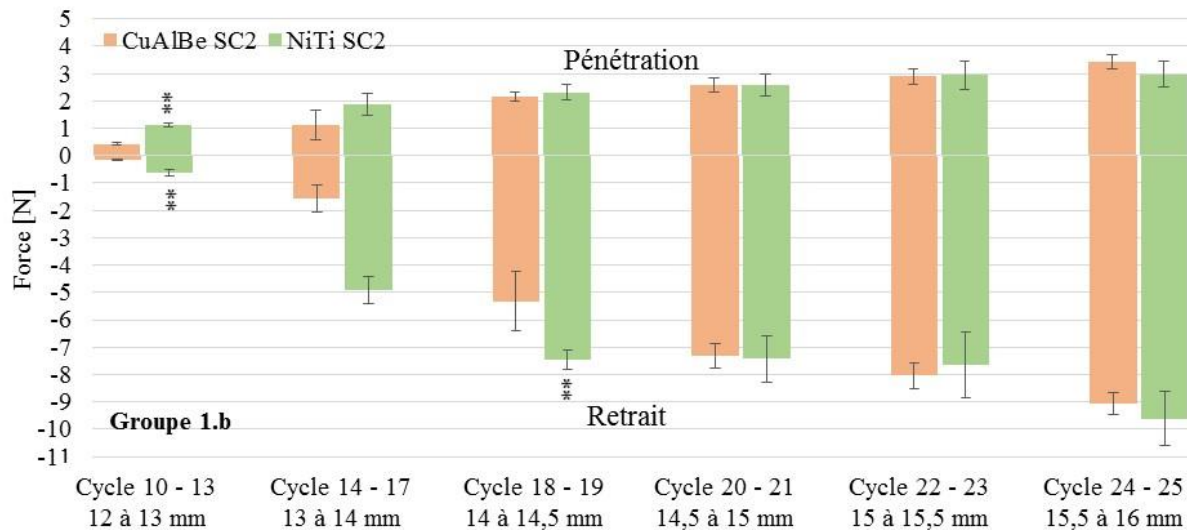
**Figure 3.11.** Réponse des prototypes CuAlBe de type broche et de type SC2 modifié. Symboles \* : différence significative avec les prototypes CuAlBe de type broche, pour des longueurs de pénétration et conditions expérimentales identiques ; ♣ : rupture instrumentale.

Dans les conditions expérimentales présentant les pré-élargissements les plus importants (groupes 1.a et 2), les prototypes SC2 modifiés en CuAlBe montrent des forces de pénétration significativement meilleures que ceux en NiTi ( $P < 0,05$  ou  $0,01$ ). De plus, ils présentent des résultats au retrait significativement meilleurs que leur homologue en NiTi pour des longueurs de pénétration inférieures à 15 mm ( $P < 0,01$ ) ; ces différences sont moins marquées pour des longueurs de pénétration supérieures à 15 mm (**Figures 3.12a et 3.12c**).

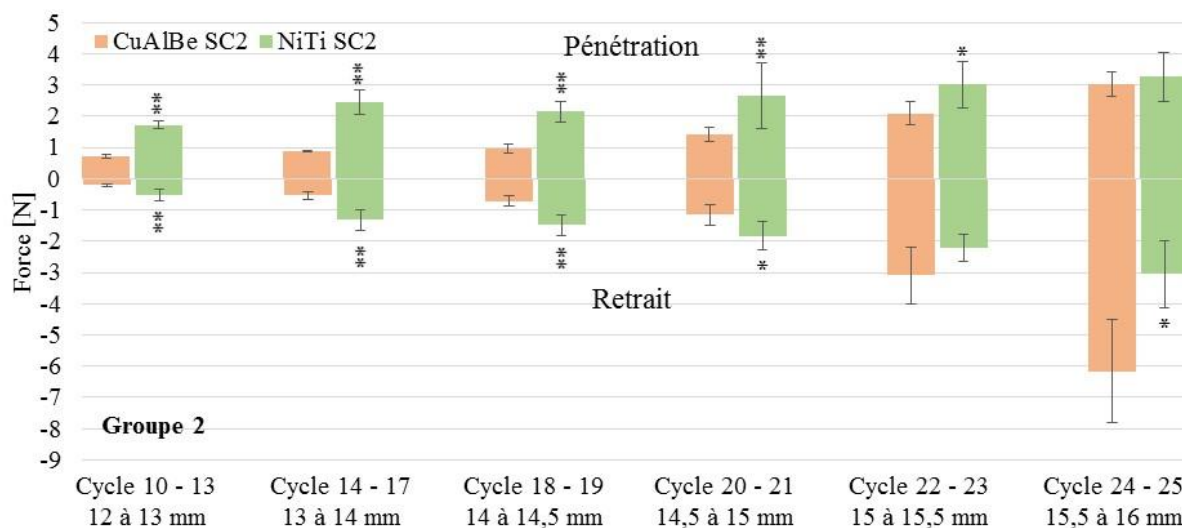
Dans les conditions expérimentales les moins pré-élargies (groupe 1.b) et quelle que soit la longueur de pénétration, les résultats mécaniques des deux prototypes SC2 modifié sont très similaires, tout spécialement dans la région la plus apicale (**Figure 3.12b**).



**Figure 3.12a.** Réponse des prototypes CuAlBe et NiTi de type SC2 modifié dans des blocs résines pré-préparés en 15-06 (groupe 1.a). Symbole \* : différence significative avec les prototypes en CuAlBe.

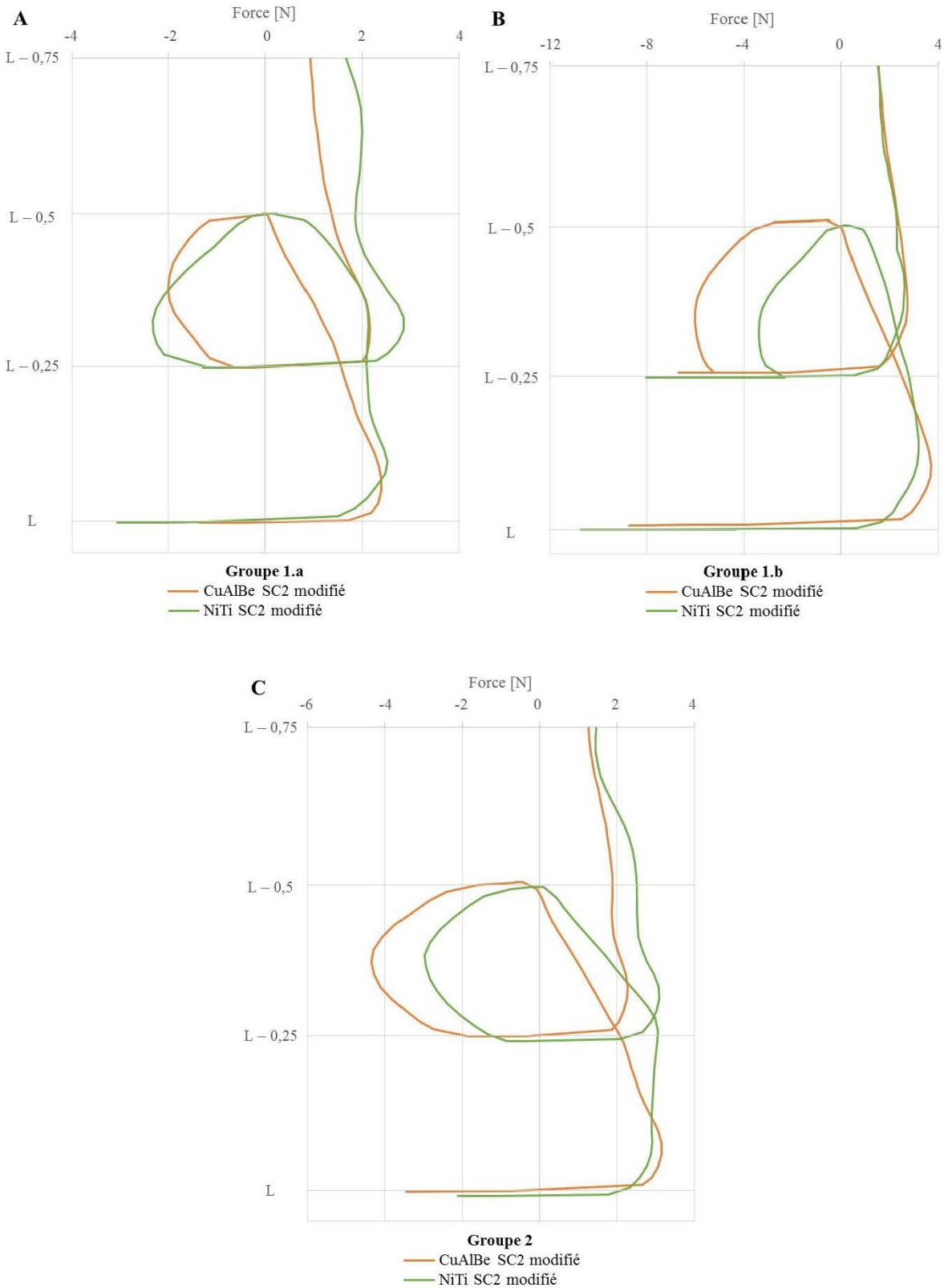


**Figure 3.12b.** Réponse des prototypes CuAlBe et NiTi de type SC2 modifié dans des blocs résines pré-préparés en 20-04 (groupe 1.b). Symbole \* : différence significative avec les prototypes en CuAlBe.



**Figure 3.12c.** Réponse des prototypes CuAlBe et NiTi de type SC2 modifié dans des blocs résines pré-préparés en 25-04 (groupe 2). Symbole \* : différence significative avec les prototypes en CuAlBe.

L'analyse des courbes de P/R à 16 mm montre que les prototypes SC2, aussi bien en CuAlBe qu'en NiTi, présentent des forces de vissage équivalentes et ce quelles que soient les conditions expérimentales. Les forces de vissage les plus importantes sont relevées dans le groupe 1.b, correspondant aux conditions expérimentales présentant les pré-élargissements les plus faibles (**Figure 3.13**).



**Figure 3.13.** Courbes de P/R à L = 16 mm des prototypes en CuAlBe et NiTi de type SC2 modifié. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.

### 3.1.4. Discussion

Les couples diamètre de pointe / conicité ont été choisis pour correspondre à notre étude par éléments finis (Vincent et al., 2015) et aux réalités cliniques. Effectivement, un instrument endodontique en 25-04 est habituellement utilisé après un instrument 15-06 ou 20-04. De même, un instrument 30-04 succède généralement à un instrument 25-04.

Comme nous l'avons vu précédemment, le CuAlBe monocristallin est un AMF qui présente un meilleur comportement superélastique (valeur de déformation de transformation maximale plus élevée et plateau de contrainte quasi-constant durant la transformation) mais un moins bon comportement en torsion que le NiTi polycristallin (Entemeyer et al., 2000; Šittner et al., 2003). Nos résultats expérimentaux sont en accord avec ce constat et montrent une fragilité lors des mouvements de retrait du CuAlBe monocristallin, en comparaison au NiTi polycristallin. Lors d'un chargement en torsion, le CuAlBe monocristallin subit une faible déformation de transformation et présente un comportement fragile.

Dans les blocs en résine pré-préparés en 15-06 et en 25-04, le CuAlBe montre des résultats significativement meilleurs en retrait que dans ceux pré-préparés en 20-04. Ces résultats sont facilement explicables : les limes en CuAlBe présentant une moins bonne réponse en torsion que les limes NiTi, leur réponse mécanique est moins adaptée aux conditions étroites. Les blocs en résine 20-04 étant plus étroits que ceux pré-préparés en 15-06 et 25-04, les contraintes de torsion sont plus importantes et peuvent en partie expliquer les ruptures instrumentales observées dans les derniers millimètres de préparation canalaire de deux instruments CuAlBe 25-04 de type broche du groupe 1.b (**Tableau 3.2a**). Concernant les instruments CuAlBe de conicité 3,75%, ces derniers présentent un diamètre global plus faible que leurs homologues de conicité 4%. Cette différence est donc à l'origine d'une plus faible rigidité instrumentale pouvant expliquer la plus faible résistance en torsion et les ruptures observées des instruments de conicité 3,75% (**Figure 3.8**).

Il est intéressant de noter que les forces de vissage peuvent apparaître lors des mouvements de pénétration et de retrait (**Figure 3.6**) :

- Lors de la pénétration, la lime endodontique, de par la géométrie de sa section de coupe, peut être aspirée dans les parties les plus étroites du canal, c'est-à-

dire dans les régions apicales. Le vissage entraîne une aspiration de l'instrument qui est alors retenu par la machine de traction, enregistrant ainsi des contraintes de traction. Le vissage de l'instrument induit alors des phénomènes de blocage canalaire pouvant entraîner une rupture instrumentale. Ce phénomène est d'autant plus marqué pour les instruments endodontiques présentant une section de coupe de type broche, en « vis à bois ». Ceci explique que les prototypes en CuAlBe de type broche soient les instruments présentant le plus d'effet de vissage quelles que soient les conditions expérimentales (**Figures 3.9a-3.9c**).

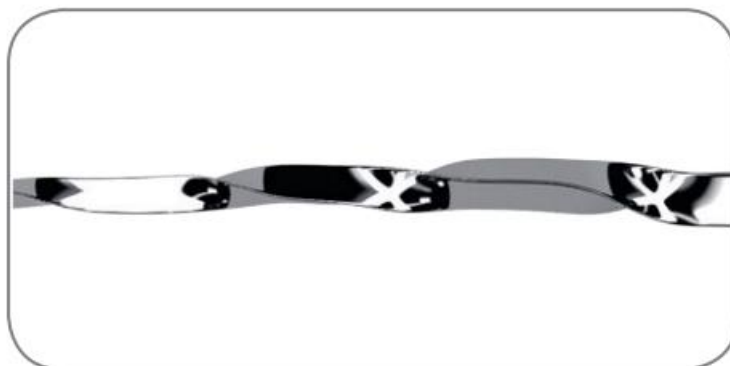
- Lors du retrait, l'instrument endodontique est inéluctablement sujet à des forces de vissage allant à l'encontre de son retrait et induisant des forces de traction. Plus le vissage instrumental est important, plus les forces de traction nécessaires à son retrait sont élevées. Ici aussi, le vissage instrumental est directement lié à la section de coupe de l'instrument. Plus la section présente un profil de broche et plus le vissage est important, entraînant un risque de rupture par torsion élevé (**Figures 3.9a-3.9c**). En conclusion, la superposition de la force de traction nécessaire au retrait de l'instrument et la torsion de l'instrument lors de la préparation canalaire, sauf en cas de blocage instrumental, expliquent que la torsion constitue sûrement la contribution la plus importante au chargement.

La conséquence des « effets de vissage » est un risque de rupture lié à l'association de plusieurs chargements comprenant traction, torsion par vissage et au retrait, et flexion liée à la forme du canal. Le moteur endodontique continue à vouloir entraîner l'instrument vissé et un phénomène de torque se met en place. La limite élastique de l'alliage est alors rapidement atteinte entraînant une déformation plastique et une rupture par flexion / torsion quasi-immédiate de l'instrument, tout particulièrement lors du blocage de la pointe de l'instrument dans le canal.

Initialement et selon les données numériques obtenues par éléments finis, nous pensions que les prototypes 25-0375 obtiendraient les meilleurs résultats mécaniques. Hors, d'un point de vue expérimental, ce sont les prototypes 25-04 qui les ont obtenus. Cependant, les analyses par éléments finis étaient de type flexion / torsion et la torsion n'était que de 20°, contrairement à nos expérimentations réalisées en P/R et en rotation continue (350 rpm). Les valeurs de torsion sont plus élevées

expérimentalement que numériquement. Malgré cette différence, les prototypes CuAlBe 25-04 obtenant expérimentalement les meilleurs résultats mécaniques correspondaient aux deuxièmes meilleurs résultats numériques (Vincent et al., 2015).

Dans cette étude, le système Race® utilise des alternances d'arêtes de coupe et de segments droits créant ainsi un pas alterné permettant d'augmenter la flexibilité de l'instrument et de diminuer les risques de vissage (Bergmans *et al.*, 2001) (**Figure 3.14**). C'est cette alternance spécifique qui explique les faibles forces de vissage observées. Le système HyFlex® utilise quant à lui l'effet mémoire de forme de l'alliage NiTi polycristallin pour limiter ces effets de vissage. Lorsque l'instrument est soumis à des sollicitations de torsion importantes, il se déforme et se dés spiralise, limitant ainsi les risques de vissage. Concernant les prototypes en CuAlBe de type broche, les « effets de vissage » observés sont favorisés par la section de coupe instrumentale mais également par le mouvement de rotation continue. Les paramètres géométriques des instruments endodontiques en CuAlBe influencent également grandement les « effets de vissage », comme le montrent nos résultats comparant les limes CuAlBe de conicité 3,75% et 4%.



**Figure 3.14.** Alternance d'arêtes de coupe et de segments droits (Race®, FKG).

L'importance de la section de coupe instrumentale sur le comportement mécanique des instruments endodontiques a été largement démontrée dans la littérature et par nos résultats (Berutti et al., 2003; Kim et al., 2009; Peters et al., 2003; Schäfer and Tepel, 2001; Ullmann and Peters, 2005; Yared et al., 2003). Dans ce contexte, nous avons conduit de nouveaux tests de P/R en faisant varier la section de coupe des prototypes en CuAlBe. En prenant en compte nos premières expérimentations, les limes HERO Shaper® montrent des résultats de P/R équivalents aux prototypes CuAlBe de type broche mais des forces au retrait plus élevées.

Cependant, aucune rupture instrumentale n'a été observée pour les limes HERO Shaper<sup>®</sup>, contrairement aux limes CuAlBe de type broche. D'un autre côté, la littérature suggère que les sections de coupe présentant une face décalée, comme le RevoS<sup>®</sup>, présentent de bonnes propriétés mécaniques (Celik et al., 2013; Diemer et al., 2013; Hashem et al., 2012). De plus, la section de coupe des instruments RevoS<sup>®</sup> est très proche de celle des HERO Shaper<sup>®</sup>.

En conservant nos paramètres géométriques initiaux (25-04 et 30-04) et en tenant compte de ces dernières considérations, des prototypes en NiTi et CuAlBe ont été réalisés avec une section de coupe de type SC2 présentant une face décalée de 0,05 mm, appelés SC2 modifié. Les tests de P/R de ces prototypes montrent des réponses mécaniques au retrait similaires à celles obtenues par les instruments HERO Shaper<sup>®</sup>, quel que soit l'alliage ; nous pouvons cependant noter une différence significative mais acceptable en pénétration ( $P < 0,05$ ). Les prototypes SC2 en CuAlBe présentent des forces en pénétration, liées à la courbure canalaire, et au retrait, liées aux forces de traction induites par les « effets de vissage », significativement plus élevées que pour leurs homologues de type broche ( $P < 0,01$ ) mais aucune rupture instrumentale ni initiation de rupture n'a été observée.

Les réponses mécaniques des deux prototypes SC2 en NiTi et CuAlBe sont très similaires, bien que légèrement meilleures pour les prototypes en CuAlBe (**Figures 3.12a-3.12c**). Ces prototypes en CuAlBe pourraient donc être utilisables pour la réalisation de traitements endodontiques et confirment l'intérêt de définir précisément une section de coupe propre à l'utilisation de ce nouvel AMF en rotation continue.



## **3.2. Analyses de la rupture instrumentale par microscope électronique à balayage**

### **3.2.1. Objectifs**

Le caractère monocristallin du CuAlBe utilisé dans ce travail est à l'origine de la faible résistance en torsion de nos prototypes endodontiques. Cependant, les ruptures observées lors de nos expérimentations ne sont pas suffisantes à elles seules pour attester de leur survenue par torsion.

L'hypothèse posée est que la rupture des prototypes CuAlBe est une rupture par flexion / torsion. L'objectif de cette étude était de valider cette hypothèse en étudiant le faciès de rupture de l'instrument.

