



HAL
open science

Développement d'un simulateur canalaire endodontique pour des applications pédagogiques et de recherche

Lieven Robberecht

► **To cite this version:**

Lieven Robberecht. Développement d'un simulateur canalaire endodontique pour des applications pédagogiques et de recherche. Médecine humaine et pathologie. Université du Droit et de la Santé - Lille II, 2015. Français. NNT : 2015LIL2S073 . tel-03140356

HAL Id: tel-03140356

<https://theses.hal.science/tel-03140356>

Submitted on 12 Feb 2021

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

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

UNIVERSITÉ DE LILLE

École Doctorale Biologie et Santé de Lille

UMR 1008 « Médicaments et Biomatériaux à Libération Contrôlée :
Mécanismes et Optimisation »

EA 2443 « Laboratoire Matériaux Céramiques et Procédés Associés »

THÈSE

Par : **Lieven Robberecht**

Soutenue le : 18/12/2015

pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de Lille

Spécialité : Odontologie Conservatrice, Endodontie (5801)

Développement d'un simulateur canalaire endodontique pour des applications pédagogiques

Directeurs de thèse : Madame le Docteur Feng CHAI
Monsieur le Docteur Jean-Christophe HORNEZ

Rapporteurs : Monsieur le Professeur Reza ARBAB-CHIRANI
Monsieur le Professeur Franck DIEMER

Examineurs : Monsieur le Professeur Etienne DEVEAUX
Madame le Professeur Martine HENNEQUIN

Je dédie ce travail à mon père, Paul Robberecht

Résumé

L'enseignement pratique préclinique en endodontie (la plus grande part de l'activité d'un omnipraticien) est fondamental pour la formation initiale et continue des chirurgiens dentistes. Les évolutions technologiques ont abouti à l'apparition de nouveaux matériaux et d'instruments, et de nouvelles techniques opératoires. Une évaluation *in vitro* de leurs performances et un entraînement intensif préalable à leur utilisation sur des patients est nécessaire. Des modèles endodontiques humains, animaux et artificiels (résine) ont été proposés pour y parvenir, mais ils présentent des limites importantes. L'objectif principal de cette thèse est de développer le procédé de fabrication d'un simulateur de système canalaire (SC) biomimétique, présentant une composition, une microstructure et une anatomie plus proches d'une racine dentaire naturelle que les alternatives existantes actuellement. Pour tenter de pallier les limites des SC existants, un SC céramique a été élaboré, basé sur l'hydroxyapatite (HAp) microporeuse et mis en forme par la méthode de coulage. Le volume pulpaire a été formé à l'intérieur du SC par combustion d'une matrice calcinable. La matrice a été mise en forme par une technique additive de stéréolithographie. Le SC a été finalisé par l'imprégnation de la céramique avec une résine époxy (pour améliorer la sensation tactile lors de l'instrumentation endodontique). Le SC développé possède des propriétés comparables à la dentine naturelle : un même composant minéral (HAp), une porosité de 20 à 30%, une taille des pores de 0,8 à 5 µm, une bonne dureté (65 - 75 HV), une morphologie du canal variable en fonction du besoin et est radio-opaque. Une étude évaluant l'utilisation de ce SC par des étudiants en chirurgie dentaire a finalement confirmé que le comportement radiologique et la sensation tactile lors de l'instrumentation des SC en céramique étaient meilleurs que ceux des SC conventionnels. En conclusion, ce SC adapté aux travaux pratiques d'endodontie présente des perspectives pour l'entraînement pratique d'étudiants ou la recherche en endodontie.

Mots Clés : Pédagogie, Endodontie, Entraînement pratique préclinique, Racine dentaire, Cavité pulpaire de la dent, Hydroxyapatite.

Abstract

Endodontic therapy is often complicated and technically demanding. The "*in vitro* model" to simulate natural human teeth is highly needed for teaching and training dental students in pre-clinics or dental surgeons in continuing dental education courses. Moreover, remarkable development and research of endodontic technology also requires good model for *in vitro* performance evaluation prior to use on patients. Different practice models, including extracted human teeth, animal teeth or simulated root canals in epoxy resin blocks, *etc.*, cannot satisfy the specific requirements. The objective of this thesis is to develop a process of fabricating a biomimetic dental root canal model (RCM) with a composition, microstructure and anatomy close to a natural tooth root. In order to overcome the limitations of existing RCMs, a ceramic root canal model (C-RCM) was developed, based on microporous hydroxyapatite (HAp), shaped by the casting method, with internal pulp cavity moulded by stereolithographic technique and finished by resin impregnation (to improve the tactile sensation during endodontic instrumentation). Many properties of this SC were shown comparable to the natural dental root: the same mineral component (HAp), porosity of 20 - 30%, the pore size of 0.8 - 5 µm, the good hardness (65 - 75 HV), the potential of customization of variable canal morphology, the suitable radio-opacity, *etc.* The pilot study on the evaluation of the application of this C-RCM by dental students was carried out and confirmed that better radiological behaviour for C-RCM than commercial resin RCM. This canal simulator poses no risk of infection, available in large numbers, allowing the objective assessment through its uniformity, therefore, well suits the endodontic practices and presents promising potential for training student or research on new endodontic technology.

Key Words : Endodontic education, Pre-clinical endodontics, Artificial tooth, Root canal, Hydroxyapatite.

Remerciements

En premier lieu, je souhaite remercier le Docteur Feng Chai pour avoir accepté de diriger ce travail. Vous avez accompagné mes premiers pas dans la Recherche au sein de l'Unité INSERM 1008 depuis mon projet de Master. Je vous suis infiniment reconnaissant d'avoir accepté d'ouvrir une nouvelle thématique dans le laboratoire, de m'avoir soutenu, et de m'avoir permis de travailler dans deux laboratoires différents. Vous avez toujours su vous adapter et vous rendre disponible. Soyez assurée de ma gratitude.

Je remercie également le Docteur Jean-Christophe Hornez d'avoir bien voulu co-diriger cette thèse. Vous avez toujours été disponible et vous vous êtes largement impliqué en me faisant partager votre passion pour les céramiques et la chimie. Je remercie également Vincent Hornez pour sa contribution et la mise à disposition de son savoir-faire dans le domaine de la stéréolithographie.

Je remercie chaleureusement le Professeur Etienne Deveaux de m'avoir guidé tout au long de mes études, accompagné dans mes premiers pas d'assistant hospitalo-universitaire, dans les moments de joie et soutenu dans les moments plus difficiles. Votre soutien sans faille et votre veille bibliographique m'ont été d'une aide précieuse sur tous les plans.

Monsieur le Professeur Reza Arbab-Chirani, c'est dans le cadre de ce travail que j'ai eu la chance de vous rencontrer lors des différents Comités de Suivi de Thèse et d'un atelier du CNEOC. Je vous remercie de m'avoir accompagné, guidé et de m'avoir fait part de vos remarques. Soyez assuré de mes sentiments les plus reconnaissants et respectueux.

Madame le Professeur Martine Hennequin, je vous remercie sincèrement pour les critiques constructives dont vous m'avez fait part au cours des différentes journées du CNEOC. Merci d'avoir accepté de siéger parmi les membres de ce jury, et soyez assurée de mon plus profond respect.

Je remercie également Monsieur le Professeur Franck Diemer d'avoir accepté de siéger dans ce jury. J'ai eu la chance de faire votre connaissance au cours de différents congrès. J'espère que nous aurons l'occasion d'établir de futures collaborations pour partager des recherches passionnantes. Je vous suis très reconnaissant pour votre soutien et votre gentillesse.

Je souhaite également remercier :

- le Professeur Anne Leriche pour m'avoir spontanément ouvert les portes du Laboratoire Matériaux Céramiques et Procédés Associés EA 2443 (Université de Valenciennes). Ce travail n'aurait pas vu le jour sans votre aide,
- le Professeur Juergen Siepmann et le Docteur Nicolas Blanchemain pour m'avoir accueilli dans l'unité INSERM UMR 1008 (Université de Lille) au cours des 5 dernières années,
- le Docteur Michel Descamps (Université de Valenciennes) pour m'avoir apporté son expertise de céramiste lorsque j'en avais besoin,
- l'équipe du Laboratoire Matériaux Céramiques et Procédés Associés EA 2443 (Université de Valenciennes) : Abdel, Benoit, Carole, Christelle, Christian Courtois, Florian, Gérard et MiMi bien sûr, Ghailen, Hilda, Hugues, Kurt, Mélanie, Mohammed, Philippe Champagne, Rudy, Shaan, Sophie, Yannick,
- l'équipe du Groupement de Recherche sur les Biomatériaux de l'unité INSERM UMR 1008 (Université de Lille), et plus particulièrement, le Docteur Frédéric Hildebrand et Madame Monique Bonnier,
- l'équipe du laboratoire Physiopathologie des Maladies Osseuses Inflammatoires EA 4490 (Université de Lille, Faculté de chirurgie dentaire), en particulier le Professeur Guillaume Penel, Monsieur Pierre Marchandise et le Docteur Guillaume Falgayrac,
- le Centre d'Etudes et de Recherche en Informatique Médicale pour l'expertise statistique (Université de Lille),
- Thomas Dufour pour sa contribution à l'étude des tests pratiques,
- Thibault et Sandy pour leur soutien incommensurable.

A ma mère, à ma famille et à tous mes amis,

Et à toi, Marion, sans qui rien n'aurait été possible. Merci de m'avoir soutenu et supporté durant ces 5 années de bonheur.

1	Introduction	11
2	Etat de l'Art	12
2.1	Physiopathologie de l'organe dentaire	12
2.1.1	Description de l'organe dentaire	12
2.1.1.1	Email	12
2.1.1.2	Dentine	13
2.1.1.3	Pulpe.....	14
2.1.1.4	Cément	15
2.1.2	Agressions de l'organe dentaire	15
2.1.2.1	Agressions infectieuses : la maladie carieuse	15
2.1.2.2	Agressions traumatiques.....	16
2.1.2.3	Agressions iatrogènes.....	16
2.2	Restauration des dents en OCE	17
2.2.1	Traitement coronaire	17
2.2.2	Traitement endodontique	17
2.2.2.1	Problématique bactérienne	18
2.2.2.2	Etapas opératoires	18
2.3	Modèles pour l'enseignement pratique de l'OCE	21
2.3.1	Dents humaines extraites.....	23
2.3.2	Dents animales extraites	25
2.3.3	Modèles synthétiques.....	25
2.3.4	Modèles numériques	27
2.3.5	Résumé.....	28
2.4	Techniques de fabrication des céramiques poreuses	29
2.4.1	L'hydroxyapatite : synthèse et caractérisation	29
2.4.1.1	Synthèse	29
2.4.1.2	Techniques de caractérisation des céramiques phosphocalciques.....	31
2.4.1.3	Caractérisation des céramiques phosphocalciques monophasées.....	33
2.4.2	Méthodes de mise en forme des céramiques	33
2.4.2.1	Coulage en moule d'une barbotine.....	34
2.4.2.2	Mise en forme soustractive : usinage	35
2.4.2.3	Mise en forme additive : stéréolithographie	35
2.4.2.4	Mise en forme par « moule perdu ».....	36
2.4.3	Elaboration de céramiques à porosité contrôlée.....	37
2.5	Céramique hybride	39
3	Objectifs et cahier des charges	40

4	Partie expérimentale	41
4.1	Elaboration d'un matériau céramique composite	41
4.1.1	Matériels et méthodes	41
4.1.1.1	Fabrication de la matrice minérale à base d'HAp	41
4.1.1.1.1	Synthèse de l'HAp.....	41
4.1.1.1.2	Elaboration d'une structure poreuse dans l'HAp.....	44
4.1.1.1.2.1	Porosité obtenue par la température de frittage	44
4.1.1.1.2.2	Porosité obtenue par l'ajout d'un porogène	44
4.1.1.2	Caractérisation des barbotines et des céramiques	45
4.1.1.2.1	Rhéologie.....	45
4.1.1.2.2	Dilatométrie.....	46
4.1.1.2.3	Microscopie électronique à balayage	46
4.1.1.2.4	Pesées hydrostatiques	46
4.1.1.2.5	Dureté	48
4.1.1.2.6	Résistance à la rupture en flexion 3-points.....	48
4.1.1.3	Finition de la céramique composite par imprégnation résineuse	48
4.1.1.3.1	Méthodes d'imprégnation résineuse.....	48
4.1.1.3.2	Mesure du taux d'imprégnation	50
4.1.2	Résultats	51
4.1.2.1	Caractérisation des poudres d'HAp	51
4.1.2.2	Elaboration de la céramique microporeuse	53
4.1.2.2.1	Céramique d'HAp microporeuse sans porogène	53
4.1.2.2.2	Céramique d'HAp microporeuse avec porogène	55
4.1.2.2.2.1	Traitement pour améliorer la dispersion du porogène	55
4.1.2.2.2.2	Création d'une structure microporeuse par un porogène.....	56
4.1.2.2.2.3	Influence du porogène sur la rhéologie des barbotines	58
4.1.2.2.2.4	Influence du porogène sur la composition de l'HAp après frittage	59
4.1.2.2.3	Comportement thermique de l'HAp et de l'amidon.....	60
4.1.2.2.3.1	Analyses thermogravimétrique et thermique différentielle	61
4.1.2.2.3.2	Analyse dilatométrique.....	61
4.1.2.3	Incorporation de résine dans la céramique par imprégnation	64
4.1.2.3.1	Taux d'imprégnation.....	64
4.1.2.3.2	Morphologie de la microstructure après imprégnation par de la résine ...	65
4.1.2.4	Influence de la porosité et de l'imprégnation par résine sur les propriétés mécaniques des céramiques	65
4.1.2.4.1	Influence sur la microdureté	65

4.1.2.4.2	Influence sur la résistance à la rupture en flexion 3-points	67
4.1.3	Discussion.....	67
4.2	Mise en forme des simulateurs canaux	72
4.2.1	Matériels et méthodes	72
4.2.1.1	Elaboration du moule canalaire	72
4.2.1.1.1	Acquisition des volumes pulpaire	72
4.2.1.1.2	Reproduction des volumes pulpaire	73
4.2.1.1.3	Coulage, séchage, traitement thermique	73
4.2.1.2	Reproductibilité des simulateurs canaux.....	74
4.2.2	Résultats	75
4.2.2.1	Mise en forme du simulateur canalaire céramique	75
4.2.2.2	Comportement thermique des résines de stéréolithographie.....	77
4.2.2.2.1	Analyse dilatométrique	77
4.2.2.2.2	Analyses thermogravimétrique et thermique différentielle	79
4.2.2.3	Reproductibilité de la morphologie canalaire dans les SC développés	80
4.2.3	Discussion.....	80
4.3	Application pédagogique des simulateurs canaux	81
4.3.1	Matériels et méthodes	81
4.3.1.1	Inclusion et répartition des étudiants	81
4.3.1.2	Entraînement pratique et questionnaires sur l'utilisation des SC	82
4.3.1.3	Evaluation de l'apprentissage de la préparation canalaire	83
4.3.2	Résultats	84
4.3.2.1	Utilisation du simulateur canalaire en travaux pratiques	84
4.3.2.2	Etude sur l'évaluation pratique des simulateurs canaux.....	85
4.3.2.2.1	Questionnaires après l'apprentissage	85
4.3.2.2.2	Evaluation de l'apprentissage de la préparation canalaire	86
4.3.3	Discussion.....	87
5	Conclusion et perspectives	91
5.1	Pédagogie.....	91
5.2	Recherche.....	92
5.2.1	Ingénierie tissulaire	92
5.2.2	Autres perspectives.....	95
6	Table des illustrations	96
7	Bibliographie	100
8	Annexes	111

Table des abréviations

HAp : Hydroxyapatite

HAp MS : Hydroxyapatite avec taux de matière sèche

HAp 20 : Hydroxyapatite avec un taux de porosité de 20%

HAp 30 : Hydroxyapatite avec un taux de porosité de 30%

HAp S : Hydroxyapatite couverte de résine de stéréolithographie

HAp 20S : Hydroxyapatite avec un taux de porosité de 20% + résine de stéréolithographie puis frittée

HAp 30S : Hydroxyapatite avec un taux de porosité de 30% + résine de stéréolithographie puis frittée

HAp 30R : Hydroxyapatite avec un taux de porosité de 30% imprégnée par une résine époxy

SC : Simulateur canalaire

Us : Ultrasons

1 Introduction

Les actes endodontiques constituent une part importante de l'activité du chirurgien dentiste omnipraticien. L'endodontie fait régulièrement l'objet d'importantes évolutions technologiques. D'après la European Society of Endodontology (ESE), les étudiants en formation initiale et continue doivent être capables de mener à bien un traitement radiculaire, et les exercices précliniques permettent d'aller dans ce sens en développant leurs compétences (1,2). Aujourd'hui, malgré l'absence de consensus quant au contenu exact, à la stratégie et au volume des enseignements nécessaires pour y parvenir (3,4), les recommandations données par l'ESE (5) concernant la réalisation d'images radiographiques, la préparation et l'obturation canalaire peuvent être suivies. Afin de bien maîtriser ces évolutions, il est fondamental, aussi bien en formation initiale qu'en formation continue, de passer par des étapes d'apprentissage préclinique sous forme de travaux pratiques. Il est nécessaire de pouvoir évaluer *in vitro* les nouveaux matériaux, instruments et techniques dans une phase préclinique et avant leur mise sur le marché. Pour ce faire, des modèles endodontiques ont été proposés pour l'entraînement pratique (6,7). Il peut s'agir de dents naturelles humaines, d'origine animale ou des modèles artificiels. Mais des limites importantes existent quant à leur utilisation. Les dents humaines présentent un manque de standardisation, un risque infectieux, et des facteurs éthiques et légaux limitent leur utilisation. Les modèles artificiels (résineux) ont une composition et une microstructure éloignées de la dentine naturelle, et leur morphologie canalaire est souvent simplifiée. Leur dureté est insuffisante, ils ne présentent pas de courbures tridimensionnelles, d'irrégularités, de constriction apicale naturelle (8), et la faible résistance à la chaleur générée par l'instrumentation canalaire (9) est un obstacle à leur utilisation. Il apparaît donc nécessaire de mettre au point un modèle reproductible de système canalaire qui surmonte ces limites et permette d'améliorer la standardisation de la formation pratique préclinique et de travaux de recherche en endodontie. Dans la partie bibliographique de ce travail seront abordées les principales pathologies de la dent amenant à la réalisation d'un traitement endodontique, les modèles disponibles pour l'apprentissage pratique préclinique et la recherche en endodontie, et les moyens actuels de synthétiser et de mettre en forme une céramique technique. Dans une partie expérimentale, une céramique à porosité contrôlée et un traitement thermique pour sa densification seront développés. Un procédé de mise en forme pour contrôler la morphologie du système canalaire sera élaboré. L'influence des paramètres de mise en forme sur la composition, la structure et les propriétés du matériau sera évaluée. Enfin, les résultats d'une étude concernant l'évaluation du simulateur canalaire par des utilisateurs seront présentés.

2 Etat de l'Art

Le traitement endodontique (dévitalisation) est nécessaire lorsque le tissu pulpaire, au cœur de la dent, est altéré suite à une agression d'origine carieuse, traumatique ou infectieuse, ou pour des raisons prothétiques. L'apprentissage de cet acte par les praticiens et le développement de nouveaux instruments/techniques opératoires nécessitent l'utilisation de modèles radiculaires imitant au mieux le système canalaire naturel complexe. Dans cette partie, nous aborderons la physiologie des tissus dentaires et les principaux mécanismes pathologiques pouvant conduire à la réalisation d'un traitement endodontique. Après avoir décrit les moyens thérapeutiques disponibles, les modèles radiculaires existants pour l'apprentissage des praticiens et la recherche seront évoqués. Enfin, les moyens d'élaboration d'un modèle céramique alternatif seront analysés.

2.1 Physiopathologie de l'organe dentaire

La dent humaine est constituée de 4 types de tissus : l'émail, la dentine, la pulpe et le ciment. Elle est maintenue dans son environnement par les tissus parodontaux qui sont l'os alvéolaire, le ligament parodontal (Fig. 1) et la fibromuqueuse gingivale.

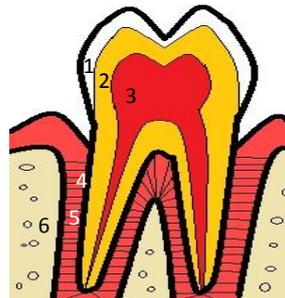


Figure 1 : représentation schématique d'une dent et de son parodonte : émail (1), dentine (2), pulpe (3), ciment (4), ligament parodontal (5), os alvéolaire (6).

2.1.1 Description de l'organe dentaire

2.1.1.1 Email

L'émail, tissu le plus minéralisé de l'organisme, constitue le tissu de recouvrement coronaire de la dent (10). Il est composé d'une matrice minérale de cristaux d'hydroxyapatite ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$, 96% massique), d'une matrice organique glycoprotéique (0,5 à 2% massique) et d'eau (11). L'hydroxyapatite de l'émail est proche de la stœchiométrie. Son taux de minéralisation est proche de 100%, les cristaux sont larges et présentent une faible surface spécifique (12).

L'émail est un tissu dur, rigide et qui présente une forte résistance à la compression pour supporter les contraintes occlusales auxquelles il est directement soumis (Tab. 1).

Tableau 1 : propriétés mécaniques de l'émail et de la dentine humaine (10).

Tissu	Microdureté Vickers (HV)	Module d'Young (GPa)	Résistance à la compression (MPa)
Email	300-400	80	380
Dentine	50-90	18	300

Les cristallites d'hydroxyapatite sont imbriqués et organisés pour former des prismes d'émail (diamètre 3 μm), qui parcourent l'ensemble du tissu par des trajectoires torsadées depuis la jonction amélo-dentinaire jusqu'à la surface de la dent (Fig. 2). L'angulation des cristallites d'hydroxyapatite avec le grand axe du prisme varie selon leur appartenance à la substance inter- ou intra-prismatique.

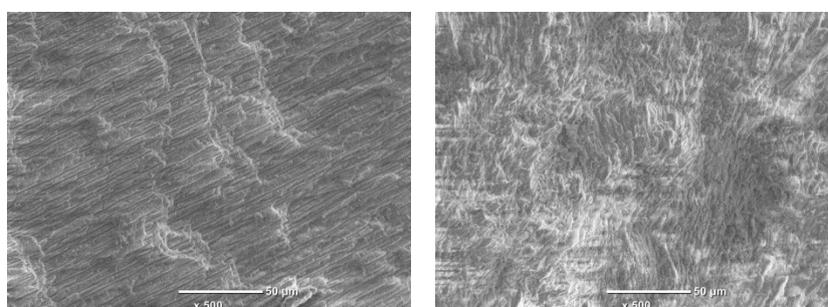


Figure 2 : prismes d'émail humain (MEB $\times 500$).

2.1.1.2 Dentine

La dentine, située entre la pulpe et l'émail, constitue le tissu majoritaire de la dent en masse et en volume (10). Elle est composée principalement d'une matrice minérale apatitique (70% massique), d'une matrice organique (20% massique) composée majoritairement de collagène de type I et d'eau (10% massique) (13). L'hydroxyapatite y est mal cristallisée et partiellement substituée par des ions comme CO_3^{2-} ou HPO_4^{2-} sur les sites OH^- et PO_4^{3-} (14).

La structure de la dentine s'explique par sa formation (dentinogénèse) (15). En effet, une barrière odontoblastique - située en périphérie de l'ensemble du tissu pulpaire - synthétise la dentine ($0,4 - 4 \mu\text{m}\cdot\text{j}^{-1}$) tout au long de la vie de la dent (dentine primaire, secondaire et tertiaire). Cette synthèse diminue avec l'âge. Les odontoblastes sécrètent la pré-dentine qui est une matrice exclusivement organique, minéralisée secondairement. Des prolongements odontoblastiques sont piégés dans la dentine lors de son édification, ce qui est à l'origine de la microporosité du tissu qui augmente en direction pulpaire (Fig. 3) (16). Les canalicules dentinaires (également appelés *tubuli* dentinaires) sont parallèles entre eux et leur nombre croît en direction pulpaire (périphérie : 20000 mm^{-2} ; 1/3 médian : 30000 mm^{-2} ; proximité pul-

paire : 50000 mm²). Leur diamètre varie de 0,5 à 3,5 µm selon l'âge, l'histoire de la dent et la proximité pulpaire. Ils peuvent également être partiellement ou totalement oblitérés par des cristaux de phosphate de calcium (sclérose dentinaire) lors de la sénescence du tissu. On distingue la dentine inter-canaliculaire située entre les *tubuli* dentinaires et la dentine péri-canaliculaire, plus minéralisée, dont la proportion augmente lorsque l'on s'éloigne de la pulpe.

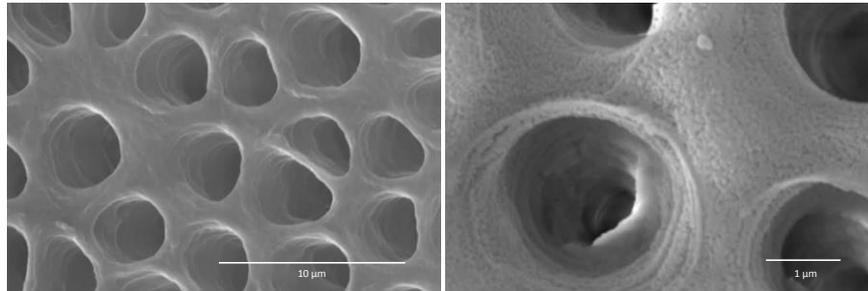


Figure 3 : observations de la structure poreuse de la dentine humaine au microscope électronique à balayage (gauche ×6000, droite ×12000).

En ce qui concerne les propriétés mécaniques, la dentine est moins rigide que l'émail. Elle possède une importante résistance à la compression ce qui lui permet de servir de soutien et d'absorber les contraintes mécaniques de l'émail (Tab. 1).

2.1.1.3 Pulpe

La pulpe est le seul tissu non minéralisé de la dent. Il s'agit d'un tissu conjonctif constitué de 75% d'eau et 25% de matrice organique (cellules, protéines, fibres, paquet vasculo-nerveux) (11,17). Elle contient la barrière de cellules odontoblastiques, des fibroblastes, des cellules mésenchymateuses et immunitaires (18). Très richement vascularisée, la pulpe possède une triple fonction de défense (sclérose dentinaire, dentinogenèse, inflammation), nutritive et neuro-sensitive.

Les nombreuses interactions entre le tissu pulpaire et la dentine ont contraint les chirurgiens dentistes à les considérer comme une seule entité appelée complexe dentino-pulpaire dont la préservation est fondamentale, notamment pour conserver les fonctions de défense pulpaire face aux agressions externes (Fig. 4) (11).

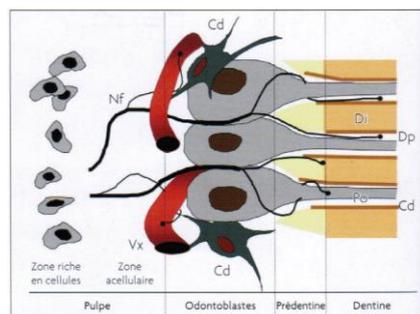


Figure 4 : organisation du complexe dentino-pulpaire (11).

2.1.1.4 Cément

Le cément recouvre la dentine radiculaire. Il appartient au parodonte car il permet l'attache du ligament parodontal avec l'os alvéolaire. Il est moins minéralisé que l'émail ou la dentine et n'est pas vascularisé.

2.1.2 Agressions de l'organe dentaire

L'intégrité de l'organe dentaire peut être atteinte par des agressions bactériennes, traumatiques ou iatrogènes, ce qui peut aboutir à des pertes de substance ou altérer le tissu pulpaire.

2.1.2.1 Agressions infectieuses : la maladie carieuse

Les agressions bactériennes de la dent constituent l'élément le plus nocif pour la pulpe et sont susceptibles d'entraîner des suites opératoires irréversibles (19). La maladie carieuse se caractérise par la destruction des tissus durs de la dent. Il s'agit d'un processus d'origine externe, localisé, s'accompagnant d'une déminéralisation des tissus durs pouvant aboutir à la formation d'une cavité (11). Des hydrates de carbone issus de l'alimentation riche en sucres sont métabolisés en acides organiques par les bactéries présentes dans la plaque dentaire. Ces acides entraînent alors une diminution du pH buccal qui provoque la dissolution de la matrice minérale des tissus durs de la dent lorsque le pH critique de 5,5 est atteint. La maladie carieuse ne peut évoluer qu'en présence de 4 éléments réunis simultanément. Ils ont été décrits par Keyes (20) : le temps, l'hôte, la flore microbienne et le régime alimentaire (Fig. 5).