### **3.2.2. Matériels et méthodes**

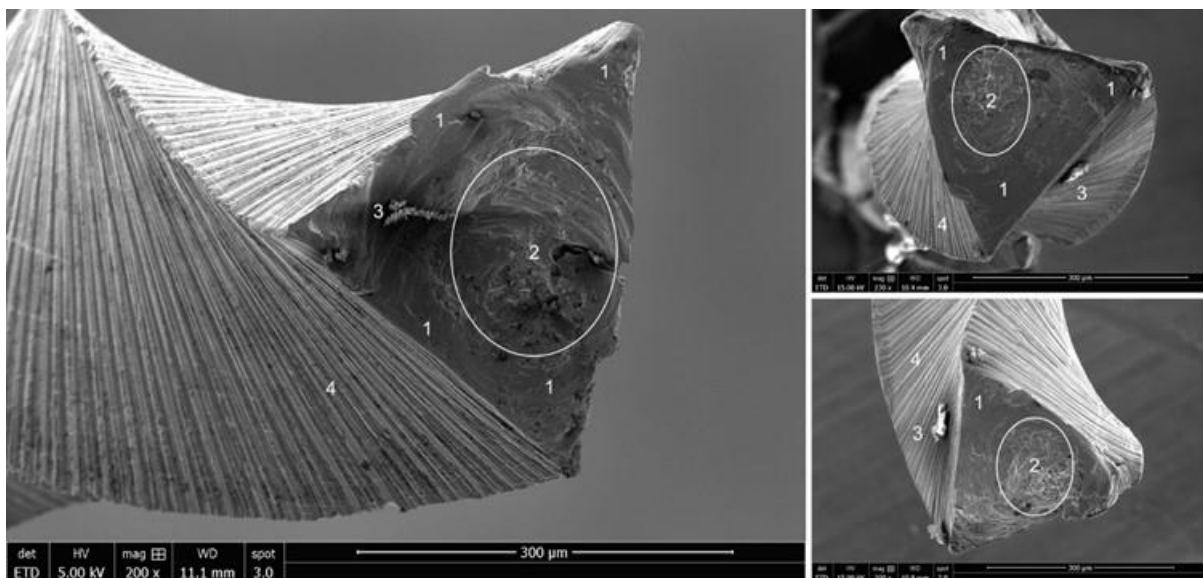
Suite à un nettoyage dans une solution d'éthanol vibrée pendant 10 minutes dans une cuve ultrasonore, le prototype CuAlBe 25-04 de type broche dont la rupture instrumentale est survenue au cours du dernier cycle de charge / décharge (groupe 1.b) a été analysé par microscopie électronique à balayage (MEB) (Quanta® 650 FEG, FEI™, Oregon, USA). Le prototype analysé s'est fracturé au cours d'un test normal de P/R.

Les micrographies présentées ont été réalisées par imagerie en électrons secondaires permettant d'obtenir un effet de contraste topographique.

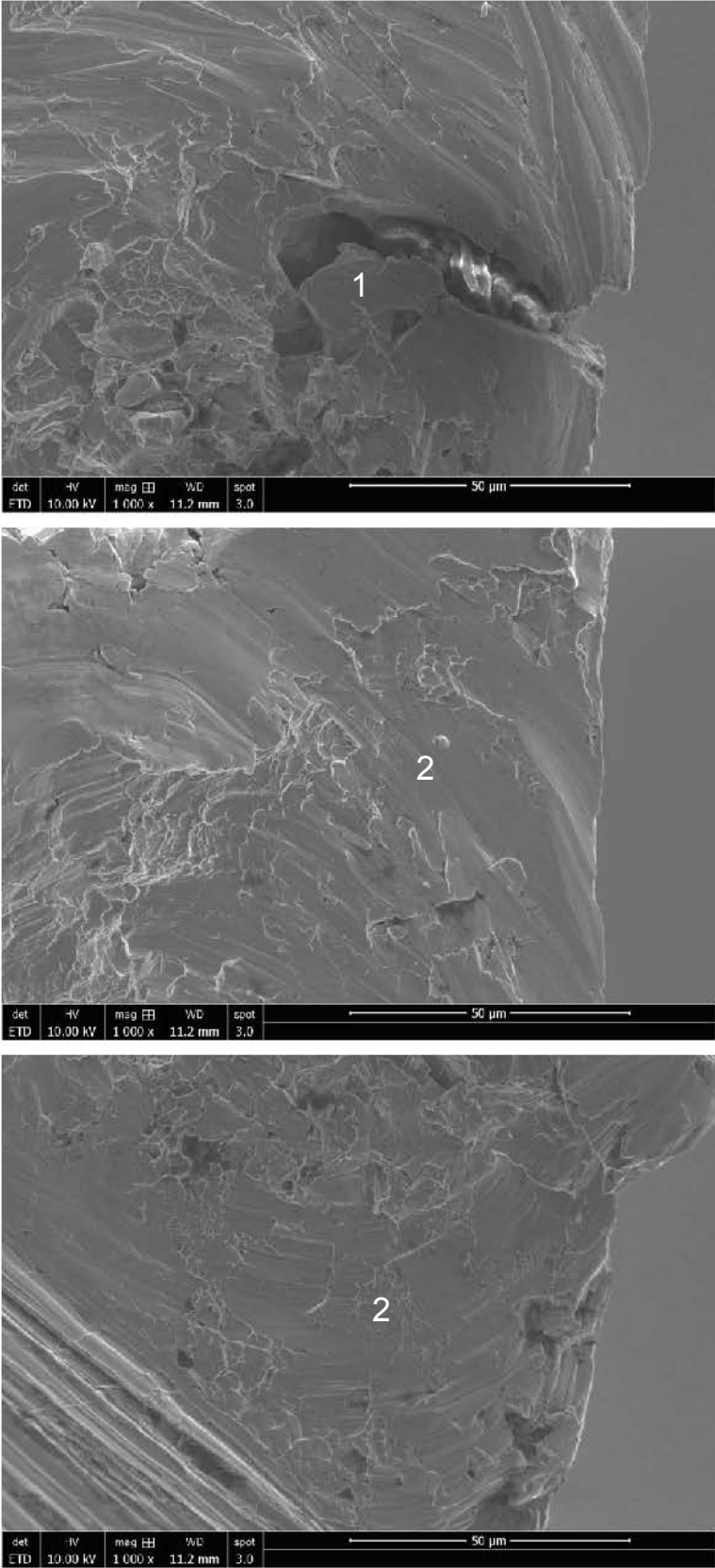
### **3.2.3. Résultats et discussion**

Les clichés micrographiques mettent en évidence des zones d'initiation à la rupture en périphérie de la section de coupe de l'instrument avec une zone d'arrachement au cœur de cette dernière. Nous pensons que cette rupture est liée à une combinaison de contraintes en flexion / torsion, mais des analyses complémentaires sont encore nécessaires afin de valider cette hypothèse (**Figures 3.15a et 3.15b**). Toutes les ruptures d'instruments endodontiques en CuAlBe relevées dans ce travail se sont déroulées durant les derniers cycles de préparation canalair, lorsque la partie canalair à préparer était la plus étroite. Les éléments fracturés mesuraient entre 4 et 5 mm de long. Les ruptures se sont produites à la pointe des instruments correspondant, en termes de préparation canalair, au niveau de la sortie de la courbure canalair, supportant l'hypothèse d'une rupture par flexion / torsion.

L'absence de traitement de surface des instruments en CuAlBe monocristallin est à l'origine de nombreuses zones d'accumulation de contraintes, matérialisées par les stries d'usinage. Il est fort probable qu'un des angles formant la section de coupe instrumentale se soit bloqué en premier. En raison de ce blocage, la section de coupe se serait ensuite progressivement déformée en permettant la propagation des contraintes le long des stries d'usinage jusqu'à la rupture de l'instrument par arrachement. En effet, la ligne de rupture observée sur les micrographies coïncide parfaitement avec l'une de ces stries d'usinage. Il est donc nécessaire de développer un traitement de surface propre au CuAlBe monocristallin, tout comme l'électropolissage pour le NiTi (**Figure 3.15c**).



**Figure 3.15a.** Analyse MEB d'une rupture d'un prototype CuAlBe 25-04 de type broche. À gauche : partie instrumentale fracturée connectée à la pièce à main endodontique ; À droite : deux micrographies de la partie apicale fracturée. 1 : zone d'initiation de la rupture ; 2 : zone de rupture par déchirure due à la fatigue instrumentale ; 3 : débris résineux incrustés à la surface du faciès de rupture ; 4 : stries d'usinage.



**Figure 3.15b.** Fort grossissement de la partie connectée à la pièce à main endodontique du prototype CuAlBe 25-04 de type broche fracturé. 1 : zone d’initiation de la rupture ; 2 : dislocation centrifuge partant de la zone d’initiation de la rupture.

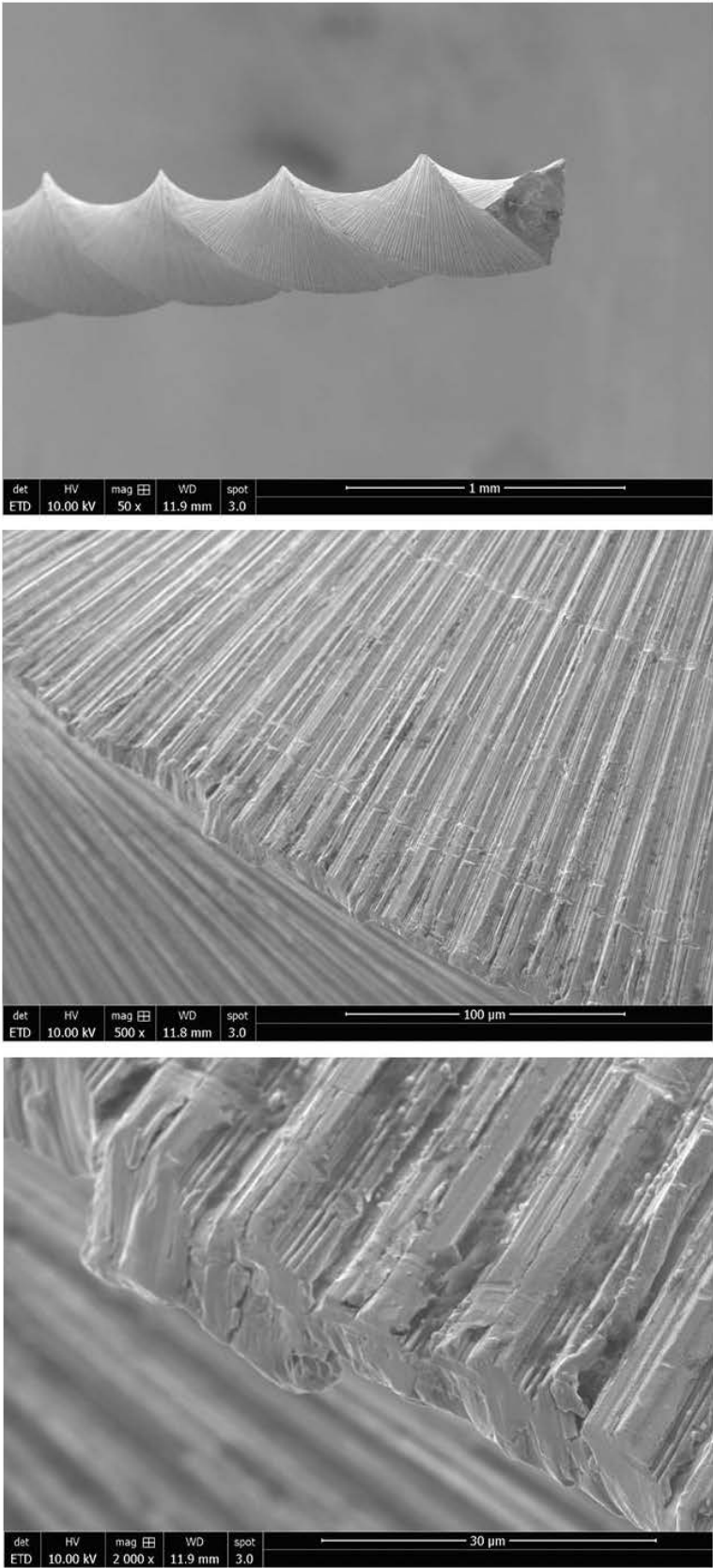


Figure 3.15c. Stries d’usinage en surface des prototypes en CuAlBe monocristallin.

Les analyses par microscopie électronique à balayage permettent de penser que les ruptures instrumentales observées pour les prototypes CuAlBe de type broche étaient liées à des contraintes de flexion / torsion trop importantes subies par l'instrument. Ils soulignent de surcroît la présence de stries d'usinage très marquées en raison d'une absence de traitement de surface (comme l'électropolissage d'un instrument en NiTi par exemple). Ces stries sont à l'origine de zones d'accumulation de contraintes et représentent autant de zones d'initiation à la rupture. L'élaboration d'un traitement de surface fait donc également partie des priorités à mettre en place dans le cadre du développement d'un instrument endodontique en AMF cuivreux.

### **3.3. Conclusions et perspectives**

Les résultats obtenus montrent que les instruments endodontiques en CuAlBe de type SC2 modifié sont équivalents aux instruments NiTi en P/R et qu'ils pourraient donc être utilisés dans les traitements endodontiques. Les prototypes en CuAlBe de type broche montrent des résultats en pénétration significativement meilleurs que les instruments iRace® et HyFlex® mais significativement moins bons en retrait, en particulier dans les conditions de pré-préparation les moins pré-préparées.

Les premiers tests réalisés en rotation continue avec des prototypes en CuAlBe monocristallin sont donc très encourageants mais des études complémentaires quant aux sections de coupe instrumentale et aux mouvements de travail sont encore nécessaires. La présence d'un diamètre global plus important, d'un pas alternatif et/ou d'angles d'hélices augmentés (Diemer and Calas, 2004), de méplat radian ou d'une conicité variable sont autant de solutions pouvant permettre d'augmenter cette faible résistance à la torsion. Des mouvements de mécanisation plus adaptés à la réponse en torsion des instruments en CuAlBe monocristallin devront également être testés, comme les mouvements alternatifs symétrique et asymétrique d'amplitudes variables. Ces mouvements consistent à réaliser de façon alternée une rotation horaire suivie d'une rotation antihoraire. L'amplitude de chaque rotation peut être identique (mouvement alternatif symétrique) ou différente (mouvement alternatif asymétrique) et entraîne une dissipation des contraintes de torsion lors du mouvement antihoraire, limitant ainsi les risques de rupture instrumentale. De plus, des tests de flexion / torsion sur bancs d'essais avec mesure du couple sont nécessaires pour valider les résultats obtenus par éléments finis (Vincent et al., 2015). De même, pour chaque type de mouvement de travail étudié, des sections de coupes spécifiques aux instruments en

CuAlBe monocristallin devront être établies par éléments finis avant d'être testées en flexion / torsion sur banc d'essais.

Pour conclure, les instruments endodontiques en CuAlBe pourraient présenter une action mécanique permettant la mise en forme canalaire et une action chimique sur le biofilm grâce à leur action antimicrobienne. Aujourd'hui, aucun instrument endodontique n'est capable de combiner simultanément ces deux actions. Tout comme le NiTi polycristallin, le CuAlBe monocristallin pourrait donc révolutionner à son tour la pratique endodontique.

Afin de compléter les données expérimentales obtenues par nos tests de P/R et analyses MEB, des analyses par éléments finis ont été conduites selon dans les mêmes conditions expérimentales. Ces analyses numériques complémentaires ont été réalisées afin d'accéder aux informations locales en tous points matériel telles que la contrainte maximale, la déformation ou encore la fraction volumique de martensite, et sont décrites dans la prochaine partie de ce travail.

# 4

## Analyses numériques complémentaires et comparatives aux résultats expérimentaux de pénétration / retrait

### Sommaire

---

4.1. Objectifs .....	110
4.2. Matériels et méthodes .....	110
4.3. Modélisation du comportement thermomécanique des AMFs.....	114
4.4. Résultats et discussion.....	115
4.5. Conclusions et perspectives .....	126

---

## **4. Analyses numériques complémentaires et comparatives aux résultats expérimentaux de pénétration / retrait**

### **4.1. Objectifs**

Les premières études quant au développement d'un instrument endodontique en AMF à base cuivre ont été réalisées par éléments finis. Ces dernières nous ont permis d'obtenir nos premiers prototypes et ainsi de passer aux phases expérimentales. Les résultats expérimentaux permettent de comparer la réponse en P/R des instruments en CuAlBe monocristallin et en NiTi polycristallin mais cette comparaison n'est basée que sur les composantes verticales mesurées de la force et du déplacement, donc uniquement sur des grandeurs globales. Afin de mesurer les grandeurs locales telles que la contrainte maximale ou encore la fraction volumique de martensite, les analyses expérimentales ont été complétées par des analyses par éléments finis. Dans la partie suivante, la modélisation numérique par éléments finis est exposée, ainsi que les résultats obtenus.

### **4.2. Matériels et méthodes**

Les tests de P/R sont simulés par éléments finis. Le modèle utilisé est composé d'une partie infiniment rigide représentant le canal courbé à 70° (rayon de courbure 4,5 mm) et d'une partie déformable représentant l'instrument endodontique étudié. Une loi de contact est introduite entre ces deux structures afin de gérer leurs interactions mutuelles au cours du processus de P/R. Les modèles géométriques paramétrés de l'instrument endodontique et du canal radiculaire étudiés ont été obtenus par CAO en utilisant le logiciel CATIA®. Ils ont ensuite été importés dans le code de calcul par éléments finis ABAQUS® afin de simuler un protocole de P/R des instruments endodontiques dans une racine dentaire. La géométrie est maillée avec des éléments tétraédriques C3D4 (éléments solides) avec interpolation linéaire pour les instruments endodontiques et avec des éléments coques à formulation infiniment rigide R3D4 pour les canaux radiculaires simulés.

Les instruments endodontiques en 25-04 et 30-04 sont respectivement maillés avec 10205 et 7969 éléments solides de type C3D4 (éléments tétraédriques sous ABAQUS®) avec interpolation linéaire. Sur la tige, les éléments ont une taille de 0,2 mm. Le long de la lame, leur taille diminue régulièrement de 0,2 mm à 0,08 mm. La



pointe est quant à elle composée d'éléments de 0,08 mm (**Tableau 4.1**). Le maillage est conçu pour n'avoir aucun élément distordu (**Figure 4.1**).

Les canaux endodontiques simulés sont maillés avec des éléments R3D4 (éléments rigides sous ABAQUS®) avec interpolation linéaire. Les canaux préparés en 15-06 sont maillés avec 1458 éléments et ceux en 20-04 et 25-04 avec 1126 éléments. La taille des éléments est régulière sur l'ensemble des canaux. Chaque élément mesure 0,2 mm (**Tableau 4.1**). Les canaux sont considérés comme dimensionnellement stables et indestructibles (**Figure 4.1**).

**Tableau 4.1.** Paramètres de maillage des limes et blocs utilisés dans les analyses numériques.

	<b>Couple « lime 25-04 / bloc 15-06 »</b>	<b>Couple « lime 25-04 / bloc 20-04 »</b>	<b>Couple « lime 25-04 / bloc 20-04 »</b>
<b>Nombre d'éléments finis par lime</b>	10205	10205	7895
<b>Nombre d'éléments finis par canal</b>	1458	1126	1126
<b>Type d'éléments lime</b>	C3D4	C3D4	C3D4
<b>Type d'éléments canal</b>	R3D4	R3D4	R3D4
<b>Taille élément canal [mm]</b>	0,2	0,2	0,2
<b>Taille des éléments finis de la lime [mm]</b>	Tige : 0,2 Lame active : de 0,2 à 0,08 Taille dégressive le long des 3 hélices de la lame Pointe : 0,08	Tige : 0,2 Lame active : de 0,2 à 0,08 Taille dégressive le long des 3 hélices de la lame Pointe : 0,08	Tige : 0,2 Lame active : de 0,2 à 0,08 Taille dégressive le long des 3 hélices de la lame Pointe : 0,08



**Figure 4.1.** Maillages utilisés pour les instruments endodontiques (A) et les canaux radiculaires (B).

Une étude préalable de maillage a été réalisée dans le but d'aboutir à un compromis entre précision de résultats et temps de calcul. L'ensemble des paramètres géométriques des instruments endodontiques et canaux radiculaires simulés utilisés dans cette étude a été déterminé en prenant en considération les réalités cliniques d'un traitement canalaire et nos précédents résultats par éléments finis (Vincent et al., 2015).