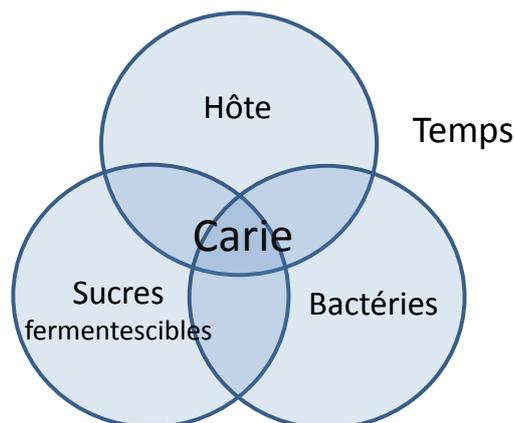


Figure 5 : schéma étiopathogénique de la maladie carieuse selon Keyes (20).

A l'opposé, l'augmentation du pH salivaire permet d'inverser le processus de déminéralisation en favorisant la re-précipitation de phosphates de calcium et donc une réparation des lésions dans les stades précoces (21). Ceci est également favorisé en présence de fluorures (22). Ainsi, l'évolution de la maladie carieuse est régie par un équilibre entre les facteurs pa-

thogènes et les facteurs protecteurs qui favorisent la reminéralisation. La maîtrise des facteurs de risque (hôte, âge, sexe, état de santé général et buccal, niveau socio-économique) ainsi que la prise en charge de lésions débutantes (pilotage des lésions) constituent le fondement de l'odontologie conservatrice moderne.

2.1.2.2 Agressions traumatiques

Les traumatismes dentaires peuvent aboutir à des pertes de substance variables, allant de la concussion à la perte de la dent. Les traumatismes oraux représentent plus de 5% de l'ensemble des traumatismes corporels (23). Dans la majorité des cas (60%), les incisives maxillaires sont impliquées. Les traumatismes dentaires sont regroupés dans la classification de l'OMS modifiée par Andreasen (24) (Tab. 3).

Tableau 2 : classification des traumatismes dentaires selon Andreasen (24).

Type de tissu	Type de lésion
Tissus durs et pulpe	Fêlure Fracture amélaire Fracture amélo-dentinaire non compliquée (sans exposition pulpaire) Fracture amélo-dentinaire compliquée (avec exposition pulpaire)
Tissus durs, pulpe et procès alvéolaires	Fracture corono-radiculaire avec ou sans exposition pulpaire Fracture radiculaire (intéresse la dentine, le cément et la pulpe) Fracture des procès alvéolaires (maxillaire ou mandibulaire)
Tissus parodontaux	Concussion Subluxation Extrusion Luxation latérale Intrusion Expulsion
Gencive et muqueuse orale	Lacération de la gencive ou de la muqueuse orale Contusion de la gencive ou de la muqueuse orale Abrasion de la gencive ou de la muqueuse orale

2.1.2.3 Agressions iatrogènes

Les soins délivrés par le chirurgien dentiste peuvent également être à l'origine de dommages sur l'organe dentaire. En peropératoire, des vibrations et élévations de température liées à l'utilisation des instruments rotatifs et ultrasonores sur la dent peuvent constituer une agression pour le complexe dentino-pulpaire (25). Au-delà de 42°C, les dommages sont irréversibles. L'utilisation d'instruments neufs coupants à grande vitesse sous spray rendent cet effet négligeable (26). Par ailleurs, la contamination bactérienne d'une cavité ou d'une plaie pulpaire constituent un facteur de risque d'échec thérapeutique important (19).

En post-opératoire, l'importante conductivité thermique et les réactions chimiques de prise de certains matériaux peuvent être à l'origine d'une toxicité pour la pulpe. De nombreux matériaux composites de restauration constituent eux-mêmes une agression pour le complexe dentino-pulpaire de par leur biocompatibilité, fortement dépendante des conditions de mise en œuvre et du taux de conversion (27). L'altération de l'interface dent-matériau peut également provoquer une perte d'étanchéité et une circulation de bactéries et de toxines en direction pulpaire en passant par les *tubuli* dentinaires (28). Le succès du traitement est inférieur en cas de reconstitution coronaire non étanche qu'en cas d'absence de reconstitution (29).

2.2 Restauration des dents en OCE

Une perte de substance dentaire implique la préparation du substrat dentaire résiduel et la réfection du défaut par la mise en place d'un biomatériau adapté afin de rendre à la dent sa fonction et son esthétique. Le traitement endodontique doit y être associé en cas de catégorie III et IV de Baume (Cf. 2.1.2.1.), lorsque le délabrement coronaire, trop important, indique la mise en place d'un ancrage radiculaire ou pour raison prothétique.

2.2.1 Traitement coronaire

Aujourd'hui, les concepts de dentisterie restauratrice ciblent préférentiellement la prévention et l'intervention *a minima*. En effet, la prise en charge rapide de lésions débutantes (pilotage des lésions) par des techniques de fluoration/infiltration de résine permet d'inverser le processus de déminéralisation vers la réparation. En cas de perte de substance avérée, la priorité réside dans la préservation maximale des tissus naturels résiduels. Les anciens concepts de cavités auto-rétentives sont aujourd'hui remis en cause par l'apparition de systèmes permettant l'adhésion de biomatériaux aux tissus dentaires (11). Les méthodes de traitement varient en fonction du délabrement et d'une éventuelle atteinte pulpaire. Généralement, les tissus infectés ou dont la résistance mécanique est insuffisante sont éliminés, puis un matériau adhésif est mis en place directement au fauteuil. En cas d'atteinte pulpaire, la vitalité peut parfois être conservée par la mise en place de matériaux bioactifs. Si le délabrement est plus important, d'autres matériaux de reconstruction sont disponibles et peuvent être mis en forme par méthode directe, indirecte, semi-directe, puis ils sont scellés/collés sur la dent.

2.2.2 Traitement endodontique

Le traitement endodontique permet de prévenir l'apparition ou de provoquer la guérison de lésions inflammatoires péri-radicales d'origine endodontique en regard d'une racine dentaire. Pour y parvenir, les objectifs sont d'éliminer au mieux le parenchyme pulpaire, les bactéries et leurs toxines ainsi que les débris organo-minéraux situés dans les canaux radi-

culaires, tout en respectant la morphologie de la dent et des structures apicales, pour permettre une obturation étanche et durable. Le réseau canalaire est ainsi scellé, ce qui limite le passage de bactéries du milieu buccal vers les tissus parodontaux ou une recontamination de l'endodonte via le parodonte.

2.2.2.1 Problématique bactérienne

Les pathologies de l'endodonte sont d'origine bactérienne. En effet, les lésions inflammatoires péri-radicales d'origine endodontique sont le résultat d'un équilibre dynamique fragile entre les agresseurs intra-canaux (bactéries, toxines bactériennes) et les défenseurs de l'hôte (cellules, cytokines, immunoglobulines) (30). Seule une pulpe infectée peut être à l'origine d'une pathologie apicale (31). L'infection peut être primaire (nécrose septique) ou secondaire (l'infection survient après la nécrose). En temps normal, les tissus durs de la dent constituent une barrière protectrice pulpaire. Mais si cette barrière est altérée, l'invasion bactérienne devient alors possible (17). La voie de contamination par les *tubuli* dentinaires vers la chambre pulpaire d'une dent cariée ou fracturée est la plus fréquente (32). La perte d'étanchéité d'une restauration, des phénomènes d'usure ou des anomalies dentaires peuvent également être impliqués. Face à ces agressions, la principale défense de la pulpe est la synthèse de dentine réactionnelle (33). Des voies d'invasion bactérienne par des lésions parodontales ou par voie générale pourraient également exister.

Même si toutes les espèces bactériennes orales sont susceptibles de coloniser l'endodonte, seules 20 à 30 espèces sont impliquées dans les infections endodontiques. Cette flore s'adapte aux conditions intra-canaux anaérobies selon la localisation, le temps, la voie de contamination, la durée et le type d'infection. En cas d'infection initiale, les bactéries anaérobies Gram négatif prédominent (34), alors qu'en cas d'infection secondaire ou persistante, les bactéries sont plus résistantes aux thérapeutiques (*Streptococcus*, *Actinomyces*, *Propionibacterium*, *Lactobacillus* et *Enterococcus*). Il s'agit le plus souvent de bactéries Gram positif (35).

2.2.2.2 Etapes opératoires

La clé du succès d'un traitement endodontique traditionnel réside donc dans l'élimination des bactéries en cause et dans la fermeture des voies de contamination. Cet abord général paraît simple au premier abord, mais est rendu très complexe par la variabilité infinie de la morphologie intra-canaux qui rend impossible la stérilisation, l'instrumentation et l'obturation de l'ensemble du système canalaire (36,37).

Afin de s'en approcher au mieux, des recommandations concernant les étapes opératoires d'un traitement endodontique initial ont été formulées par l'ESE (5) pour convenir au mieux à la triade du succès de Schilder (nettoyer, mettre en forme, obturer) : imagerie radiographique, isolation, préparation d'une cavité d'accès, détermination de la longueur de travail, préparation du système canalaire, irrigation, éventuellement mise en place d'une médication inter-séance, et obturation. Ces étapes successives sont interdépendantes les unes des autres. Le succès du traitement endodontique dépend de leur apprentissage et de leur application par les praticiens.

- Imagerie

L'imagerie pré-, per- et post-opératoire est un outil fondamental en endodontie qui fait partie intégrante du traitement (17). Elle est riche en information mais doit impérativement être combinée à l'examen clinique car elle ne permet pas, seule, d'établir un diagnostic (38). Les informations obtenues permettent d'anticiper les spécificités et les éventuelles difficultés liées à la dent traitée, et de contrôler la qualité du traitement. Les **clichés radiographiques rétro-alvéolaires intra-oraux** sont réalisés en première intention car ils permettent de visualiser l'ensemble de la dent en 2 dimensions avec peu de déformations. Le caractère bidimensionnel peut être compensé par la réalisation d'incidences excentrées. Seuls les examens tridimensionnels (scanner, cone-beam) permettent une observation en volume précise et intéressante pour compléter un éventuel manque d'information, mais ils sont plus coûteux et irradiants que les clichés rétro-alvéolaires. D'autres techniques d'imagerie comme les examens radiographiques rétro-coronaires ou panoramiques peuvent apporter des informations supplémentaires mais sont moins utilisées en endodontie.

- Isolation, cavité d'accès

L'isolation de la dent traitée par un **champ opératoire** (digue dentaire) est fondamentale pour effectuer le soin dans de bonnes conditions (39). Elle permet d'assurer l'absence d'envahissement bactérien, de protéger les tissus mous, de limiter le risque d'ingestion/inhalation de produits par le patient et d'augmenter le confort. Pour le praticien, elle permet d'augmenter la visibilité et la sensation tactile, de diminuer la formation de buée sur le miroir, les interruptions verbales et le risque d'infection croisée.

L'étape suivante consiste à réaliser une **cavité d'accès coronaire**, spécifique à chaque dent, qui permettra l'accès aux canaux radiculaires aux instruments (Fig. 6). Des objectifs théoriques doivent être adaptés à chaque configuration clinique qui est unique : éliminer tout le plafond pulpaire, éliminer le contenu caméral, rechercher les entrées canales, accéder

directement au tiers apical. La cavité d'accès constitue également l'assise de pansements temporaires et un réservoir pour les solutions d'irrigation.



Figure 6 : cavité d'accès terminée sur une incisive isolée par un champ opératoire (Dr. Alain Gambiez).

- Mise en forme et nettoyage

La **désinfection intra-canal** et l'élimination des débris dentinaires sont obtenus par le rinçage abondant par des solutions d'irrigation antiseptiques. La plus utilisée reste l'hypochlorite de sodium car elle possède une action désinfectante à large spectre et une action solvante par protéolyse sur les tissus organiques (40). Il n'existe pas de consensus concernant la concentration à utiliser, mais si l'action antibactérienne existe pour des concentrations faibles inférieures à 0,1% (41), l'action solvante nécessite des concentrations supérieures (42). En France, la concentration recommandée est de 2,5% alors qu'elle est de 5,25% aux Etats-Unis, au risque d'une toxicité plus importante en cas de dépassement de la solution dans le péri-apex. Les solutions d'irrigation peuvent être activées pour augmenter leur efficacité (chauffage, ondes sonores/ultrasonores, photo-activation). Un rinçage en fin de préparation doit être réalisé à l'aide d'EDTA 17%, acide citrique 10% ou de MTAD (mélange de doxycycline, acide citrique et d'un détergent) pour éliminer la composante minérale de la dentine et parfaire ainsi le nettoyage des parois canales (43).

Le nettoyage et la mise en forme du système canalaire sont liés. En effet, les solutions d'irrigation ne peuvent atteindre l'extrémité apicale de la dent qu'après que son diamètre et sa conicité aient été augmentés. Le canal doit ainsi être **mis en forme** par une série d'instruments manuels ou mécanisés **jusqu'à la limite apicale de la préparation**. Ces systèmes dont la composition, le principe de fonctionnement et la dynamique évoluent constamment doivent être testés *in vitro* préalablement à leur utilisation et faire l'objet d'une formation pour les praticiens.

- Obturation

Enfin, une **obturation** étanche, tridimensionnelle et durable permet de prévenir une éventuelle recontamination bactérienne des canaux radiculaires. Là encore, c'est la variabilité et la complexité de l'anatomie endodontique qui rendent impossible la standardisation d'une

méthode d'obturation pour toutes les configurations cliniques. On utilise des cônes de gutta-percha qui peuvent être chauffés, associés à des ciments de scellement canalaire. La gutta-percha constitue un excellent matériau d'obturation canalaire de par sa bonne stabilité dimensionnelle et ses propriétés thermoplastiques, intéressantes pour obturer les variantes anatomiques difficiles d'accès (44). Les ciments de scellement (eugénolates modifiés, résines époxy) assurent l'herméticité du corps de l'obturation (45).

Le traitement endodontique doit finalement être recouvert par une reconstitution coronaire étanche pour prévenir une éventuelle recontamination de la dent.

La réalisation dans de bonnes conditions d'un traitement endodontique difficile requiert un apprentissage intensif et rigoureux lors de la formation initiale et continue des praticiens, plus particulièrement une formation pratique préclinique sur simulateur (1). Il est donc nécessaire de développer des modèles d'entraînement.

2.3 Modèles pour l'enseignement pratique de l'OCE

La pédagogie vient du grec « élever, accompagner l'enfant » et désigne l'art de l'éducation. La mise en œuvre des traitements en endodontie passe tout d'abord par un apprentissage théorique, pratique et clinique des futurs praticiens. Ce processus pédagogique fait intervenir les enseignants et les apprenants dans différents cadres (cours magistraux, enseignements dirigés, travaux pratiques, enseignement clinique, analyse d'articles) où l'enseignant joue un rôle de facilitateur de la transmission de l'information. Il doit permettre à l'apprenant d'être aidé à élaborer son projet. Le processus ne peut aboutir que si les acteurs de la formation établissent et respectent un contrat pédagogique définissant les objectifs à atteindre et les comportements attendus de chacun (46).

Les méthodes d'enseignement peuvent être passives ou participatives, c'est-à-dire que l'apprenant reste passif ou devient acteur de sa formation. Les taux de rétention d'information sont supérieurs pour les méthodes participatives et sont communément référencés dans la pyramide de l'apprentissage (Fig. 7) (47). Cependant, les deux méthodes sont utilisées aujourd'hui pour répondre aux spécificités théoriques, pratiques, cliniques et expérimentales de l'endodontie.

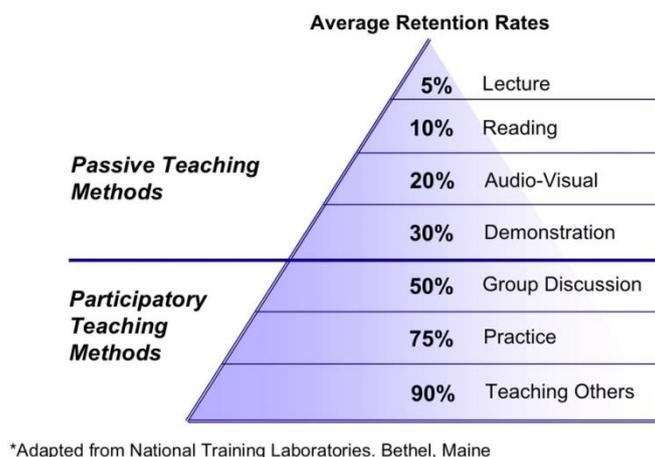


Figure 7 : pyramide de l'apprentissage adaptée du NTL, 1960. (Image Softstarresearch.com)

La pédagogie traditionnelle (cours magistraux) est une méthode passive. Elle fait intervenir le triangle du savoir (enseignant, apprenant, savoir) où l'enseignant est au cœur du dispositif. Cette méthode est insuffisante pour activer le processus d'apprentissage des apprenants, c'est pourquoi les taux de rétention sont inférieurs à 30% après 24 h. Elle doit donc être complétée par des formes actives de pédagogie adaptées à l'aspect pratique et clinique de l'endodontie, car l'apprenant participe alors à son apprentissage : il reçoit, participe et fait. Ceci peut se traduire par des mises en situation, des exercices, ou encore des travaux pratiques qui montrent des taux de rétention situés entre 50 et 90% après 24 h. Ces résultats mettent en lumière la nécessité d'un apprentissage par l'action (la maîtrise s'acquiert par la pratique), évoquée depuis l'antiquité par Aristote dans 'Ethique à Nicomaque' : « ...ce que l'on doit apprendre à faire, c'est en faisant que nous l'apprenons ». Cette idée a ensuite été largement reprise pour nous parvenir sous l'aspect de théories du constructivisme comme celle de Jean Piaget (1967) « ...on ne connaît un objet qu'en agissant sur lui et en le transformant » (48), et de représentations plus modernes comme la pyramide de l'apprentissage.

Il n'existe actuellement pas de consensus international précisant le contenu exact, la stratégie et la quantité d'enseignement pratique requis en endodontie (3,4). Mais selon l'ESE et les travaux de Qualtrough et coll. (49), les étudiants en formation initiale ou postuniversitaire doivent suivre une formation préclinique pratique pour développer leurs compétences techniques (1,2). Tchorz et coll. ont montré que l'enseignement préclinique sur des modèles permet d'améliorer la pratique clinique des praticiens (50). Le contenu de ces enseignements peut donc être inspiré des étapes décrites dans les recommandations du traitement endodontique données par l'ESE : imagerie radiographique, isolation, cavité d'accès, irrigation et obturation du système canalaire (5). Ces étapes doivent être pratiquées sur des modèles dentaires radiculaires naturels, synthétiques ou virtuels.

2.3.1 Dents humaines extraites

Les dents naturelles constituent l'étalon-or des modèles utilisables pour la formation pratique préclinique initiale et continue des praticiens et la recherche en endodontie (51). En effet, elles sont l'objet de soin futur ou d'étude, permettant d'obtenir immédiatement une situation proche de la clinique, voire identique. A la faculté de chirurgie dentaire de Lille, environ 10000 dents sont utilisées en travaux pratiques chaque année (numerus clausus 2015 : 92 étudiants). Ramené à une estimation nationale, cela représenterait un total de 130000 dents humaines (numerus clausus 2015 : 1198 étudiants).

Cependant, il existe de nombreuses limites liées à leur caractère fortement variable (composition, microstructure, anatomie), le risque infectieux et l'aspect réglementaire strict qui encadre leur obtention et utilisation en France.

- Variabilité

Le manque de standardisation des dents naturelles est largement décrit dans la littérature. En effet, l'histoire pathologique et l'âge de la dent sont à l'origine de taux de minéralisation et de porosité différents dans la dentine (52). Une agression ou un processus de sénescence provoque une diminution de la porosité dentinaire par oblitération des *tubuli* par des phosphates de calcium.

Par ailleurs, c'est principalement la variabilité et la complexité importante du système canalaire qui sont à l'origine de la difficulté du traitement endodontique (53,54). D'abord exposée par Hess en 1925 (55) sous forme de planches anatomiques, l'anatomie radiculaire fait l'objet de nombreuses classifications comme celle de Vertucci (Fig. 8) (56). Le développement de méthodes d'imagerie par microscopie électronique et microtomographie permet de découvrir sans cesse de nouvelles configurations pulpaires. On sait aujourd'hui que les canaux radiculaires ne sont quasiment jamais droits et circulaires, et qu'une racine dentaire ne contient qu'exceptionnellement un seul canal terminé par un unique foramen apical (57). On retrouve, en plus du canal principal, des canaux latéraux ou accessoires, des anastomoses intercanalaires, des isthmes, deltas, des rétrécissements ou encore des minéralisations liées à l'histoire pathologique de la dent. Des variations du canal dans le sens horizontal ont également pu être classées : canal rond, ovale, long-ovale ou aplati (58). Ce manque de standardisation limite la reproductibilité d'essais *in vitro* et empêche le contrôle de la difficulté des exercices pratiques en endodontie.

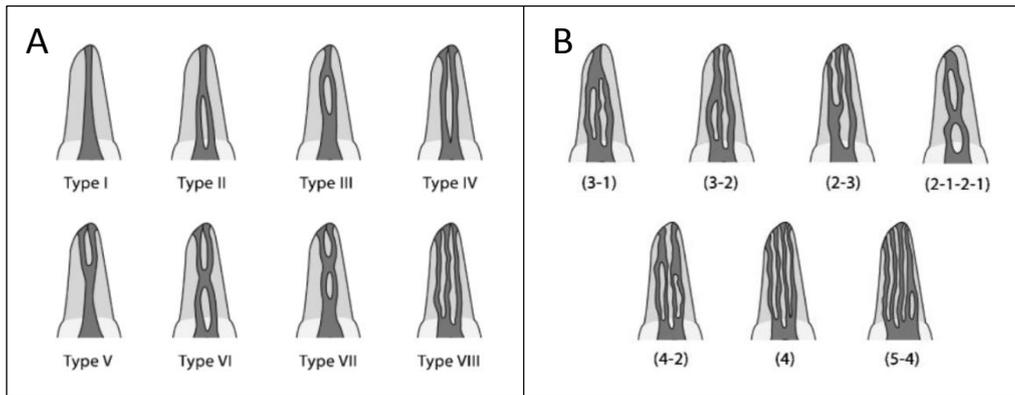


Figure 8 : principaux types de configurations pulpaire selon Vertucci (A) et complétés par Gulabivala (B) (56).

- Risque infectieux

L'utilisation de dents humaines est à l'origine d'un risque infectieux (59). En effet, le contact avec les fluides biologiques et la provenance inconnue et parfois illégale (nombreux pillages de tombes relatés au Brésil) des tissus augmentent le risque de contamination (51). C'est pourquoi l'American Dental Association (ADA) et le Center for Disease Control (CDC) recommandent désormais de décontaminer les matériels issus de patients pouvant avoir été au contact de sang ou de salive, que ce soit à des fins expérimentales ou pédagogiques (60). Au Brésil, des banques de dents humaines ont été créées afin de contrôler l'origine, la décontamination, le stockage et la qualité des dents utilisées dans les universités pour la formation et la recherche (61,62).

- Cadre légal

En France, l'utilisation de dents humaines dépend du décret du 10 août 2007 relatif au prélèvement, à la conservation et à la préparation à des fins scientifiques d'éléments du corps humain. La récupération de dents après leur extraction ne modifie pas la prise en charge du patient car elle ne nécessite pas d'acte supplémentaire. Seules des données sont collectées, ce qui rend la **recherche non interventionnelle** et implique la création d'une **collection biologique**.

Une collection biologique, selon l'article L1243-3 CSP, est une « réunion, à des fins scientifiques, de prélèvements biologiques effectués sur un groupe de personnes identifiées et sélectionnées en fonction des caractéristiques cliniques ou biologiques d'un ou plusieurs membres du groupe, ainsi que des dérivés de ces prélèvements ». Depuis 2007, la dent est donc considérée comme un 'élément du corps humain'. Elle n'est utilisable qu'à des fins de recherche et son utilisation pédagogique est interdite. La création d'une collection biologique doit également s'accompagner de plusieurs déclarations au ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche, de l'agence régionale d'hospitalisation, du comité de protection

des personnes, et de la commission nationale de l'informatique et des libertés si des données numériques doivent être conservées. Une autorisation est alors délivrée pour 5 ans. Le patient doit être informé de l'intérêt scientifique de la recherche, du but, du lieu de stockage et du responsable de la collection biologique. Le patient donne sa non-opposition ou son consentement et doit pouvoir s'opposer à tout moment, ce qui rend la traçabilité de chaque dent obligatoire.

Dans les pays anglo-saxons, la réglementation est plus souple qu'en France concernant l'utilisation de dents humaines. En Angleterre, la Human Tissue Authority précise que le consentement du patient n'est pas nécessaire à des fins d'enseignement, selon le « code of practice, consent 1 » de 2012, aux paragraphes 25 et 28. Pour la recherche, là encore, le consentement n'est pas requis si un comité d'éthique local donne son approbation, à condition que le matériel d'étude soit anonymisé. Ceci permet de simplifier largement les démarches préalables à une étude, mais les problèmes de variabilité et de risque infectieux inhérents aux dents naturelles évoqués précédemment n'en sont pas pour autant résolus.

2.3.2 Dents animales extraites

Les dents animales sont uniquement utilisées à des fins de recherche, en particulier pour évaluer l'adhésion de résines dentaires sur les tissus (63,64), et étudier la régénération pulpaire (65). Cependant, des résultats contradictoires dans les valeurs d'adhésion obtenues limitent leur utilisation. Les modèles bovins et porcins sont les plus utilisés : ils montrent des résultats assez proches de la dent humaine, mais la configuration morphologique de l'émail porcin en est fortement éloignée, tout comme l'anatomie externe de la dent. Le modèle murin est intéressant pour évaluer les réponses biologiques du tissu pulpaire à différents traitements, mais les dents présentent de faibles dimensions (66). Enfin, l'utilisation de dents animales présente également un risque infectieux tout comme les dents humaines extraites.

2.3.3 Modèles synthétiques

Les modèles synthétiques sont intéressants car ils permettent de pallier les limites inhérentes aux dents humaines ou animales (variabilité, risque infectieux, accès difficile) par la production d'objets standardisés sans contact avec le vivant. Des modèles synthétiques coronaires et radiculaires en polymères et en métal ont donc été développés depuis la fin des années 1970 pour usage pédagogique et scientifique (8).

Les plus utilisés aujourd'hui sont les simulateurs canalaires blocs composés de résine époxy. Ils font l'objet de nombreux travaux (Fig. 9). Même s'ils ne simulent que le canal radiculaire, la forme, la dimension, la conicité et la courbure du canal sont standardisées (67). Weine (68) a montré la validité de ce type de modèle pour l'analyse qualitative et quantitative

de la préparation endodontique. Leur faible coût et leur simplicité de fabrication ont fait qu'ils sont largement répandus. Des méthodes de conception « artisanales » sont également disponibles. Ainsi, les fabriquant eux-mêmes, les praticiens peuvent contrôler les paramètres du canal à reproduire (7,69).



Figure 9 : différents simulateurs canaux résineux disponibles sur le marché. De gauche à droite : bloc (8), ZPUK Endo Simulation (image Frasco), Endo Training Tooth (image VDW).

Des modèles plus anatomiques sont ensuite apparus sur le marché (Fig. 9). Ils simulent simultanément la morphologie canalaire et coronaire sous la forme de 2 pièces assemblées secondairement (Endo Training Tooth, VDW ; ZPUK Endo Simulations, Frasco), ce qui les rend intéressants pour les travaux pratiques (4). Cependant, la morphologie canalaire est insuffisamment détaillée, il est impossible de reproduire des courbures canales tridimensionnelles, la constriction apicale, des irrégularités, et leur coût est important (9).

L'impression 3D, une technologie en plein essor, permet de créer des objets par superposition de fines couches de matière, et permet donc d'obtenir la précision anatomique nécessaire. Des premiers essais dans les années 2000 (70) ont permis de reproduire la morphologie externe de dents humaines par stéréolithographie à partir de données scannographiques, mais les résolutions utilisées n'étaient pas suffisamment fines (Fig. 10). Le développement des matériaux résineux et des techniques d'impression 3D permet aujourd'hui de reproduire des dents complètes aux morphologies complexes (TrueTooth, DELendo).



Figure 10 : reproduction d'une dent par impression 3D. A (70) : image CBCT (gauche), prototype d'une dent (droite) ; B (image DELendo) : TrueTooth.

Cependant, les modèles résineux sont limités par leur nature organique : leur dureté est insuffisante et la coupe des instruments de mise en forme dans la résine est différente de celle existant dans la dentine (71). Ceci empêche l'extrapolation des résultats avec la dent naturelle. Par ailleurs, leur manque de radio-opacité oblige à recouvrir la résine d'un vernis radio-opaque (4). Enfin, la chaleur générée par l'instrumentation endodontique assouplit le

matériau, ce qui éloigne la sensation tactile de celle ressentie à l'instrumentation d'une dent naturelle (9).