Les couples « instrument endodontique / canal radiculaire » simulés et analysés par éléments finis correspondent aux groupes 1.a, 1.b et 2 de nos précédents tests expérimentaux (**Tableau 3.2a**). La pénétration de l'instrument endodontique est réalisée jusqu'à son blocage dans le canal radiculaire, soit 14 mm pour le couple « lime 25-04 / bloc 15-06 » et 13,5 mm pour les couples « lime 25-04 / bloc 20-04 » et « lime 30.04 / bloc 25-04 ». Ces conditions aux limites sont ensuite relâchées afin de simuler le retrait canalaire de l'instrument endodontique.

Pour chaque analyse par éléments finis en P/R, la localisation de la zone instrumentale de plus haute contrainte à la fin de l'étape de pénétration est identifiée. Les valeurs de contrainte maximale de chaque instrument testé sont relevées. Le canal est maintenu encastré durant toute la simulation. Dans le but de simplifier l'étape de pénétration, la lime est emmenée à quelques dixièmes de millimètres du contact avec la courbure du canal. La pointe de la lime est à 10 mm de l'entrée du canal. Une contrainte de contact entre la lime (lame et pointe) et le canal est définie. Les propriétés de contact ont un comportement normal de type contact dur (*Hard contact*) et un comportement tangential avec un frottement sec de Coulomb de coefficient constant de 0,2 ; le coefficient de friction a été déterminé numériquement afin de correspondre au mieux aux données expérimentales. L'essai est considéré isotherme et est fixé à 21°C.

Les différentes étapes des analyses par éléments finis sont les suivantes :

- Étape 1 : un déplacement de 4 mm est appliqué sur la lime pour le test « lime 25-04 / bloc 15-06 » ; ce déplacement est de 3,5 mm pour les tests « lime 25-04 / bloc 20-04 » et « lime 30.04 / bloc 25-04 ».
- Étape 2 : la lime se retire du canal pour revenir à sa position initiale.

### 4.3. Modélisation du comportement thermomécanique des AMFs

Le modèle de comportement thermomécanique utilisé pour le CuAlBe monocristallin est celui détaillé précédemment dans la partie matériel et méthode du chapitre 2 (Chemisky et al., 2011). De plus, ce modèle a déjà été appliqué avec succès dans la simulation par éléments finis du comportement mécanique de nombreuses applications AMF (Merzouki et al., 2012; Peultier et al., 2008; Piotrowski et al., 2012).

Les seuls paramètres modifiés afin de correspondre au mieux aux données expérimentales sont le module de Young (évalué à 70 000 MPa), la pente de transformation inverse en traction dans le diagramme contrainte-température (fixée à 11,2 MPa/°C) et les températures initiale de transformation martensitique (-14°C) et finale de transformation inverse martensitique (2°C).

Un pas de temps minimal et maximal sont choisis pour garantir la convergence des calculs. Les données relatives aux calculs numériques sont données par le **Tableau 4.2**.

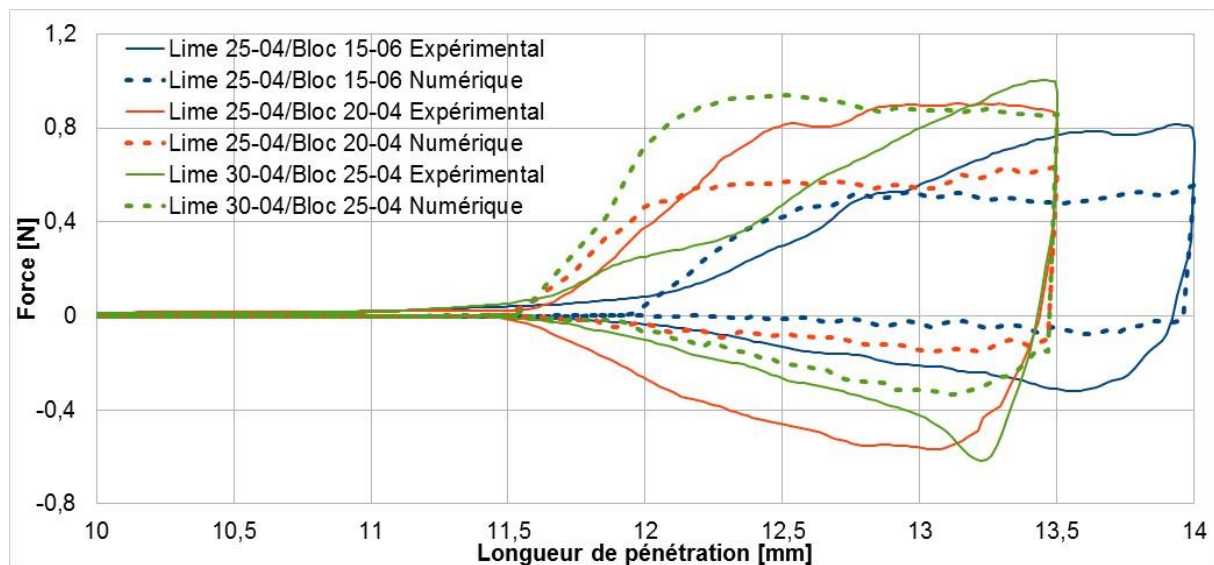
**Tableau 4.2.** Données relatives aux calculs numériques.

	<b>Couple « lime 25-04 / bloc 15-06 »</b>	<b>Couple « lime 25-04 / bloc 20-04 »</b>	<b>Couple « lime 25-04 / bloc 20-04 »</b>
<b>Pas de temps maximal</b>	0,001	0,001	0,001
<b>Pas de temps minimal</b>	9,375e-5	1,318e-5	1,070e-5
<b>Nombre de processeurs</b>	8	8	8
<b>Temps de calcul [s]</b>	128768	105685	113951

#### 4.4. Résultats et discussion

La taille de la zone transformée en phase martensitique est un indicateur important de la rigidité et de la réponse à la fatigue des instruments endodontiques. Les informations locales sont donc aussi importantes que les informations globales dans la conception de limes endodontiques, or elles ne peuvent pas être obtenues expérimentalement.

Les analyses par éléments finis n'incorporent pas l'effet de coupe permettant une mise en forme canalaire par l'instrument. Ainsi, les limes des essais « lime 25-04 / bloc 15-06 » ont été stoppées à 14 mm de pénétration et celles des essais « lime 25-04 / bloc 20-04 » et « lime 30-04 / bloc 25-04 » à 13,5 mm, correspondant expérimentalement aux premiers moments de réelle mise en forme canalaire. Des tests expérimentaux à 13,5 et 14 mm sans rotation continue ont donc été réalisés pour parfaitement comparer les résultats numériques et expérimentaux (**Figure 4.2**).

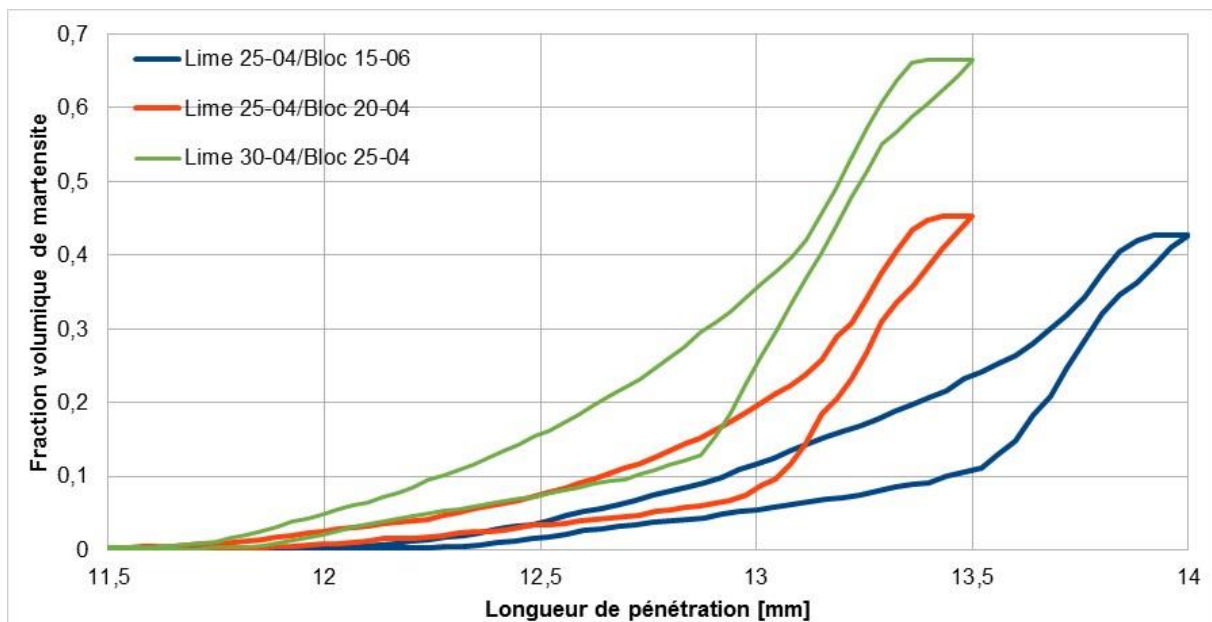


**Figure 4.2.** Comparaison des tests expérimentaux et numériques suivant le même protocole de P/R.

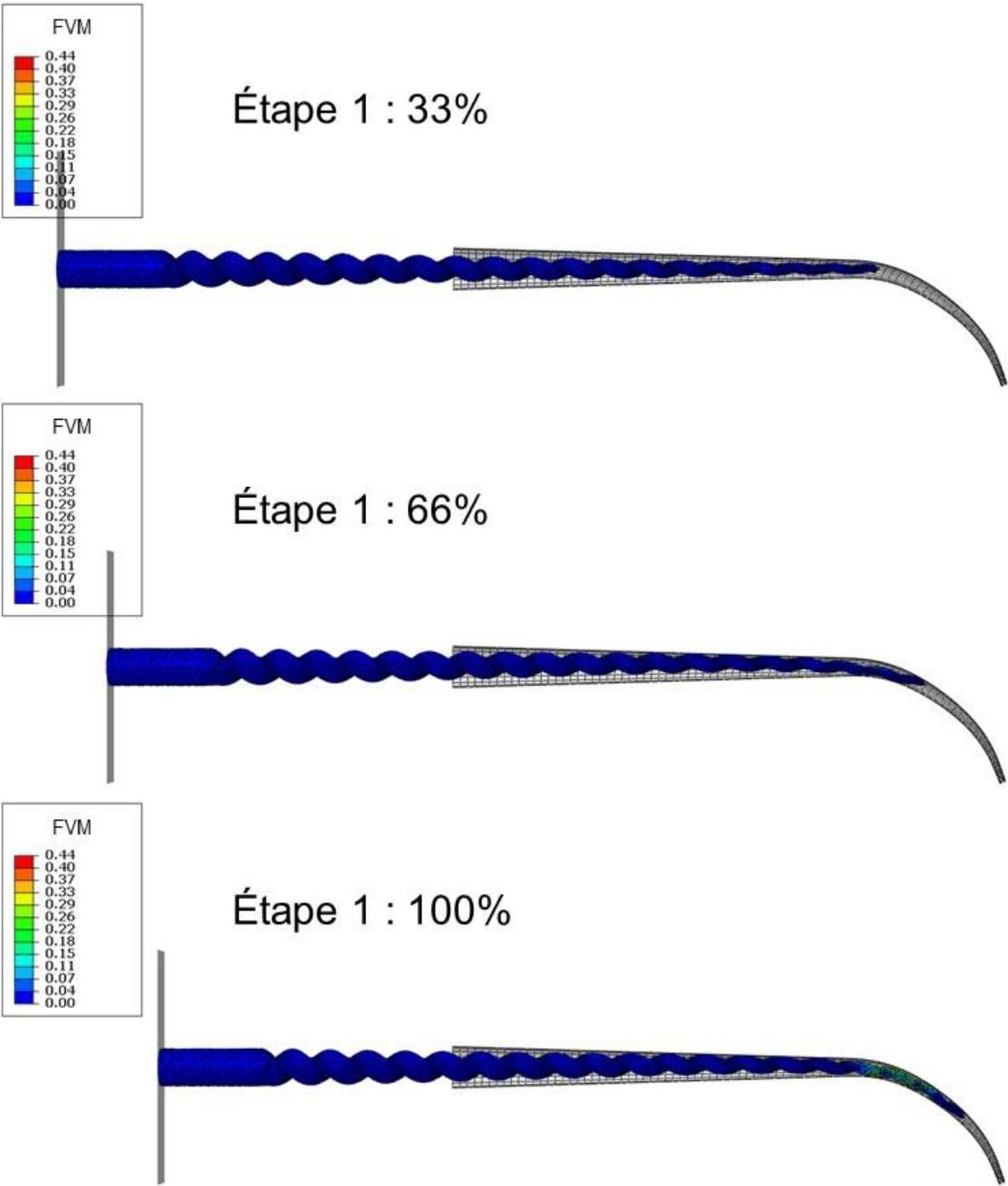
Les différences entre les essais numériques et expérimentaux sont principalement dues aux contacts complexes entre l'instrument endodontique et les parois du bloc de résine lors des tests expérimentaux. L'instrument endodontique a des angles actifs qui peuvent venir accrocher les parois du canal. De plus, l'état de

surface d'un bloc de résine pré-préparé n'est pas aussi régulier que celui obtenu par modélisation numérique et peut être différent selon la longueur de pénétration.

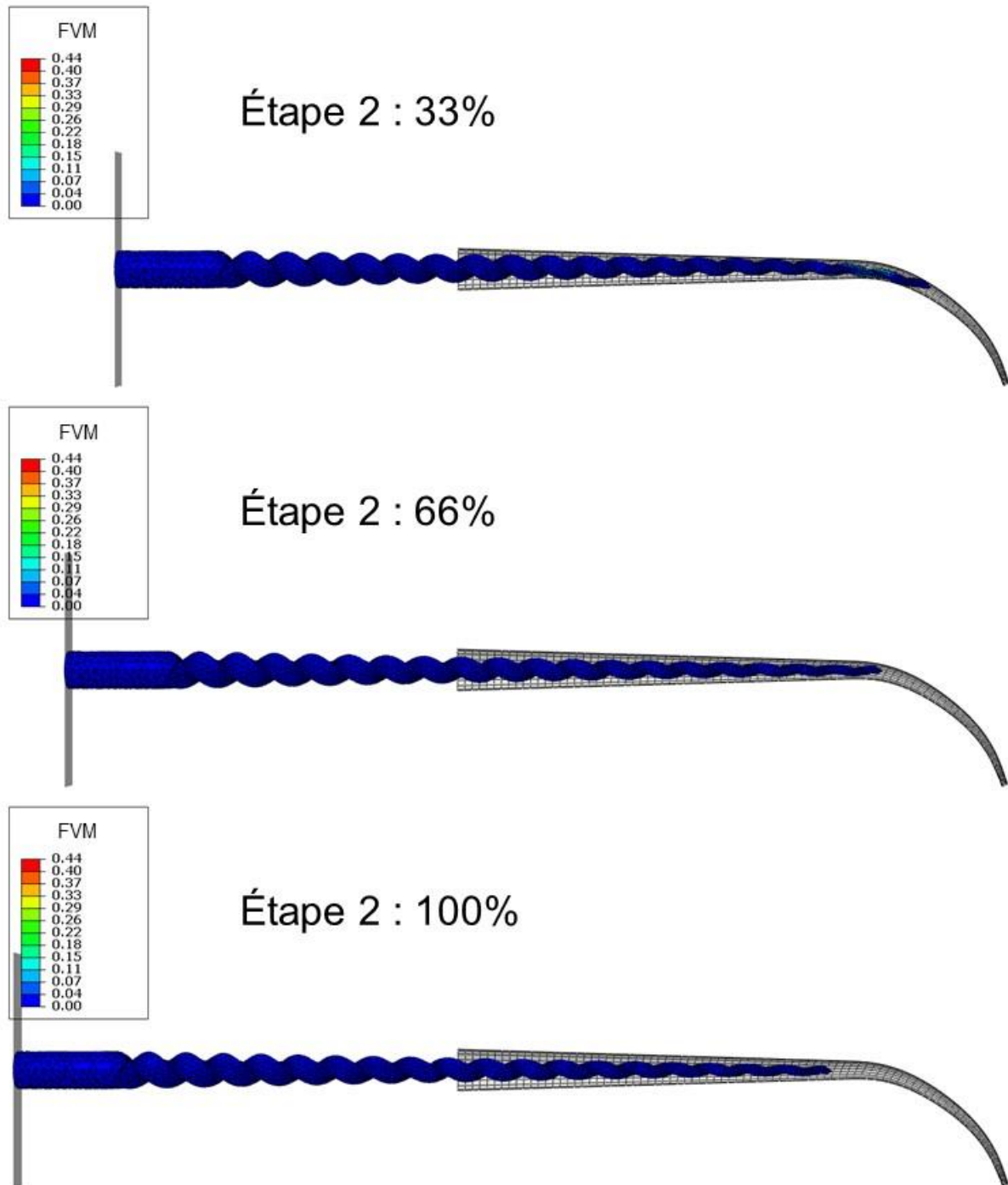
De plus, il est intéressant de noter que la transformation martensitique des instruments endodontiques n'est jamais complètement atteinte ; cette dernière étant maximale pour le couple instrument endodontique en 30-04 / canal radiculaire en 25-04 (**Figure 4.3a à 4.3c**). Cependant, les contraintes maximales subies sont identiques quelles que soient les conditions des tests numériques (**Figure 4.4a à 4.4c**).



**Figure 4.3a.** Fraction volumique de martensite des instruments endodontiques au cours des tests numériques par P/R. L'élément fini présentant la fraction volumique la plus élevée à la fin de l'étape 1 est pris comme repère pour tracer ces courbes.

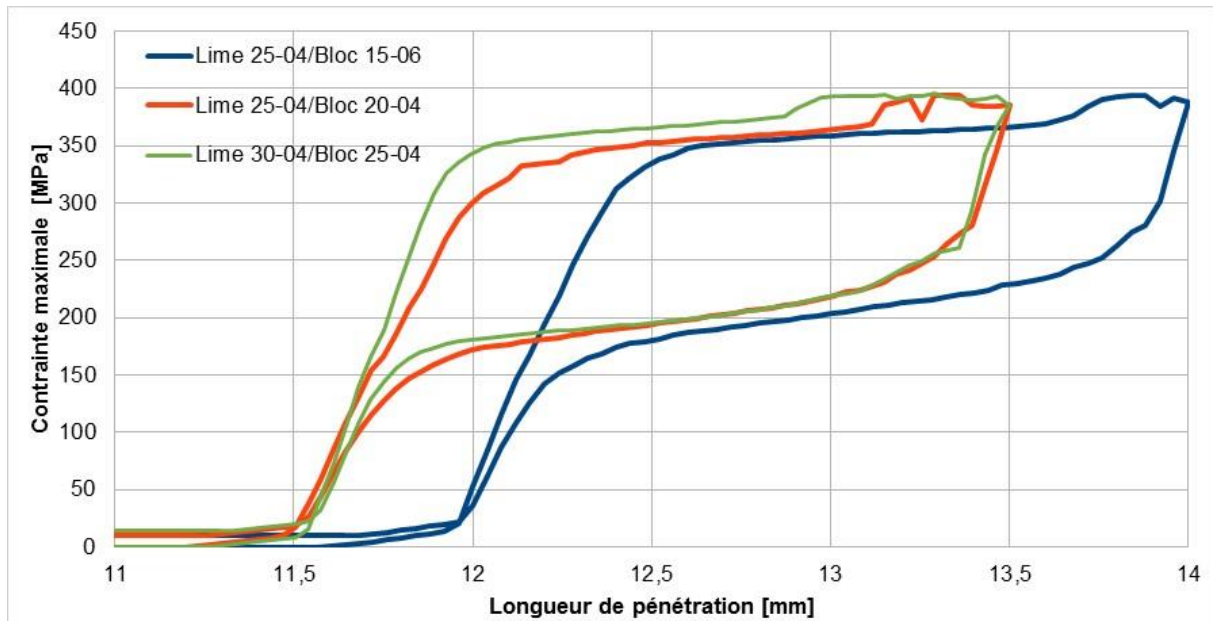


**Figure 4.3b.** Évolution de la fraction volumique de martensite au cours de l'étape 1. Exemple du couple « lime 25-04 / bloc 15-06 ». FVM : fraction volumique de martensite.

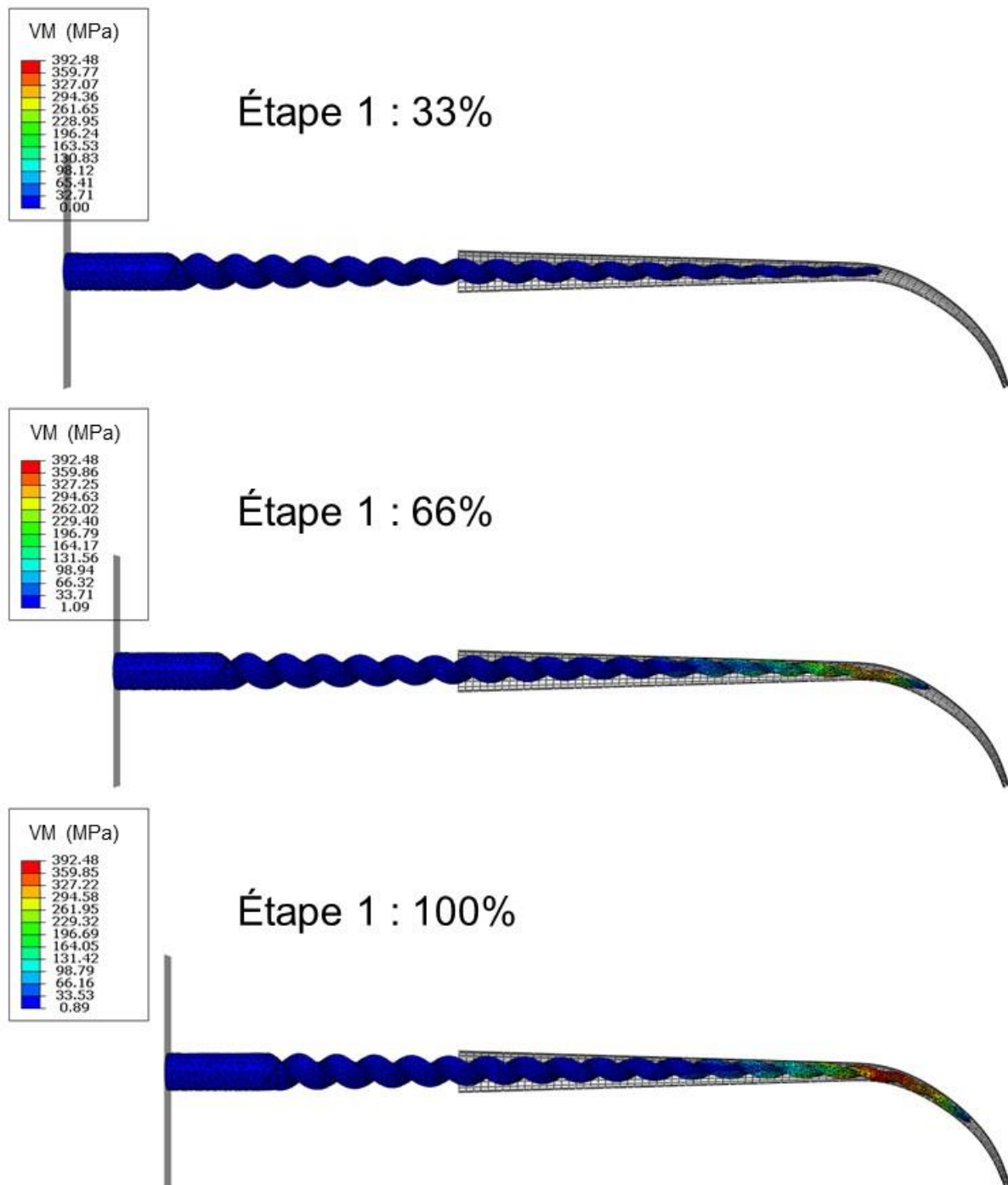


**Figure 4.3c.** Évolution de la fraction volumique de martensite au cours de l'étape 2. Exemple du couple « lime 25-04 / bloc 15-06 ». FVM : fraction volumique de martensite.

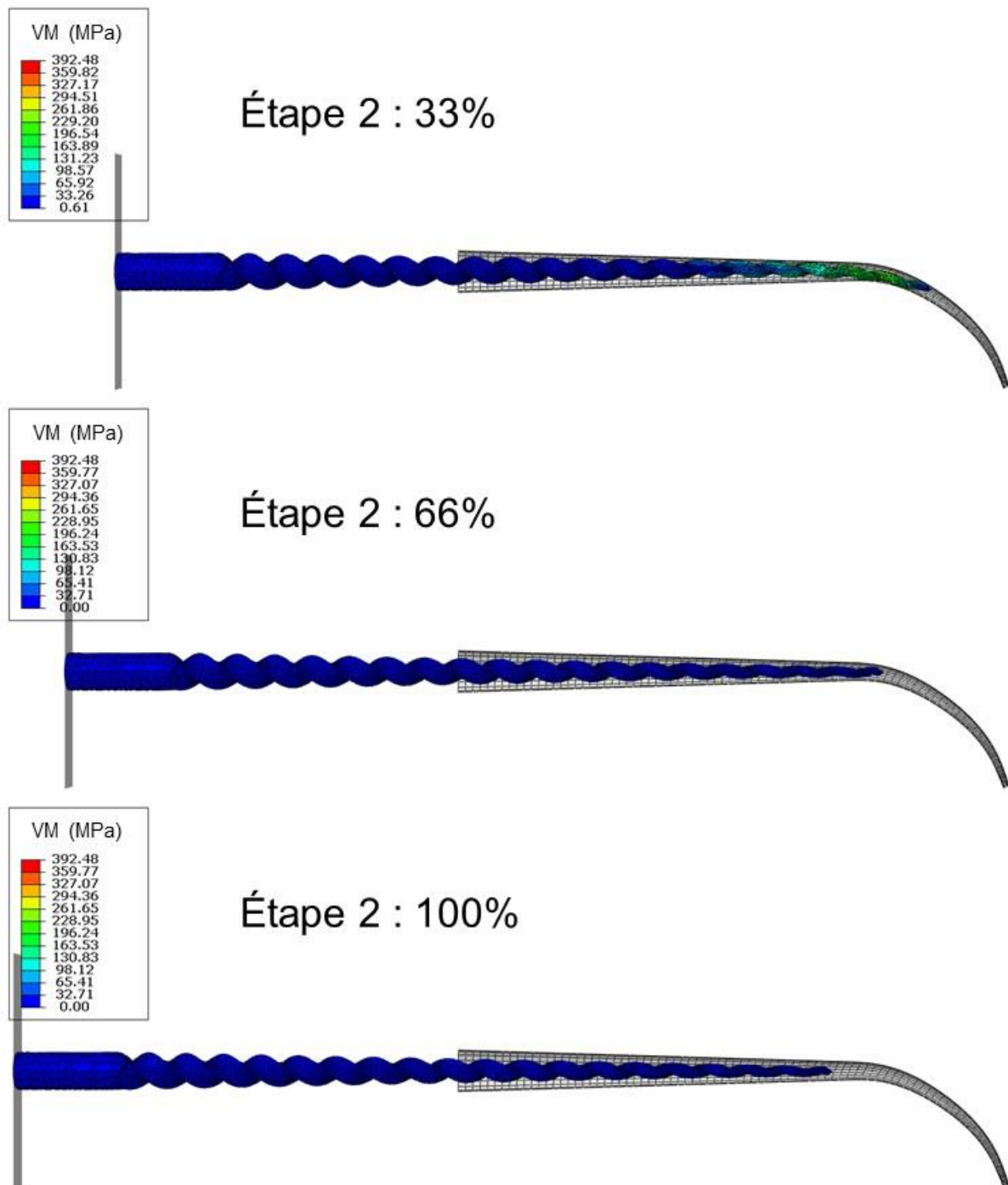




**Figure 4.4a.** Contraintes de von Mises maximales dans les instruments endodontiques au cours des tests numériques par P/R. L'élément fini présentant la contrainte de von Mises la plus élevée à la fin de l'étape 1 est pris comme repère pour tracer ces courbes.

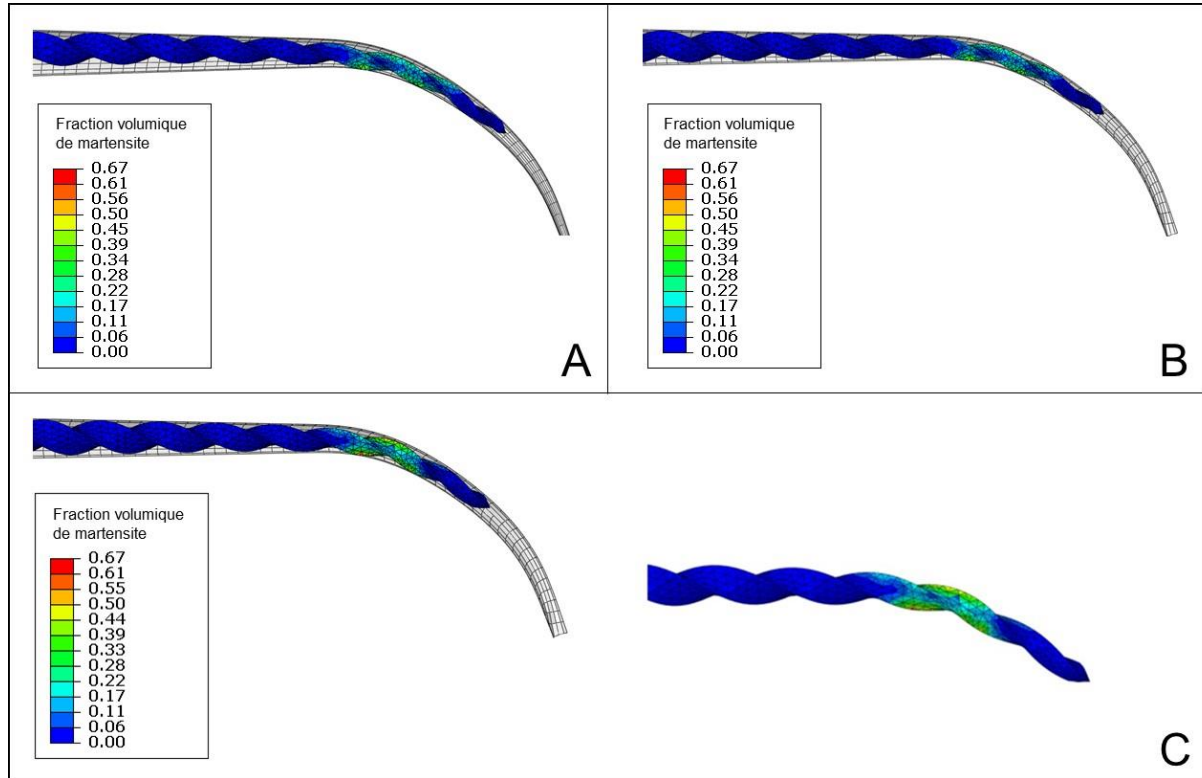


**Figure 4.4b.** Évolution des contraintes de von Mises au cours de l'étape 1. Exemple du couple « lime 25-04 / bloc 15-06 ». VM : contrainte de von Mises.

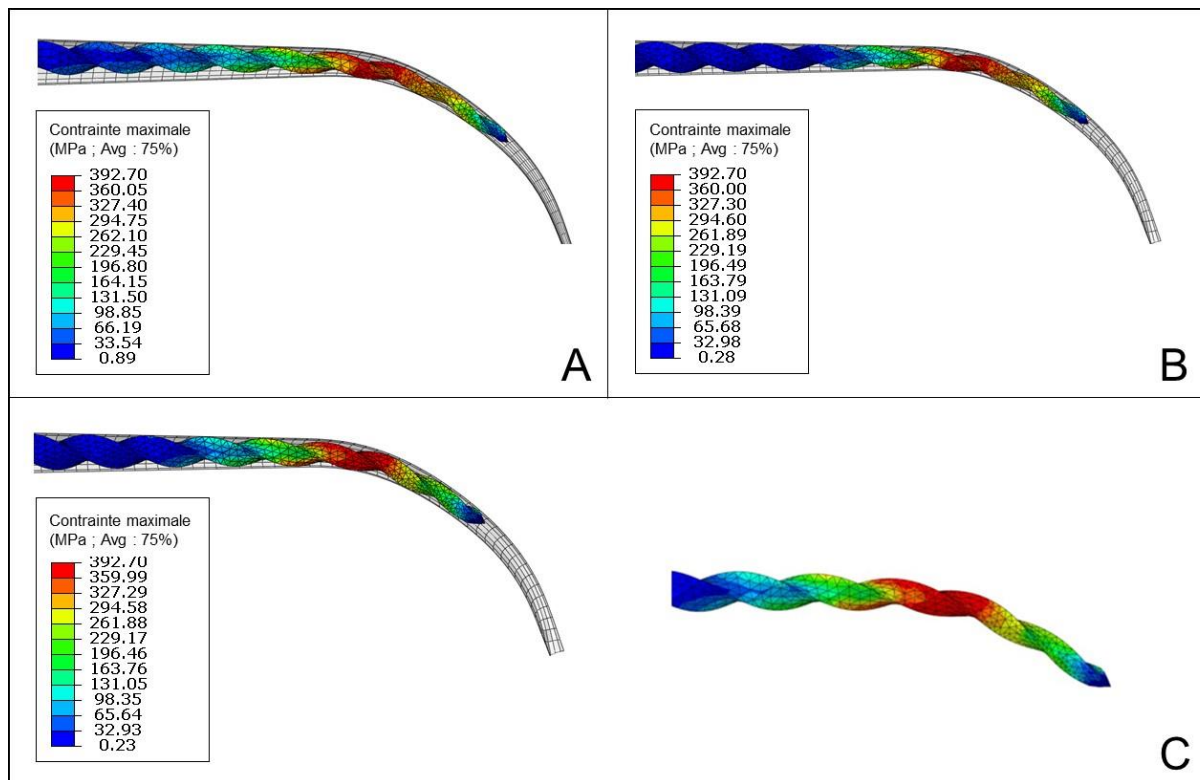


**Figure 4.4c.** Évolution des contraintes de von Mises au cours de l'étape 2. Exemple du couple « lime 25-04 / bloc 15-06 ». VM : contrainte de von Mises.

Les contraintes maximales subies et la transformation martensitique au sein de l'alliage sont exclusivement localisées au niveau de la courbure canalaire, tout spécifiquement dans la partie interne de la courbure (**Figures 4.5a et 4.5b**).

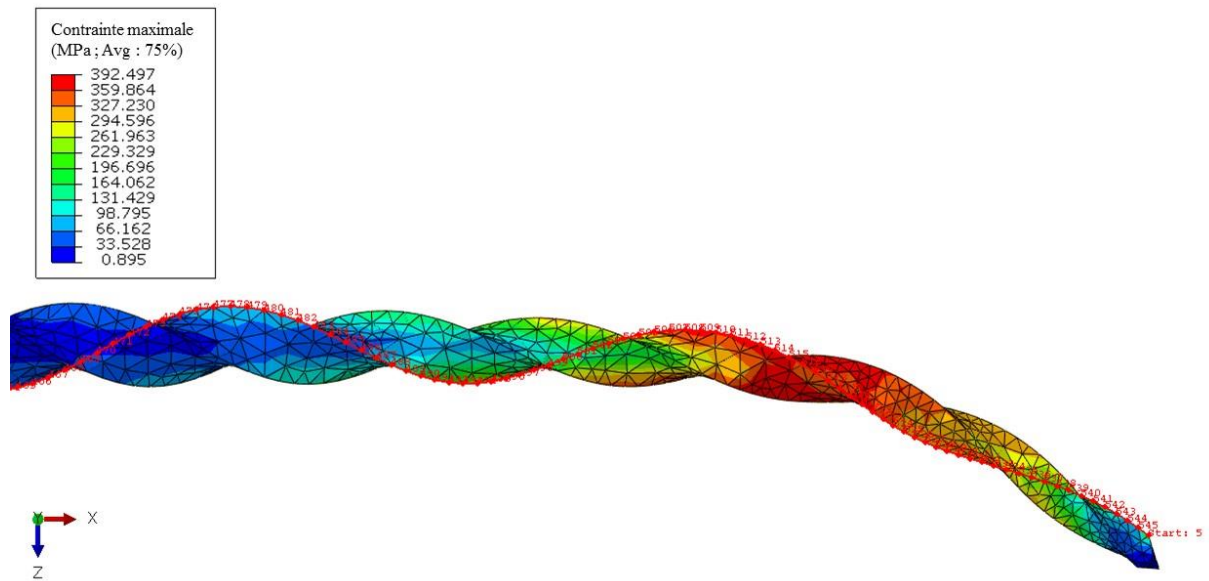


**Figure 4.5a.** Distribution du volume de fraction martensitique à la fin de l'étape 1. A : instrument 25-04 / bloc 15-06 ; B : instrument 25-04 / bloc 20-04 ; C : instrument 30-04 / bloc 25-04.

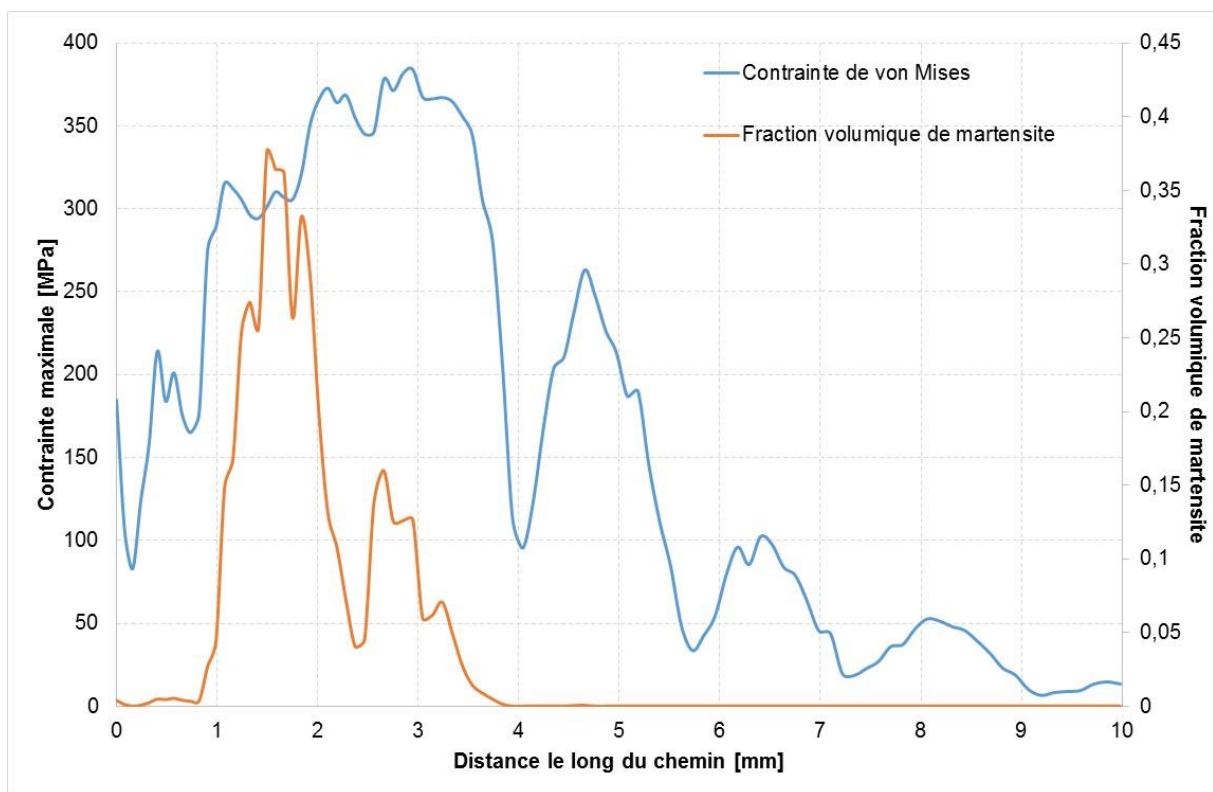


**Figure 4.5b.** Distribution des contraintes maximales à la fin de l'étape 1. A : instrument 25-04 / bloc 15-06 ; B : instrument 25-04 / bloc 20-04 ; C : instrument 30-04 / bloc 25-04.