Des canaux radiculaires peuvent également être simulés par des matériaux métalliques (Fig. 11) pour les travaux de recherche en métallurgie des instruments endodontiques dans les conditions standardisées d'un canal rigide, comme la déformation (72) ou la résistance à la fatigue cyclique (73,74).

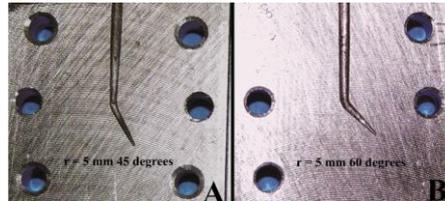


Figure 11 : simulation de canaux courbes (gauche : 45°; droite : 60°) dans un support métallique (72).

2.3.4 Modèles numériques

Les modèles numériques permettent de créer virtuellement un objet dans un environnement où chaque paramètre peut être contrôlé, faisant disparaître les objets physiques.

La réalité virtuelle permet de former les praticiens par une simulation informatique, visuelle, sonore et tactile. Elle favorise une immersion complète dans un environnement. L'association d'une image numérique tridimensionnelle à un bras à retour d'effort permet de reproduire la sensation tactile d'un instrument rotatif en mouvement (VirTeaSy Dental, HRV). Ce type de dispositif présente l'avantage de simuler des situations cliniques réelles (Fig. 12), de suivre la progression d'un étudiant et d'offrir une évaluation pertinente des travaux effectués (75). Cependant, les modèles virtuels radiculaires ne permettent pas actuellement de reproduire le passage d'instruments manuels dans un canal. Cette simulation virtuelle est donc aujourd'hui limitée à l'apprentissage du maniement des instruments rotatifs mais son évolution est rapide.



Figure 12 : simulation virtuelle d'un soin dentaire par le simulateur VirTeaSy Dental (image HRV).

Les modèles numériques ont également des applications en recherche endodontique. Ils permettent de reproduire des formes géométriques (instruments, canaux radiculaires, émail, dentine) dans un environnement virtuel et d'y appliquer des contraintes par l'analyse des

éléments finis. Il est ainsi possible d'évaluer la résistance mécanique d'une couronne en fonction de la configuration d'une cavité d'accès (76), ou encore la résistance à la fatigue cyclique d'instruments de mise en forme canalaire (77).

2.3.5 Résumé

L'utilisation de modèles dentaires est incontournable pour la formation des praticiens et la recherche en endodontie. Cette utilisation est largement discutée dans la littérature. L'emploi des dents naturelles humaines est limité par la forte variabilité, le risque d'infection croisée et le cadre légal strict. Leur utilisation en France est interdite pour un but pédagogique, et encadrée pour un but scientifique. L'utilisation de simulateurs synthétiques résineux a montré certains avantages comme leur caractère aseptique et la standardisation. Mais la morphologie canalaire souvent simplifiée, le manque de courbures à orientation tridimensionnelle, d'irrégularités, de dureté et la plastification de la résine lors de l'instrumentation endodontique limitent leur utilisation (78). Enfin, il n'existe pas de modèles alternatifs acceptables actuellement.

Les céramiques techniques à base d'HAp devraient permettre d'obtenir une composition chimique plus proche d'une dent naturelle que les matériaux résineux actuels, d'améliorer la sensation tactile lors de l'instrumentation et d'utiliser des instruments chauffants sans risque de déformation de la résine. Par ailleurs, il est aujourd'hui possible de contrôler la porosité de ces matériaux céramiques (taux de porosité, taille et forme des pores) afin de reproduire une microstructure proche de la dentine naturelle.

L'HAp semble donc intéressante, mais possède certaines limites comme une rigidité excessive. Bien que contrôlés, ces matériaux au comportement fragile renferment des inclusions ou encore des porosités dont la présence est liée à la structure même du matériau et/ou au mode d'obtention. Ces défauts initiaux risquent ainsi de donner lieu à un amorçage et à la propagation catastrophique d'une fissure. Un tel caractère est dangereux pour l'instrumentation lors du traitement endodontique. En revanche, la dentine naturelle est un tissu composite constitué d'une phase minérale et d'une phase organique qui est déterminante pour ses propriétés mécaniques. En effet, la rupture finale est le résultat d'un processus de fragmentation progressive de la matière organique. C'est pourquoi, le concept de matériau hybride à matrice céramique peut être la solution potentielle.

La complexité et la variabilité des morphologies pulpaire naturelles devraient pouvoir être reproduites par des techniques de moule perdu. Enfin, la prise de clichés radiographiques devrait être similaire à une dent naturelle par le caractère radio-opaque de l'hydroxyapatite.

Par conséquent, ces critères ont conduit à élaborer un modèle standardisé adapté, constitué d'une céramique technique à l'anatomie interne de racine.

2.4 Techniques de fabrication des céramiques poreuses

L'hydroxyapatite (HAp) est le composant principal de l'émail, de la dentine naturelle et de l'os (Tab. 4) (79). Son utilisation comme matériau constituant un modèle endodontique permettrait d'augmenter le biomimétisme d'un simulateur canalaire (SC) tout en limitant son coût. Actuellement, les céramiques techniques à base d'HAp ont un intérêt dans le domaine biomédical pour leurs propriétés d'ostéoconduction et d'ostéointégration (80). Elles sont indiquées pour 3 types d'application (12) : matériaux pour chirurgie osseuse (incluant la chirurgie dentaire), charges dans des polymères pour augmenter la biofonctionnalité et comme revêtement.

Tableau 3 : pourcentages massiques des constituants minéraux des tissus calcifiés (79).

Élément	Email (%)	Dentine (%)	Os (%)	Hydroxyapatite (%)
Calcium	36,1	35,0	35,5	39,89
Phosphore	17,3	17,1	17,1	18,49
Dioxyde de carbone	3,0	4,0	4,4	
Magnésium	0,5	1,2	0,9	
Sodium	0,2	0,2	1,1	
Potassium	0,3	0,07	0,1	
Chlore	0,3	0,03	0,1	
Fluor	0,016	0,017	0,015	
Soufre	0,1	0,2	0,6	
Zinc	0,016	0,018	-	
Silicium	0,03	-	0,04	
Ratio molaire Ca/P	1,620	1,590	1,610	1,667

Classiquement, le développement d'une céramique nécessite 3 étapes : l'élaboration des poudres, la mise en forme et un traitement thermique pour densifier le matériau (frittage) en dessous de la température de fusion.

2.4.1 L'hydroxyapatite : synthèse et caractérisation

2.4.1.1 Synthèse

Les phosphates de calcium, dont fait partie l'HAp, sont distingués selon leur ratio atomique Ca/P et leur formule chimique (Tab. 5) (81,82). La variation des proportions de CaO et P₂O₅ en présence d'eau permet d'obtenir différents composés stables après traitement thermique qui sont réunis sur un diagramme de phase binaire (Fig. 13) (83).

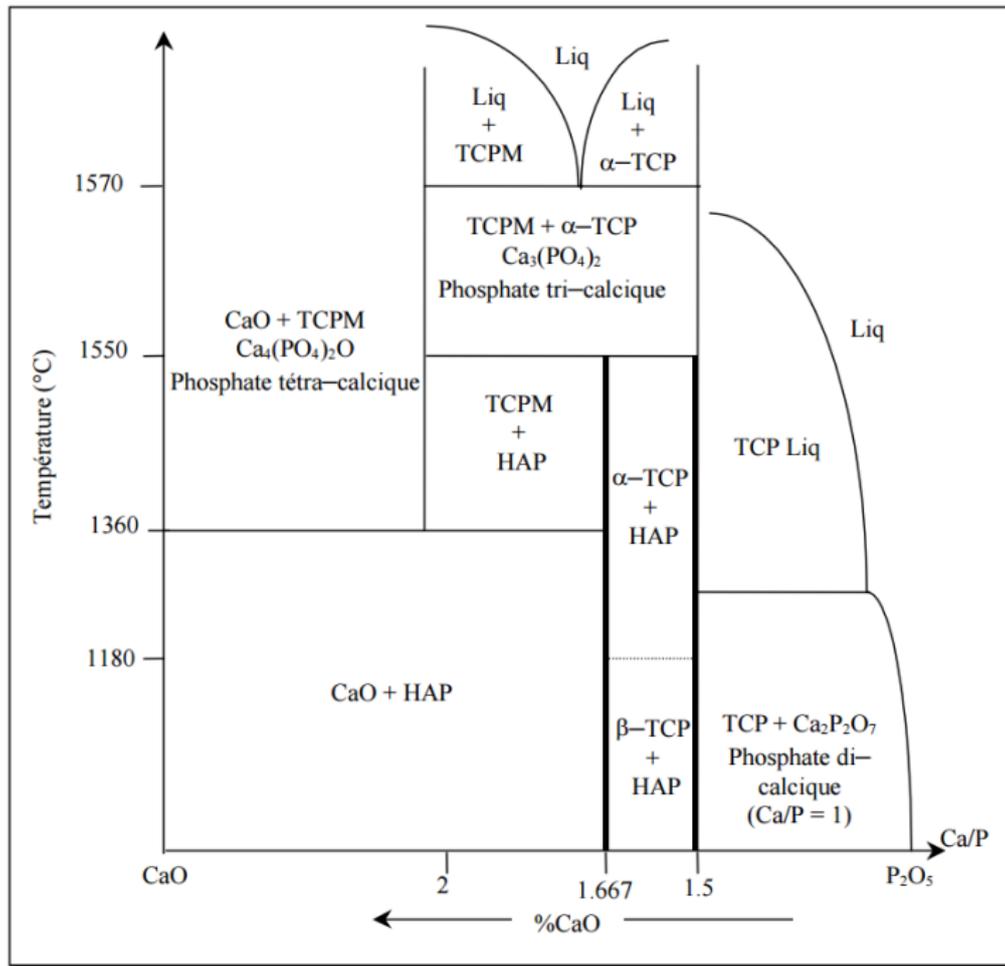


Figure 13 : diagramme de phase binaire des phosphates de calcium dans le système CaO-P₂O₅ (83).

Tableau 4 : principaux phosphates de calcium (81,82).

Formule chimique	Nom	Abréviation	Ratio Ca/P molaire
$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	Phosphate monocalcique	MCP	0,50
CaHPO_4	Phosphate dicalcique	DCP	1,00
$\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$	Pyrophosphate de calcium	CPP	1,00
$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6$	Phosphate octocalcique	OCP	1,33
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	Phosphate tricalcique	TCP	1,50
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	Hydroxyapatite	HAp	1,67
$\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$	Phosphate tétracalcique	TCPM (TTCP)	2,00

L'HAp stœchiométrique fait partie de la famille des apatites : $\text{M}_{10}(\text{XO}_4)_6\text{Z}_2$, où M est un cation divalent, XO_4 un anion trivalent et Z un anion monovalent. Elle possède les paramètres de maille suivants : $a=b=9,432 \text{ \AA}$ et $c=6,881 \text{ \AA}$. Les calciums forment des colonnes parallèles au grand axe c du cristal, les PO_4^{3-} sont disposés en hexagones autour des Ca^{2+} et les OH^- au centre (Fig. 14). Des substitutions sont possible sur les sites Ca^{2+} , PO_4^{3-} et OH^- .

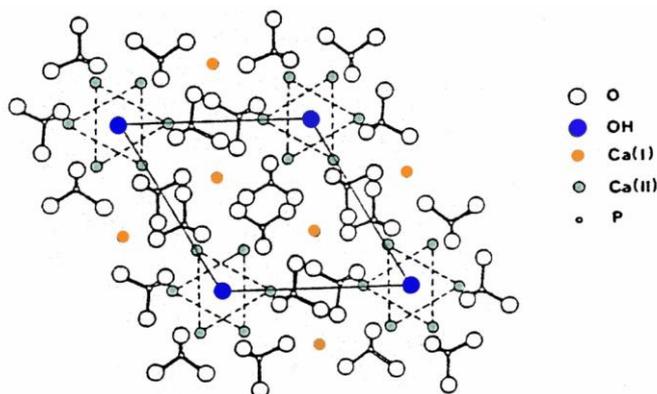


Figure 14 : maille élémentaire d'un cristal d'hydroxyapatite (79).

L'HAp peut être synthétisée par voie sèche ou humide (82). La voie sèche est peu utilisée car elle nécessite une homogénéisation complexe des réactifs et un traitement thermique sous vapeur d'eau à 500°C ne permettant d'obtenir que des poudres à forte granulométrie (85). La voie humide est plus largement répandue car elle permet la synthèse plus rapide d'apatites stœchiométriques et non-stœchiométriques à basse température. L'HAp y est obtenue par coprécipitation aqueuse à partir de précurseurs du calcium et du phosphore qui peuvent être variables (85–87). Le plus souvent, on utilise une solution de phosphate diammonium et une solution de nitrate de calcium. Le pH est contrôlé par ajout d'ammoniaque ou de soude et la température est régulée. Il est également possible d'obtenir l'HAp par neutralisation d'un acide orthophosphorique par un carbonate de calcium ou de la chaux (88), ou encore par réaction entre les phosphates tri- et dicalciques (85,89).

Pour une faible modification du ratio Ca/P initial, il est possible d'obtenir des écarts de composition importants qui sont d'autant plus larges pour les HAp déficitaires en calcium (Tab. 6) (90). Ceci implique une précision quant au choix et au dosage des précurseurs du phosphore et du calcium utilisés, ainsi qu'à la caractérisation des poudres obtenues.

Tableau 5 : composition des produits en fonction du ratio Ca/P molaire initial après traitement thermique (90).

Ratio Ca/P molaire initial	1,6	1,65	1,667	1,7	1,85
Composition (% massique)	62% HAp 38% TCP	91% HAp 9% TCP	100% HAp	99% HAp 1% CaO	94% HAp 6% CaO

2.4.1.2 Techniques de caractérisation des céramiques phosphocalciques

La caractérisation des poudres est fondamentale car leur pureté influence directement les propriétés de la céramique obtenue après le traitement thermique. Les méthodes sont nombreuses incluant l'analyse chimique élémentaire, la diffraction de rayons X, la spectroscopie infrarouge et des méthodes colorimétriques.

La mesure précise du ratio Ca/P est l'élément déterminant pour la caractérisation des poudres de phosphates de calcium. Ce ratio peut être mesuré par analyse élémentaire ou diffraction de rayons X.

- Analyse élémentaire

L'analyse élémentaire permet de quantifier le calcium et le phosphore des poudres après dissolution en Ca^{2+} et PO_4^{3-} . Les ions Ca^{2+} sont alors quantifiés par spectroscopie d'absorption atomique ou par dosage direct du calcium complexé à de l'EDTA. Les ions PO_4^{3-} sont dosés par spectroscopie visible-UV (86). Cependant, ces méthodes ont une incertitude importante. D'autres méthodes comme le couplage plasma induit par haute fréquence (ICP) éventuellement couplé à la spectroscopie de masse permettent de quantifier le calcium et le phosphore simultanément (91,92), mais la précision demeure insuffisante (93).

- Diffraction de rayons X

La diffraction de rayons X permet de mesurer l'évolution de la composition et de la cristallisation des phases formées après traitement thermique par analyse des paramètres de maille du réseau cristallin. Les phases d'HAp, de β -TCP et de CaO peuvent être quantifiées, ce qui permet de mesurer le ratio Ca/P pour des poudres déficitaires ($\text{Ca/P} < 1,667$) ou excédentaires en calcium ($\text{Ca/P} > 1,667$) par rapport à l'HAp stœchiométrique. Cette méthode rapide et fiable a été proposée pour pallier les limites de l'analyse élémentaire (93–95). Elle est particulièrement adaptée aux synthèses d'HAp par voie humide. Des courbes d'étalonnage sont réalisées à partir d'échantillons aux proportions de phases connues, puis sont associées aux pics d'intensité relative 18% de l'HAp ($2\theta = 28,96^\circ$) et 100% du β -TCP ($2\theta = 31,03$). Les proportions des phases peuvent alors être déduites par le calcul des rapports d'intensité. Cette méthode est désormais préconisée par la norme AFNOR 2008 : NF ISO 13779-3 (96).

- Test à la phénolphtaléine

Le pH d'une poudre phosphocalcique calcinée à haute température peut être mesuré par le test à la phénolphtaléine (un indicateur de pH incolore en milieu acide). L'apparition d'une coloration rose fuchsia indique l'augmentation du pH entre 8,2 et 10,0 synonyme de la présence de chaux, selon les recommandations de la norme NF ISO 13779-3 (96).

- Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier permet de déterminer la présence de groupes fonctionnels, et plus particulièrement la présence de l'HAp carbonatée (substitutions ioniques, carbonates, eau, composés organiques) (97).

2.4.1.3 Caractérisation des céramiques phosphocalciques monophasées

Les propriétés mécaniques et la microstructure des céramiques monophasées varient en fonction du traitement thermique appliqué pour leur densification, de la porosité et de la granulométrie de la poudre (98–100). La résistance en flexion de l'HAp augmente avec la température de frittage. Au-delà de 1450°C sous air, l'HAp se décompose en α -TCP et en TCPM, ce qui diminue à nouveau les propriétés mécaniques (83,100).

La porosité peut être caractérisée par son taux, sa taille et sa répartition. En général, l'augmentation de la porosité et de la taille des grains entraîne une diminution de la résistance en compression (101) et en flexion (99) des céramiques phosphocalciques. La surface spécifique détermine la réactivité de la poudre : elle diminue lorsque la taille des grains augmente, ce qui diminue la réactivité. La taille des grains est déterminée classiquement par granulométrie LASER où une lumière LASER est diffractée par les grains en suspension, ou bien par sédimentation en phase liquide où la concentration des grains est mesurée par transmission optique de lumière. La surface spécifique est mesurée par la méthode B.E.T. (Brunauer, Emmett et Teller) d'adsorption d'azote à la surface des grains.

Enfin, la mesure de la dilatation linéaire des blocs de céramique crue lors de traitements thermiques (dilatométrie) permet de déterminer les températures de frittage et le taux de retrait de la céramique lors de la densification.

2.4.2 Méthodes de mise en forme des céramiques

La mise en forme des poudres de céramique conditionne l'architecture, la géométrie et la porosité des pièces à obtenir. Elle est indépendante et préalable au traitement thermique. Plusieurs méthodes de mise en forme existent à partir d'une suspension de poudre dans une phase liquide (barbotine), d'une masse plastique ou de granulats séchés. Le choix de la technique de mise en forme dépend de la complexité et des dimensions de la pièce à obtenir, ainsi que des propriétés rhéologiques de la « masse céramique » (Fig. 15).

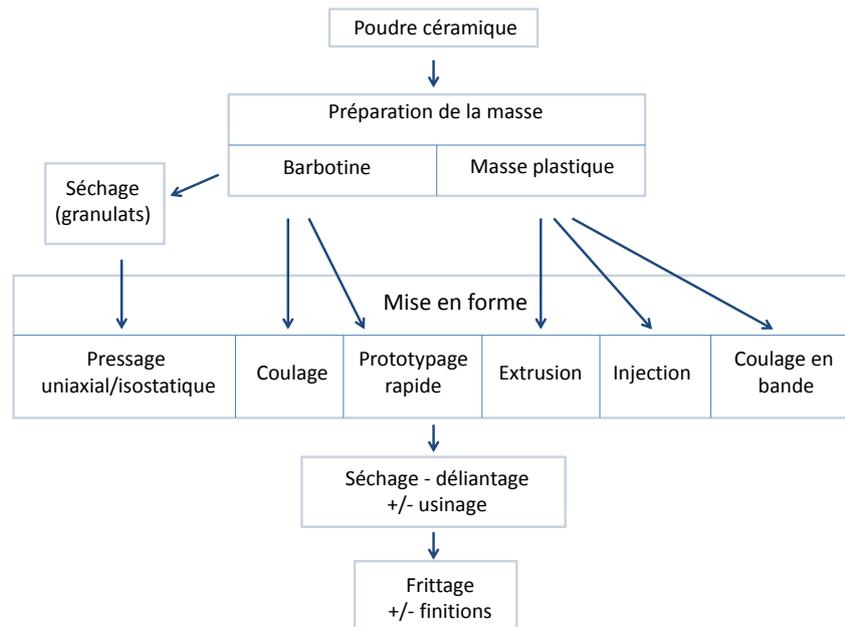


Figure 15 : procédés de mise en forme d'une céramique.

Dans ce travail, nous avons la volonté de contrôler la porosité et le volume interne de la céramique, ce qui nécessite obligatoirement l'emploi d'une technique de mise en forme humide par coulage/additive, ou soustractive par CAO.

2.4.2.1 Coulage en moule d'une barbotine

Le coulage d'une barbotine est adapté aux pièces creuses ou pleines de petite dimension (de 5 à 20 mm) et de forme complexe, comme des racines dentaires. Cette méthode traditionnelle permet de produire des structures à porosité contrôlée (87,102) dont les propriétés mécaniques sont supérieures aux céramiques pressées de par l'organisation des particules lors de la sédimentation (103). Elle comprend 2 étapes. Une suspension aqueuse est d'abord versée dans un moule poreux (coulage) : l'eau est absorbée par capillarité et les particules se déposent sur les parois du moule. La perte d'eau lors du séchage de la pièce entraîne un retrait. Finalement, la pièce est démoulée et les finitions sont réalisées (ébarbage).

L'absorption du liquide par le moule est possible par la combinaison de la pression de la barbotine sur le moule et de la succion du moule (0,1 à 0,2 MPa pour le plâtre de Paris). La pression de succion varie avec la distribution de la taille des pores du moule, la tension superficielle et l'angle de contact de la barbotine sur les parois. La pression de la barbotine dépend de sa masse et de sa viscosité.

La dynamique de sédimentation et de déshydratation conditionne la qualité des pièces obtenues. En effet, la vitesse de sédimentation des poudres en suspension n'est pas linéaire : lorsque la première couche sédimentée apparaît et que le moule est saturé, une

force s'oppose à l'absorption du liquide. Par ailleurs, plus la vitesse d'absorption de l'eau est lente, plus le compactage de la sédimentation est uniforme. Les particules ont alors plus de temps pour se réarranger entre-elles, ce qui permet de minimiser les défauts. Une barbotine non homogène ou des défauts dans la pièce peuvent provoquer un retrait différentiel lors du séchage. Les contraintes ainsi créées peuvent être à l'origine de fissures. La présence d'éventuelles bulles peut être limitée par un désaéragé sous vide des barbotines.

2.4.2.2 Mise en forme soustractive : usinage

Des techniques soustractives (retrait de matière) par usinage permettent de mettre en forme - à partir d'un modèle numérique - des blocs de céramique crue, pré-frittée ou frittée. Elles sont répandues en odontologie pour la CFAO de prothèses dentaires (104). Des outils coupants (fraises rotatives, instruments ultrasonores, LASER) sont positionnés à la périphérie de la pièce et éliminent de la matière jusqu'à l'obtention de la géométrie souhaitée. Toutes les étapes sont contrôlées par ordinateur. Les instruments de coupe sont positionnés sur des centres à axes multiples afin de permettre l'accès aux zones de contre-dépouille. La précision est aujourd'hui de l'ordre du micromètre, ce qui permet d'assurer une reproductibilité acceptable.

L'usinage des céramiques crues présente l'avantage de provoquer une usure plus faible des instruments de coupe, de ne pas endommager le matériau, et les défauts engendrés par les frottements sont corrigés par le traitement thermique. Par contre, les céramiques crues doivent être surdimensionnées avant le frittage. Par ailleurs, la mise en forme par usinage présente certaines limites : les instruments de coupe s'usent, la perte de matériau est importante, une seule pièce peut être usinée à la fois, des fêlures peuvent apparaître après le traitement thermique et les céramiques doivent être polies après usinage (105). Malgré la multiplication du nombre d'axes et la précision importante du procédé, l'usinage d'une cavité creuse de faible dimension et présentant des contre-dépouilles est impossible. En effet, les instruments de coupe ne peuvent accéder au centre de la cavité. Cette méthode est donc appropriée pour la mise en forme externe de pièces mais n'est pas adaptée à l'élaboration d'un SC comprenant une cavité creuse à l'anatomie variable.

2.4.2.3 Mise en forme additive : stéréolithographie

Les techniques de mise en forme additives sont récentes et peu de données sont disponibles dans la littérature. Parmi elles (Inkjet, Robocasting, 3D Puntray), la stéréolithographie est la plus répandue. Elle permet de créer à partir d'un modèle numérique, des objets en céramique par polymérisation de couches successives de barbotine contenant un polymère photosensible (104–107). Une lumière UV de la forme de la coupe de l'objet est concentrée

sur la barbotine, ce qui permet de polymériser une couche de résine. La pièce est descendue verticalement dans la barbotine et l'opération est répétée couche par couche jusqu'à l'obtention d'un objet solide. Le polymère est ensuite éliminé par combustion lors du traitement thermique de la pièce (déliantage). Contrairement à l'usinage, cette méthode présente l'avantage de ne pas gâcher de matière et de ne pas provoquer d'usure mécanique des instruments de coupe (108). Des méthodes de microstéréolithographie des céramiques permettent d'augmenter la précision du prototypage : traçage vectoriel et masquage dynamique par cristaux liquides ou miroirs (109). Si la microstéréolithographie permet de reproduire des pièces en céramique allant jusqu'à une résolution de 20 μm , elle ne permet pas de reproduire des volumes creux fermés car la barbotine ne peut pas s'écouler hors du volume, ce qui aboutit à son frittage. Les zones non soutenues ne peuvent pas non plus être reproduites. Le dépôt de couches successives entraîne un risque de délaminage si elles ne sont pas parfaitement adhérentes. Enfin, les barbotines présentent toujours une instabilité en raison de la sédimentation progressive des poudres (110). Ces paramètres limitent l'utilisation de la stéréolithographie de la céramique pour la mise en forme d'un simulateur canalaire. Par contre, la mise en forme de moules en résine calcifiable par stéréolithographie permettrait de pallier ces limites en conservant une résolution, une tenue des pièces et un coût acceptable, ce qui en fait une méthode adaptée pour la reproduction de volumes pulpaire.

2.4.2.4 Mise en forme par « moule perdu »

Les techniques décrites précédemment ne permettent pas de contrôler l'architecture interne des céramiques. Afin d'y parvenir, des méthodes de conception/fabrication assistée par ordinateur ont vu le jour, se limitant initialement au contrôle de la macroporosité. La stéréolithographie permet de créer des céramiques à l'architecture poreuse contrôlée avec les avantages et limites que cela implique (111) (Cf. 2.4.2.3). La méthode de « moule perdu » décrite pour la première fois par Chu et coll. présente l'avantage de reproduire des volumes poreux en coulant une barbotine liquide autour d'une matrice organique tridimensionnelle (112). Cette matrice est éliminée secondairement lors du traitement thermique. Les auteurs ont cependant utilisé une résine époxy au fort coefficient de dilatation thermique, provoquant l'apparition de fissures dans la céramique malgré l'ajout d'acrylates dans la barbotine pour augmenter la résistance de la céramique crue. Par ailleurs, la précision de cette méthode était discutable (50 μm). Selon Charrière et coll. (113), la matrice 3D doit donc être éliminée sans altérer son architecture, ni causer de dommages mécaniques ou chimiques à l'HAp ; et la résolution minimale pour un objet d'1 mm de diamètre doit être de 50 μm . La méthode de moule perdu associée à une barbotine avec un porogène semble donc adaptée pour contrôler l'architecture interne d'un volume canalaire tout en conservant une microporosité.

2.4.3 Elaboration de céramiques à porosité contrôlée

Classiquement, la porosité (macroporosité et microporosité) est générée dans les biocéramiques pour l'élaboration de substituts osseux pouvant être occupée par les liquides biologiques, les cellules osseuses et les vaisseaux sanguins. Les macropores doivent être interconnectées et présenter un diamètre supérieur à 200 μm pour que le matériau soit ostéoconducteur (114). La microporosité (pores inférieures à 10 μm) permet de charger les structures avec des molécules actives (115) et de diffuser les ions libérés durant la dégradation des implants.

L'élaboration d'un SC biomimétique impose de reconstituer une structure microporeuse proche de la dentine naturelle qui entoure le canal radiculaire. L'obtention d'une structure poreuse par des techniques de mise en forme des céramiques par coulage nécessite l'utilisation de porogènes organiques solides sous forme de poudres dispersées, d'émulsions ou d'un squelette 3D (116). Les porogènes sont éliminés secondairement après le séchage par dissolution ou par traitement thermique (Fig. 16).

TYPE OF PROCESS	Casting processes <i>Cement</i> <i>Slurry</i>	Solid processes <i>Compaction</i> <i>Extrusion</i>
METHOD	Direct <i>Without sintering (cement)</i>	Indirect <i>With sintering</i>
NATURE OF POROGEN	Gaseous	Liquid Solid <i>Dispersed powder</i> <i>3D skeleton</i>
REMOVAL OF POROGEN	Heating <i>Sublimation</i> <i>Evaporation</i> <i>Melting</i> <i>Calcination</i>	Dissolution <i>During process</i> <i>In situ</i>

Figure 16 : techniques de génération de porosités dans les céramiques (116).