Suivant un chemin défini par les nœuds du modèle éléments finis des instruments endodontiques, les courbes de contraintes maximales de von Mises et de fraction volumique de martensite en fin d'étape 1 ont été tracées. Le premier nœud considéré dans ce chemin se situe à la pointe de l'instrument et le dernier se situe à la fin de la lame active (**Figure 4.6**). Toutes les courbes montrent que les contraintes de von Mises et les fractions volumiques de martensite sont maximales entre 1 et 3 mm de la longueur du chemin de l'instrument endodontique, correspondant à la zone la plus courbée de l'instrument une fois insérée dans le canal (**Figures 4.7a à 4.7c**).

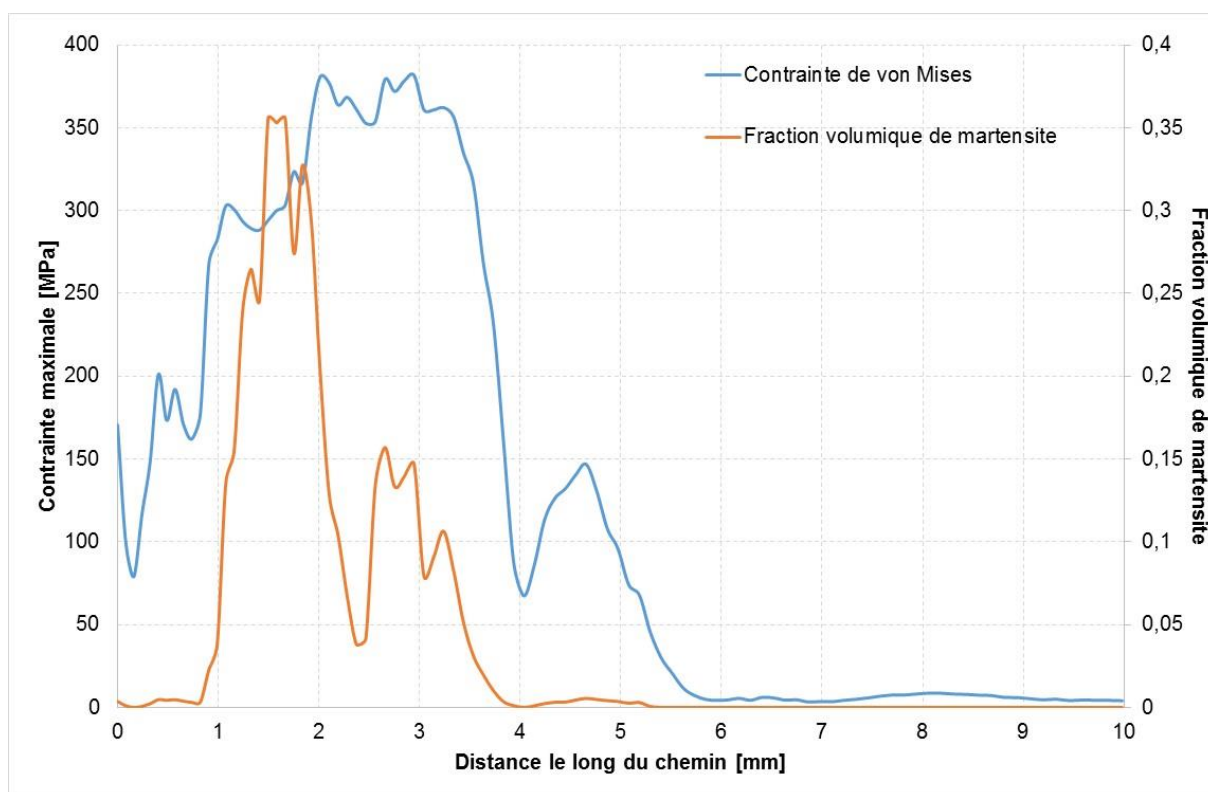


**Figure 4.6.** Exemple du chemin utilisé pour le couple instrument endodontique 25-04 / canal simulé 15-06.

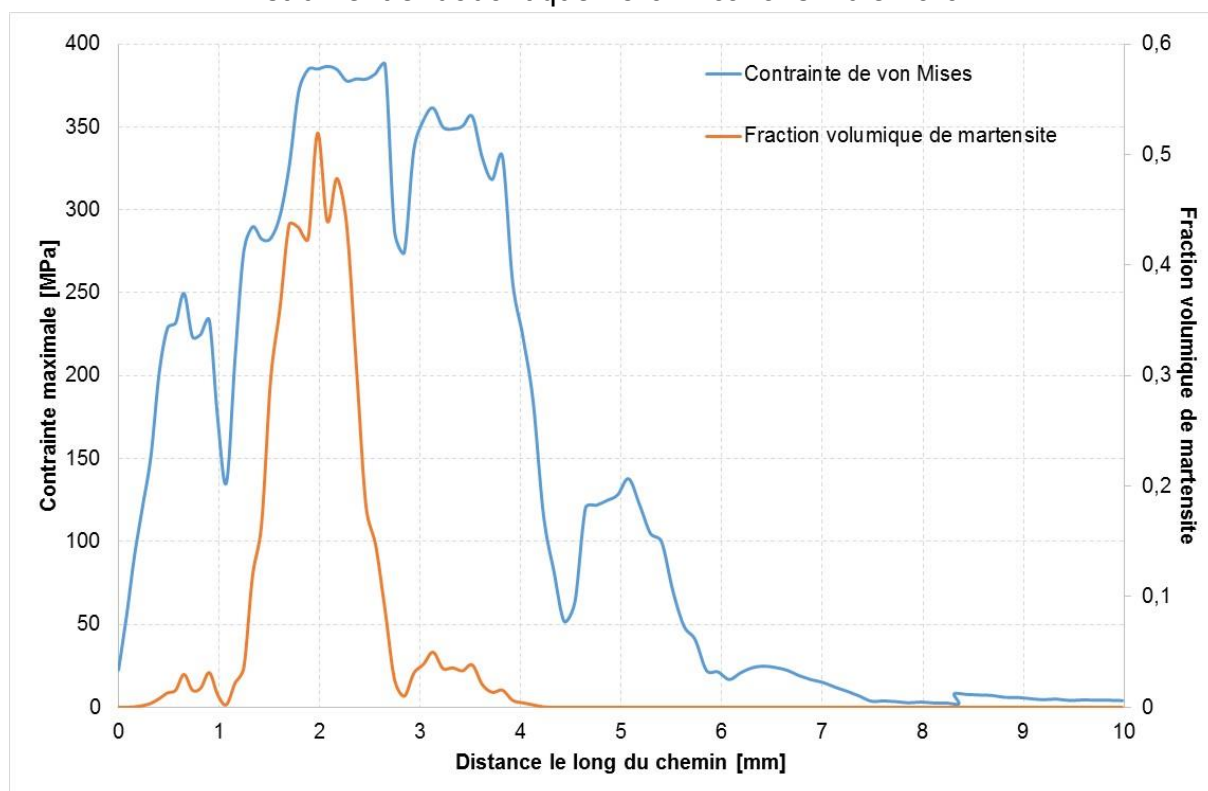


**Figure 4.7a.** Courbes des contraintes maximales de von Mises et de la fraction volumique de martensite à la fin de l'étape 1 (pénétration canalaire) pour le couple instrument endodontique 25-04 / canal simulé 15-06.





**Figure 4.7b.** Courbes des contraintes maximales de von Mises et de la fraction volumique de martensite à la fin de l'étape 1 (pénétration canalaire) pour le couple instrument endodontique 25-04 / canal simulé 20-04.



**Figure 4.7c.** Courbes des contraintes maximales de von Mises et de la fraction volumique de martensite à la fin de l'étape 1 (pénétration + torsion de 20°) pour le couple instrument endodontique 30-04 / canal simulé 25-04.

#### **4.5. Conclusions et perspectives**

Les résultats numériques obtenus montrent que l'ensemble du plateau martensitique n'est pas totalement exploité, permettant de pleinement profiter des propriétés superélastique de l'alliage CuAlBe monocristallin. Le canal simulé dans nos présents résultats est fortement courbé, mais sa géométrie reste extrêmement simple en comparaison à la réalité clinique (canal avec double ou triple courbures dans les trois plans de l'espace, sortie apicale à angle droit, etc.). Dans le cas présent, il était donc important de s'assurer que la transformation martensitique n'était pas totale (entre 40 et 70%).

Les résultats obtenus par éléments finis en P/R sont en accord avec nos résultats expérimentaux de P/R. Ils nous permettent d'identifier au mieux les grandeurs locales en tous points matériel tels que la fraction volumique de martensite et les contraintes maximales subies. Cependant, des études complémentaires, notamment sur le développement d'une loi de contact plus riche et plus représentative de l'interaction entre la lime et le canal, sont encore nécessaires pour affiner ces résultats.



# Conclusions et perspectives

Les traitements endodontiques font partie des gestes opératoires les plus techniques qu'un chirurgien-dentiste est amené à réaliser. Leurs bonnes réussites conditionnent le maintien de l'organe dentaire dans un état sain sur l'arcade et sont à la base de la plupart des réhabilitations prothétiques. En endodontie, les échecs de traitement peuvent être de deux ordres : mécanique ou biologique. Sur le plan mécanique, le NiTi polycristallin utilisé en endodontie donne de très bons résultats, en revanche il ne présente aucune propriété biologique intéressante. Ainsi, un traitement endodontique correctement mené en termes de mise en forme canalaire peut aboutir à un échec en raison de la persistance au sein de l'endodonte de pathogènes multirésistants (Stuart et al., 2006).

La littérature rapporte que les alliages constitués à plus de 70% de cuivre offrent d'excellentes propriétés antimicrobiennes, notamment sur les pathogènes impliqués dans les échecs de traitement endodontique, tels que *Enterococcus faecalis* et *Candida albicans* (Grass et al., 2011; Prado et al., 2012; Vincent et al., 2016; Warnes and Keevil, 2011). Le CuAlBe monocristallin est un AMF à base cuivre faisant partie de ces alliages dits antimicrobiens. De plus, ses propriétés superélastiques sont meilleures que celles du NiTi polycristallin (Entemeyer et al., 2000). En revanche, son caractère monocristallin lui confère une fragilité en torsion.

Dans cette problématique complexe, le travail de cette thèse a permis de tester numériquement et expérimentalement les propriétés mécaniques d'instruments à visée endodontique usinées en CuAlBe monocristallin. L'objectif initial du projet de recherche était de comparer des instruments endodontiques élaborés en CuAlBe monocristallin et des instruments en NiTi polycristallin en termes de propriétés mécaniques. Aux termes de ces recherches, nous avons obtenu les premiers prototypes en CuAlBe monocristallin utilisables en endodontie. Ces derniers ont même abouti à des résultats de P/R similaires voire significativement meilleurs que les mêmes prototypes en NiTi polycristallin. Ces résultats sont d'autant plus encourageants qu'ils ont été obtenus dans des conditions expérimentales favorisant la mise en place de contraintes de torsion. Effectivement, le mouvement de travail étudié était la rotation continue, les profils géométriques étaient proches d'une vis à bois et aucun traitement de surface n'était réalisé sur nos prototypes en CuAlBe. Enfin, les sections de coupe testées n'étaient pas propres au CuAlBe monocristallin, mais dérivées des sections de coupe des instruments en NiTi polycristallin afin de réaliser

des tests comparables. Tous ces points représentent donc des voies de recherches potentielles permettant de parfaire les réponses de nos prototypes à la torsion.

En parallèle, les études numériques réalisées sont concordantes avec les données expérimentales recueillies. De nouvelles analyses par éléments finis sont en cours de réalisation quant à la détermination d'une section de coupe propre au CuAlBe monocristallin, et ce aussi bien pour des mouvements de rotation continue que pour des mouvements de réciprocité. La réciprocité est effectivement un axe de recherche non négligeable dans le cadre du développement de prototypes en CuAlBe monocristallin. Cette dernière, grâce à ses mouvements antihoraires et horaires alternés, permet de relaxer les contraintes induites par torsion, contrairement aux mouvements de rotation continue. Il paraît donc indispensable de tester ce type de mouvement de travail dans le cadre de notre projet de développement ; mouvement de travail d'ores et déjà validé pour les instruments en NiTi polycristallin.

Une autre voie de recherche permettant d'améliorer les performances mécaniques de nos prototypes est sans nul doute celle du traitement de surface de l'instrument. La surface instrumentale présente de nombreuses stries suite à son usinage. Toutes ces stries sont autant de zones de concentration de contraintes pouvant aboutir à une rupture instrumentale. La mise en place d'un tel traitement permettrait grandement de diminuer ce risque, tout comme l'électropolissage l'a permis pour les instruments en NiTi polycristallin (Anderson et al., 2007; Tripi et al., 2006). Il pourrait également être intéressant de réaliser des prototypes non pas usinés mais torsadés, tout comme le sont les limes endodontiques Twisted File® (Kerr Endo®), afin de confronter les résultats mécaniques obtenus avec ces deux techniques. Enfin, il est certain que des traitements thermiques pourraient permettre d'améliorer les propriétés mécaniques du CuAlBe monocristallin.

Prenant en considération nos présents résultats et l'ensemble de ces diverses voies d'amélioration, les propriétés physiques et mécaniques des instruments en AMF CuAlBe monocristallin pourraient représenter un réel espoir en endodontie. Cependant, l'intérêt majeur d'un tel développement reste celui offert par ses propriétés antimicrobiennes. Dans ce cadre, plusieurs études non présentées dans ce manuscrit ont déjà été menées par des membres de notre équipe de recherche.

Tout d'abord, pour pouvoir être utilisé dans le domaine médical, cet alliage doit répondre aux spécifications de la norme ISO 10-993-5. Cette norme prévoit, entre autres, des tests de cytotoxicité dont le test par contact direct que nous avons choisi (Wataha et al., 1992). Les résultats obtenus lors de cette étude montrent qu'il n'y a pas de différence significative entre le titane commercialement pur et le CuAlBe monocristallin. Ce résultat doit cependant être rapporté au résultat entre le CuAlBe monocristallin et le témoin négatif utilisé (PVC). En effet ce résultat est à la limite de la significativité ( $P = 0,07$ ). Toutefois ces résultats sont encourageants et cohérents avec les données de la littérature. Ils valident le protocole expérimental et nous confortent dans les choix des contrôles positifs et négatifs (titane commercialement pur et PVC, respectivement). Cependant, il reste nécessaire d'adjoindre à ces résultats des études complémentaires avant de conclure à une potentielle biocompatibilité du CuAlBe monocristallin.

Enfin, des tests *in vitro* de relargage en cuivre ont également été réalisés, montrant une diminution de l'activité antimicrobienne des instruments en CuAlBe monocristallin en fonction de leur état d'oxydation (Nasreddine, 2016). Il paraîtrait donc intéressant de s'orienter vers des instruments endodontiques à usage unique afin de potentialiser leurs effets bactéricides. De plus, les niveaux de relargage de cuivre et d'aluminium mesurés par spectrophotomètre d'émission atomique à plasma d'argon, étaient systématiquement en deçà du seuil de toxicité chez l'homme.

De la même façon, des tests antimicrobiens ont déjà été menés avec l'alliage CuAlBe monocristallin et ont montré une activité bactéricide sur *Enterococcus faecalis*. Le temps d'action constaté est extrêmement faible en comparaison au protocole de désinfection endodontique actuel. De plus, nos protocoles de désinfection actuels, à base d'hypochlorite de sodium et d'EDTA, ne permettent que très difficilement l'élimination d'*Enterococcus faecalis* (Stuart et al., 2006). Ces résultats, en complément de ceux attendus lors de futures études sur des biofilms, permettraient la mise en place d'un traitement bactéricide, alternatif à ceux déjà existants, utilisant l'alliage CuAlBe monocristallin. Bien entendu, des études complémentaires sont nécessaires pour valider l'action bactéricide de cet alliage sur d'autres pathogènes endodontiques, sous forme planctonique mais également et surtout sous forme de biofilm.

Pour conclure, l'ensemble des résultats mécaniques obtenus aux cours de ce travail, ainsi que les résultats biologiques obtenus en parallèle, laissent à penser que le CuAlBe monocristallin pourrait révolutionner la pratique endodontique tout comme le NiTi polycristallin l'a fait avant lui. Son utilisation pourrait se faire en remplacement ou complément du NiTi polycristallin par le développement d'instruments endodontiques en CuAlBe monocristallin, ou bien en parallèle avec, par exemple, le développement d'aiguille d'irrigation endodontique en CuAlBe monocristallin. Dans tous ces cas de figures, des études complémentaires, tant sur les plans mécaniques (tenue en fatigue, optimisation de la section de coupe, etc.) que biologiques, sont encore nécessaires avant de conclure sur la potentielle utilisation de ce nouvel alliage à mémoire de forme en endodontie. De même, il sera indispensable de mener des études cliniques afin de pouvoir tester ces nouveaux instruments endodontiques dans leur condition réelle d'utilisation.

## Glossaire

$\alpha$  : coefficient de dilatation thermique

$\delta$  : fonction Kronecker

$\bar{\varepsilon}_{eq}^T$  : paramètre matériau caractérisant la déformation de transformation moyenne équivalente de von Mises

$\bar{\varepsilon}^T$  : paramètre matériau caractérisant la déformation de transformation moyenne

$\bar{\varepsilon}^{twin}$  : paramètre matériau caractérisant la déformation d'accommodation moyenne des macles

$\varepsilon_{SAT}^T$  : paramètre matériau caractérisant la déformation de transformation maximale

$\varepsilon^T$  : paramètre matériau caractérisant la déformation de transformation

$\varepsilon^e$  : paramètre matériau caractérisant la déformation élastique

$\varepsilon^{th}$  : paramètre matériau caractérisant la déformation thermique

$\varepsilon^{twin}$  : paramètre matériau caractérisant la déformation due à l'accommodation des macles au niveau de la martensite auto-accommodée

$\sigma$  : tenseur de contrainte moyenne sur le VER

$\sigma^d$  : tenseur de contrainte déviatorique

$B$  : différence entre les entropies de l'austénite et de la martensite liée à la pente contrainte-température des limites de transformation

$C_v$  : paramètre matériau caractérisant le coefficient de chaleur latente de transformation

$f$  : paramètre matériau caractérisant la fraction volumique de martensite

$f^{FA}$  : paramètre matériau caractérisant la fraction volumique de la martensite auto-accommodée

$f_r$  : paramètre matériau caractérisant les fractions volumiques de martensite au cours de la transformation inverse

$f_r^{FA}$  : paramètre matériau caractérisant les fractions volumiques de martensite auto-accommodée au cours de la transformation inverse

$G$  : énergie libre de Gibbs

$H_f$  : coefficient de pseudo-écrouissage induit par la transformation de phase

$H_\varepsilon$  et  $H_{twin}$  : paramètres matériau décrivant les interactions liés aux incompatibilités relatives à la transformation de phase et d'accommodation des macles

$S$  : tenseur des souplesses

$S^A$  : entropie de la phase austénitique

$T$  : température ambiante

$T_0$  : température d'équilibre thermodynamique entre les phases austénitique et martensitique

$T_{ref}$  : température de référence

$U^A$  : énergie interne de la phase austénitique

---

$A_f$  : température de fin de transformation austénitique

AMF : alliage à mémoire de forme

$A_s$  : température de début de transformation austénitique

AuCd : alliage or-cadmium

*C. albicans* : *Candida albicans*

CAO : construction assistée par ordinateur

CrO : oxyde de chrome

CuAlBe : alliage cuivre-aluminium-béryllium

CuAlNi : alliage cuivre-aluminium-nickel

DSC : Differential Scanning Calorimetry (calorimétrie différentielle à balayage)

*E. coli* : *Escherichia coli*

*E. faecalis* : *Enterococcus faecalis*

*E. faecium* : *Enterococcus faecium*

EPA : agence américaine de protection environnementale

FeMnSi : alliage fer-manganèse-silicium

MEB : microscope à balayage électronique

$M_f$  : température de fin de transformation martensitique

$M_s$  : température de début de transformation martensitique

NiTi : alliage nickel-titane

$P$  : valeur statistique  $P$ , probabilité d'obtenir la même valeur (ou une valeur encore plus extrême) du test statistique si l'hypothèse nulle est vraie

P/R : protocole de pénétration/retrait

PBS : tampon phosphate salin

PMMA : polyméthacrylate de méthyle

PVC : polyvinyl chloride (polychlorure de vinyle)

*S. aureus* : *Staphylococcus aureus*

SMA : shape memory alloy

Tris-Cl : tampon trishydroxyméthylaminométhane-chlore

VER : volume élémentaire représentatif

VRE : entérocoque résistant à la vancomycine



## Légendes des figures et tableaux

**Figure 1.1.** Diagramme de contrainte – déformation illustrant le comportement superélastique d'un AMF.  $\sigma^{Ms}$  : contrainte limite de début de transformation directe austénite – martensite ;  $\sigma^{Mf}$  : contrainte limite de fin de transformation directe austénite – martensite ;  $\sigma^{As}$  : contrainte limite de début de transformation inverse martensite – austénite ;  $\sigma^{Af}$  : contrainte limite de fin de transformation inverse martensite – austénite.