Pour les techniques de dissolution, une simple immersion de la pièce dans un solvant adapté permet d'éliminer le porogène. Afin d'éviter toute dégradation de la pièce, la céramique doit être insoluble dans l'eau et la cohésion du matériau cru doit être suffisante. Pour les méthodes d'élimination par combustion à haute température, le frittage de la pièce est réalisé simultanément. Le traitement thermique a également un effet sur la porosité totale et la microporosité du produit final.

Un agent porogène peut être dispersé dans la barbotine utilisée pour la technique de coulage. L'amidon a été largement utilisé pour ses doubles propriétés de porogène et de liant (117–119). En effet, l'amidon est un gélifiant naturel dans l'eau qui augmente la résistance mécanique des pièces crues. Ecologique car d'origine végétale, il présente également

l'avantage d'être bon marché et de brûler facilement à 500°C. Plusieurs types d'amidon permettent d'obtenir des pores de différentes dimensions allant de 1 à 110 µm : pomme de terre, tapioca, froment, maïs et riz (Tab. 7). Mais c'est l'amidon de riz qui montre la distribution granulométrique la plus faible avec une taille de particules adaptée à notre application (120). Un porogène composite cire-amidon permet d'obtenir des pores de dimension supérieure à 750 µm (119). Dans l'eau, l'amidon présente un comportement rhéoépaississant, c'est-à-dire que la viscosité de la barbotine augmente lorsque la contrainte de cisaillement augmente.

Tableau 6 : taille des particules d'amidon (117–119).

Origine de l'amidon	Taille des grains (µm)
Pomme de terre (grand)	1-20
Pomme de terre (petit)	20-110
Tapioca	15-35
Maïs (grand)	12-20
Maïs (petit)	1-7
Blé	1-35
Froment	2-40
Riz	3-5

D'autres agents porogènes sont décrits dans la littérature comme les particules de cire ou de PMMA, qui sont les plus utilisées. Le PMMA est éliminé à 500°C et la taille des particules peut être contrôlée. La taille des pores obtenue est variable, allant de 10 µm avec des interconnexions submicroniques (121,122), jusqu'au millimètre (87). L'ajout de particules de graphite associé à des variations de la température de frittage (1200-1250°C) de l'HAp permet d'obtenir des micro/mésopores de 1-10 µm.

La porosité peut également être obtenue par coulage d'une barbotine sous forme de mousse. Les bulles peuvent être générées par agitation. Un agent moussant et un surfactant permettent de stabiliser et d'homogénéiser la mousse. Le contrôle de la taille des bulles – et donc de la porosité – est réalisé par le type/concentration d'agent moussant et les paramètres d'agitation (116). Les bulles peuvent également être obtenues par une réaction chimique conduisant à la création de gaz (décomposition de peroxyde d'hydrogène (123) ou de CO₂ (124)).

Le coulage par congélation (freeze-dry casting) permet d'obtenir des porosités tubulaires orientées allant jusqu'à 65% (125,126). Le refroidissement contrôlé d'une barbotine provoque l'apparition de cristaux de glace orientés majoritairement en direction opposée à la source froide. Les solvants cristallisés sont ensuite sublimés pour créer la porosité (minimum 10 µm) tout en prévenant le retrait ou l'effondrement de la structure. Cette méthode est intéressante pour créer une structure tubulaire proche de la dentine humaine, mais la taille des

pores obtenue est supérieure à la dentine d'un facteur 10 et l'orientation de la porosité peut varier dans la céramique.

Les méthodes d'extrusion ou d'imprégnation de fibres par une barbotine permettent d'obtenir des pores longs et cylindriques parallèles entre eux (127). Par ailleurs, la technique de coulage de barbotine parvient à ce même résultat en utilisant un porogène en nickel orienté par un champ magnétique (128). Plus récemment Le Ferrand et coll. (129) ont réussi à contrôler l'orientation de particules d'alumine lors de la sédimentation d'une barbotine dans un champ magnétique. L'agencement des particules a permis d'obtenir des couches de densité différente avec une seule barbotine afin de reproduire un matériau correspondant à l'émail et la dentine. Cependant, aucune de ces méthodes n'est compatible avec l'orientation annulaire des pores autour du volume pulpaire central d'un SC.

2.5 Céramique hybride

La phase organique de la dentine humaine détermine ses propriétés mécaniques en diminuant son module d'élasticité. C'est pourquoi il est important d'incorporer une matière organique à la céramique développée ce qui permet d'obtenir une céramique hybride. Plusieurs procédés sont décrits dans la littérature. Une matière organique peut être minéralisée (130), ou, inversement, une matrice minérale peut être imprégnée par un matériau organique (131). Seule cette deuxième méthode est utilisable pour la mise en forme d'un SC et prévenir l'élimination de la phase organique lors du traitement thermique de densification de la céramique. Des matériaux hybrides ont été décrits en associant des phosphates de calcium avec des dérivés de protéines (130), ou des polymères (132). La résine époxy pure présente de nombreux défauts à l'origine des limites des modèles dentaires résineux. Mais, en tant que phase complémentaire, elle permet d'obtenir des propriétés supérieures aux éléments pris séparément pour renforcer la céramique. D'autres matériaux sont utilisables comme les résines polyuréthanes qui pourraient avoir un comportement lors de l'instrumentation plus proche de la dentine humaine, ou encore le polycaprolactone (131). Mais il est préférable dans un premier temps de sélectionner la résine époxy qui permettra de comparer nos résultats avec ceux décrits dans la littérature (133,134). Cependant l'emploi d'autres matériaux organiques est envisageable dans les perspectives.

3 Objectifs et cahier des charges

L'objectif principal de cette thèse a été de développer le procédé de fabrication d'un simulateur de système canalaire (SC) biomimétique, présentant une composition, une microstructure et une anatomie interne plus proches d'une racine dentaire naturelle que les alternatives résineuses actuellement existantes. Le matériau doit être constitué d'une matrice minérale rempli par une phase organique pour imiter la dentine naturelle. La résine époxy a été sélectionnée pour composer la phase organique afin de comparer les résultats de ce travail avec les SC existants. Une méthode simple doit permettre de reproduire et de standardiser n'importe quel système canalaire à la demande, incluant les contre-dépouilles tout en étant radio-opaque (Fig. 17). Les objectifs secondaires ont été de tester ce modèle lors d'un usage pédagogique et d'ouvrir les perspectives à l'usage en recherche.

Applications ciblées :

- Matériau de référence pour les travaux pratiques d'endodontie dans la formation initiale, de 3^e cycle et continue des chirurgiens dentistes (aménagement de la cavité d'accès, mise en forme, nettoyage, obturation, retraitement des systèmes canalaires).
- Standardisation des protocoles de recherche en endodontie et remplacement des modèles résineux dans les thématiques suivantes :
 - préparation canalaire (nettoyage, redressement des trajectoires, etc.),
 - développement de nouveaux instruments endodontiques,
 - irrigation (comportement des fluides, nettoyage),
 - obturation (étanchéité, homogénéité, densité, adaptation aux parois),
 - retraitement (élimination complète du matériau d'obturation).

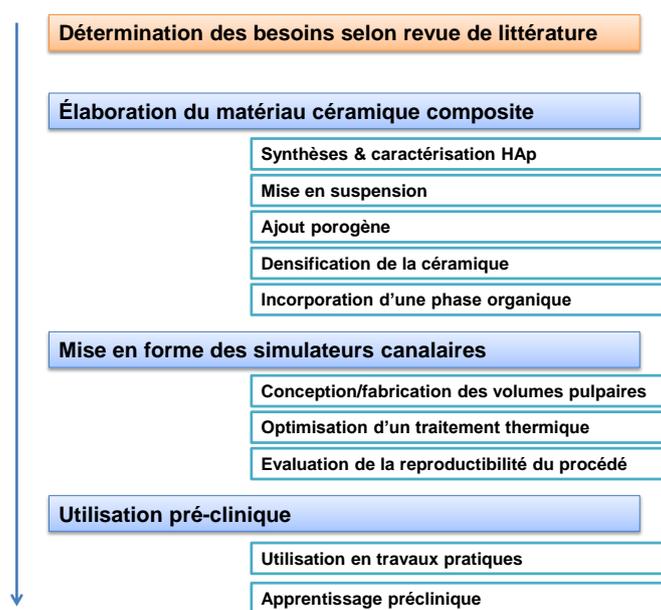


Figure 17 : organigramme du déroulement de la thèse.

4 Partie expérimentale

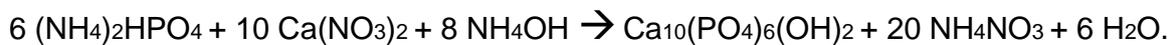
4.1 Elaboration d'un matériau céramique composite

4.1.1 Matériels et méthodes

4.1.1.1 Fabrication de la matrice minérale à base d'HAp

4.1.1.1.1 Synthèse de l'HAp

La poudre d'HAp a été synthétisée par précipitation classique en milieu aqueux. Des poudres de nitrate de calcium $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Honeywell®, Cranves Sales) et de phosphate diammonium $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (Carlo Erba) ont été dissoutes dans de l'eau distillée. Une solution ammoniacale NH_4OH (Carlo Erba) a été additionnée à la solution de nitrate de calcium de façon à apporter les ions OH^- nécessaires à la réaction. La solution a ensuite été chauffée à 50°C dans un réacteur de 25 L à double paroi (Fisher Bioblock Scientific) avec contrôle thermostatique (Fig. 18 gauche). La solution de phosphate diammonium y a été ajoutée goutte à goutte par une pompe péristaltique (Masterflex L/S®, Cole-Palmer Instrument Company) à débit contrôlé ($15 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$), puis l'ensemble a subi une maturation durant 24 h, sous agitation 140 rpm à l'aide d'une pale en Téflon® de façon à permettre la réaction suivante :



Les précipités ont été collectés par filtration sur Büchner (Fig. 18 milieu) puis lavés à l'éthanol pour former les produits (gâteaux) qui ont été séchés à 70°C pendant 7 jours (Fig. 18 droite).



Figure 18 : synthèse d'hydroxyapatite stœchiométrique par précipitation aqueuse. Réacteur de synthèse (gauche), filtration (milieu) et obtention de produits bruts (droite).

Afin de diminuer la surface spécifique de l'HAp et pour éliminer les résidus de nitrates NH_4NO_3 , la poudre a été calcinée sous air à 950°C ($5^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$), avec un palier à 300°C durant 3 h. Les agglomérats formés au cours de la calcination ont été dissociés par broyage (100 rpm) durant 24 h. Après filtration, les nouveaux gâteaux ont été séchés pendant 7 jours

à 70°C, décompactés puis stockés hermétiquement. La poudre a été caractérisée par diffraction de rayons X, test à la phénolphthaléine, mesure de la surface spécifique et granulométrie LASER.

- Analyse des phases cristallines par diffraction de rayons X

Les phases cristallines et la pureté du produit ont été évaluées par diffraction de rayons X (X'Pert Pro MRD[®], PANalytical). Les diffractogrammes ont été obtenus dans le domaine de 20 à 80° (pas 0,02°, temps de comptage 120 s), avec un détecteur (X'Celevator[®], PANalytical) muni d'une fente anti-divergence 0,5° et 1° et d'un masque de 10 mm).

La norme NF 94-066, basée sur les travaux de Raynaud (95) est reconnue pour la caractérisation des mélanges de phosphates de calcium biphasés. Les phases constituant la poudre et les échantillons ont été déterminées en comparant les diffractogrammes obtenus dans un logiciel (X'Pert HighScore[®], PANalytical) avec les références des fiches Powder Diffraction File (PDF-4) des phases susceptibles d'être retrouvées : HAp, β -TCP, α -TCP et CaO (Tab. 8).

Tableau 7 : référence des phosphates de calcium dans les fiches PDF-4 des diffractogrammes de rayons X.

Composé	Fiche PDF-4	Pic d'intensité relative 100%
HAp	01-089-4405	$2\theta = 31,74^\circ$
β -TCP	01-070-2065	$2\theta = 31,02^\circ$
α -TCP	00-009-0348	$2\theta = 30,71^\circ$
CaO	01-082-1690	$2\theta = 37,40^\circ$

Lors de la calcination d'un phosphate de calcium possédant un ratio atomique Ca/P compris entre 1,5 et 1,667, une phase de β -TCP et une phase d'HAp apparaissent. Dans ce cas, les pics caractéristiques de l'HAp (indice 0210 ; $2\theta = 28,96^\circ$; intensité relative 18%) et du β -TCP (indice 210 ; $2\theta = 31,025^\circ$; intensité relative 100%) sont bien visibles et dissociés sur le diffractogramme, même lorsque les proportions sont faibles. La détermination d'un ratio Ca/P compris entre 1,667 et 2 est également possible en quantifiant des pics caractéristiques du CaO (indice 200 ; $2\theta = 37,346^\circ$; intensité relative 100%) et de l'HAp (indice 202 ; $2\theta = 34,048^\circ$; intensité relative 25%), mais la précision est moindre. Dans ce travail, ces pics ont été utilisés pour déterminer l'absence de β -TCP et de CaO dans la poudre d'HAp brute calcinée à 1000°C.

La proportion de β -TCP dans l'HAp a été déterminée par la formule suivante, où I est l'intensité du pic (0210) du β -TCP et (210) de l'HAp sur le diffractogramme :

$$\% TCP = \frac{I_{\beta-TCP\ 210}}{I_{HAp\ 0210}} / 0,085$$

De même, la proportion de CaO dans l'HAp a été déterminée par la formule suivante en utilisant l'intensité des pics (200) du CaO et (202) de l'HAp :

$$\% CaO = \frac{I_{CaO\ 200}}{I_{HAp\ 202}} / 0,1755$$

Le ratio atomique Ca/P a alors pu être déterminé à partir des masses molaires et des pourcentages massiques de l'HAp et du β -TCP selon l'équation suivante :

$$Ca/P = \frac{\frac{3 \times \%TCP}{M_{TCP}} + \frac{10 \times \%HAp}{M_{HAp}}}{\frac{2 \times \%TCP}{M_{TCP}} + \frac{6 \times \%HAp}{M_{HAp}}}$$

où $M_{TCP} = 310,0740 \text{ g.mol}^{-1}$, et $M_{HAp} = 1004,6138 \text{ g.mol}^{-1}$.

- Test à la phénolphtaléine

Comme vu précédemment, la synthèse des poudres d'HAp peut provoquer l'apparition de CaO (chaux) qui possède un pH basique. La sensibilité de détection de CaO par diffraction de rayons X est inférieure à 10%, rendant l'analyse insuffisante. L'absence de toute trace de chaux a donc été vérifiée par le test du pH d'une solution contenant 100 mg de poudre calcinée à 1000°C pendant 1 h en présence de phénolphtaléine (200°C), en complément de l'analyse par diffraction de rayons X. La phénolphtaléine est un indicateur de pH incolore en milieu acide. L'apparition d'une coloration rose/fuchsia indique l'augmentation du pH entre 8,2 et 10, synonyme de la présence de chaux, selon les recommandations de la norme NF ISO 13779-3 (96).

- Mesure de la surface spécifique B.E.T.

La surface spécifique des poudres a été mesurée par la méthode B.E.T. (Flowsorb III[®], Micromeritics) ($n=3$.groupe⁻¹, Mann Whitney). Les poudres ont été dégazées (140°C, 24 h), puis la quantité d'azote gazeux adsorbée par la poudre à température de l'azote liquide a été mesurée. La surface spécifique (Sp en $\text{m}^2.\text{g}^{-1}$) a ensuite été calculée par l'équation suivante :

$$Sp = \frac{\text{Surface d'adsorption}}{M_{poudre}}$$

4.1.1.1.2 Elaboration d'une structure poreuse dans l'HAp

Les poudres d'HAp ont été mises en forme par la méthode de coulage d'une barbotine en moule de plâtre (Cf. 2.4.2), largement étudiée au LMCPA (87,135,136). Les concentrations en poids par rapport au poids total de matière sèche de la barbotine (de 65 à 80%, complétés par de l'eau distillée) ont été les suivantes :

- de 85 à 95% de poudre d'HAp,
- de 1 à 2% d'agent liant (Duramax B1001[®], Rohm et Haas),
- de 1 à 3% d'agent dispersant (DarvanC[®], Vanderbilt).

Les barbotines ont été homogénéisées durant 1 h à l'aide d'un tourne-jarre à 100 rpm, puis versées dans un becher où le liant a été ajouté secondairement puis homogénéisé par agitation magnétique (200 rpm, 30 min). Un dégazage sous vide (0,08 atm, 15 min) a été réalisé, puis les solutions ont été agitées à nouveau pour prévenir la sédimentation de la poudre dans le becher. Les suspensions ont finalement été coulées dans des moules de plâtre de différentes formes adaptées aux différents essais (Tab. 9) puis séchées à l'étuve à 40°C, 24 h. Les dimensions des échantillons ont été contrôlées par un pied à coulisse micrométrique (Mitutoyo[®], Kawasaki).

Tableau 8 : géométrie des échantillons en fonction des essais réalisés.

Géométrie	Essai
Cylindres (hauteur 15 mm, diamètre 5 mm)	Dilatométrie
Pastilles (hauteur 2 mm, diamètre 15 mm)	Densité, dureté, diffraction de rayons X
Parallélépipèdes (16×4×1,6 mm)	Flexion 3-points

Afin d'obtenir une structure poreuse plus proche de la dentine naturelle et meilleure que les matériaux résineux existants, deux méthodes ont été employées : le frittage partiel de l'HAp ou l'ajout d'un agent porogène.

4.1.1.1.2.1 Porosité obtenue par la température de frittage

Le frittage, autrement dit *densification*, permet de consolider la céramique crue en augmentant sa compacité. La température de frittage a d'abord été appliquée par un traitement thermique de routine développé et validé au LMCPA (87,136). Les céramiques (n=12/groupe) ont fait l'objet d'un frittage à des températures variables (1050°C, 1100°C, 1125°C, 1150°C, 1175°C, 1225°C) dans un four pour céramique (LHT 08/17[®], Nabertherm).

4.1.1.1.2.2 Porosité obtenue par l'ajout d'un porogène

Afin d'obtenir une porosité contrôlée associée à une température de frittage optimale de l'HAp, la technique d'ajout d'amidon de riz en cristaux (Remy[®], Remy Industries) dans une

barbotine a été sélectionnée (Cf. 2.4.3). A cause de l'agglomération des cristaux d'amidon de riz, un traitement de dissociation été élaboré pour favoriser la dispersion du porogène dans la barbotine. Les poudres d'amidon ont finalement été stockées à 20°C dans des bidons hermétiquement fermés. Les concentrations en poids par rapport au poids total de matière sèche des barbotines contenant de l'amidon ont été les suivantes :

- de 85 à 90% de poudre d'HAp,
- de 7,5 à 12% d'agent porogène,
- de 1 à 2%, d'agent liant,
- de 1 à 3% d'agent dispersant.

Les échantillons ont ensuite subi un traitement thermique à 1225°C durant 3 h afin de densifier l'HAp et d'éliminer le porogène.

4.1.1.1.2.2.1 Granulométrie LASER

La distribution granulométrique des particules de poudre d'HAp et d'amidon a été mesurée par un granulomètre à diffraction LASER (Mastersizer 2000[®], Malvern) ($n=3$.groupe⁻¹). La poudre a été mélangée dans le collecteur rempli d'eau distillée. La taille des particules est classiquement calculée en fonction de l'angle et de l'intensité du rayonnement diffracté. Cette méthode est adaptée lorsque la taille des particules est supérieure à la longueur d'onde de la lumière, ce qui est le cas des particules d'amidon de riz (3-5 μm).

4.1.1.1.2.2.2 Analyse thermogravimétrique et thermique différentielle

La dégradation thermique du porogène et des résines de stéréolithographie a été déterminée par analyse thermogravimétrique (ATG) et thermique différentielle (ATD) sous air dans un creuset de 500 μL à l'aide d'un analyseur (LABSYS evo[®], Setaram) couplé au logiciel Data Acquisition du fabricant ($n=3$.groupe⁻¹). Le cycle thermique appliqué consistait à augmenter la température jusque 1000°C à 5°C.min⁻¹, identique aux températures appliquées pour les autres essais, puis à la diminuer jusque 20°C à 30°C.min⁻¹.

4.1.1.2 Caractérisation des barbotines et des céramiques

4.1.1.2.1 Rhéologie

La viscosité des barbotines décrites précédemment (Cf. 4.1.1.2) était déterminée par rhéométrie dynamique (rhéomètre Gemini[®], Bohlin) ($n=3$.groupe⁻¹). Un taux de cisaillement progressif de 0 à 3.10⁶ s⁻¹ a été appliqué, et la contrainte de cisaillement transmise par l'échantillon a été évaluée par visco-élastométrie en Pas.

Les barbotines ont été insérées entre les deux plateaux du rhéomètre. Le plateau inférieur a été maintenu à 20°C \pm 0,2°C sous atmosphère à l'aide d'un bain thermostaté (cône plan

tronqué 2°, 55 mm, gap 70). Dans ces conditions, il a été possible d'étudier l'évolution de la contrainte de cisaillement en fonction du gradient de vitesse. On entend par « viscosité de référence » (μ_0) la viscosité à t_0 , et par « viscosité dynamique » la viscosité mesurée avec une contrainte de cisaillement fixée lorsqu'est atteint un régime établi pour les fluides newtoniens ($n=3$ échantillons.groupe⁻¹, analyse statistique : Mann Whitney, $\alpha=0,05$) soit à 10^6 s⁻¹.

4.1.1.2.2 Dilatométrie

Le taux de retrait linéaire lié à la densification des échantillons de céramique a été déterminé par dilatométrie (DL402C®, NETZSCH). Les échantillons cylindriques ($n=3$.groupe⁻¹) ont été posés sur un porte-échantillon en alumine puis un cycle thermique a été appliqué sous air (de 40 à 1400°C, 5°C.min⁻¹ ; de 1400 à 40°C, 5°C.min⁻¹). Cette analyse a permis de déterminer la température de frittage des poudres céramiques et les taux d'expansion de résines de stéréolithographie utilisées pour la reproduction des volumes pulpaire des SC. La température de frittage des poudres a été relevée au minimum de la dérivée de la courbe de retrait de l'échantillon en fonction de la température (Fig. 19). Le taux d'expansion des résines de stéréolithographie a été déterminé à l'expansion maximale de l'échantillon avant le début du retrait.

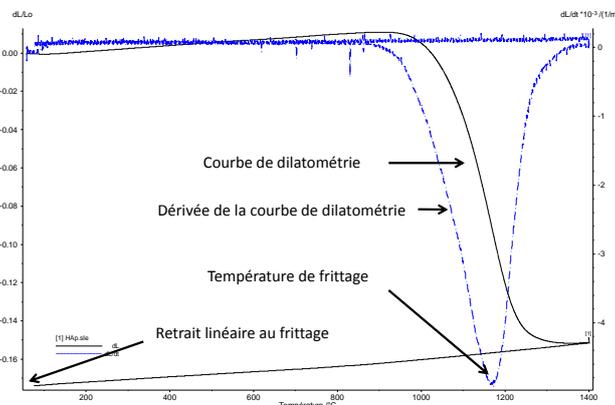


Figure 19 : calcul de la température de frittage et du retrait linéaire d'une céramique testée au laboratoire.

4.1.1.2.3 Microscopie électronique à balayage

La morphologie des échantillons a été observée par microscopie électronique à balayage (S-5000N®, Hitachi) sous vide poussé et avec une tension comprise entre 10 et 15 kV, au grossissement $\times 500$ après métallisation à l'or (Sputter coater S150B®, Edwards).

4.1.1.2.4 Pesées hydrostatiques

La densité apparente et les taux de porosité ouverte et fermée ont été mesurés par pesée hydrostatique à l'eau reposant sur le principe d'Archimède (ISO 2738). Les échantillons ($n=3$.groupe⁻¹) ont été séchés à l'étuve (80°C, 24 h) puis pesés dans l'air (M1) à l'aide d'une

balance de précision (10^{-4} g, ALT-310-4 AM[®], Kern) (Fig. 20). Les échantillons ont alors été dégazés sous vide (3 cycles de vide poussé, 20 min/cycle) et plongés dans l'eau. La rupture du vide a ensuite permis de chasser l'eau dans les porosités ouvertes. Les échantillons humides ont alors été pesés dans l'air (M2) et dans l'eau distillée (M3).

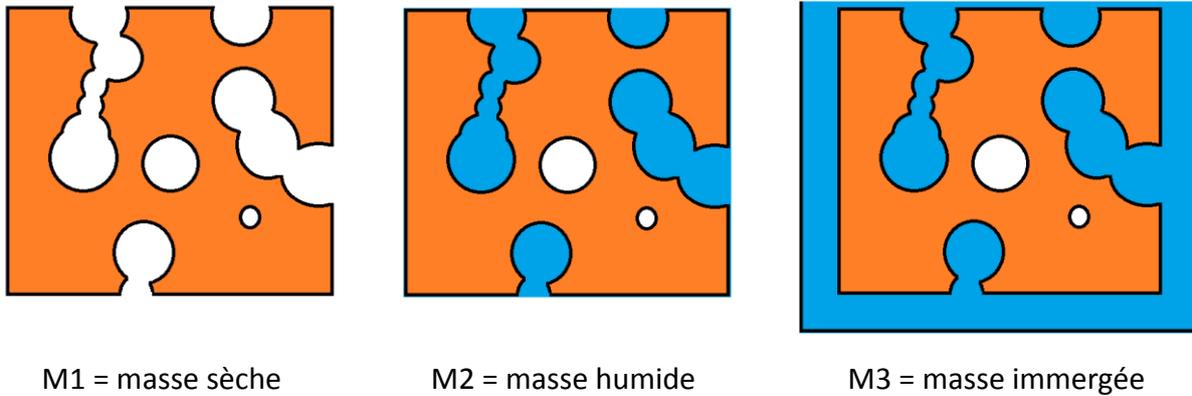


Figure 20 : pesée hydrostatique illustrant le principe d'Archimède. M1 est la masse de la matrice sèche de l'échantillon, M2 est la masse humide de la matrice après imprégnation dans l'eau, et M3 est la masse de la matrice durant l'immersion dans l'eau.

Le volume de porosité ouverte (Vp ouverte) a été calculé où d_{eau} est la densité de l'eau :

$$Vp\ ouverte = \frac{M2 - M1}{d_{eau}}$$

Le volume de porosité totale (Vp totale) a ensuite été calculé :

$$Vp\ totale = \frac{M2 - M3}{d_{eau}}$$

Le taux de porosité totale a alors pu être déterminé, où la densité théorique de l'HAp est 3,16 :

$$Porosité\ totale\ (\%) = 1 - \frac{M1/d_{HAp}}{Vp\ totale}$$

Le taux de porosité ouverte a été calculé :

$$Porosité\ ouverte\ (\%) = \frac{Vp\ ouverte}{Vp\ totale} \times 100$$

Ceci a permis d'en déduire le taux de porosité fermée :

$$Porosité\ fermée\ (\%) = porosité\ totale - porosité\ ouverte$$

4.1.1.2.5 Dureté

La dureté de surface des échantillons a été mesurée par micro-indentation Vickers (Testwell®, FM), selon la norme ISO 14705:2008. Un diamant pyramidal à base carrée présentant un angle au sommet de 136° a été indenté dans les échantillons, lentement, sans impact, durant 10 s (Force 500 g, n=10.groupe⁻¹, 3 mesures.échantillon⁻¹, analyse statistique : ANOVA, comparaison multiple de Tukey, α=0,05). Les diagonales de l'empreinte carrée ont été mesurées par microscope électronique à balayage. La microdureté Vickers a été déterminée selon la formule suivante, où F est la force appliquée et d la diagonale de l'empreinte :

$$\text{Microdureté Vickers (HV)} = 0,189 \times \frac{F}{d^2}$$

4.1.1.2.6 Résistance à la rupture en flexion 3-points

La résistance à la rupture en flexion a été mesurée par l'essai de flexion 3-points selon la norme ISO 6872:2008. Un dispositif de flexion (DY30®, Adamel Lhomargy) muni d'une cellule de 100 N a permis d'appliquer une force progressive verticale centrale à une vitesse 0,5 mm.min⁻¹ sur les échantillons parallélépipédiques (Tab. 9) (n=10.groupe⁻¹, analyse statistique : Kruskal Wallis, comparaison multiple de Dunn, α=0,05). La longueur entre les appuis était de 12 mm. La résistance à la rupture en flexion a été calculée selon la formule suivante, où L est la distance entre les supports, l et h la longueur et hauteur respectives en mm, et F la force nécessaire pour rompre les échantillons :

$$\text{Résistance à la rupture en flexion (MPa)} = \frac{3 \times F \times L}{2 \times l \times h^2}$$

4.1.1.3 Finition de la céramique composite par imprégnation résineuse

Afin d'améliorer le biomimétisme de la dentine naturelle, un composant organique a été ajouté en imprégnant la structure poreuse avec de la résine. Ce traitement a pour objectif d'approcher les propriétés mécaniques de la dentine, ce qui est important pour la sensation tactile lors de l'instrumentation endodontique de la céramique.