**Figure 1.2a.** Diagrammes de transformation de phase mettant en évidence l'effet superélastique d'un alliage à mémoire de forme (en rouge). A : phase austénitique ; M : phase martensitique ;  $M^T$  : martensite auto-accommodée ;  $M^\sigma$  : martensite orientée.

**Figure 1.2b.** Diagramme de transformation de phase mettant en évidence l'effet mémoire de forme d'un alliage à mémoire de forme (en rouge). A : phase austénitique ; M : phase martensitique ;  $M^T$  : martensite auto-accommodée ;  $M^\sigma$  : martensite orientée.

**Figure 1.3.** Effet d'une conicité majorée pour une même longueur de lame active ( $\alpha$ ) et un même diamètre canalaire ( $\beta$ ). En rouge : la zone de contact entre l'instrument endodontique et les parois canalaires.

**Figure 1.4.** Exemple d'angles de coupe négatif (gauche, avec méplats radians) et positif (droite, sans méplat radian).

**Figure 1.5.** (a) Sections de coupe avec lames actives. De gauche à droite : Race<sup>®</sup>, ProTaper Universal<sup>®</sup>, Hero Shaper<sup>®</sup> ; (b) Sections de coupe avec méplats radians. De gauche à droite : ProFile<sup>®</sup>, Quantec<sup>®</sup>, K3<sup>®</sup> ; (c) Section de coupe dissymétrique à face décalée avec lames actives : Revo-S<sup>®</sup> ; (d) Section de coupe décentrée : ProTaper Next<sup>®</sup>.

**Figure 1.6.** a : Micrographie d'un instrument ProFile<sup>®</sup> neuf, sans traitement d'électro-polissage (x380) (flèche A : défaut d'usinage ; flèche B : bord émoussé) ; b : Micrographie d'un instrument Race<sup>®</sup> neuf, avec traitement d'électro-polissage (x380) ; c : Micrographie d'un instrument ProFile<sup>®</sup> après test de fatigue cyclique montrant une augmentation des micro-cracks autour du trait de rupture ; d : Micrographie d'un instrument Race<sup>®</sup> après test de fatigue montrant une moindre présence de défauts autour du trait de rupture (Tripi et al., 2006).

**Figure 2.1.** Comparaison entre les diagrammes contrainte-déformation expérimental et théorique des AMFs NiTi polycristallin et CuAlBe monocristallin.

**Figure 2.2.** Paramètres géométriques d'une lime endodontique.

**Figure 2.3.** Tests en flexion / torsion basés sur la norme ISO 3630-1:2008.

**Figure 2.4.** Subdivision de la lime endodontique pour détermination des paramètres de maillage.

**Figure 2.5.** Différentes tailles de maille considérées pour l'analyse par éléments finis de la lime endodontique.

**Figure 2.6a.** Tests en flexion / torsion sur les variations de pas des limes endodontiques en CuAlBe.

**Figure 2.6b.** Tests en flexion / torsion sur les variations de conicité des limes endodontiques en CuAlBe.

**Figure 2.6c.** Tests en flexion / torsion sur les variations de diamètre de pointe des limes endodontiques en CuAlBe.

**Figure 2.6d.** Tests en flexion / torsion sur les variations de longueur de lame active des limes endodontiques en CuAlBe selon la norme 3630-1:2008.

**Figure 2.6e.** Tests en flexion / torsion sur les variations de longueur de lame active des limes endodontiques en CuAlBe selon la norme 3630-1:2008 modifiée.

**Figure 2.7.** Fraction volumique de martensite d'une lime en CuAlBe monocristallin en flexion / torsion.

**Figure 2.8a.** Moment résistant en flexion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin de géométrie optimale.

**Figure 2.8b.** Moment résistant en torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin de géométrie optimale.

**Figure 2.8c.** Contraintes maximales en flexion / torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin de géométrie optimale.

**Figure 2.8d.** Fraction volumique de martensite en flexion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin de géométrie optimale.

**Figure 2.9a.** Moment résistant en flexion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en NiTi polycristallin présentant les mêmes géométries optimales que celles en CuAlBe monocristallin.

**Figure 2.9b.** Moment résistant en torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en NiTi polycristallin présentant les mêmes géométries optimales que celles en CuAlBe monocristallin.

**Figure 2.9c.** Contraintes maximales en flexion / torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en NiTi polycristallin présentant les mêmes géométries optimales que celles en CuAlBe monocristallin.

**Figure 2.9d.** Fraction volumique de martensite en flexion / torsion, en fonction de l'angle, des limes endodontiques en NiTi polycristallin présentant les mêmes géométries optimales que celles en CuAlBe monocristallin.

**Figure 3.1.** Schéma du banc d'essais servant aux manipulations en P/R.

**Figure 3.2.** Photographie du banc d'essais servant aux manipulations en P/R et rotation continue.

**Figure 3.3.** Bloc de résine Dentsply Maillefer utilisé lors des essais expérimentaux.

**Figure 3.4.** Diagramme d'identification masse volumique / contrainte à la rupture du matériau constituant les blocs en résine.

**Figure 3.5.** Prototypes en CuAlBe 30-04. En haut : type broche ; en bas : type SC2 modifié.

**Figure 3.6.** Analyse des courbes de P/R à une longueur de pénétration  $L = 15$  mm ( $L = 16$  mm avec la cale de 1mm) au cours du septième groupe de cycle. Cercles bleus : « effet de vissage » en fin de pénétration ; Cercle vert : « effet de vissage » au cours du retrait.

**Figure 3.7.** Courbe de P/R d'une lime CuAlBe 25-04 dans un bloc de résine pré-préparé en 15-06. Flèche rouge : valeur maximale de la force de pénétration pour un groupe de cycle donné ; Flèche verte : valeur maximale de la force en retrait pour un groupe de cycle donné ; Flèche noire : artefact lié au nettoyage de la lime endodontique.

**Figure 3.8.** Réponse des prototypes CuAlBe de type broche en 3,75 et 4%. Symboles \* : différence significative avec les prototypes CuAlBe en 4% ; ♣ : rupture instrumentale.

**Figure 3.9a.** Réponse des prototypes CuAlBe de type broche en 4% et des limes endodontiques NiTi dans des blocs résines pré-préparés en 15-06 (groupe 1.a). Symboles \* et ‡ : différence significative avec les prototypes en CuAlBe et les limes HERO Shaper<sup>®</sup>, respectivement.

**Figure 3.9b.** Réponse des prototypes CuAlBe de type broche en 4% et des limes endodontiques NiTi dans des blocs résines pré-préparés en 20-04 (groupe 1.b). Symboles \* et ‡ : différence significative avec les prototypes en CuAlBe et les limes HERO Shaper<sup>®</sup>, respectivement ; ♣ : rupture instrumentale.

**Figure 3.9c.** Réponse des prototypes CuAlBe de type broche en 4% et des limes endodontiques NiTi dans des blocs résines pré-préparés en 25-04 (groupe 2). Symboles \* et ‡ : différence significative avec les prototypes en CuAlBe et les limes HERO Shaper<sup>®</sup>, respectivement.

**Figure 3.10a.** Courbes de P/R à 14, 15 et 16 mm des prototypes CuAlBe de type broche. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.

**Figure 3.10b.** Courbes de P/R à 14, 15 et 16 mm des limes endodontiques iRace<sup>®</sup>. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.

**Figure 3.10c.** Courbes de P/R à 14, 15 et 16 mm des limes endodontiques HyFlex<sup>®</sup>. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.

**Figure 3.10d.** Courbes de P/R à 14, 15 et 16 mm des limes endodontiques HERO Shaper<sup>®</sup>. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.

**Figure 3.10e.** Courbes de P/R à L = 16 mm des limes endodontiques en CuAlBe de type broche, iRace<sup>®</sup>, HyFlex<sup>®</sup> et HERO Shaper<sup>®</sup>. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.

**Figure 3.11.** Réponse des prototypes CuAlBe de type broche et de type SC2 modifié. Symboles \* : différence significative avec les prototypes CuAlBe de type broche, pour des longueurs de pénétration et conditions expérimentales identiques ; ♣ : rupture instrumentale.

**Figure 3.12a.** Réponse des prototypes CuAlBe et NiTi de type SC2 modifié dans des blocs résines pré-préparés en 15-06 (groupe 1.a). Symbole \* : différence significative avec les prototypes en CuAlBe.

**Figure 3.12b.** Réponse des prototypes CuAlBe et NiTi de type SC2 modifié dans des blocs résines pré-préparés en 20-04 (groupe 1.b). Symbole \* : différence significative avec les prototypes en CuAlBe.

**Figure 3.12c.** Réponse des prototypes CuAlBe et NiTi de type SC2 modifié dans des blocs résines pré-préparés en 25-04 (groupe 2). Symbole \* : différence significative avec les prototypes en CuAlBe.

**Figure 3.13.** Courbes de P/R à L = 16 mm des prototypes en CuAlBe et NiTi de type SC2 modifié. A : groupe 1.a ; B : groupe 1.b ; C : groupe 2.

**Figure 3.14.** Alternance d'arêtes de coupe et de segments droits (Race<sup>®</sup>, FKG).

**Figure 3.15a.** Analyse MEB d'une rupture d'un prototype CuAlBe 25-04 de type broche. À gauche : partie instrumentale fracturée connectée à la pièce à main endodontique ; À droite : deux micrographies de la partie apicale fracturée. 1 : zone d'initiation de la rupture ; 2 : zone de rupture par déchirure due à la fatigue instrumentale ; 3 : débris résineux incrustés à la surface du faciès de rupture ; 4 : stries d'usinage.

**Figure 3.15b.** Fort grossissement de la partie connectée à la pièce à main endodontique du prototype CuAlBe 25-04 de type broche fracturé. 1 : zone d'initiation de la rupture ; 2 : dislocation centrifuge partant de la zone d'initiation de la rupture.

**Figure 3.15c.** Stries d'usinage en surface des prototypes en CuAlBe monocristallin.

**Figure 4.1.** Maillages utilisés pour les instruments endodontiques (A) et les canaux radiculaires (B).

**Figure 4.2.** Comparaison des tests expérimentaux et numériques suivant le même protocole de P/R.

**Figure 4.3a.** Fraction volumique de martensite des instruments endodontiques au cours des tests numériques par P/R. L'élément fini présentant la fraction volumique la plus élevée à la fin de l'étape 1 est pris comme repère pour tracer ces courbes.

**Figure 4.3b.** Évolution de la fraction volumique de martensite au cours de l'étape 1. Exemple du couple « lime 25-04 / bloc 15-06 ». VM : contrainte de von Mises.

**Figure 4.3b.** Évolution de la fraction volumique de martensite au cours de l'étape 2. Exemple du couple « lime 25-04 / bloc 15-06 ». VM : contrainte de von Mises.

**Figure 4.4a.** Contraintes de von Mises subies par les instruments endodontiques au cours des tests numériques par P/R. L'élément fini présentant la contrainte de von Mises la plus élevée à la fin de l'étape 1 est pris comme repère pour tracer ces courbes.

**Figure 4.4b.** Évolution des contraintes de von Mises au cours de l'étape 1. Exemple du couple « lime 25-04 / bloc 15-06 ». VM : contrainte de von Mises.

**Figure 4.4c.** Évolution des contraintes de von Mises au cours de l'étape 2. Exemple du couple « lime 25-04 / bloc 15-06 ». VM : contrainte de von Mises.

**Figure 4.5a.** Distribution du volume de fraction martensitique à la fin de l'étape 1. A : instrument 25-04 / bloc 15-06 ; B : instrument 25-04 / bloc 20-04 ; C : instrument 30-04 / bloc 25-04.

**Figure 4.5b.** Distribution des contraintes maximales à la fin de l'étape 1. A : instrument 25-04 / bloc 15-06 ; B : instrument 25-04 / bloc 20-04 ; C : instrument 30-04 / bloc 25-04.

**Figure 4.6.** Exemple du chemin utilisé pour le couple instrument endodontique 25-04 / canal simulé 15-06.

**Figure 4.7a.** Courbes des contraintes maximales de von Mises et de la fraction volumique de martensite à la fin de l'étape 1 (pénétration canalaire) pour le couple instrument endodontique 25-04 / canal simulé 15-06.

**Figure 4.7b.** Courbes des contraintes maximales de von Mises et de la fraction volumique de martensite à la fin de l'étape 1 (pénétration canalaire) pour le couple instrument endodontique 25-04 / canal simulé 20-04.

**Figure 4.7c.** Courbes des contraintes maximales de von Mises et de la fraction volumique de martensite à la fin de l'étape 1 (pénétration + torsion de 20°) pour le couple instrument endodontique 30-04 / canal simulé 25-04.

---

**Tableau 2.1.** Paramètres matériaux du CuAlBe et du NiTi.

**Tableau 2.2.** Paramètres géométriques optimaux en flexion / torsion des limes endodontiques en CuAlBe monocristallin.

**Tableau 2.3.** Propriétés mécaniques des instruments de géométries optimales.

**Tableau 3.1a.** Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 8 à 12 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.

**Tableau 3.1b.** Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 12 à 14 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.

**Tableau 3.1c.** Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 14 à 16 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.

**Tableau 3.2a.** Couples instrument endodontique / bloc en résine testés expérimentalement

**Tableau 3.2b.** Paramètres géométriques des instruments endodontiques testés.

**Tableau 4.1.** Paramètres de maillage des limes et blocs utilisés dans les analyses numériques.

**Tableau 4.2.** Données relatives aux calculs numériques.

## Bibliographie

Abou El Nasr, H.M., and Abd El Kader, K.G. (2014). Dentinal damage and fracture resistance of oval roots prepared with single-file systems using different kinematics. *J. Endod.* *40*, 849–851.

Akhlaghi, N.M., Dadresanfar, B., Darmiani, S., and Moshari, A. (2014). Effect of master apical file size and taper on irrigation and cleaning of the apical third of curved canals. *J. Dent. Tehran Univ. Med. Sci.* *11*, 188–195.

Albrecht, L.J., Baumgartner, J.C., and Marshall, J.G. (2004). Evaluation of apical debris removal using various sizes and tapers of ProFile GT files. *J. Endod.* *30*, 425–428.

Anderson, M.E., Price, J.W.H., and Parashos, P. (2007). Fracture resistance of electropolished rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J. Endod.* *33*, 1212–1216.

Applerot, G., Lellouche, J., Lipovsky, A., Nitzan, Y., Lubart, R., Gedanken, A., and Banin, E. (2012). Understanding the antibacterial mechanism of CuO nanoparticles: revealing the route of induced oxidative stress. *Small Weinh. Bergstr. Ger.* *8*, 3326–3337.

Azam, A., Ahmed, A.S., Oves, M., Khan, M.S., and Memic, A. (2012). Size-dependent antimicrobial properties of CuO nanoparticles against Gram-positive and -negative bacterial strains. *Int. J. Nanomedicine* *7*, 3527–3535.

Bahia, M.G.A., and Buono, V.T.L. (2005). Decrease in the fatigue resistance of nickel-titanium rotary instruments after clinical use in curved root canals. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* *100*, 249–255.

Ballou, E.R., and Wilson, D. (2016). The roles of zinc and copper sensing in fungal pathogenesis. *Curr. Opin. Microbiol.* *32*, 128–134.

Baumann, M.A., and Roth, A. (1999). Effect of experience on quality of canal preparation with rotary nickel-titanium files. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* *88*, 714–718.

Berutti, E., Chiandussi, G., Gaviglio, I., and Ibba, A. (2003). Comparative analysis of torsional and bending stresses in two mathematical models of nickel-titanium rotary instruments: ProTaper versus ProFile. *J. Endod.* *29*, 15–19.

Berutti, E., Negro, A.R., Lendini, M., and Pasqualini, D. (2004). Influence of manual preflaring and torque on the failure rate of ProTaper rotary instruments. *J. Endod.* *30*, 228–230.

Besaury, L., Bodilis, J., Delgas, F., Andrade, S., De la Iglesia, R., Ouddane, B., and Quillet, L. (2013). Abundance and diversity of copper resistance genes *cusA* and *copA* in microbial communities in relation to the impact of copper on Chilean marine sediments. *Mar. Pollut. Bull.* *67*, 16–25.

- Besold, A.N., Culbertson, E.M., and Culotta, V.C. (2016). The Yin and Yang of copper during infection. *J. Biol. Inorg. Chem. JBIC Publ. Soc. Biol. Inorg. Chem.* *21*, 137–144.
- Bidar, M., Rastegar, A.F., Ghaziani, P., and Namazikhah, M.S. (2004). Evaluation of apically extruded debris in conventional and rotary instrumentation techniques. *J. Calif. Dent. Assoc.* *32*, 665–671.
- Bishop, K., and Dummer, P.M. (1997). A comparison of stainless steel Flexofiles and nickel-titanium NiTiFlex files during the shaping of simulated canals. *Int. Endod. J.* *30*, 25–34.
- Boessler, C., Paque, F., and Peters, O.A. (2009). The effect of electropolishing on torque and force during simulated root canal preparation with ProTaper shaping files. *J. Endod.* *35*, 102–106.
- Capar, I.D., Arslan, H., Akcay, M., and Uysal, B. (2014a). Effects of ProTaper Universal, ProTaper Next, and HyFlex instruments on crack formation in dentin. *J. Endod.* *40*, 1482–1484.
- Capar, I.D., Arslan, H., Akcay, M., and Ertas, H. (2014b). An in vitro comparison of apically extruded debris and instrumentation times with ProTaper Universal, ProTaper Next, Twisted File Adaptive, and HyFlex instruments. *J. Endod.* *40*, 1638–1641.
- Casey, A.L., Adams, D., Karpanen, T.J., Lambert, P.A., Cookson, B.D., Nightingale, P., Miruszenko, L., Shillam, R., Christian, P., and Elliott, T.S.J. (2010). Role of copper in reducing hospital environment contamination. *J. Hosp. Infect.* *74*, 72–77.
- Celik, D., Taşdemir, T., and Er, K. (2013). Comparative study of 6 rotary nickel-titanium systems and hand instrumentation for root canal preparation in severely curved root canals of extracted teeth. *J. Endod.* *39*, 278–282.
- Cervantes, H.I., Alvarez, J.A., Muñoz, J.M., Arreguín, V., Mosqueda, J.L., and Macías, A.E. (2013). Antimicrobial activity of copper against organisms in aqueous solution: a case for copper-based water pipelines in hospitals? *Am. J. Infect. Control* *41*, e115–118.
- Chai, H., Guo, L., Wang, X., Fu, Y., Guan, J., Tan, L., Ren, L., and Yang, K. (2011). Antibacterial effect of 317L stainless steel contained copper in prevention of implant-related infection in vitro and in vivo. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* *22*, 2525–2535.
- Champagne, V.K., and Helfritch, D.J. (2013). A demonstration of the antimicrobial effectiveness of various copper surfaces. *J. Biol. Eng.* *7*, 8.
- Chaves Craveiro de Melo, M., Guiomar de Azevedo Bahia, M., and Lopes Buono, V.T. (2002). Fatigue resistance of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J. Endod.* *28*, 765–769.
- Chemisky, Y. (2009). Modélisation macroscopique des alliages à mémoire de forme - Application aux matériaux composites. phdthesis. Université de Metz.



Chemisky, Y., Duval, A., Patoor, E., and Ben Zineb, T. (2011). Constitutive model for shape memory alloys including phase transformation, martensitic reorientation and twins accommodation. *Mech. Mater.* *43*, 361–376.

Cheung, G.S.P., and Liu, C.S.Y. (2009). A retrospective study of endodontic treatment outcome between nickel-titanium rotary and stainless steel hand filing techniques. *J. Endod.* *35*, 938–943.

De-Deus, G., Neves, A., Silva, E.J., Mendonça, T.A., Lourenço, C., Calixto, C., and Lima, E.J.M. (2015). Apically extruded dentin debris by reciprocating single-file and multi-file rotary system. *Clin. Oral Investig.* *19*, 357–361.

Diemer, F., and Calas, P. (2004). Effect of pitch length on the behavior of rotary triple helix root canal instruments. *J. Endod.* *30*, 716–718.

Diemer, F., Michetti, J., Mallet, J.-P., and Piquet, R. (2013). Effect of asymmetry on the behavior of prototype rotary triple helix root canal instruments. *J. Endod.* *39*, 829–832.

Dollwet, H.H.A., and Sorenson, J.R.J. (1985). Historic uses of copper compounds in medicine. *Trace Elem. Med.* *2*, 80–87.

Duval, A. (2009). Modélisation du comportement thermomécanique d'alliages à mémoire de forme. Application au dimensionnement de microsystèmes et extension en non local. phdthesis. Université Henri Poincaré - Nancy I.

Elguindi, J., Wagner, J., and Rensing, C. (2009). Genes involved in copper resistance influence survival of *Pseudomonas aeruginosa* on copper surfaces. *J. Appl. Microbiol.* *106*, 1448–1455.

Elguindi, J., Moffitt, S., Hasman, H., Andrade, C., Raghavan, S., and Rensing, C. (2011). Metallic copper corrosion rates, moisture content, and growth medium influence survival of copper ion-resistant bacteria. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* *89*, 1963–1970.

Elguindi, J., Alwathnani, H.A., and Rensing, C. (2012). Rapid inactivation of *Cronobacter sakazakii* on copper alloys following periods of desiccation stress. *World J. Microbiol. Biotechnol.* *28*, 1837–1841.

Elnaghy, A.M. (2014). Cyclic fatigue resistance of ProTaper Next nickel-titanium rotary files. *Int. Endod. J.* *47*, 1034–1039.

Entemeyer, D., Patoor, E., Eberhardt, A., and Berveiller, M. (2000). Strain rate sensitivity in superelasticity. *Int. J. Plast.* *16*, 1269–1288.

Espírito Santo, C., Lam, E.W., Elowsky, C.G., Quaranta, D., Domaille, D.W., Chang, C.J., and Grass, G. (2011). Bacterial killing by dry metallic copper surfaces. *Appl. Environ. Microbiol.* *77*, 794–802.

Espírito Santo, C., Quaranta, D., and Grass, G. (2012). Antimicrobial metallic copper surfaces kill *Staphylococcus haemolyticus* via membrane damage. *MicrobiologyOpen* *1*, 46–52.

- Esposito, P.T., and Cunningham, C.J. (1995). A comparison of canal preparation with nickel-titanium and stainless steel instruments. *J. Endod.* *21*, 173–176.
- Faúndez, G., Troncoso, M., Navarrete, P., and Figueroa, G. (2004). Antimicrobial activity of copper surfaces against suspensions of *Salmonella enterica* and *Campylobacter jejuni*. *BMC Microbiol.* *4*, 19.
- Ferraz, C.C., Gomes, N.V., Gomes, B.P., Zaia, A.A., Teixeira, F.B., and Souza-Filho, F.J. (2001). Apical extrusion of debris and irrigants using two hand and three engine-driven instrumentation techniques. *Int. Endod. J.* *34*, 354–358.
- Festa, R.A., and Thiele, D.J. (2011). Copper: an essential metal in biology. *Curr. Biol. CB* *21*, R877-883.
- Fife, D., Gambarini, G., and Britto Lr, L. r (2004). Cyclic fatigue testing of ProTaper NiTi rotary instruments after clinical use. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* *97*, 251–256.
- Gambarini, G., Plotino, G., Grande, N.M., Al-Sudani, D., De Luca, M., and Testarelli, L. (2011). Mechanical properties of nickel-titanium rotary instruments produced with a new manufacturing technique. *Int. Endod. J.* *44*, 337–341.
- Gao, Y., Shotton, V., Wilkinson, K., Phillips, G., and Johnson, W.B. (2010). Effects of raw material and rotational speed on the cyclic fatigue of ProFile Vortex rotary instruments. *J. Endod.* *36*, 1205–1209.
- Gao, Y., Gutmann, J.L., Wilkinson, K., Maxwell, R., and Ammon, D. (2012). Evaluation of the impact of raw materials on the fatigue and mechanical properties of ProFile Vortex rotary instruments. *J. Endod.* *38*, 398–401.
- Gautier, E., and Patoor, E. (1997). Experimental Observations for Shape Memory Alloys and Transformation Induced Plasticity Phenomena. In *Mechanics of Solids with Phase Changes*, M. Berveiller, and F.D. Fischer, eds. (Springer Vienna), pp. 69–103.
- Giannousi, K., Lafazanis, K., Arvanitidis, J., Pantazaki, A., and Dendrinou-Samara, C. (2014). Hydrothermal synthesis of copper based nanoparticles: antimicrobial screening and interaction with DNA. *J. Inorg. Biochem.* *133*, 24–32.
- Glossen, C.R., Haller, R.H., Dove, S.B., and del Rio, C.E. (1995). A comparison of root canal preparations using Ni-Ti hand, Ni-Ti engine-driven, and K-Flex endodontic instruments. *J. Endod.* *21*, 146–151.
- Gosau, M., Prantl, L., Feldmann, M., Kokott, A., Hahnel, S., and Burgers, R. (2010). The effects of copper additives on the quantity and cell viability of adherent *Staphylococcus epidermidis* in silicone implants. *Biofouling* *26*, 359–365.
- Gosau, M., Bürgers, R., Vollkommer, T., Holzmann, T., and Prantl, L. (2013). Effectiveness of antibacterial copper additives in silicone implants. *J. Biomater. Appl.* *28*, 187–198.

- Gould, S.W.J., Fielder, M.D., Kelly, A.F., Morgan, M., Kenny, J., and Naughton, D.P. (2009). The antimicrobial properties of copper surfaces against a range of important nosocomial pathogens. *Ann. Microbiol.* 59, 151–156.
- Grass, G., Rensing, C., and Solioz, M. (2011). Metallic copper as an antimicrobial surface. *Appl. Environ. Microbiol.* 77, 1541–1547.
- Guelzow, A., Stamm, O., Martus, P., and Kielbassa, A.M. (2005). Comparative study of six rotary nickel-titanium systems and hand instrumentation for root canal preparation. *Int. Endod. J.* 38, 743–752.
- Haïkel, Y., Serfaty, R., Wilson, P., Speisser, J.M., and Allemann, C. (1998). Cutting efficiency of nickel-titanium endodontic instruments and the effect of sodium hypochlorite treatment. *J. Endod.* 24, 736–739.
- Haïkel, Y., Serfaty, R., Bateman, G., Senger, B., and Allemann, C. (1999). Dynamic and cyclic fatigue of engine-driven rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J. Endod.* 25, 434–440.
- Hans, M., Erbe, A., Mathews, S., Chen, Y., Solioz, M., and Mücklich, F. (2013). Role of copper oxides in contact killing of bacteria. *Langmuir ACS J. Surf. Colloids* 29, 16160–16166.
- Hartemann, P., Goepfert, M., and Blech, M.F. (1995). Bactericidal effect of hydrogen peroxide on *Escherichia coli*. *Ann. Médicales NANCY L'Est* 34, 85–88.
- Hashem, A.A.R., Ghoneim, A.G., Lutfy, R.A., Foda, M.Y., and Omar, G.A.F. (2012). Geometric analysis of root canals prepared by four rotary NiTi shaping systems. *J. Endod.* 38, 996–1000.
- Herold, K.S., Johnson, B.R., and Wenckus, C.S. (2007). A scanning electron microscopy evaluation of microfractures, deformation and separation in EndoSequence and Profile nickel-titanium rotary files using an extracted molar tooth model. *J. Endod.* 33, 712–714.
- Hess, W., Dolamore, W.H., and Zürcher, E. (1925). *The anatomy of the root-canals of the teeth of the permanent dentition* (New York: Wm. Wood & co.).
- Hong, R., Kang, T.Y., Michels, C.A., and Gadura, N. (2012). Membrane lipid peroxidation in copper alloy-mediated contact killing of *Escherichia coli*. *Appl. Environ. Microbiol.* 78, 1776–1784.
- Hou, X., Yahata, Y., Hayashi, Y., Ebihara, A., Hanawa, T., and Suda, H. (2011). Phase transformation behaviour and bending property of twisted nickel-titanium endodontic instruments. *Int. Endod. J.* 44, 253–258.
- Huget, E. (1977). Dental alloys: Biological considerations. In *NIH Conference Proceedings: Alternatives to Gold Alloys in Dentistry*, pp. 139–157.
- Hülsmann, M., Schade, M., and Schäfers, F. (2001). A comparative study of root canal preparation with HERO 642 and Quantec SC rotary Ni-Ti instruments. *Int. Endod. J.* 34, 538–546.

- Johnson, E., Lloyd, A., Kuttler, S., and Namerow, K. (2008). Comparison between a novel nickel-titanium alloy and 508 nitinol on the cyclic fatigue life of ProFile 25/.04 rotary instruments. *J. Endod.* *34*, 1406–1409.
- Jomova, K., Baros, S., and Valko, M. (2012). Jomova K, Baros S and Valko M. Redox active metal-induced oxidative stress in biological systems. *Transit Met Chem*, *11*, 127–134. *Transit. Met. Chem.* *37*, 127–134.
- Kakehashi, S., Stanley, H.R., and Fitzgerald, R.J. (1965). THE EFFECTS OF SURGICAL EXPOSURES OF DENTAL PULPS IN GERM-FREE AND CONVENTIONAL LABORATORY RATS. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol.* *20*, 340–349.
- Kansal, R., Rajput, A., Talwar, S., Roongta, R., and Verma, M. (2014). Assessment of dentinal damage during canal preparation using reciprocating and rotary files. *J. Endod.* *40*, 1443–1446.
- Karpanen, T.J., Casey, A.L., Lambert, P.A., Cookson, B.D., Nightingale, P., Miruszenko, L., and Elliott, T.S.J. (2012). The antimicrobial efficacy of copper alloy furnishing in the clinical environment: a crossover study. *Infect. Control Hosp. Epidemiol.* *33*, 3–9.
- Kazemi, R.B., Stenman, E., and Spångberg, L.S. (2000). A comparison of stainless steel and nickel-titanium H-type instruments of identical design: torsional and bending tests. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* *90*, 500–506.
- Kiefner, P., Ban, M., and De-Deus, G. (2014). Is the reciprocating movement per se able to improve the cyclic fatigue resistance of instruments? *Int. Endod. J.* *47*, 430–436.
- Kim, H.C., Kim, H.J., Lee, C.J., Kim, B.M., Park, J.K., and Versluis, A. (2009). Mechanical response of nickel-titanium instruments with different cross-sectional designs during shaping of simulated curved canals. *Int. Endod. J.* *42*, 593–602.
- Kim, H.-C., Yum, J., Hur, B., and Cheung, G.S.-P. (2010). Cyclic fatigue and fracture characteristics of ground and twisted nickel-titanium rotary files. *J. Endod.* *36*, 147–152.
- Kishida, N., Simazaki, D., Kosaka, K., Kosuge, R., Akiba, M., and Hayashi, K. (2013). [Current situation and problems associated with inactivation of microorganisms in water using copper]. *Nihon Kōshū Eisei Zasshi Jpn. J. Public Health* *60*, 579–585.
- Klinkajon, W., and Supaphol, P. (2014). Novel copper (II) alginate hydrogels and their potential for use as anti-bacterial wound dressings. *Biomed. Mater. Bristol Engl.* *9*, 45008.
- Kramkowski, T.R., and Bahcall, J. (2009). An in vitro comparison of torsional stress and cyclic fatigue resistance of ProFile GT and ProFile GT Series X rotary nickel-titanium files. *J. Endod.* *35*, 404–407.

Kuştarci, A., Akpınar, K.E., and Er, K. (2008). Apical extrusion of intracanal debris and irrigant following use of various instrumentation techniques. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* 105, 257–262.

Larsen, C.M., Watanabe, I., Glickman, G.N., and He, J. (2009). Cyclic fatigue analysis of a new generation of nickel titanium rotary instruments. *J. Endod.* 35, 401–403.

Lazary, A., Weinberg, I., Vatine, J.-J., Jefidoff, A., Bardenstein, R., Borkow, G., and Ohana, N. (2014). Reduction of healthcare-associated infections in a long-term care brain injury ward by replacing regular linens with biocidal copper oxide impregnated linens. *Int. J. Infect. Dis. IJID Off. Publ. Int. Soc. Infect. Dis.* 24, 23–29.

Lee, D.H., Park, B., Saxena, A., and Serene, T.P. (1996). Enhanced surface hardness by boron implantation in Nitinol alloy. *J. Endod.* 22, 543–546.

Li, F., Lei, C., Shen, Q., Li, L., Wang, M., Guo, M., Huang, Y., Nie, Z., and Yao, S. (2013). Analysis of copper nanoparticles toxicity based on a stress-responsive bacterial biosensor array. *Nanoscale* 5, 653–662.

Liochev, S.I., and Fridovich, I. (2002). The Haber-Weiss cycle -- 70 years later: an alternative view. *Redox Rep. Commun. Free Radic. Res.* 7, 55-57-60.

Lopes, H.P., Gambarra-Soares, T., Elias, C.N., Siqueira, J.F., Inojosa, I.F.J., Lopes, W.S.P., and Vieira, V.T.L. (2013). Comparison of the mechanical properties of rotary instruments made of conventional nickel-titanium wire, M-wire, or nickel-titanium alloy in R-phase. *J. Endod.* 39, 516–520.

Lu, J., Struewing, I., Buse, H.Y., Kou, J., Shuman, H.A., Faucher, S.P., and Ashbolt, N.J. (2013). *Legionella pneumophila* transcriptional response following exposure to CuO nanoparticles. *Appl. Environ. Microbiol.* 79, 2713–2720.

Marais, F., Mehtar, S., and Chalkley, L. (2010). Antimicrobial efficacy of copper touch surfaces in reducing environmental bioburden in a South African community healthcare facility. *J. Hosp. Infect.* 74, 80–82.

Mathews, S., Hans, M., Mücklich, F., and Solioz, M. (2013). Contact killing of bacteria on copper is suppressed if bacterial-metal contact is prevented and is induced on iron by copper ions. *Appl. Environ. Microbiol.* 79, 2605–2611.

Mc Spadden, J.T. (1993). Une nouvelle approche pour la préparation et l'obturation canalaire. *Endodontics* 12, 9–19.

Medha, A., Patil, S., Hoshing, U., and Bandekar, S. (2014). Evaluation of Forces Generated on Three Different Rotary File Systems in Apical Third of Root Canal using Finite Element Analysis. *J. Clin. Diagn. Res. JCDR* 8, 243–246.

Meireles, D., Marques, A.F., Garcia, L.R., Garrido, A.B., and Sponchiado, E. (2012). Assessment of apical deviation of root canals after debridement with the Hybrid, ProTaper and PathFile systems. *J. Interdiscip. Dent.* 2, 20.

Merzouki, T., Duval, A., and Ben Zineb, T. (2012). Finite Element analysis of a shape memory alloy actuator for a micropump. *Simul. Model. Pract. Theory* 27, 112–126.

- Michels, H.T., Noyce, J.O., and Keevil, C.W. (2009). Effects of temperature and humidity on the efficacy of methicillin-resistant *Staphylococcus aureus* challenged antimicrobial materials containing silver and copper. *Lett. Appl. Microbiol.* *49*, 191–195.
- Mikolay, A., Huggett, S., Tikana, L., Grass, G., Braun, J., and Nies, D.H. (2010). Survival of bacteria on metallic copper surfaces in a hospital trial. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* *87*, 1875–1879.
- Molteni, C., Abicht, H.K., and Solioz, M. (2010). Killing of bacteria by copper surfaces involves dissolved copper. *Appl. Environ. Microbiol.* *76*, 4099–4101.
- Monk, A.B., Kanmukhla, V., Trinder, K., and Borkow, G. (2014). Potent bactericidal efficacy of copper oxide impregnated non-porous solid surfaces. *BMC Microbiol.* *14*, 57.
- Morrier, J.J., Suchett-Kaye, G., Nguyen, D., Rocca, J.P., Blanc-Benon, J., and Barsotti, O. (1998). Antimicrobial activity of amalgams, alloys and their elements and phases. *Dent. Mater. Off. Publ. Acad. Dent. Mater.* *14*, 150–157.
- Nakamura, M., Kawahara, H., and Haeuchi, Y. (1984). In vitro cell response to cobalt-chromium-molybdenum alloy containing beryllium. *J. Prosthet. Dent.* *51*, 790–796.
- Nasreddine, G. (2016). Intérêts potentiels de l'utilisation de l'alliage Cuivre-Aluminium-Béryllium monocristallin en Endodontie. Université de Lorraine.
- Noyce, J.O., Michels, H., and Keevil, C.W. (2006). Use of copper cast alloys to control *Escherichia coli* O157 cross-contamination during food processing. *Appl. Environ. Microbiol.* *72*, 4239–4244.
- Ojeil, M., Jermann, C., Holah, J., Denyer, S.P., and Maillard, J.-Y. (2013). Evaluation of new in vitro efficacy test for antimicrobial surface activity reflecting UK hospital conditions. *J. Hosp. Infect.* *85*, 274–281.
- Otsuka, K., Wayman, C.M., Nakai, K., Sakamoto, H., and Shimizu, K. (1976). Superelasticity effects and stress-induced martensitic transformations in Cu-Al-Ni alloys. *Acta Metall.* *24*, 207–226.
- Pandiyarajan, T., Udayabhaskar, R., Vignesh, S., James, R.A., and Karthikeyan, B. (2013). Synthesis and concentration dependent antibacterial activities of CuO nanoflakes. *Mater. Sci. Eng. C Mater. Biol. Appl.* *33*, 2020–2024.
- Parashos, P., Gordon, I., and Messer, H.H. (2004). Factors influencing defects of rotary nickel-titanium endodontic instruments after clinical use. *J. Endod.* *30*, 722–725.
- Pedullà, E., Grande, N.M., Plotino, G., Gambarini, G., and Rapisarda, E. (2013). Influence of continuous or reciprocating motion on cyclic fatigue resistance of 4 different nickel-titanium rotary instruments. *J. Endod.* *39*, 258–261.
- Pereira, E.S.J., Singh, R., Arias, A., and Peters, O.A. (2013). In vitro assessment of torque and force generated by novel ProTaper Next Instruments during simulated canal preparation. *J. Endod.* *39*, 1615–1619.