4.1.1.3.1 Méthodes d'imprégnation résineuse

Des céramiques poreuses (20% et 30% de porosité) ont été imprégnées par une résine époxy (Caldofix®, Struers), similaire à de la résine composant les SC blocs du marché. Après polissage, les échantillons ont été nettoyés dans l'eau distillée sous ultrasons durant 10 min puis séchés à l'étuve (80°C, 24 h), afin d'éliminer tout résidu de polissage dans la structure. Quatre groupes d'imprégnation ont été étudiés (n=3/groupe) pour optimiser l'état de remplis-

sage : imprégnation passive (IP), imprégnation par transfert sous vide (IT), imprégnation dans le bain (IB) et imprégnation dans le bain avec traitement ultrasonore (IB+Us).

Dans le groupe IP, les échantillons positionnés dans des moules ont été recouverts progressivement par la résine sous air.

Dans le groupe IT, la résine liquide a d'abord été dégazée durant 30 min. Les échantillons ont été placés dans un moule au centre d'une enceinte étanche (Epovac[®], Struers) puis dégazés sous vide dynamique obtenu par air comprimé (30 min, 0,2 atm) (Fig. 21). La résine liquide a été transférée au goutte-à-goutte dans le moule contenant les échantillons afin d'éviter une perte de pénétrabilité trop rapide. Ceci a été rendu possible par l'ouverture d'un robinet sur une canalisation allant du becher contenant la solution au moule dans l'enceinte. Le transfert a été stoppé lorsque le surnageant dans le moule était abondant pour éviter un manque de résine liquide, et le vide a été conservé durant 30 min pour favoriser la pénétration passive. Le vide a ensuite été cassé afin d'exercer une pression positive sur la résine liquide et ainsi la chasser dans les pores.



Figure 21 : imprégnation des céramiques par transfert sous vide (IT).

Dans le groupe IB, la résine liquide et les échantillons ont été positionnés simultanément dans un dessiccateur sous vide puis dégazés pendant 30 min (Fig. 22). Cette méthode a permis d'obtenir un vide plus poussé (0,08 atm) qu'avec la méthode par transfert (0,2 atm). Les échantillons ont alors été plongés dans le bain de résine liquide et le vide a été conservé durant 30 min pour favoriser la pénétration passive. Finalement, le vide a été cassé comme dans la méthode par transfert.

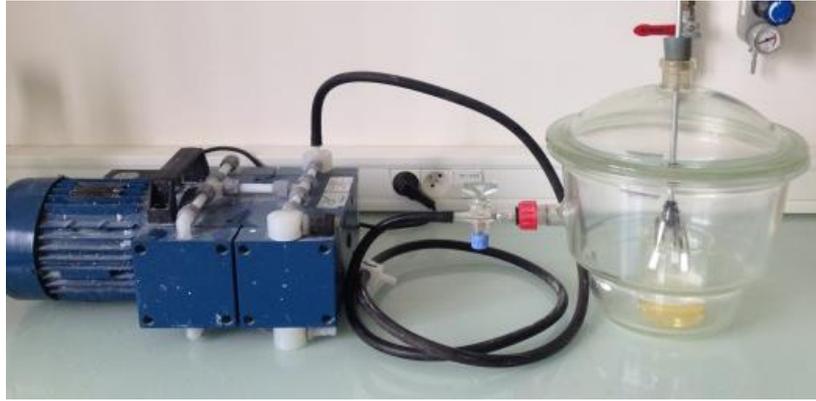


Figure 22 : imprégnation des céramiques par la méthode d'imprégnation dans le bain (IB).

Dans le groupe IB+Us, le becher contenant les échantillons imprégnés a été positionné secondairement dans un bac à ultrasons (S30[®], Elmasonic) durant 30 min.

Les volumes canaux des SC ont ensuite été vidés de la résine liquide par aspiration à partir du foramen apical (0,2 atm, 15 s). Finalement, tous les échantillons imprégnés ont été placés à l'étuve pour polymériser la résine (75°C, 2 h).

4.1.1.3.2 Mesure du taux d'imprégnation

L'imprégnation des céramiques a été quantifiée par une méthode d'analyse d'image. Les échantillons ont été découpés par un disque diamanté (épaisseur 400 µm) monté sur une tronçonneuse (Setocom[®]-15, Stuers) tournant à 4000 rpm. Après nettoyage par ultrasons (30 min) et rinçage à l'eau distillée, un séchage à l'étuve (80°C, 24 h) a été réalisé. Puis les échantillons ont été plongés dans une solution fraîche de bleu de méthylène à 2% durant 24 h, rincés et séchés. Les coupes colorées (n=3/échantillon/groupe) ont été scannées à 4000 dpi par un scanner haute définition (Perfection 4990 Photo[®], Epson). Les images ont été chargées dans un logiciel (Perfect-Image[®] V7.3) puis les contours des surfaces colorées et non colorées ont été tracés pour mesurer les surfaces (Fig. 23). Le taux d'imprégnation dans les céramiques a été calculé selon la formule suivante, où les surfaces sont exprimées en pixels² (analyse statistique : Kruskal Wallis, comparaison multiple de Dunn, $\alpha=0,05$) :

$$\text{Imprégnation (\%)} = \frac{\text{Surface non colorée}}{\text{Surface totale}} \times 100$$

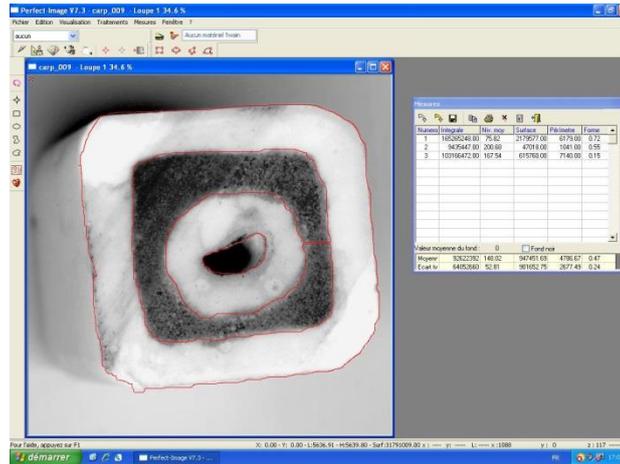


Figure 23 : quantification de l'imprégnation résineuse d'une céramique poreuse par le rapport des surfaces blanches sur la surface totale de céramique (logiciel Perfect-Image®).

4.1.2 Résultats

4.1.2.1 Caractérisation des poudres d'HAp

Dans la présente expérimentation, 16 kg de poudre d'HAp ont été synthétisés par précipitation aqueuse. L'analyse par diffraction de rayons X montre les pics caractéristiques de l'HAp bien délimitées, étroites, fines et intenses, en particulier le pic 100% HAp ($2\theta = 31,74^\circ$) (Fig. 24).

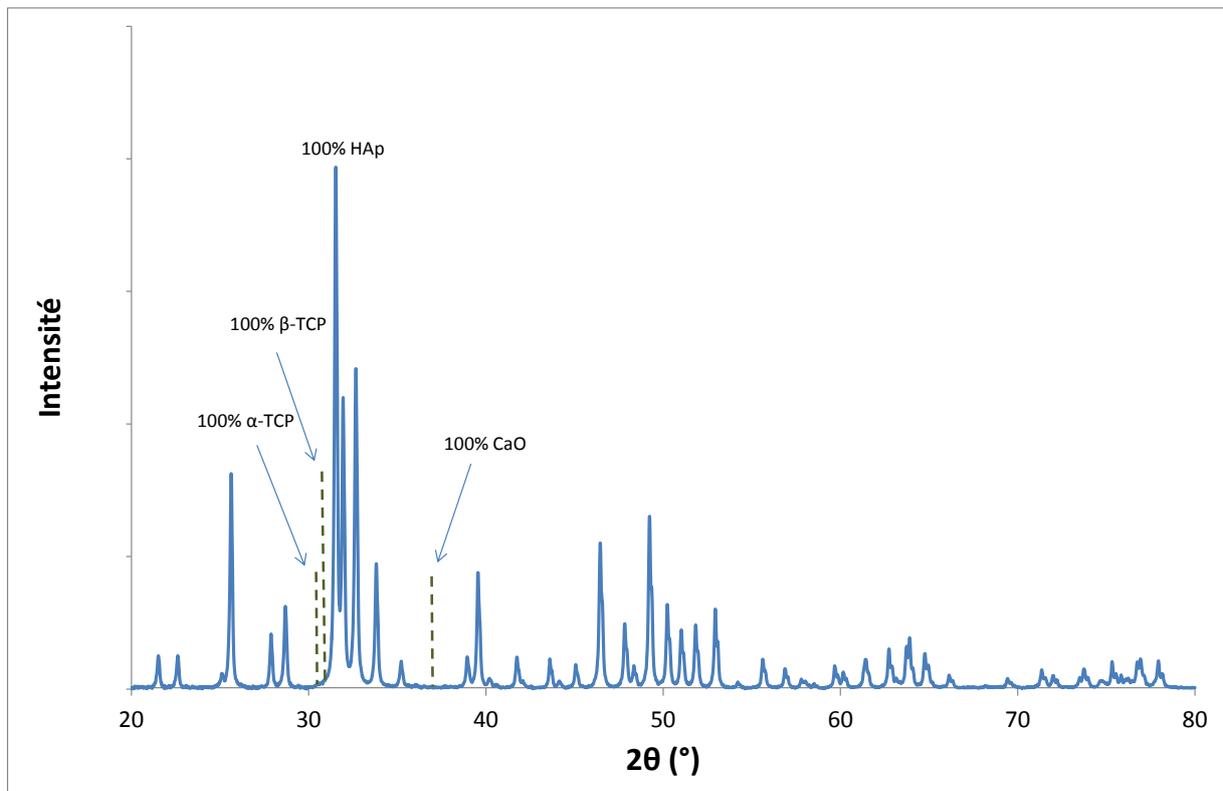


Figure 24 : diffractogramme de rayons X de la poudre d'HAp. Les pics caractéristiques de l' α -TCP, β -TCP et CaO (indiqués par les lignes pointillées) sont absents.

Afin de conclure sur la stœchiométrie de la poudre, l'absence de TCP et de CaO a été évaluée par les méthodes de quantification par diffraction de rayons X de Raynaud (95). Les pics caractéristiques du TCP et CaO sont absents de la poudre d'HAp, en particulier le pic 100% α -TCP ($2\theta = 30,71^\circ$), le pic 100% β -TCP ($2\theta = 31,02^\circ$) et le pic 100% CaO ($2\theta = 37,40^\circ$), donc leur présence dans l'HAp n'est pas quantifiable avec une précision de 2% pour le TCP et 10% pour le CaO. Le ratio Ca/P calculé était donc de 1,6667, indiquant la présence d'HAp stœchiométrique de grande pureté.

Par ailleurs, la faible sensibilité de cette méthode pour la quantification d'une éventuelle phase de CaO a été contrebalancée par un test à la phénolphtaléine qui indique l'absence d'un pH basique et permet de confirmer l'absence de CaO dans la poudre. La poudre d'HAp synthétisée peut donc être considérée comme stœchiométrique, monophasée et hautement cristallisée.

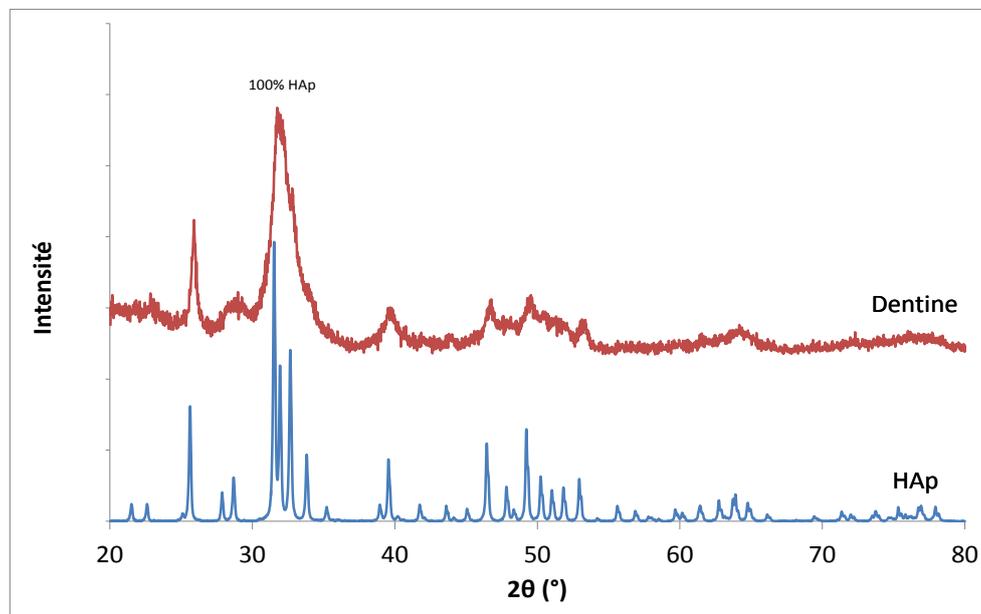


Figure 25 : diffractogramme de rayons X de la dentine humaine et de l'HAp de synthèse.

La comparaison du diffractogramme de rayons X de la dentine naturelle humaine avec celui de l'HAp permet de mettre en évidence la correspondance des pics caractéristiques de l'HAp dans la dentine avec une plus faible cristallisation (Fig. 25). Ceci peut s'expliquer par la présence d'HAp dans la dentine, associée à une matrice organique de collagène de type I, largement décrite dans la littérature (10,13).

Un ratio surface/poids important de la poudre d'HAp provoque généralement une augmentation de la réactivité. Conformément aux résultats escomptés (87), la calcination des poudres a permis de réduire significativement ($p < 0,05$) la surface spécifique (Tab. 9). La réactivité de la poudre calcinée était donc diminuée et sa mise en suspension dans une barbotine sera facilitée en comparaison avec la poudre brute.

Tableau 9 : mesures de la surface spécifique des poudres d'HAp.

	Surface spécifique (m ² .g ⁻¹)
HAp brute	53,4 ± 1,6
HAp calcinée 950°C, 3 h	12,2 ± 0,4

Figure 26 (analyse granulométrique de la poudre calcinée d'HAp) montre une population bimodale des grains $1,7 \pm 0,3 \mu\text{m}$ et $0,2 \pm 0,07 \mu\text{m}$, ce qui correspond aux résultats attendus.

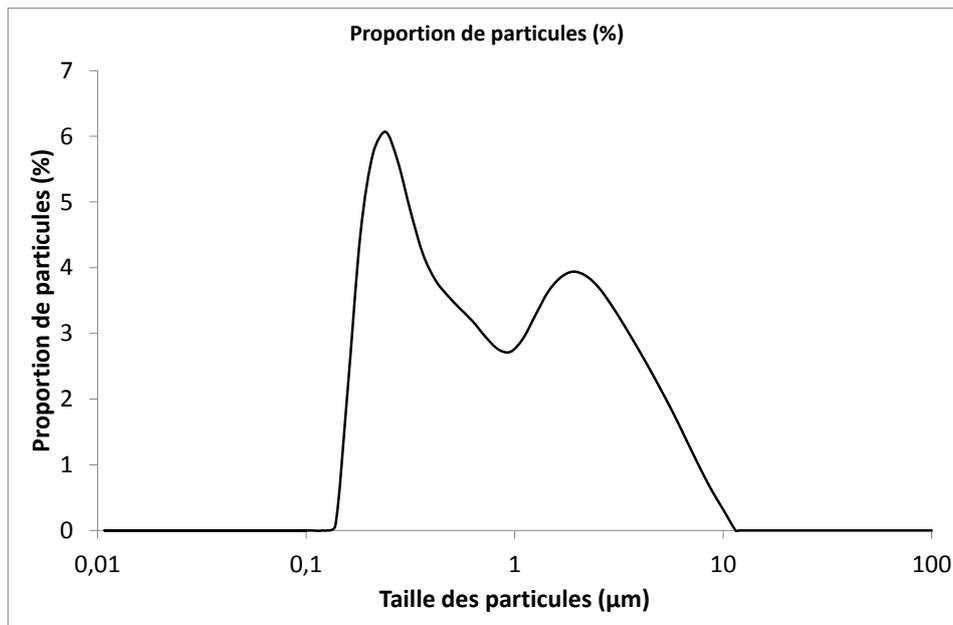


Figure 26 : distribution de la taille des particules de la poudre d'HAp synthétisée (calcinée à 950°C et broyée durant 24 h à 100 rpm).

En conclusion, les synthèses réalisées dans ce travail ont permis d'obtenir des poudres d'HAp stœchiométriques de hautes pureté et cristallinité. Ces poudres ont été calcinées pour faciliter la mise en barbotine par réduction de leur surface spécifique.

4.1.2.2 Elaboration de la céramique microporeuse

4.1.2.2.1 Céramique d'HAp microporeuse sans porogène

Les céramiques ont pu être mises en forme classiquement par coulage de barbotines en moule de plâtre. La température de frittage de l'HAp était supérieure à 1200°C, quel que soit le taux de matière sèche utilisé (Fig. 34).

Lorsque la température de frittage était inférieure à 1200°C, le taux de densification de l'HAp a augmenté avec le taux de matière sèche. Il a ainsi été possible d'obtenir des structures microporeuses en diminuant la température de frittage (Fig. 27). On peut en déduire des courbes d'étalonnage qui permettent de relier la température de frittage des pièces crues à la porosité finale du matériau. Celle-ci doit idéalement approcher la porosité ouverte de la dentine naturelle ($18,8 \pm 1,2\%$).

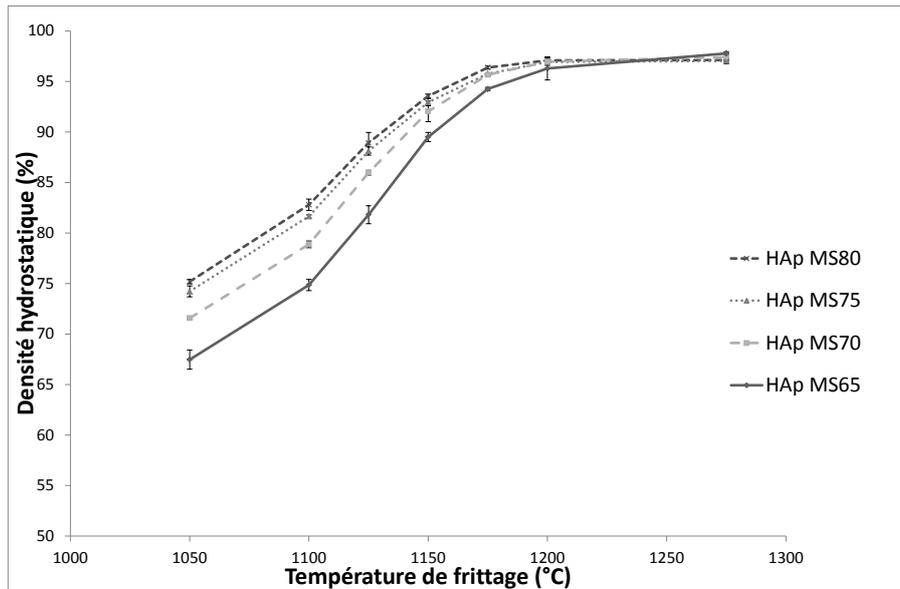


Figure 27 : densité hydrostatique d'HAp à différents taux de matière sèche (MS65, MS70, MS75 MS80) en fonction de la température de frittage.

L'accroissement du taux de matière sèche à faible température était lié à une augmentation de la densité hydrostatique ($p < 0,05$). Cette différence n'était plus observable au-delà de 75% de taux de matière sèche. Par ailleurs, les barbotines à 80% de taux de matière sèche étaient trop visqueuses et plus difficilement manipulables. Le taux de matière sèche optimal a donc été défini à 75% pour obtenir le meilleur compromis propriétés mécaniques/manipulabilité.

Pour étudier la microdureté du matériau en fonction de la température de frittage, une courbe d'étalonnage a été établie (Fig. 28). Cette courbe permet de prédire la microdureté désirée pour une température de frittage donnée.

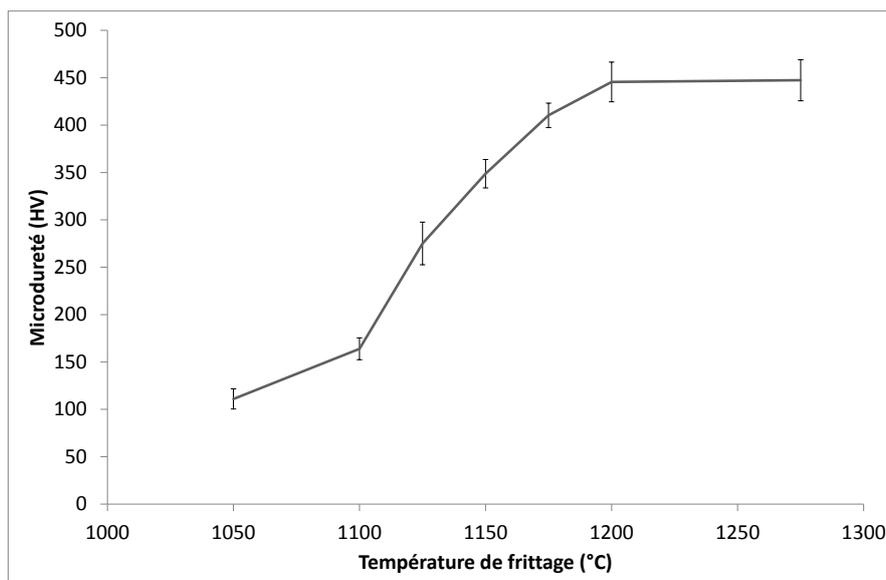


Figure 28 : évolution de la microdureté de la céramique HAp (75% de taux de matière sèche) en fonction de la température de frittage.

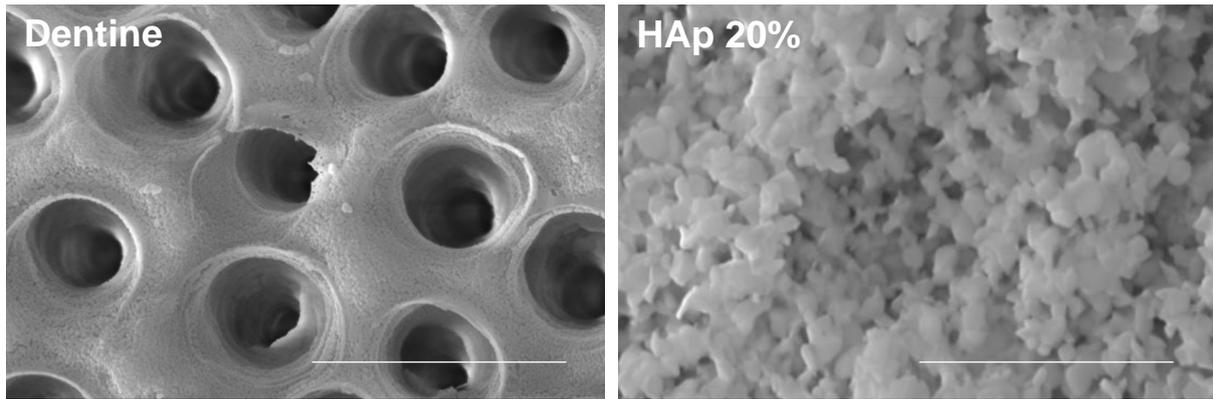


Figure 29 : image MEB ($\times 6000$, barres = $10\ \mu\text{m}$) de dentine humaine (porosité 20%) et d'HAp synthétisée (porosité 20%, taux de matière sèche 75%) et frittée à 1100°C .

Cependant, les observations MEB (Fig. 29) ont montré que la structure hétérogène et aléatoire de la répartition des pores obtenus par cette méthode est éloignée de celle de la dentine naturelle. De plus, la microdureté de l'HAp poreuse diminue lorsqu'elle est partiellement frittée (Fig. 35). Pour améliorer la structure et totalement densifier l'HAp autour des pores, une autre voie de production des pores a été développée par l'ajout d'un agent porogène.

4.1.2.2.2 Céramique d'HAp microporeuse avec porogène

L'amidon de riz en cristaux a été utilisé comme agent porogène en raison de ses faibles dimensions, son faible coût et sa bonne dispersion dans l'eau (Tab. 7). Il est décrit dans la littérature comme brûlant facilement à des températures inférieures à 500°C (120,137).

4.1.2.2.2.1 Traitement pour améliorer la dispersion du porogène

La dilution simple dans l'eau n'a pas suffi à dissocier les cristaux, alors que la dissociation était meilleure par broyage mécanique pendant 1 h (Fig. 30). Le broyage planétaire, plus puissant que le tourne-jarre, a permis d'obtenir la meilleure dispersion.

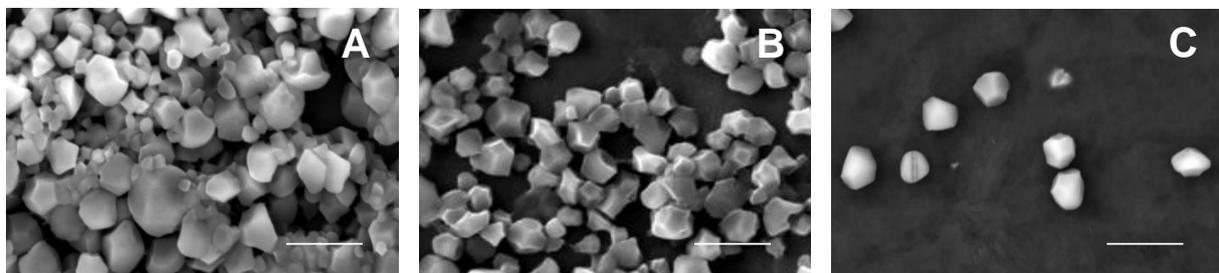


Figure 30 : image MEB ($\times 2000$, barres = $10\ \mu\text{m}$) illustrant la dispersion des cristaux d'amidon en fonction des traitements appliqués : dilution dans l'eau (A) ; broyage tourne-jarre (B) ; broyage planétaire (C).

Ces résultats sont également confirmés par l'analyse granulométrique (Fig. 31). En effet, la dissociation des particules d'amidon a montré une population bimodale pour l'ensemble

des traitements appliqués avec la taille la plus faible et la répartition la plus homogène pour un « broyage planétaire » ($1,12 \pm 0,03 \mu\text{m}$; $7,09 \pm 0,08 \mu\text{m}$). Le broyage par tourne-jarre a permis d'obtenir 2 populations de particules moins bien dissociées ($1,20 \pm 0,07 \mu\text{m}$; $8,49 \pm 0,14 \mu\text{m}$), alors que la capacité de dispersion était la plus faible pour la dilution simple dans l'eau ($1,26 \pm 0,02 \mu\text{m}$; $10,02 \pm 0,04 \mu\text{m}$).

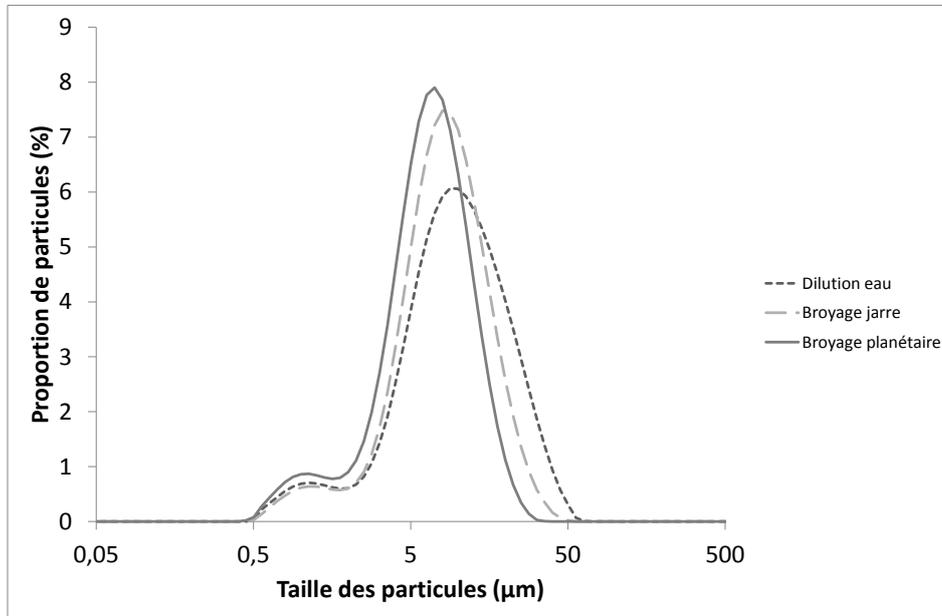


Figure 31 : taille des particules d'amidon de riz par granulométrie LASER en fonction des traitements de dispersion appliqués : dilution dans l'eau ; broyage tourne-jarre ; broyage planétaire ($p < 0,05$).