Pérez-Higueras, J.J., Arias, A., de la Macorra, J.C., and Peters, O.A. (2014). Differences in cyclic fatigue resistance between ProTaper Next and ProTaper Universal instruments at different levels. *J. Endod.* *40*, 1477–1481.

Peters, O.A. (2004). Current challenges and concepts in the preparation of root canal systems: a review. *J. Endod.* *30*, 559–567.

Peters, O.A., Schönenberger, K., and Laib, A. (2001). Effects of four Ni-Ti preparation techniques on root canal geometry assessed by micro computed tomography. *Int. Endod. J.* *34*, 221–230.

Peters, O.A., Peters, C.I., Schönenberger, K., and Barbakow, F. (2003). ProTaper rotary root canal preparation: assessment of torque and force in relation to canal anatomy. *Int. Endod. J.* *36*, 93–99.

Peters, O.A., Gluskin, A.K., Weiss, R.A., and Han, J.T. (2012). An in vitro assessment of the physical properties of novel Hyflex nickel-titanium rotary instruments. *Int. Endod. J.* *45*, 1027–1034.

Peultier, B., Ben Zineb, T., and Patoor, E. (2008). A simplified micromechanical constitutive law adapted to the design of shape memory applications by finite element methods. *Mater. Sci. Eng. A* *481–482*, 384–388.

Piotrowski, B., Ben Zineb, T., Patoor, E., and Eberhardt, A. (2012). A finite element-based numerical tool for Ni<sub>47</sub>Ti<sub>44</sub>Nb<sub>9</sub> SMA structures design: Application to tightening rings. *J. Intell. Mater. Syst. Struct.* *23*, 121–153.

Plotino, G., Grande, N.M., Tocci, L., Testarelli, L., and Gambarini, G. (2014). Influence of Different Apical Preparations on Root Canal Cleanliness in Human Molars: a SEM Study. *J. Oral Maxillofac. Res.* *5*, e4.

Prado, V., Vidal, R., and Durán, C. (2012). [Application of copper bactericidal properties in medical practice]. *Rev. Médica Chile* *140*, 1325–1332.

Prado J, V., Esparza M, M., Vidal A, R., and Durán T, C. (2013). [Adherence to copper and stainless steel metal coupons of common nosocomial bacterial strains]. *Rev. Médica Chile* *141*, 291–297.

Pramanik, A., Laha, D., Bhattacharya, D., Pramanik, P., and Karmakar, P. (2012). A novel study of antibacterial activity of copper iodide nanoparticle mediated by DNA and membrane damage. *Colloids Surf. B Biointerfaces* *96*, 50–55.

Pruett, J.P., Clement, D.J., and Carnes, D.L. (1997). Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *J. Endod.* *23*, 77–85.

Quaranta, D., Krans, T., Espírito Santo, C., Elowsky, C.G., Domaille, D.W., Chang, C.J., and Grass, G. (2011). Mechanisms of contact-mediated killing of yeast cells on dry metallic copper surfaces. *Appl. Environ. Microbiol.* *77*, 416–426.

Rademacher, C., Moser, R., Lackmann, J.-W., Klinkert, B., Narberhaus, F., and Masepohl, B. (2012). Transcriptional and posttranscriptional events control copper-

responsive expression of a *Rhodobacter capsulatus* multicopper oxidase. *J. Bacteriol.* *194*, 1849–1859.

Rai, S., Hirsch, B.E., Attaway, H.H., Nadan, R., Fairey, S., Hardy, J., Miller, G., Armellino, D., Moran, W.R., Sharpe, P., et al. (2012). Evaluation of the antimicrobial properties of copper surfaces in an outpatient infectious disease practice. *Infect. Control Hosp. Epidemiol.* *33*, 200–201.

Rapisarda, E., Bonaccorso, A., Tripi, T.R., Fragalk, I., and Condorelli, G.G. (2000). The effect of surface treatments of nickel-titanium files on wear and cutting efficiency. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* *89*, 363–368.

Rodrigues, R.C.V., Lopes, H.P., Elias, C.N., Amaral, G., Vieira, V.T.L., and De Martin, A.S. (2011). Influence of different manufacturing methods on the cyclic fatigue of rotary nickel-titanium endodontic instruments. *J. Endod.* *37*, 1553–1557.

Roig-Cayón, M., Basilio-Monné, J., Abós-Herrándiz, R., Brau-Aguadé, E., and Canalda-Sahli, C. (1997). A comparison of molar root canal preparations using six instruments and instrumentation techniques. *J. Endod.* *23*, 383–386.

Salgado, C.D., Sepkowitz, K.A., John, J.F., Cantey, J.R., Attaway, H.H., Freeman, K.D., Sharpe, P.A., Michels, H.T., and Schmidt, M.G. (2013). Copper surfaces reduce the rate of healthcare-acquired infections in the intensive care unit. *Infect. Control Hosp. Epidemiol.* *34*, 479–486.

Samyn, J.A., Nicholls, J.I., and Steiner, J.C. (1996). Comparison of stainless steel and nickel-titanium instruments in molar root canal preparation. *J. Endod.* *22*, 177–181.

Sattapan, B., Palamara, J.E., and Messer, H.H. (2000a). Torque during canal instrumentation using rotary nickel-titanium files. *J. Endod.* *26*, 156–160.

Sattapan, B., Nervo, G.J., Palamara, J.E., and Messer, H.H. (2000b). Defects in rotary nickel-titanium files after clinical use. *J. Endod.* *26*, 161–165.

Saunders, E. (2005). Hand instrumentation in root canal preparation. *Endod. Top.* *10*, 163–167.

Sayes, C.M., and Warheit, D.B. (2009). Characterization of nanomaterials for toxicity assessment. *Wiley Interdiscip. Rev. Nanomed. Nanobiotechnol.* *1*, 660–670.

Schäfer, E., and Tepel, J. (1996). Cutting efficiency of Hedstrom, S and U files made of various alloys in filing motion. *Int. Endod. J.* *29*, 302–308.

Schäfer, E., and Tepel, J. (2001). Relationship between design features of endodontic instruments and their properties. Part 3. Resistance to bending and fracture. *J. Endod.* *27*, 299–303.

Schäfer, E., Dzepina, A., and Danesh, G. (2003). Bending properties of rotary nickel-titanium instruments. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* *96*, 757–763.



- Schäfer, E., Schulz-Bongert, U., and Tulus, G. (2004). Comparison of hand stainless steel and nickel titanium rotary instrumentation: a clinical study. *J. Endod.* *30*, 432–435.
- Schilder, H. (1967). Filling root canals in three dimensions. *Dent. Clin. North Am.* 723–744.
- Schilder, H. (1974). Cleaning and shaping the root canal. *Dent. Clin. North Am.* *18*, 269–296.
- Schmidt, M.G., Attaway, H.H., Terzieva, S., Marshall, A., Steed, L.L., Salzberg, D., Hamoodi, H.A., Khan, J.A., Feigley, C.E., and Michels, H.T. (2012a). Characterization and control of the microbial community affiliated with copper or aluminum heat exchangers of HVAC systems. *Curr. Microbiol.* *65*, 141–149.
- Schmidt, M.G., Attaway, H.H., Sharpe, P.A., John, J., Sepkowitz, K.A., Morgan, A., Fairey, S.E., Singh, S., Steed, L.L., Cantey, J.R., et al. (2012b). Sustained reduction of microbial burden on common hospital surfaces through introduction of copper. *J. Clin. Microbiol.* *50*, 2217–2223.
- Schmidt, M.G., Attaway, H.H., Fairey, S.E., Steed, L.L., Michels, H.T., and Salgado, C.D. (2013). Copper continuously limits the concentration of bacteria resident on bed rails within the intensive care unit. *Infect. Control Hosp. Epidemiol.* *34*, 530–533.
- Schrader, C., Ackermann, M., and Barbakow, F. (1999). Step-by-step description of a rotary root canal preparation technique. *Int. Endod. J.* *32*, 312–320.
- Schwerdtle, T., Hamann, I., Jahnke, G., Walter, I., Richter, C., Parsons, J.L., Dianov, G.L., and Hartwig, A. (2007). Impact of copper on the induction and repair of oxidative DNA damage, poly(ADP-ribosyl)ation and PARP-1 activity. *Mol. Nutr. Food Res.* *51*, 201–210.
- Seto, B.G., Nicholls, J.I., and Harrington, G.W. (1990). Torsional properties of twisted and machined endodontic files. *J. Endod.* *16*, 355–360.
- Shen, Y., Qian, W., Abtin, H., Gao, Y., and Haapasalo, M. (2011). Fatigue testing of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. *J. Endod.* *37*, 997–1001.
- Shen, Y., Qian, W., Abtin, H., Gao, Y., and Haapasalo, M. (2012). Effect of environment on fatigue failure of controlled memory wire nickel-titanium rotary instruments. *J. Endod.* *38*, 376–380.
- Short, J.A., Morgan, L.A., and Baumgartner, J.C. (1997). A comparison of canal centering ability of four instrumentation techniques. *J. Endod.* *23*, 503–507.
- Šittner, P., Hashimoto, K., Kato, M., and Tokuda, M. (2003). Stress induced martensitic transformations in tension/torsion of CuAlNi single crystal tube. *Scr. Mater.* *48*, 1153–1159.
- Souli, M., Galani, I., Plachouras, D., Panagea, T., Armaganidis, A., Petrikkos, G., and Giamarellou, H. (2013). Antimicrobial activity of copper surfaces against

carbapenemase-producing contemporary Gram-negative clinical isolates. *J. Antimicrob. Chemother.* **68**, 852–857.

Speer, A., Rowland, J.L., Haeili, M., Niederweis, M., and Wolschendorf, F. (2013). Porins increase copper susceptibility of *Mycobacterium tuberculosis*. *J. Bacteriol.* **195**, 5133–5140.

Spili, P., Parashos, P., and Messer, H.H. (2005). The impact of instrument fracture on outcome of endodontic treatment. *J. Endod.* **31**, 845–850.

Stuart, C.H., Schwartz, S.A., Beeson, T.J., and Owatz, C.B. (2006). *Enterococcus faecalis*: its role in root canal treatment failure and current concepts in retreatment. *J. Endod.* **32**, 93–98.

Sudha, V.B.P., Singh, K.O., Prasad, S.R., and Venkatasubramanian, P. (2009). Killing of enteric bacteria in drinking water by a copper device for use in the home: laboratory evidence. *Trans. R. Soc. Trop. Med. Hyg.* **103**, 819–822.

Suneelkumar, C., Savarimalai Karumaran, C., Ramachandran, S., Indira, R., Shankar, P., and Kumar, A. (2010). A comparative study on the shaping ability of k3, profile and protaper instruments in simulated curved root canals. *Iran. Endod. J.* **5**, 107–112.

Teli, M.D., and Sheikh, J. (2013). Modified bamboo rayon-copper nanoparticle composites as antibacterial textiles. *Int. J. Biol. Macromol.* **61**, 302–307.

Tepel, J., and Schäfer, E. (1997). Endodontic hand instruments: cutting efficiency, instrumentation of curved canals, bending and torsional properties. *Endod. Dent. Traumatol.* **13**, 201–210.

Tepel, J., Schäfer, E., and Hoppe, W. (1997). Properties of endodontic hand instruments used in rotary motion. Part 3. Resistance to bending and fracture. *J. Endod.* **23**, 141–145.

Thekkae Padil, V.V., and Černík, M. (2013). Green synthesis of copper oxide nanoparticles using gum karaya as a biotemplate and their antibacterial application. *Int. J. Nanomedicine* **8**, 889–898.

Thompson, S.A. (2000). An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. *Int. Endod. J.* **33**, 297–310.

Tian, W.-X., Yu, S., Ibrahim, M., Almonaofy, A.W., He, L., Hui, Q., Bo, Z., Li, B., and Xie, G.-L. (2012). Copper as an antimicrobial agent against opportunistic pathogenic and multidrug resistant *Enterobacter* bacteria. *J. Microbiol. Seoul Korea* **50**, 586–593.

Tinoco, J.M., De-Deus, G., Tinoco, E.M.B., Saavedra, F., Fidel, R. a. S., and Sassone, L.M. (2014). Apical extrusion of bacteria when using reciprocating single-file and rotary multifile instrumentation systems. *Int. Endod. J.* **47**, 560–566.

Tripi, T.R., Bonaccorso, A., and Condorelli, G.G. (2006). Cyclic fatigue of different nickel-titanium endodontic rotary instruments. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* **102**, e106-114.

Ullmann, C.J., and Peters, O.A. (2005). Effect of cyclic fatigue on static fracture loads in ProTaper nickel-titanium rotary instruments. *J. Endod.* *31*, 183–186.

Usman, M.S., El Zowalaty, M.E., Shameli, K., Zainuddin, N., Salama, M., and Ibrahim, N.A. (2013). Synthesis, characterization, and antimicrobial properties of copper nanoparticles. *Int. J. Nanomedicine* *8*, 4467–4479.

Vadhana, S., SaravanaKarthikeyan, B., Nandini, S., and Velmurugan, N. (2014). Cyclic fatigue resistance of RaCe and Mtwo rotary files in continuous rotation and reciprocating motion. *J. Endod.* *40*, 995–999.

Varghese, S., Elfakhri, S.O., Sheel, D.W., Sheel, P., Bolton, F.J.E., and Foster, H.A. (2013). Antimicrobial activity of novel nanostructured Cu-SiO<sub>2</sub> coatings prepared by chemical vapour deposition against hospital related pathogens. *AMB Express* *3*, 53.

Versümer, J., Hülsmann, M., and Schäfers, F. (2002). A comparative study of root canal preparation using Profile .04 and Lightspeed rotary Ni-Ti instruments. *Int. Endod. J.* *35*, 37–46.

Vincent, M., Thiebaud, F., Bel Haj Khalifa, S., Engels-Deutsch, M., and Ben Zineb, T. (2015). Finite Element Analysis of a Copper Single Crystal Shape Memory Alloy-Based Endodontic Instruments. *J. Mater. Eng. Perform.* *24*, 4128–4139.

Vincent, M., Hartemann, P., and Engels-Deutsch, M. (2016). Antimicrobial applications of copper. *Int. J. Hyg. Environ. Health.*

Walia, H.M., Brantley, W.A., and Gerstein, H. (1988). An initial investigation of the bending and torsional properties of Nitinol root canal files. *J. Endod.* *14*, 346–351.

Warnes, S.L., and Keevil, C.W. (2011). Mechanism of copper surface toxicity in vancomycin-resistant enterococci following wet or dry surface contact. *Appl. Environ. Microbiol.* *77*, 6049–6059.

Warnes, S.L., Green, S.M., Michels, H.T., and Keevil, C.W. (2010). Biocidal efficacy of copper alloys against pathogenic enterococci involves degradation of genomic and plasmid DNAs. *Appl. Environ. Microbiol.* *76*, 5390–5401.

Warnes, S.L., Caves, V., and Keevil, C.W. (2012). Mechanism of copper surface toxicity in *Escherichia coli* O157:H7 and *Salmonella* involves immediate membrane depolarization followed by slower rate of DNA destruction which differs from that observed for Gram-positive bacteria. *Environ. Microbiol.* *14*, 1730–1743.

Wasmer, P.M., Mussot-Hoinard, G., Berveiller, S., Patoor, E., and Eberhardt, A. (2009). Kinetics of precipitation and mechanical behavior of CuAlBe single crystal drawn-wires. *ESOMAT.*

Wataha, J.C. (2000). Biocompatibility of dental casting alloys: a review. *J. Prosthet. Dent.* *83*, 223–234.

Wataha, J.C., Craig, R.G., and Hanks, C.T. (1992). Precision of and new methods for testing in vitro alloy cytotoxicity. *Dent. Mater. Off. Publ. Acad. Dent. Mater.* *8*, 65–70.

Weaver, L., Noyce, J.O., Michels, H.T., and Keevil, C.W. (2010). Potential action of copper surfaces on meticillin-resistant *Staphylococcus aureus*. *J. Appl. Microbiol.* *109*, 2200–2205.

Weine, F.S., Kelly, R.F., and Lio, P.J. (1975). The effect of preparation procedures on original canal shape and on apical foramen shape. *J. Endod.* *1*, 255–262.

Wiegand, I., Hilpert, K., and Hancock, R.E.W. (2008). Agar and broth dilution methods to determine the minimal inhibitory concentration (MIC) of antimicrobial substances. *Nat. Protoc.* *3*, 163–175.

Wilks, S.A., Michels, H., and Keevil, C.W. (2005). The survival of *Escherichia coli* O157 on a range of metal surfaces. *Int. J. Food Microbiol.* *105*, 445–454.

Wolcott, J., and Himel, V.T. (1997). Torsional properties of nickel-titanium versus stainless steel endodontic files. *J. Endod.* *23*, 217–220.

Wu, M.K., and Wesselink, P.R. (1995). Efficacy of three techniques in cleaning the apical portion of curved root canals. *Oral Surg. Oral Med. Oral Pathol. Oral Radiol. Endod.* *79*, 492–496.

Yared, G. (2008). Canal preparation using only one Ni-Ti rotary instrument: preliminary observations. *Int. Endod. J.* *41*, 339–344.

Yared, G., Kulkarni, G.K., and Ghossayn, F. (2003). An in vitro study of the torsional properties of new and used K3 instruments. *Int. Endod. J.* *36*, 764–769.

Zhu, L., Elguindi, J., Rensing, C., and Ravishankar, S. (2012). Antimicrobial activity of different copper alloy surfaces against copper resistant and sensitive *Salmonella enterica*. *Food Microbiol.* *30*, 303–310.

Zmener, O., and Balbachan, L. (1995). Effectiveness of nickel-titanium files for preparing curved root canals. *Endod. Dent. Traumatol.* *11*, 121–123.

### Titre :

Développement d'un instrument endodontique en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux

### Résumé :

De nombreuses avancées ont été réalisées en termes de géométries instrumentales, mouvements de travail et procédés de fabrication des limes endodontiques. Cependant, peu de recherches se sont tournées vers l'utilisation d'alliages à mémoire de forme (AMF) autres que le Nickel-Titane (NiTi). Ce travail se propose de développer un instrument endodontique constitué d'un nouvel AMF aux propriétés mécaniques et antimicrobiennes très prometteuses : le CuAlBe monocristallin. Après une première analyse par éléments finis des paramètres géométriques adéquats pour une lime endodontique en AMF monocristallin à base de CuAlBe, plusieurs prototypes ont été fabriqués puis testés en rotation continue selon un protocole de pénétration / retrait (P/R) dans des canaux artificiels. Des limes endodontiques en NiTi, déjà commercialisées, ont été également testées avec le même protocole. L'objectif de ces recherches était de montrer que les instruments endodontiques en CuAlBe monocristallin présentaient des performances mécaniques équivalentes à ceux en NiTi, en plus de leurs propriétés antimicrobiennes.

Mots clefs : limes endodontiques, CuAlBe, NiTi, alliage à mémoire de forme, transformation de phase, analyse par éléments finis.

---

### Title:

Development of an endodontic instrument based on a single-crystal shape memory alloy

### Abstract:

Many advances have been made in terms of instrumental geometry, working motion and manufacturing processes of endodontic files. However, since the discovery of Nickel-Titanium (NiTi) shape memory alloys (SMA), few research has been carried out on new SMAs. In this context, this work aims to develop an endodontic instrument machined from a new SMA with very promising mechanical and antimicrobial properties: the single crystal CuAlBe. Following a finite element analysis in order to determine adequate geometric parameters for a single crystal CuAlBe SMA endodontic instrument, prototypes were machined and tested following a continuous rotation penetration / removal (P/R) protocol in artificial canals. Endodontic files made of NiTi SMA, already commercialized, were also tested with the same protocol. The aim of this researches is to show that CuAlBe endodontic instruments could lead equivalent mechanical performances to NiTi instruments in addition of their antimicrobial properties.

Keywords: endodontic files, CuAlBe, NiTi, shape memory alloy, phase transformation, finite element analysis.