Afin d'obtenir une taille de pores dans l'HAp proche de celle de la dentine humaine ($0,8-3,5 \mu\text{m}$), le traitement des cristaux d'amidon de riz par « broyage planétaire » a été adopté pour la suite du travail.

4.1.2.2.2 Création d'une structure microporeuse par un porogène

L'ajout d'amidon dans les barbotines a permis de créer la porosité après son élimination par traitement thermique. Les structures présentent des parois totalement densifiées. Une courbe d'étalonnage (Fig. 32) permettant de relier la quantité d'amidon introduit dans la barbotine à la porosité finale du matériau a été établie. Le taux de porosité était quasiment proportionnel ($R^2 = 0,99$) à la quantité d'amidon utilisée et les faibles écarts-types indiquent la bonne reproductibilité du processus. Une porosité proche de celle de la dentine naturelle humaine ($18,8 \pm 1,2\%$ mesurée) a ainsi été obtenue, en utilisant une concentration massique d'amidon de riz de 10% pour la suite du travail.

La morphologie de la structure était plus organisée, plus proche de celle de la dentine naturelle et la trame d'HAp était mieux densifiée en créant la microporosité avec un porogène qu'en faisant varier la température de frittage (Fig. 33). Cependant, nous avons pu

observer une différence majeure dans les morphologies de l'HAp rendue poreuse par porogène et la dentine naturelle. En effet, la dentine était caractérisée par une distribution homogène de pores cylindriques (diamètre : 0,8 – 3,5 μm), alors que l'HAp avait des pores plus hétérogènes et non tubulaires (diamètre : 0,8 – 5 μm).

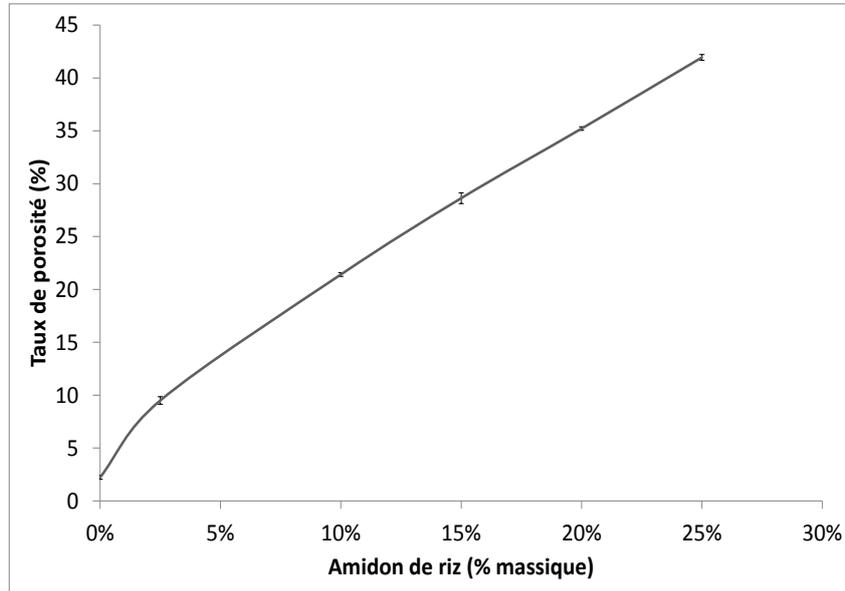


Figure 32 : évolution du taux de porosité d'HAp en fonction de la concentration massique d'amidon de riz.

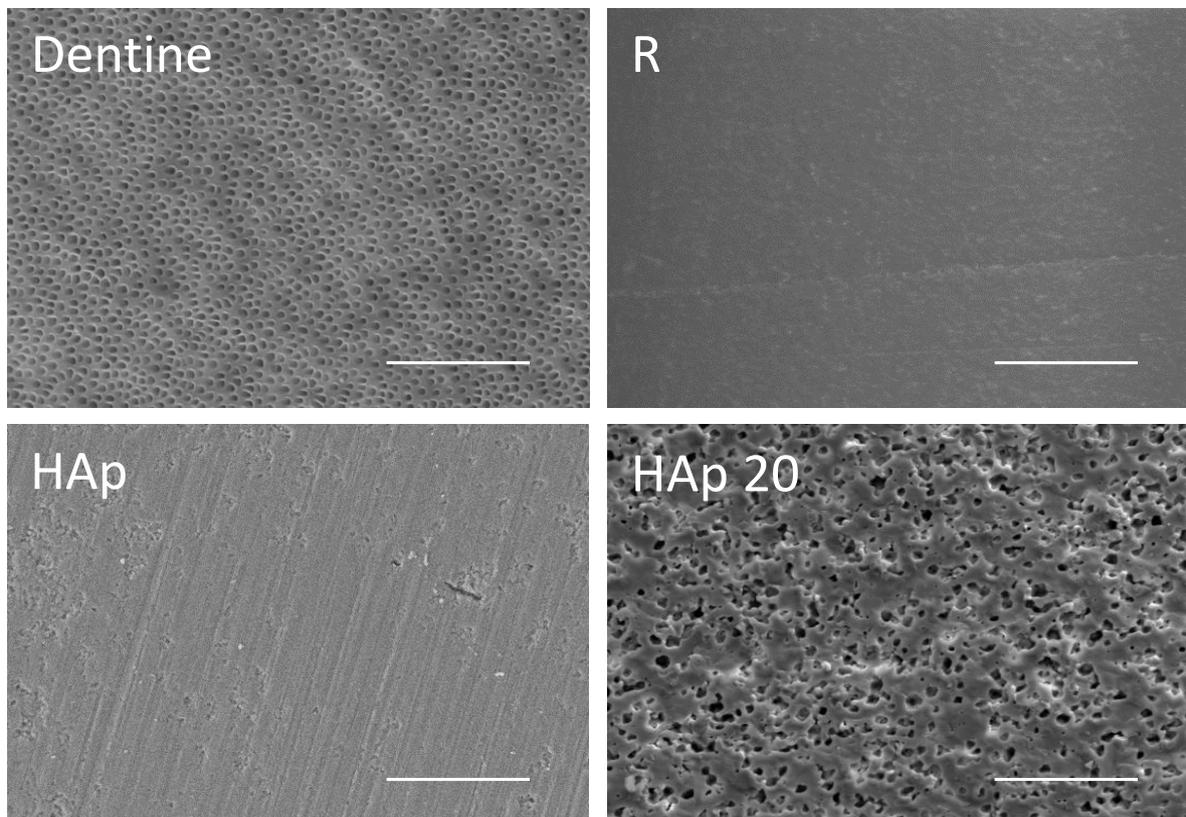


Figure 33 : microstructure de dentine humaine, SC résineux commercial (R) et HAp de synthèse frittées à 1275°C : dense (HAp) et 20% poreuse (HAp 20), observée par MEB ($\times 500$, barres = 50 μm).

4.1.2.2.3 Influence du prorogène sur la rhéologie des barbotines

De manière générale, plus le taux de matière sèche des barbotines contenant de l'amidon augmente, plus la viscosité de la barbotine est élevée (Fig. 34). Les barbotines à 65% et 70% de matière sèche ont montré un comportement newtonien, c'est-à-dire que la loi contrainte – vitesse de déformation est linéaire. C'est seulement pour un taux de matière sèche supérieur à 75% que le comportement rhéoépaississant caractéristique de l'amidon a pu être observé (116,120), c'est-à-dire que la viscosité augmente sous l'effet d'une contrainte (Tab. 10). Cependant, les barbotines ($\leq 75\%$ de matière sèche) restaient manipulables pour la mise en forme par coulage, alors que les barbotines à 80% de matière sèche n'ont pas pu être manipulées en raison de leur viscosité trop importante.

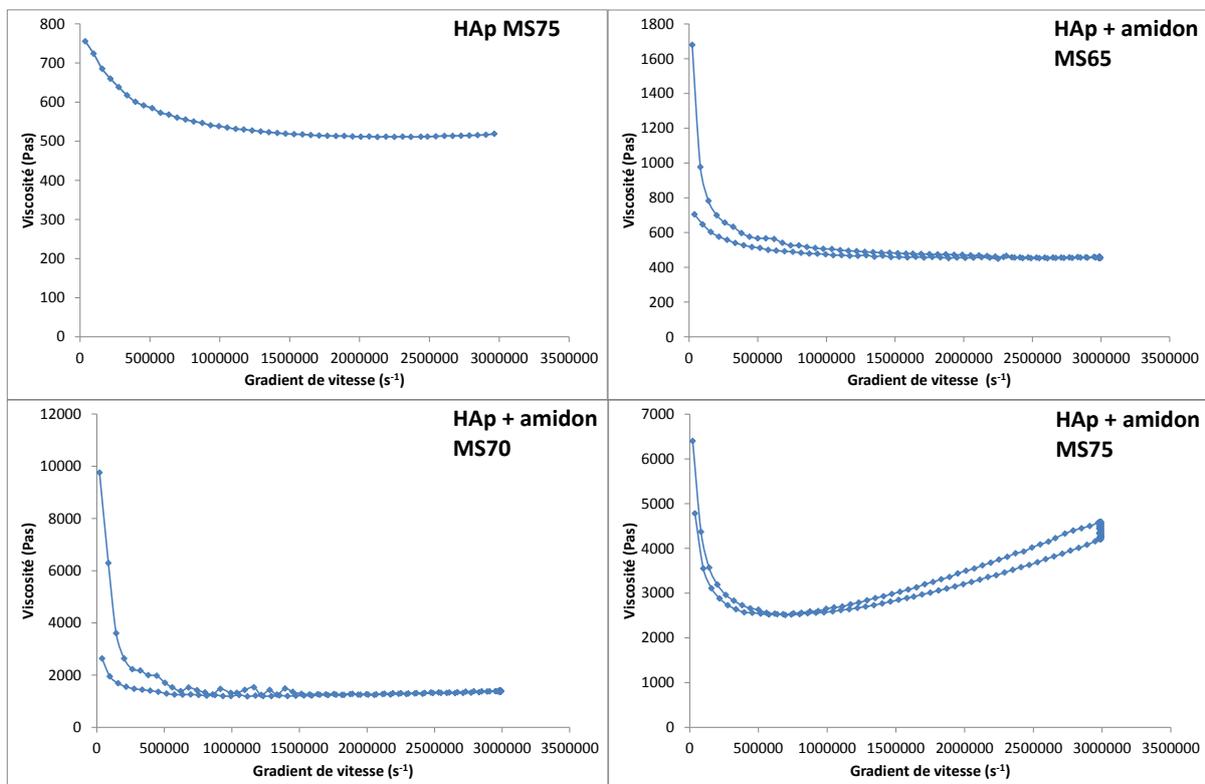


Figure 34 : évolution de la viscosité de barbotines d'HAp MS75 et d'HAp + amidon (10% massique) à 65, 70 et 75 en taux de matière sèche en fonction de la vitesse.

Tableau 10 : viscosité de référence (μ_0) et dynamique (à 10^6 s^{-1}) de barbotines d'HAp MS75, et d'HAp + amidon (10% du poids de matière sèche) avec différents taux de matière sèche (65, 70, 75 et 80%).

Barbotine	Viscosité de référence (μ_0 , MPas)	Viscosité dynamique (MPas)
HAp MS75	$0,74 \pm 0,12$	$0,52 \pm 0,37$
HAp + amidon MS65%	$1,6 \pm 0,08$	$0,65 \pm 0,2$
HAp + amidon MS70%	$9,7 \pm 1,4$	$1,3 \pm 0,45$
HAp + amidon MS75%	$68,4 \pm 13,6$	$12,03 \pm 6,8$
HAp + amidon MS80%	non manipulable	non manipulable

Les barbotines doivent conserver un haut taux de matière sèche pour améliorer la densité finale et les propriétés mécaniques de la céramique après le frittage. Le risque d'apparition de défauts, de déformations et de fissures peut ainsi être largement limité. Les barbotines à 75% de matière sèche forment donc un bon compromis en ce qu'elles restent aisément manipulables, tout en ayant un taux de matière sèche le plus élevé possible. Elles permettent de créer un taux de porosité désiré en accord avec le cahier des charges.

4.1.2.2.4 Influence du porogène sur la composition de l'HAp après frittage

L'analyse diffraction de rayons X n'a pas montré de différences entre l'HAp calcinée à 1000°C et l'HAp frittée à 1275°C. Les pics caractéristiques de l'HAp étaient intenses (Fig. 35). Par contre, l'incorporation d'amidon dans les barbotines a montré des pics caractéristiques de l' α -TCP, et plus particulièrement le pic $2\theta = 30,71^\circ$ (représente 100% α -TCP) dont l'intensité augmente avec la concentration massique d'amidon. Par ailleurs, ces pics ne correspondent pas à ceux observés sur le diffractogramme de l'amidon seul. L'amidon provoque donc l'apparition d'une phase d' α -TCP dans l'HAp après le frittage, qui croît avec la quantité d'amidon incorporée dans les barbotines.

L'amidon peut être utilisé comme agent porogène en raison de ses nombreuses qualités et également pour son faible coût (Tab. 11). La fabrication d'un SC nécessite 8 g d'HAp (30 euros/kg) et 2 g de porogène (amidon 0,01 euros/g et PMMA 200 euros/g). Ainsi, le coût d'un SC (incluant les coûts de production) en utilisant le PMMA est de 405,32 euros alors qu'il n'est que de 5,35 euros en utilisant l'amidon. Le coût très élevé du PMMA n'est pas compatible avec une utilisation pédagogique massive. Cependant, l'apparition de la phase d' α -TCP obtenue en faible quantité liée à l'utilisation d'amidon n'est pas contraignante pour notre objectif de créer un modèle endodontique à usage pédagogique.

Tableau 11 : estimation du coût (euros) de fabrication d'un SC en fonction des matériaux utilisés.
Calcul réalisé sur une base de fabrication simultanée d'un groupe de 30 simulateurs ; four d'une valeur de 10000 euros utilisé pendant 10 ans ; HAp = 350 euros/kg ; PMMA = 200 euros/g ; amidon de riz = 0,016 euros/g ; utilisation de 8 g d'HAp et 2 g de porogène par simulateur ; 2 heures de main d'œuvre (20 euros/heure).

	Porogène PMMA	Porogène amidon
HAp	2,8	2,8
Porogène	400	0,032
Dispersant	Négligeable	Négligeable
Liant	Négligeable	Négligeable
Volume pulpaire	1	1
Coûts de production		
Electricité et eau	0,1	0,1
Usure des fours	0,09	0,09
Main d'œuvre	1,33	1,33
Total (euros)	405,32	5,35

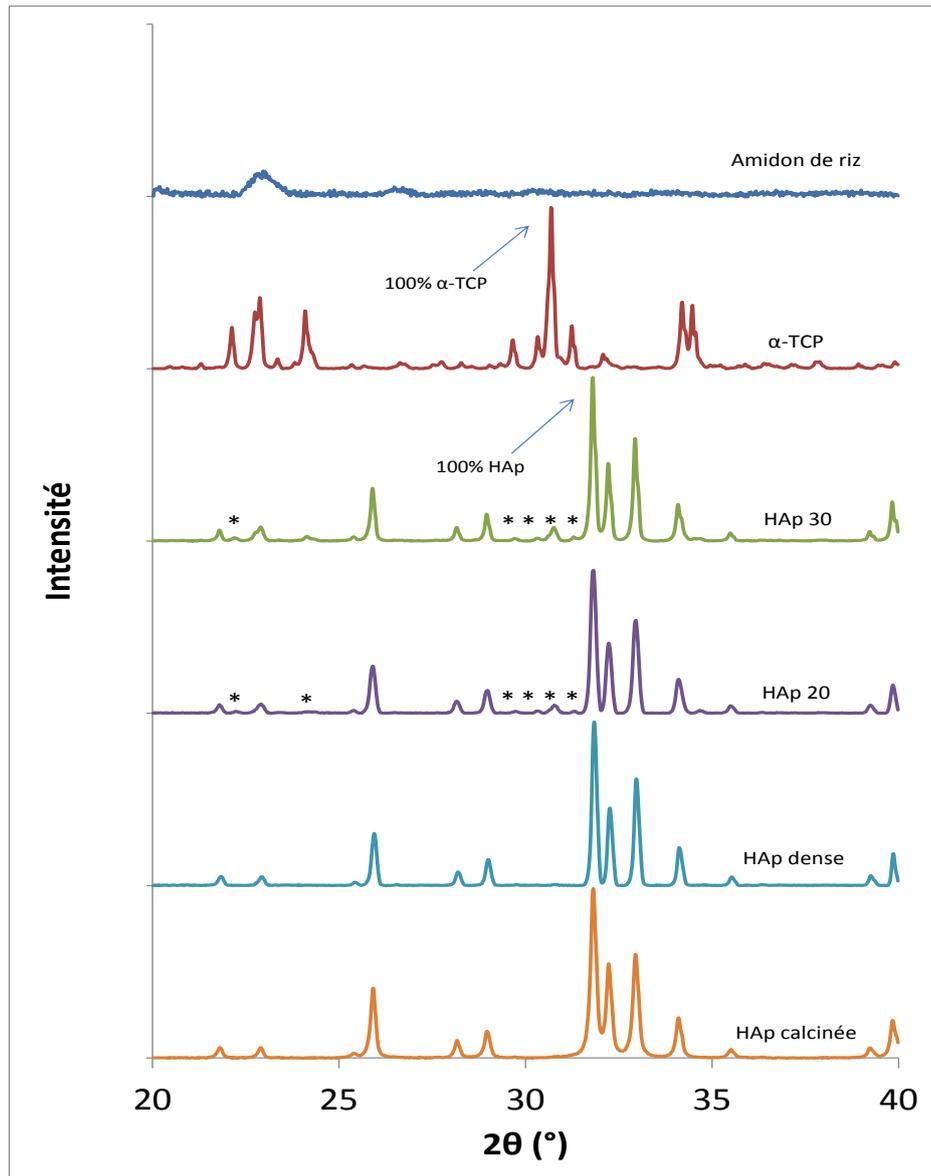


Figure 35 : diffractogrammes de rayons X d'HAp (poudre) calcinée à 1000°C, HAp frittée à 1275°C : HAp, HAp poreuse 20% (HAp 20) et 30% (HAp 30) par ajout d'amidon ; α-TCP pur et d'amidon pur. * signifie pic de diffraction caractéristique de l'α-TCP.

4.1.2.2.3 Comportement thermique de l'HAp et de l'amidon

Dans la partie précédente de ce travail, les céramiques ont été frittées par un traitement thermique de routine du laboratoire. Cependant, afin d'améliorer les propriétés de la céramique, la modification de la composition des barbotines (ajout de porogène, optimisation du taux de matière sèche) et l'utilisation d'un polymère comme matrice 3D du volume pulpaire pour créer un moule de système canalaire ont nécessité d'optimiser le traitement thermique selon nos conditions expérimentales.

4.1.2.2.3.1 Analyses thermogravimétrique et thermique différentielle

Les analyses thermogravimétrique et thermique différentielle de l'amidon ont montré une perte au feu de 99,7 %, et donc la présence de seulement 0,3% massique de résidus après combustion (Fig. 36-A). Les pics exothermiques surviennent principalement à 290°C et 470°C. Au-delà, la combustion n'a plus lieu. Ces mêmes pics exothermiques ont été retrouvés pour l'HAp 20 (Fig. 36-B) et l'HAp 30 (Fig. 36-C), indiquant que la présence d'HAp n'a pas d'influence sur la combustion de l'amidon. De plus, la perte au feu des HAp 20 et 30 était respectivement de 9,96% et 14,87%, ce qui correspond exactement au pourcentage massique d'amidon incorporé dans les barbotines respectives.

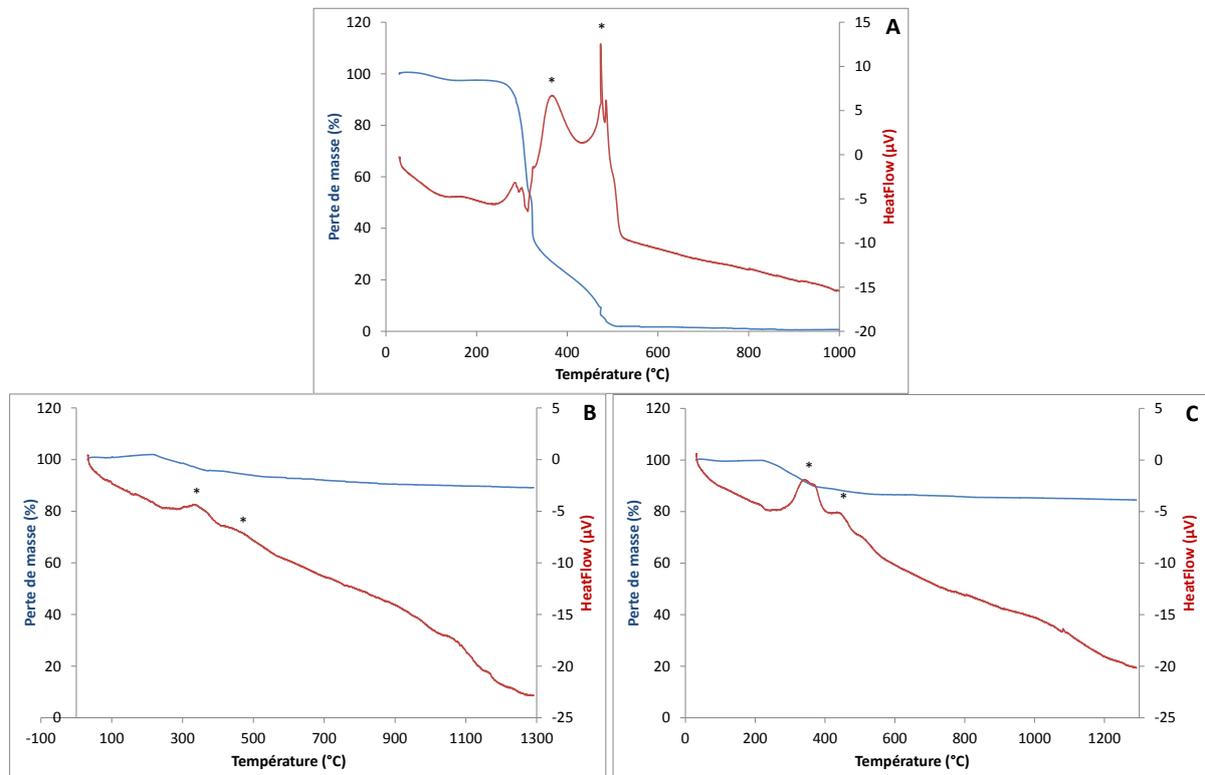


Figure 36 : analyses thermogravimétrique (en bleu) et thermique différentielle (en rouge) de l'amidon (A), HAp poreuse 20% (B) et 30% (C) (* : pic exothermique).

Ces résultats indiquent que pour favoriser la combustion complète de l'amidon dans l'HAp, le traitement thermique de la céramique doit contenir un palier au-delà du dernier pic exothermique à 470°C. Ce palier de déliantage à 500°C a donc été choisi.

4.1.2.2.3.2 Analyse dilatométrique

4.1.2.2.3.2.1 Influence du taux de matière sèche

L'analyse des courbes de dilatométrie de l'HAp (Fig. 37) a montré un retrait linéaire de 17,5% à la température de frittage pour l'HAp MS75 (Tab. 12). Il a également montré que le retrait linéaire croît avec le taux de matière sèche.

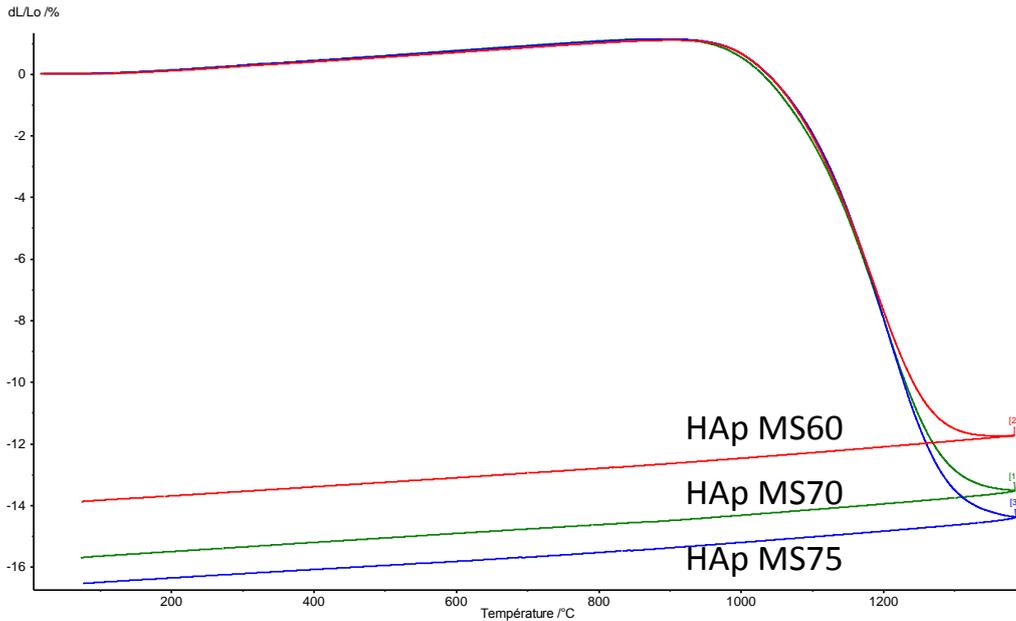


Figure 37 : courbes de retrait (dilatométrie) d'HAp avec différents taux de matière sèche (60% ; 70% ; 75%) en fonction de la température de frittage. (Trois essais par groupe ont été réalisés, un seul essai est exposé pour des raisons de clarté)

Par ailleurs, comme montré dans le tableau 14, l'analyse des dérivées des courbes de dilatométrie (Cf. 4.1.2.2) a permis de déterminer les températures de frittage qui sont supérieures à 1200°C, et augmentent lorsque le taux de matière sèche diminue ($p < 0,05$). La connaissance de ces paramètres permettra par la suite d'adapter le traitement thermique et la dimension des SC à élaborer.

Tableau 12 : température de frittage et retrait linéaire de céramiques crues d'HAp à différents taux de matière sèche selon l'analyse des dérivées des courbes de dilatométrie.

Taux de matière sèche (%)	Température de frittage (°C)	Retrait linéaire au frittage (%)
MS 60	1222 ± 1,2	13,8 ± 0,8
MS 70	1213 ± 0,8	15,7 ± 0,6
MS 75	1204 ± 3,7	17,5 ± 0,3

4.1.2.2.3.2.2 Influence de la concentration d'amidon

L'augmentation de la concentration massique d'amidon dans la matière sèche a provoqué une augmentation du retrait linéaire de 17,4 ± 0,6% (HAp 20) à 21,2 ± 0,9% (HAp 30), après le traitement thermique (Fig. 38).

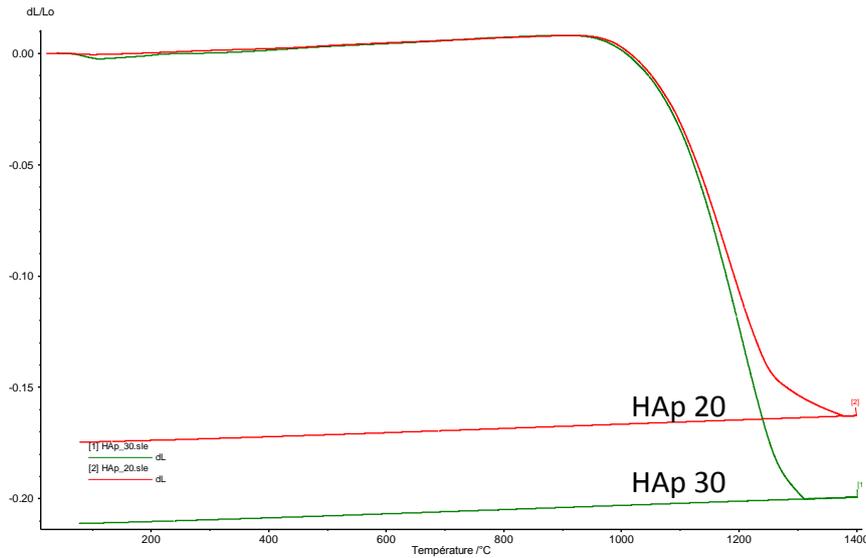


Figure 38 : courbes de retrait (dilatométrie) d'HAp à 75% de taux de matière sèche avec différents taux de porosité (20% et 30%) en fonction de la température de frittage. (Trois essais par groupe ont été réalisés, un seul essai est exposé ici pour des raisons de clarté)

4.1.2.2.3.2.3 Optimisation du programme de traitement thermique

Un traitement thermique adapté à notre matériau a été élaboré en se basant sur les traitements de routine du laboratoire LMCPA (Fig. 39). La combustion de l'amidon était terminée à 470°C (Fig. 43). Une montée lente en température ($150^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$) jusqu'à 500°C permet donc d'éliminer l'eau et l'amidon sans altérer l'HAp. Un palier de 3 h à 500°C favorise l'élimination complète de l'amidon. La montée en température est alors accélérée ($300^{\circ}\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$) pour atteindre la température de frittage suffisante (1225°C) pour toutes les céramiques étudiées (Tab. 12). Un palier à cette température durant 3 h permet la densification des parois de la céramique autour des pores, puis la température est diminuée lentement pour prévenir les chocs thermiques et réduire le risque d'apparition de fissures.

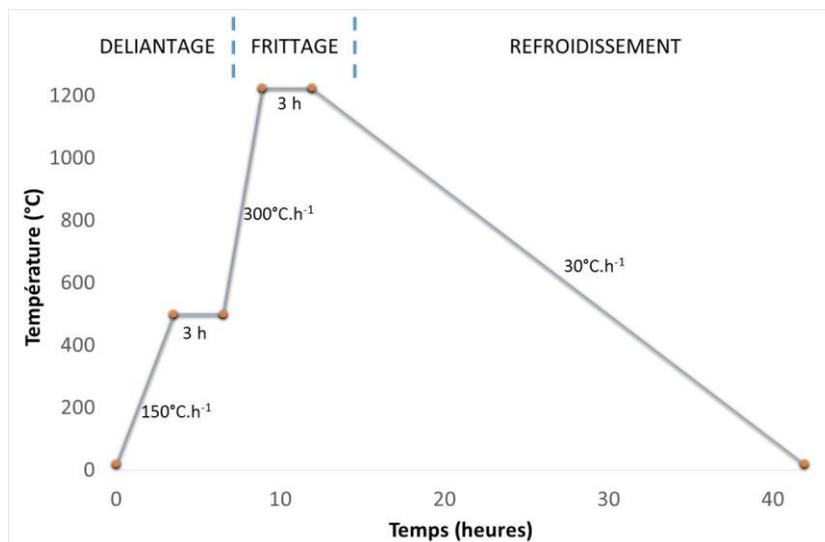


Figure 39 : traitement thermique optimisé appliqué aux céramiques poreuses.

4.1.2.3 Incorporation de résine dans la céramique par imprégnation

4.1.2.3.1 Taux d'imprégnation

L'objectif d'imiter la présence d'une matrice organique dans la dentine naturelle nécessite l'incorporation d'une phase organique dans la phase minérale. Ce matériau composite a donc été développé par imprégnation d'une résine époxy dans l'HAp poreuse. Eventuellement, les propriétés mécaniques (telles dureté, ténacité) du matériau peuvent être améliorées par l'incorporation d'une phase résineuse. Ceci permettrait d'approcher la sensation tactile de la dentine naturelle lors de l'instrumentation du SC.

Les essais préliminaires menés sur des disques d'HAp ont montré visuellement que la résine a plus facilement pénétré dans les échantillons d'HAp 30 que ceux d'HAp par la méthode passive (IP) (Fig. 40). Ceci a été confirmé par l'évaluation semi-quantitative (Fig. 41) à l'aide de colorant : le taux d'imprégnation de la résine dans la céramique HAp 20 ($14,7 \pm 4,4\%$) était plus faible ($p < 0,05$) que celle dans l'HAp 30 ($48,1 \pm 0,8\%$). Les céramiques HAp 30 ont donc été sélectionnées pour élaborer les SC en céramique composite. Des céramiques à 40% de porosité n'ont pas été développées dans ce travail afin de conserver des propriétés mécaniques suffisantes et le mimétisme de la dentine.

Les résines époxy sont habituellement fluidifiées par chauffage ou dissolution dans un solvant comme l'acétone. La méthode de chauffage diminue le temps de travail de la résine et l'utilisation de solvants diminue les propriétés mécaniques du matériau liées à la polymérisation partielle (138). C'est pourquoi des moyens physiques par jeu de pression et vibrations ultrasonores ont été sélectionnés.

En faisant varier les méthodes d'imprégnation de résine, les taux d'imprégnation dans l'HAp 30 étaient améliorés ($p < 0,05$) par la méthode d'« IB+Us » ($96,2 \pm 1,2\%$) comparé à ceux obtenus par la méthode d'« IB » ($90,9 \pm 0,5\%$), et d'« IT » ($71,1 \pm 0,05\%$). Par conséquent, la méthode d'« IB+Us » a été sélectionnée pour la fabrication des SC céramique résineux, afin de favoriser la pénétration de la résine dans la structure minérale.

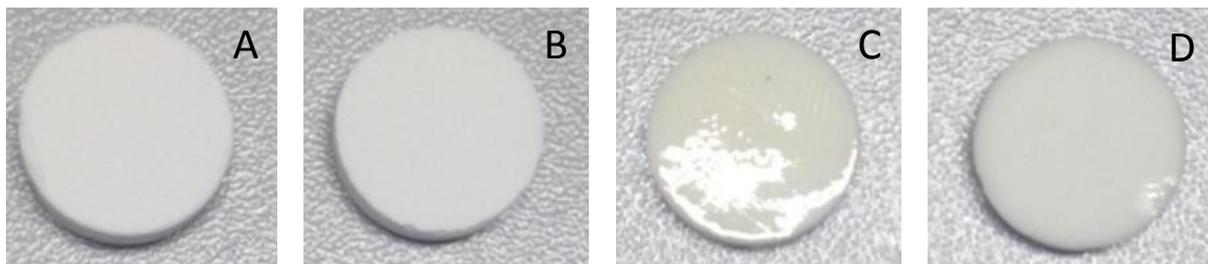


Figure 40 : aspect macroscopique d'HAp poreuse (20% : A et C ; 30% : B et D) frittés, non imprégnés (A et B) et imprégnés de résine par la méthode passive (C et D).

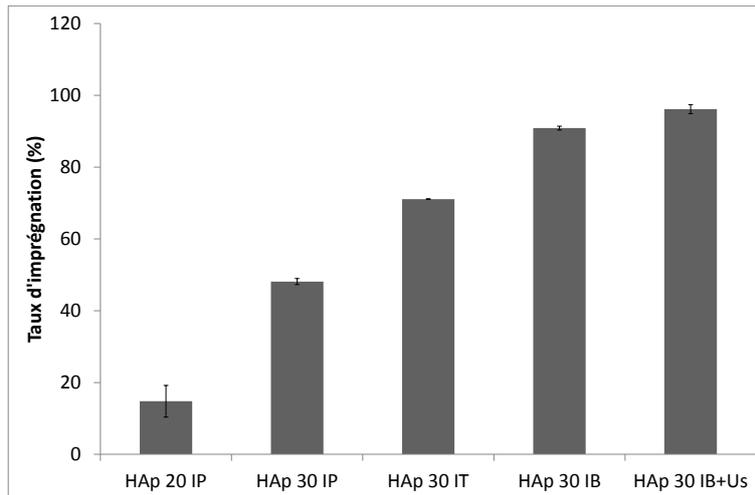


Figure 41 : taux d'imprégnation de la résine dans les céramiques, par la méthode d'imprégnation passive (IP), par transfert (IT), dans le bain (IB) et dans le bain associée à un traitement ultrasonore (IB+Us).

4.1.2.3.2 Morphologie de la microstructure après imprégnation par de la résine

Comme le montre la figure 49, l'imprégnation de la céramique par de la résine avec la méthode « IB+Us » a permis de combler la quasi-totalité des microporosités de l'HAp, qui a une porosité de 30 %. Ce résultat est aussi cohérent avec le taux d'imprégnation $96,2 \pm 1,2\%$ (Fig. 42).

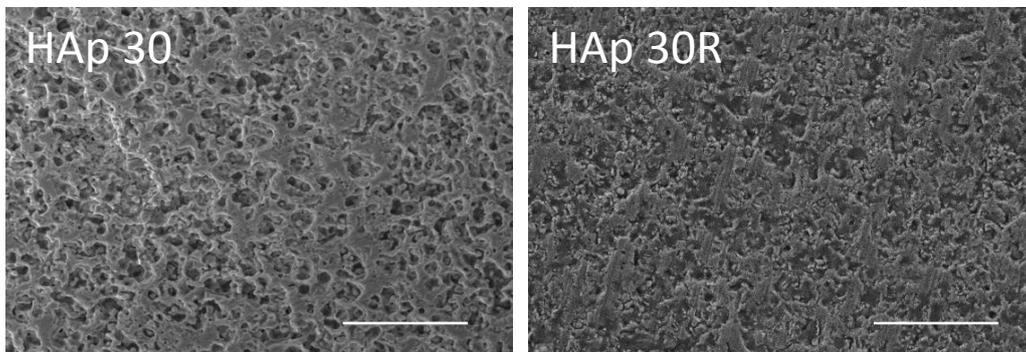


Figure 42 : images MEB ($\times 500$, barres = 50 μm) de la microstructure de l'HAp 30% poreuse non imprégnée (HAp 30) et imprégnée (HAp 30R) par la méthode d'imprégnation dans le bain associée à un traitement ultrasonore (IB+Us).

4.1.2.4 Influence de la porosité et de l'imprégnation par résine sur les propriétés mécaniques des céramiques

4.1.2.4.1 Influence sur la microdureté

La microdureté du matériau peut directement affecter la sensation tactile lors de l'instrumentation du canal. La microdureté est donc une propriété importante à évaluer pour le matériau expérimental. Dans la figure 43, les valeurs de microdureté Vickers de différents matériaux ont été comparées. Les microduretés Vickers de l'émail et de la dentine naturelle étaient respectivement de 370 ± 42 HV, et 69 ± 13 HV, en accord avec les données de la

littérature (139). La microdureté Vickers de l'HAp diminue lorsque le pourcentage massique d'amidon ajouté dans la barbotine diminue : plus la quantité d'amidon est élevée (porosité augmentée), plus la microdureté Vickers de l'HAp est faible. Mais l'HAp imprégnée par la résine (HAp 30R) a montré une microdureté Vickers ($151,5 \pm 21,2$ HV) significativement plus élevée ($p < 0,05$) que l'HAp 30 non imprégnée ($67,3 \pm 8,7$ HV) et la dentine (69 ± 13 HV). De plus, la microdureté Vickers des SC en résine commerciaux n'était que de $37,7 \pm 6,82$ HV, insuffisante ($p < 0,05$) pour imiter la dentine naturelle.

Ainsi, les résultats ci-dessus montrent que l'HAp 20, l'HAp 30 et l'HAp 30R ont tous des microduretés Vickers comparables à (ou supérieures à) la dentine naturelle et peuvent donc être utilisés comme matrice du SC dans la prochaine étape pour constituer le matériau autour du volume pulpaire. En considérant le taux d'imprégnation de résine (Fig. 48), l'HAp 30 semble plus adaptée pour obtenir un matériau composite contenant une phase organique dont la sensation tactile lors de l'instrumentation sera supérieure. Parallèlement, l'HAp 20 a également été sélectionnée, mais uniquement pour la production de SC sans phase organique reproduisant la taille des pores et le taux de porosité de la phase minérale de la dentine.

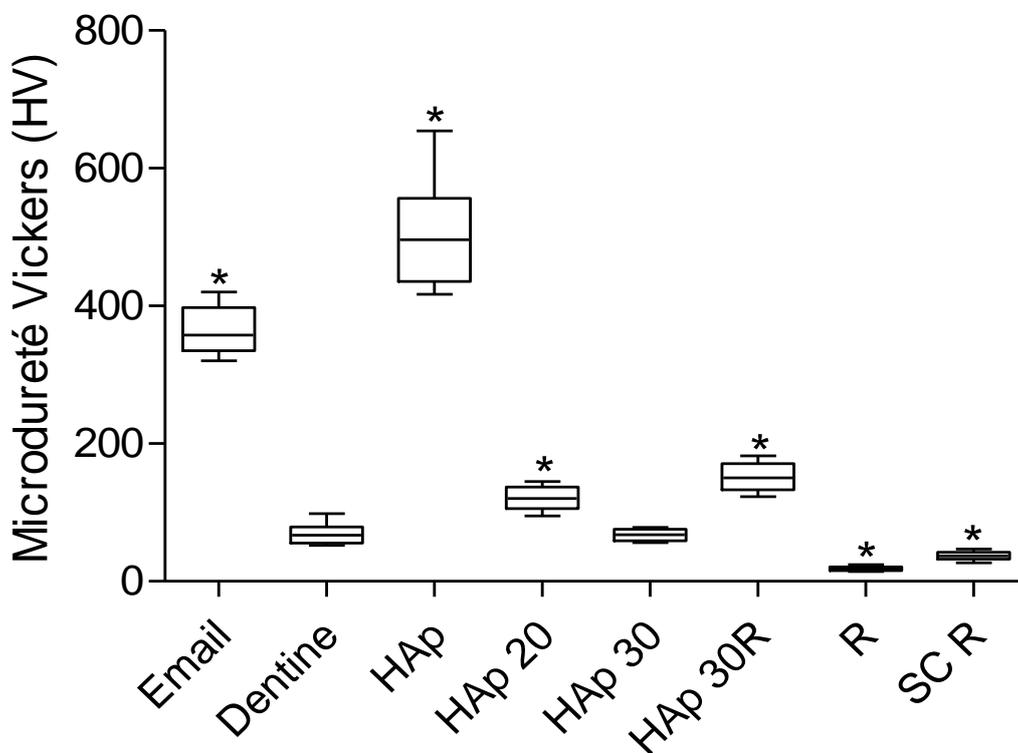


Figure 43 : essais de microdureté Vickers sur l'émail et la dentine humaine ; céramiques d'HAp avec différentes porosités : 0% (HAp), 20% (HAp 20), 30% (HAp 30), céramiques imprégnées par une résine époxy (HAp 30R) ; résine époxy pure (R) et SC résineux commercial (SC R). * signifie différence significative avec dentine.

4.1.2.4.2 Influence sur la résistance à la rupture en flexion 3-points

Les résistances à la rupture en flexion de l'émail et de la dentine n'ont pas pu être mesurées en raison de l'impossibilité de réaliser des échantillons standards selon la norme ISO 6872:2008. Les résultats des essais de flexion 3-points réalisés sur les céramiques d'HAp avec des taux de porosité différents sont présentés dans la figure 44. Nous avons constaté qu'une augmentation du taux de porosité a diminué significativement la résistance à la rupture en flexion ($p < 0,05$). Pourtant, la résistance à la rupture en flexion des céramiques imprégnées par la résine ($74,7 \pm 6,6$ MPa) était supérieure ($p < 0,05$) à celle de la céramique non imprégnée ($34,9 \pm 5,6$ MPa), et même comparable ($p > 0,05$) avec celle de l'HAp dense ($72,1 \pm 6,3$ MPa). Par contre, les SC résineux commerciaux et la résine époxy pure avaient une résistance à la rupture en flexion significativement supérieures ($p < 0,05$) aux céramiques imprégnées ou non. Ceci est évidemment lié au module d'élasticité supérieur des céramiques comparé à celui des polymères, ce qui les rend moins résistantes à la rupture.

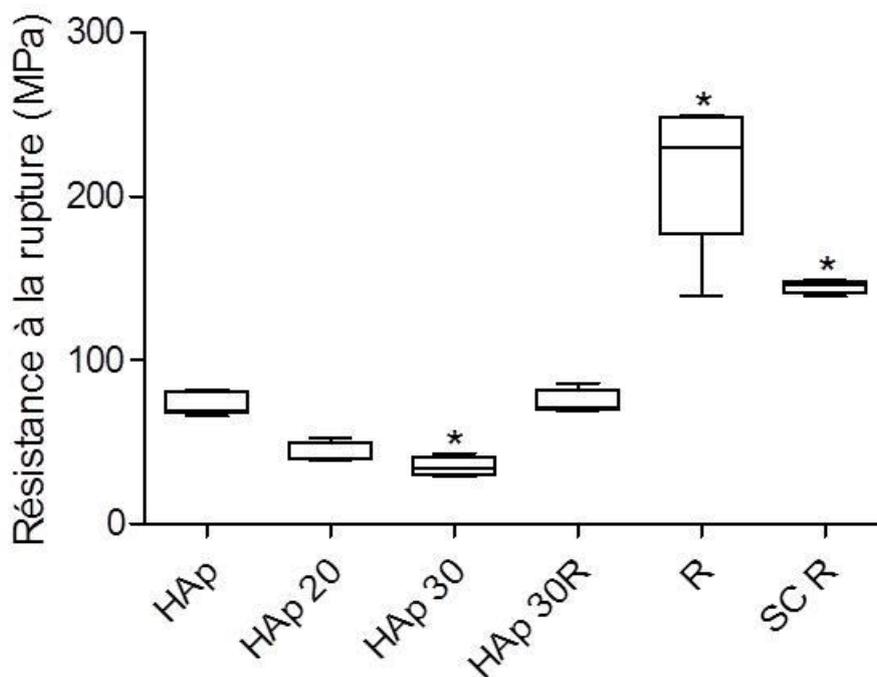


Figure 44 : résistance à la rupture en flexion 3-points, de céramiques d'HAp avec différents taux de porosité : 0% (HAp), 20% (HAp 20), 30% (HAp 30), céramiques imprégnées par une résine époxy (HAp 30R) ; la résine époxy pure (R) et un SC résineux commercial (SC R) * signifie différence significative avec HAp.

4.1.3 Discussion

L'hydroxyapatite (HAp), composant principal minéral de l'émail et de la dentine naturelle a déjà été utilisée pour modéliser les propriétés chimiques de la dent naturelle (140). Dans ce travail de thèse, un SC à base d'HAp, qui imite à la fois la composition de la phase minérale et la microstructure (porosité) de la dentine naturelle a été développé. Pour présenter une

structure encore plus proche la dentine naturelle, le SC devait pouvoir être imprégné d'une phase organique (résine époxy).

- *Mise en suspension de la barbotine*

L'HAp a été synthétisée par précipitation aqueuse classique. La poudre obtenue était pure, hautement cristallisée, présentait une surface spécifique et une taille de grains en accord avec les résultats attendus (87). La réactivité de la poudre était ainsi limitée pour faciliter sa mise en suspension dans une barbotine et adaptée à une technique de mise en forme par la méthode de coulage, largement étudiée au laboratoire (87,135,136,141).

Les poudres d'HAp ont d'abord été mises en suspension dans un solvant aqueux puis coulées dans un moule de plâtre aux dimensions désirées pour obtenir une céramique crue. Mais l'eau seule comme solvant pour former la suspension ne permet pas l'obtention de matériaux optimaux. En effet, le comportement rhéologique de la suspension doit être adapté au coulage (idéalement, faible viscosité avec haut taux de matière sèche) et peut alors fournir une bonne tenue mécanique des pièces crues. Donc l'ajout d'additifs comme des dispersants ou des liants est indispensable (87). Afin d'augmenter le taux de matière sèche en évitant l'agglomération des poudres en suspension, un agent dispersant type polyacrylate d'ammonium a été introduit dans nos barbotines. Lorsque le pH augmente, les groupements carboxyliques de l'agent dispersant se dissocient, ce qui permet de charger électriquement les molécules et de stabiliser la barbotine par adsorption anionique et expansion des chaînes polymériques vers le solvant. Un agent liant organique de type latex acrylique sous forme d'émulsion à 55% a également été ajouté pour améliorer la tenue du matériau cru sans augmenter la viscosité de la barbotine.

- *Porosité et cristaux d'amidon*

Pour élaborer la microstructure poreuse qui s'approche de la dentine, le contrôle de la porosité des céramiques a été testé en faisant varier la température de frittage (Fig. 27). Théoriquement, il est possible d'obtenir la porosité simplement en réduisant la température de frittage sous le seuil de densification de la céramique (142). La densification du matériau est alors incomplète, ce qui entraîne une diminution des propriétés mécaniques (143,144). L'analyse de la microdureté des céramiques à 75% de matière sèche en fonction de la température de frittage (Fig.28) a montré une dureté maximale à partir de 1200°C, ce qui correspond exactement à la température pour obtenir une densification complète. Par ailleurs, la répartition et la morphologie des pores issus de cette méthode est anarchique (Fig. 29). C'est pourquoi l'utilisation d'un porogène a été préférentiellement choisie pour générer des porosités (117).

L'amidon a été sélectionné comme agent porogène en raison de sa capacité à créer une microstructure aux faibles dimensions (145), similaire à la dentine. L'étape de frittage peut l'éliminer totalement. De plus, ses propriétés gélifiantes lui permettent de jouer un rôle de liant pour augmenter la résistance mécanique des matériaux crus (117–119). Ecologique, peu coûteux et présentant une bonne dispersion dans l'eau, l'amidon de riz en cristaux possède la distribution des particules la plus fine parmi les différents types d'amidon (120).

La présente étude a montré que la combinaison d'un broyage mécanique et d'une dispersion dans l'éthanol permettait d'améliorer la dissociation des cristaux d'amidon (Fig. 30, 31). Ces procédés sont aussi bien connus pour favoriser la dissociation des grains (146) que pour améliorer l'homogénéisation de la porosité et garantir une faible taille de pores (idéalement 0,8 – 5 μm , comme pour la dentine naturelle) dans la céramique.

L'augmentation du taux d'amidon ajouté dans les barbotines peut favoriser l'apparition d'un comportement rhéoépaississant caractéristique (Fig. 34) (116). Mais pour 10% massique d'amidon dans un taux de matière sèche supérieur à 80%, les barbotines n'étaient plus manipulables (Tab. 10). Le compromis entre un haut taux de matière sèche et la manipulabilité a donc conduit à choisir 10% massique d'amidon dans un taux de matière sèche de 75%.

Grâce à la courbe d'étalonnage réalisée dans cette étude (Fig. 32), il est facile de prédéterminer le taux de porosité de la céramique en variant la concentration massique d'amidon. Les faibles écarts-types (3,8%) de la courbe d'étalonnage indiquent une bonne reproductibilité du processus de fabrication. Nous avons sélectionné un taux de 20% de porosité pour correspondre à la moyenne de taux de porosité de la dentine naturelle péri-pulpaire d'un patient d'une trentaine d'années (16). D'autre part, le taux de porosité et le diamètre des pores de la dentine naturelle diminuent en s'éloignant du système canalaire, et une sclérose dentinaire naturelle (oblitération progressive des *tubuli*) se produit au fil de l'histoire d'une dent (52). Le choix du taux de porosité par notre méthode pour les différents matériaux développés selon diverses situations cliniques à imiter n'est donc pas impératif et pourra facilement être adapté en variant la concentration massique d'amidon. La méthode de mise en forme par coulage d'une barbotine permet également de reproduire de manière simple des céramiques bilaminaires de densité variable (émail et dentine). Une céramique multicouche a été proposée récemment (129) pour reproduire ces différences en orientant des particules d'alumine en suspension dans un champ magnétique, indiquant que cette thématique est d'actualité.

Cependant, il est clair que l'utilisation de l'amidon comme porogène n'a pas permis de reproduire la microstructure tubulaire de la dentine humaine (Fig. 33). Pour la reproduction de *tubuli* dans une céramique, certaines stratégies comme l'imprégnation de fibres organiques

(127) ou encore l'orientation d'un porogène dans un champ magnétique (128) ont été suggérées. Mais jusqu'à présent, aucune de ces méthodes ne permet de générer une orientation annulaire autour d'un objet central dans une barbotine. La combinaison de ces diverses méthodes permettrait la création d'un modèle encore plus performant.

- *Influence de l'amidon sur la composition chimique de l'HAp frittée*

L'ajout d'amidon a montré un autre effet dans notre étude (détecté par diffraction de rayons X). Il a provoqué l'apparition d'une phase d' α -TCP dans l'HAp et la quantité d' α -TCP augmente à mesure que la concentration d'amidon augmente (Fig. 35). Sachant qu'aucune phase de β -TCP (qui se forme à refroidissement lent) n'a pu être retrouvée, l' α -TCP détecté ne provient pas d'une transformation de phase à haute température. Par ailleurs, la décomposition de l'HAp en α -TCP se produit à des températures plus élevées (au-delà de 1350°C), ce qui n'a pas été appliqué. L' α -TCP a donc pu se former avant le frittage. A notre connaissance, aucun des travaux publiés concernant les céramiques d'HAp rendues poreuses par ajout d'amidon ne décrit une telle modification de la composition de l'HAp, car seuls les diffractogrammes des poudres sont habituellement communiqués, mais aucun en ce qui concerne les céramiques frittées (117,119,147). Les travaux de Sundaram et coll. (118) à propos d'un composite d'HAp-gélatine-amidon non fritté ont montré l'apparition de pics de l'amidon sur les diffractogrammes, dont l'intensité croît avec la concentration d'amidon. Cependant, aucun traitement thermique n'a été appliqué, et la cohésion de la structure a été assurée par réticulation de citrate de sodium, ce qui rend nos résultats non comparables. Aujourd'hui, il n'est pas encore possible de quantifier une phase d' α -TCP dans un composite HAp-TCP. Il pourrait donc être intéressant de développer une méthode de quantification similaire à celle de Raynaud (95) basée sur les rapports d'intensité de pics de diffraction de rayons X à partir de courbes d'étalonnage.

Par ailleurs, l'apparition d'une phase d' α -TCP signifie un déficit en calcium ou un excès de phosphore dans le mélange (le ratio Ca/P diminue). Il est donc possible d'émettre l'hypothèse suivante : le calcium manquant pourrait être présent dans une autre phase riche en calcium comme du CaO ou du TTCP, non encore caractérisée ici. Il pourrait être intéressant de rechercher une telle phase et de quantifier le calcium éventuellement relargué dans les perspectives de ce travail. Cependant, la présence d'une phase minoritaire d' α -TCP dans l'HAp ne limite pas l'utilisation de ce matériau pour une application pédagogique en endodontie. De plus, le coût est compatible avec une utilisation massive en travaux pratiques (Tab. 11).

Par contre, l' α -TCP est l'une des céramiques phosphocalciques les plus solubles dans l'eau avec un $\log K_{ps}$ (constante du produit de solubilité) à 25°C de 25,5 contre 116,8 pour

l'HAp stœchiométrique, aboutissant à une libération de calcium et de phosphore (148). Cette solubilisation pourrait être à l'origine d'une altération du milieu de culture cellulaire, ce qui pourrait constituer une application de recherche en ingénierie tissulaire.

- *Densification de l'HAp*

Le frittage est un processus fondamental dans la fabrication des céramiques massives, et le contrôle de la température de frittage est essentiel. Le traitement thermique a permis l'élimination des moules pulpaires, du porogène et la densification des céramiques crues. Par conséquent, le traitement thermique doit être élaboré en prenant en compte le comportement thermique de chaque composant du matériau cru.

L'analyse dilatométrique a montré une augmentation de la température de frittage inversement proportionnelle au taux de matière sèche (Tab. 12) et une augmentation du retrait linéaire au frittage croissante avec le taux de porosité (Fig. 37). Ces données sont en accord avec la majorité des travaux traitant du sujet (142–144). En effet, un matériau poreux possède plus de hiatus qui sont donc plus facilement comblés par des grains d'HAp qu'une céramique non poreuse, entraînant un retrait plus important.

- *Imprégnation de la céramique*

L'adaptation du taux de porosité et l'imprégnation de la céramique par la résine époxy ont permis de faire varier la dureté (Fig. 43). La quantité de porogène peut donc être adaptée pour approcher la microdureté de l'émail ou de la dentine naturelle : une dent jeune ou âgée peut ainsi être fabriquée à la demande.

Concernant la résistance à la rupture en flexion, l'augmentation du taux de porosité a diminué les propriétés mécaniques de la céramique, ce qui est en accord avec la littérature (Fig. 44) (99). Si l'imprégnation de la céramique poreuse par de la résine a permis d'augmenter la résistance à la rupture en flexion 3-points, elle a été insuffisante pour approcher les valeurs de la résine seule en raison du module d'élasticité élevé des céramiques (99,144). Ces valeurs ne peuvent pas directement être comparées à la dentine et l'émail naturel, car la quantité de tissu est insuffisante pour préparer des éprouvettes d'émail et de dentine coronaire aux dimensions requises. Par contre, Plotino et coll. (149) ont évalué ce même paramètre sur la dentine radiculaire à 213 ± 44 MPa. Une telle comparaison avec nos résultats n'est pas parfaitement appropriée car les essais sont différents, mais ils permettent de montrer que des données sur la dentine existent, même si leur utilisation doit rester prudente. C'est pourquoi la plupart des auteurs considèrent le module d'élasticité (150), qu'il sera intéressant d'évaluer dans les perspectives de ce travail.

4.2 Mise en forme des simulateurs canalaires

4.2.1 Matériels et méthodes

Afin de contrôler l'architecture interne des simulateurs canalaires (SC), une méthode de « moule perdu » déjà utilisée pour la mise en forme des céramiques techniques (112,113) a été adaptée aux petits volumes en 6 étapes successives (Fig. 45) :

- acquérir des données numériques tridimensionnelles de morphologies de systèmes canalaires,
- reproduire les données acquises par technique additive dans un matériau calcinable,
- préparer une barbotine comprenant de l'hydroxyapatite, un agent porogène, un agent liant, un agent dispersant et de l'eau,
- couler la barbotine dans un récipient dans lequel est placé un moule canalaire,
- sécher la barbotine afin d'obtenir un matériau cru comprenant le moule canalaire,
- retirer du récipient le matériau cru et le traiter thermiquement afin d'éliminer le moule canalaire par combustion et finalement d'obtenir le SC artificiel densifié.

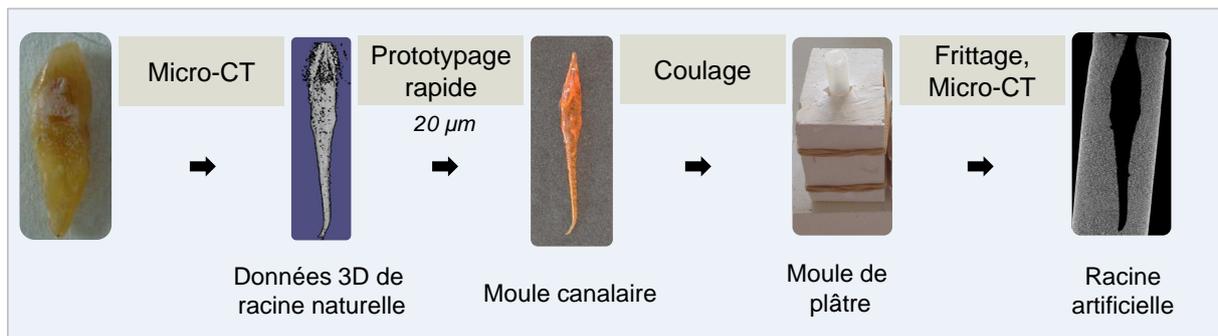


Figure 45 : illustration des étapes du procédé de fabrication d'un SC.

4.2.1.1 Elaboration du moule canalaire

4.2.1.1.1 Acquisition des volumes pulpaire de dents naturelles

Pour simuler la complexité de la forme d'un système canalaire naturel, une base de données de morphologies variables a été créée à partir de dents naturelles humaines. Une collection de 87 dents mono- et pluri-radiculées (incisives, canines, prémolaires, molaires) issue de l'Institut Médico-Légal de Lille appartenant à 10 patients âgés de 22 à 49 ans a été scannée par microtomographie (Skyscan 1172[®], Bruker). Les acquisitions ont été réalisées à l'aide d'un filtre cuivre/aluminium à 80 kV, 100 µA et une résolution de 19,8 µm, après avoir déterminé les limites haute et basse de la région d'intérêt. Les volumes ont été reconstruits à partir des images scannographiques (NRecon[®], Bruker), puis segmentés (Mimics[®], Materialise). La partie canalaire du volume a été isolée (CT-An[®], Bruker), lissée (Meshmixer[®], Autodesk 123D), et sauvegardée au format .stl. Les premières morphologies choisies ont été

simples pour s'approcher de la forme des SC plastiques du marché. La complexité a ensuite été augmentée.

4.2.1.1.2 Reproduction des volumes pulpaire par stéréolithographie

Les données 3D des volumes pulpaire ont été surdimensionnées pour compenser le retrait lors de la densification de la céramique, puis tranchées en coupes successives d'épaisseur 10 μm . Les couches ont été reproduites par des techniques additives de stéréolithographie (Cryoceram[®], CryoBeryl Software) en photopolymérisant des couches successives (UV 390 nm, 1 s.couche⁻¹, 2,5 mW.cm⁻², résolution 10 μm) de résine acrylique (CryoBeryl Software). L'influence du type de résine (G2, R2, H2, CAST) sur la mise en forme des céramiques a été testée. Afin d'y parvenir, un masque photodynamique a été projeté sur la résine liquide photosensible. Après polymérisation d'une couche, un plongeur descend de 10 μm dans le liquide et l'étape est répétée jusqu'à la reproduction complète de l'objet. Cette partie du travail a été réalisée par la société CryoBeryl Software.

4.2.1.1.3 Coulage, séchage, traitement thermique

Le moule canalaire a ensuite été introduit dans un récipient en plâtre au fond duquel un moyen adhésif a préalablement été placé afin de faire adhérer la zone coronaire (c'est-à-dire la partie de section transversale la plus élevée du moule canalaire) à la plaque de plâtre (Fig. 46 gauche, milieu). Après homogénéisation pendant 1 h à 120 rpm par un tourne-jarre et dégazage sous vide (0,2 atm, 10 min), la barbotine a été coulée dans le récipient cylindrique en plâtre muni d'un réservoir en plastique et séchée à température ambiante pendant 3h (Fig. 46 droite).

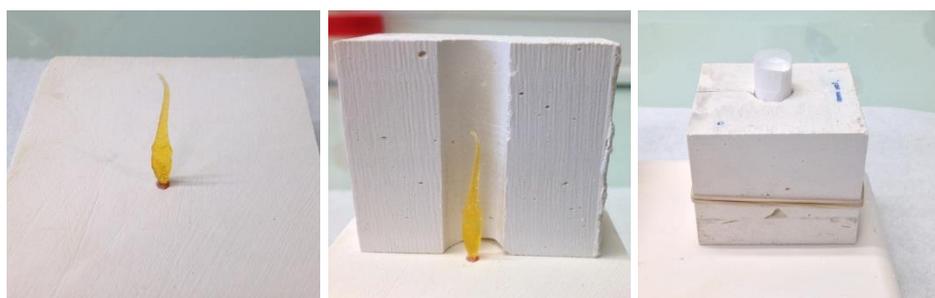


Figure 46 : procédé de coulage de la barbotine autour du moule canalaire. Moule canalaire positionné (gauche), récipient cylindrique en plâtre positionné (milieu), coulage de la barbotine (droite).

Le matériau cru obtenu après séchage a ensuite été démoulé et traité thermiquement dans un four à céramique (LHT 08/17[®]; Nabertherm) selon le régime élaboré et optimisé précédemment (Cf. 4.1.1.2).

4.2.1.2 Reproductibilité des simulateurs canaux

La reproductibilité des SC est importante pour assurer la standardisation de la morphologie du volume pulpaire. Afin de mesurer la reproductibilité des morphologies pulpaires obtenues par le processus de fabrication des SC, 8 SC reproduisant une canine mandibulaire avec une courbure apicale ont été produites et scannées par microtomographie (Skyscan 1172[®], Bruker) avec les mêmes paramètres que cité précédemment (résolution 20 μm) (Cf. 4.2.1.1) (Fig. 47). Les images ont été repositionnées (DataViewer[®], Bruker) pour superposer les volumes canaux scannés, et pouvoir les comparer. Les régions d'intérêt à comparer ont ensuite été déterminées depuis le foramen majeur jusqu'à 1500 μm sur une série de coupes de 20 μm d'épaisseur chacune (CT-An[®], Bruker). Les données ont été importées dans le logiciel open-source 3DSlicer (www.slicer.org), et un seuil fixe a été appliqué (205/255 niveaux de gris) pour sélectionner les voxels correspondant aux volumes canaux et les segmenter.

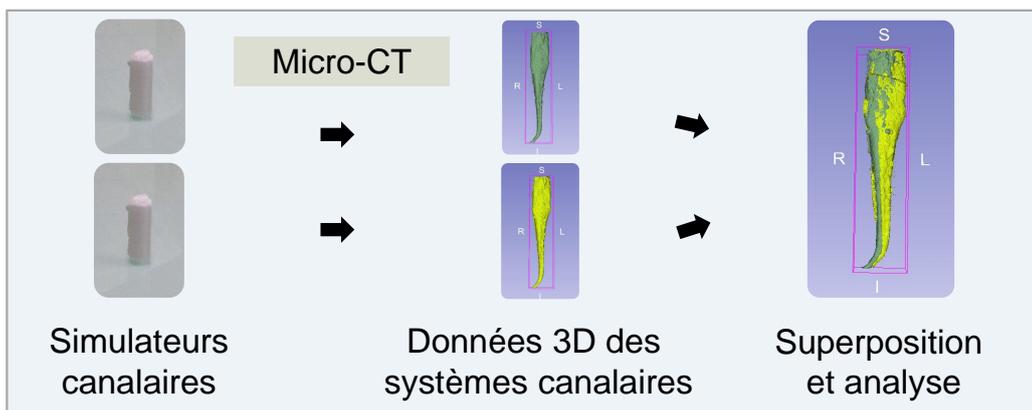


Figure 47 : étapes pour l'analyse de la reproductibilité de la morphologie canalaire dans les simulateurs canaux développés.

Les coefficients de similarité de Dice-Sørensen et les distances de Hausdorff sont classiquement employés pour comparer des séries de données dans un espace bi- et tridimensionnel (151,152). Ils peuvent être appliqués à la comparaison de volumes reconstruits. Ils ont été calculés par comparaison appariée par le module DiceComputation du logiciel 3DSlicer afin de quantifier la similarité entre les volumes pulpaires des simulateurs canaux. Le coefficient de Dice-Sørensen (également quotient de similarité, QS) est compris entre 0 et 1 (Fig. 48). Il a permis de mesurer la similarité entre 2 sous-ensembles. Il a été calculé par la formule suivante, où A et B sont 2 sous-ensembles distincts, et $A \cap B$ est la fraction commune aux 2 sous-ensembles (analyse statistique : Wilcoxon, $\alpha=0,05$) :

$$QS = \frac{2|A \cap B|}{|A| + |B|}$$

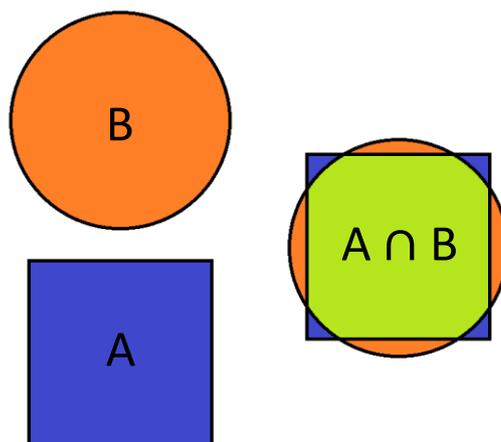


Figure 48 : calcul du coefficient de Dice-Sørensen (quotient de similarité, QS) entre 2 sous-ensembles A et B.

Les distances de Hausdorff (Fig. 49) sont complémentaires au coefficient de similarité. Elles permettent de calculer la distance qui sépare deux sous-ensembles A et B dans un espace métrique.

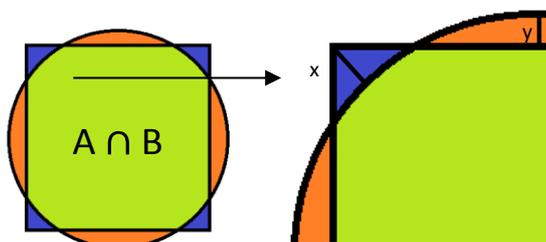


Figure 49 : approche intuitive du calcul des distances de Hausdorff (x et y) entre 2 sous-ensembles A et B.

Les calculs des coefficients de similarité et des distances de Hausdorff ont été réalisés individuellement puis la moyenne a été calculée sur les 75 coupes de 20 μm d'épaisseur pour considérer l'ensemble des volumes étudiés (analyse statistique : Wilcoxon, $\alpha=0,05$).

4.2.2 Résultats

4.2.2.1 Mise en forme du simulateur canalairé céramique

Quatre-vingt-sept volumes pulpaire de dents mono- et pluri-radiculées (incisives, canines, prémolaires, molaires) ont été reconstruits à partir de la base de données. Ils présentent des morphologies à la complexité variable (Fig. 50).

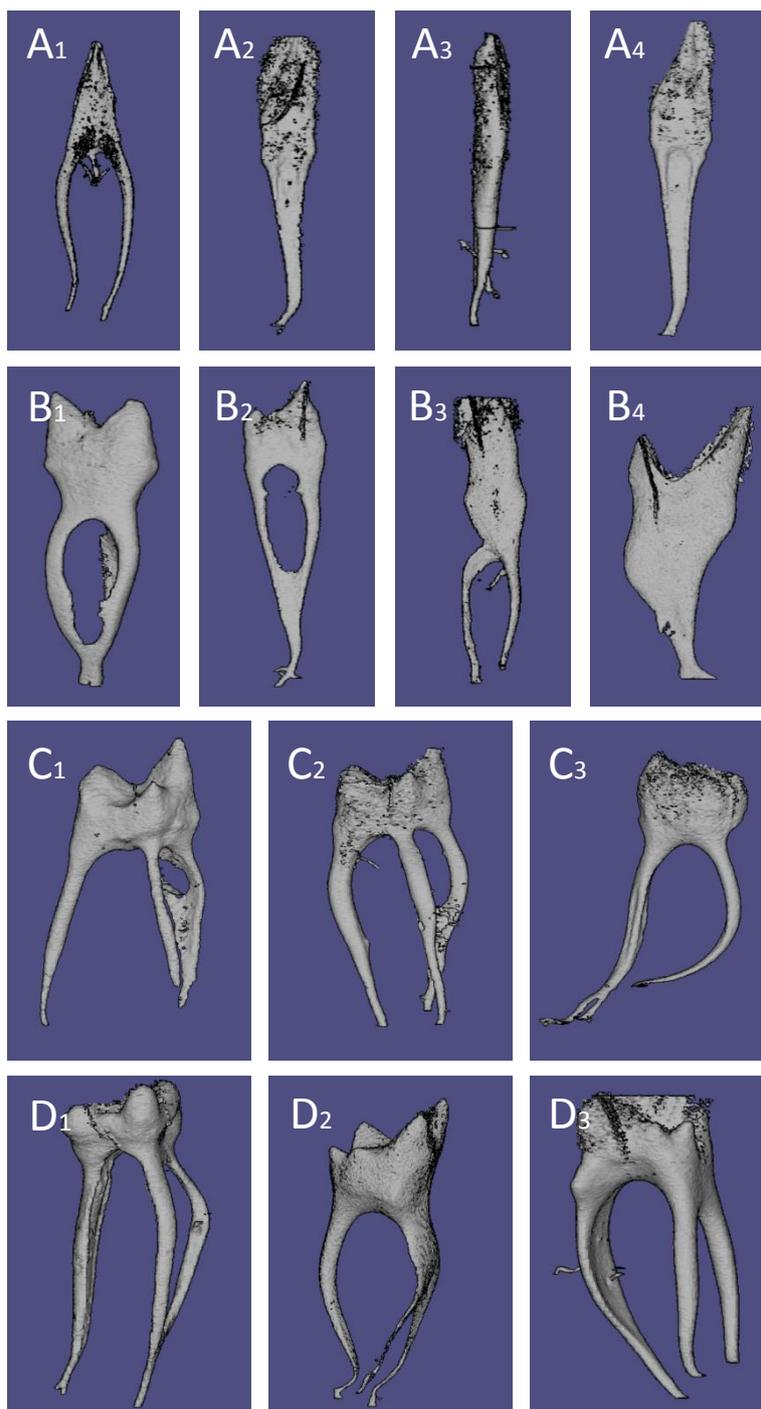


Figure 50 : images de reconstructions numériques de volumes pulpaire à complexité variable : canines (A₁₋₄), prémolaires (B₁₋₄), molaires maxillaires (C₁₋₃), molaires mandibulaires (D₁₋₃).

Les volumes pulpaire modélisés ont pu être reproduits en résine acrylique par stéréolithographie (Fig. 51). Les résultats montrent que cette technique est parfaitement adaptée à diverses morphologies canalaires de configuration variables dans la classification de Vertucci. La précision de la technique permet de reproduire les détails de l'anatomie canalair, en particulier le réseau canalair principal, secondaire (tels deltas, canaux latéraux) et les constrictions apicales naturelles.

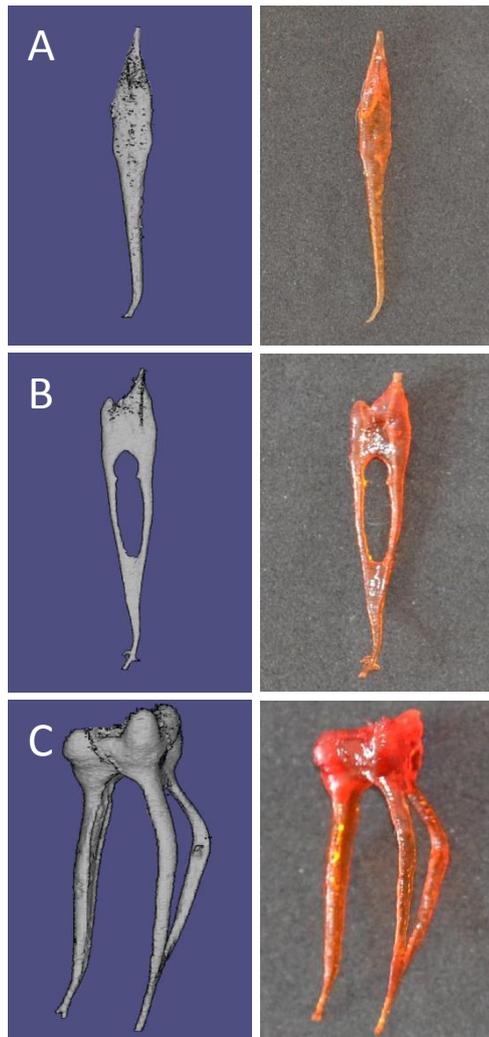


Figure 51 : images de reconstructions numériques de volumes pulpaire (gauche) et leur prototype (droite) en résine acrylique (CAST) reproduits par stéréolithographie : canine simple (A), prémolaire complexe (B), molaire complexe (C).

Même si différentes résines acryliques de stéréolithographie ont pu être utilisées (G2, H2, R2 et CAST) et qu'elles peuvent toutes atteindre une résolution allant jusqu'à 10 μm , l'analyse de leur comportement thermique est indispensable pour étudier leur compatibilité avec la céramique.

4.2.2.2 Comportement thermique des résines de stéréolithographie

4.2.2.2.1 Analyse dilatométrique

L'ensemble des résines de stéréolithographie a montré une expansion en début de traitement thermique, suivi par un retrait à la combustion (Fig. 52). L'expansion était la plus importante pour la résine H2, puis décroissante pour les résines R2, G2 et CAST (Tab. 13). Notre étude pilote ($n=10.\text{groupe}^{-1}$) a montré l'apparition de fissures dans la céramique en utilisant les résines H2, R2 et G2 dans respectivement 100%, 80% et 30% des cas, étroite-

ment liées à leur expansion excessive (Fig. 53). Cependant, aucune fissure n'a été observée en utilisant la résine CAST qui a par conséquent été sélectionnée pour la suite des essais.

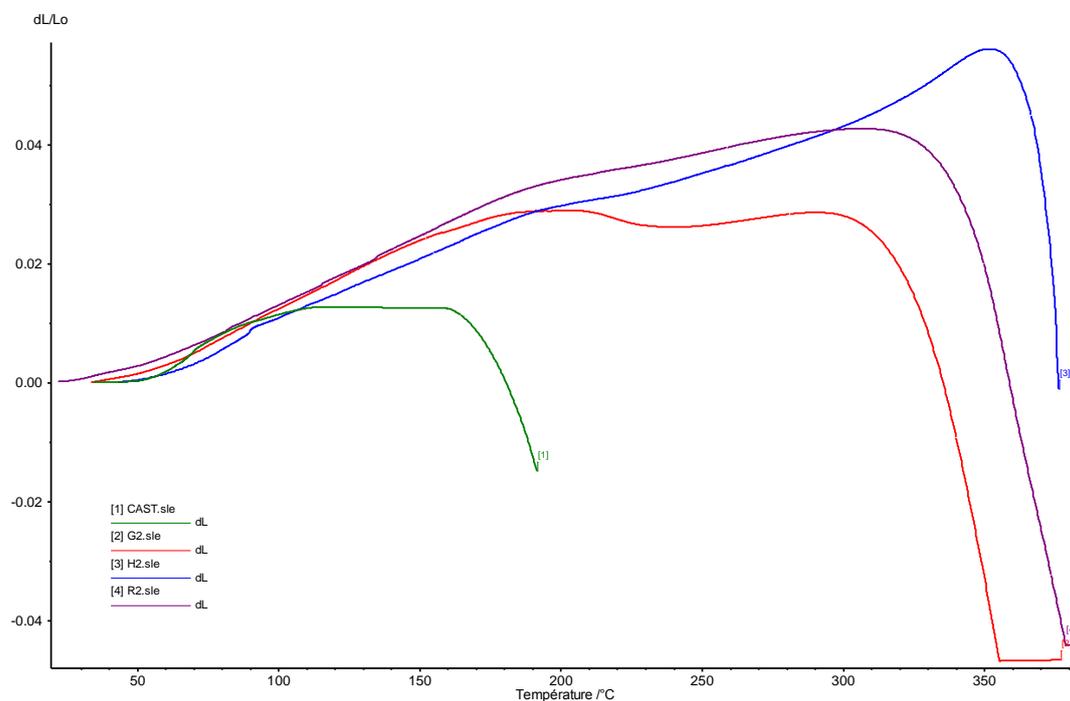


Figure 52 : courbes de dilatométrie de résines de stéréolithographie (R2, H2, G2, CAST) utilisées pour reproduction des volumes pulpaire. Trois essais par groupe ont été réalisés, un seul essai par groupe est exposé pour des raisons de clarté.

Tableau 13 : expansion maximale de résines utilisées pour créer, par stéréolithographie, le prototype des volumes pulpaire.

Résine de stéréolithographie	Expansion maximale (%)
R2	4,27 ± 0,24
H2	5,62 ± 1,12
G2	2,92 ± 0,16
CAST	1,07 ± 0,07

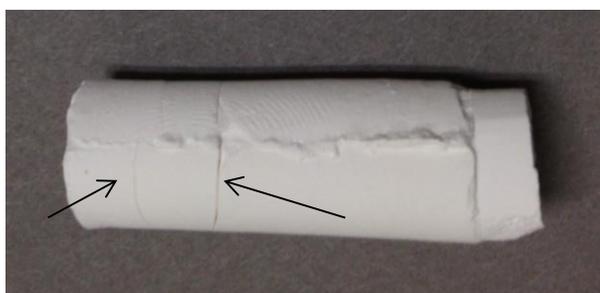


Figure 53 : aspect, après frittage, de céramique d'HAp poreuse (20%) en incorporant un moule canalinaire en résine stéréolithographiée (R2) en place. Les flèches indiquent l'apparition de fissures dans le simulateur canalinaire qui peuvent être provoquées par l'expansion de la résine lors du frittage.

4.2.2.2 Analyses thermogravimétrique et thermique différentielle

Une autre étude du comportement thermique sur la résine CAST par analyse thermogravimétrique a montré sa perte au feu de 100% (Fig. 54). L'analyse thermique différentielle a montré un dernier pic exothermique à 530°C. Au-delà, aucun pic n'a pu être détecté.

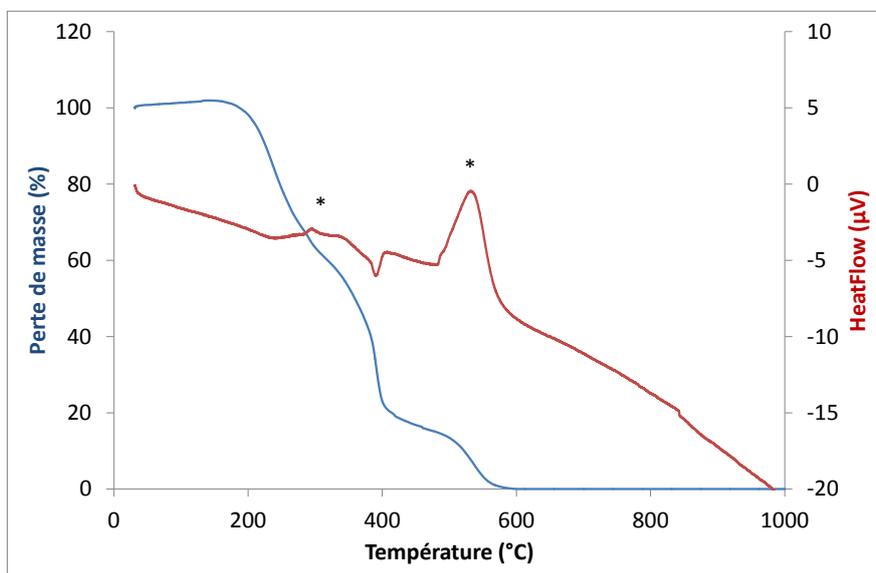


Figure 54 : analyse thermogravimétrique (bleu) et thermique différentielle (rouge) de la résine CAST.

Afin de brûler l'intégralité de la résine CAST (à 530°C) et de l'amidon (à 470°C) simultanément, le traitement thermique des céramiques élaboré précédemment (Cf. 5.2.3.2.3) a dû être modifié (Fig. 55). Le palier de 3 h à 500°C (déliantage) a été augmenté à 600°C en conservant la même vitesse de montée en température (150°C.h⁻¹).

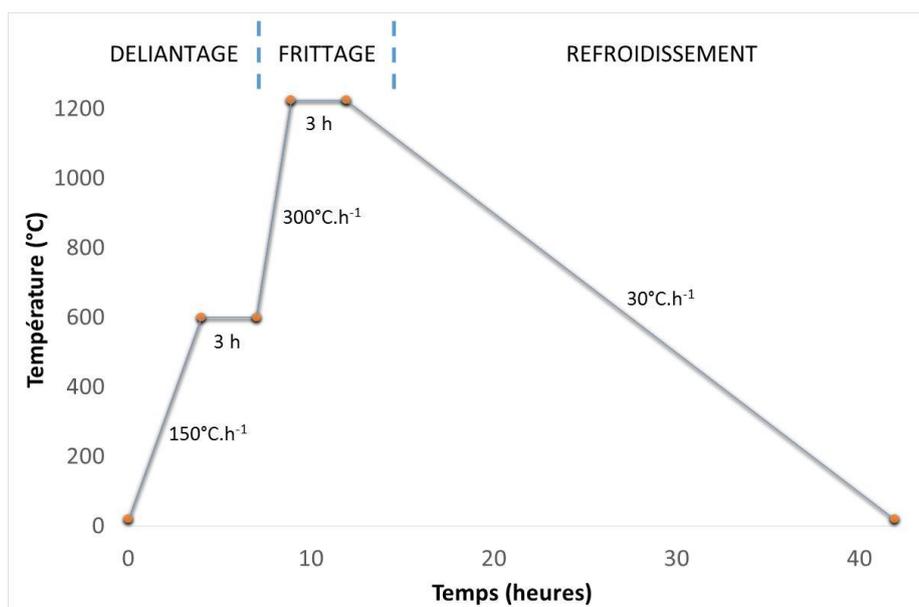


Figure 55 : traitement thermique optimisé pour la fabrication des simulateurs canaux en céramique.

4.2.2.3 Reproductibilité de la morphologie canalairé dans les SC développés

En comparant la morphologie (volumes des données de microtomographie reconstruits) des répliques (n=8) des SC à partir de la même anatomie initiale, le score moyen de Dice-Sørensen était de $0,917 \pm 0,025$, ce qui montre une reproductibilité du procédé d'impression 3D par stéréolithographie. Les distances de Hausdorff étaient de $0,4 \pm 0,086$ mm, indiquant la présence de petits défauts comme des déformations mineures ou des bulles, pouvant cependant être corrigés par un dégazage préalable des barbotines.

Le procédé de développement du matériau minéral poreux, du traitement thermique et son imprégnation permettent de confectionner un modèle endodontique reproductible et fidèle à la géométrie initiale.

4.2.3 Discussion

Lors du traitement thermique, les résines composant les moules pulpaires ont montré une expansion systématique avant la combustion (Fig. 52), mais la plus faible concernait la résine CAST (Tab. 13). Excepté la résine CAST, les résines H2, R2 et G2 ont provoqué l'apparition de nombreuses fissures dans la céramique lors du déliantage. Ceci est dû à leur expansion importante dans une « coque » céramique fermée et fragile. Les propriétés gélifiantes de l'amidon (effet *liant*) et l'agent liant n'ont pas été suffisantes pour absorber l'énergie libérée par la résine. Afin d'améliorer les propriétés mécaniques de la céramique crue, la quantité d'agent liant a d'abord été augmentée. Mais une concentration de liant excessive peut altérer l'intégrité de la céramique en créant une porosité non contrôlée et en diminuant la quantité d'HAp dans la matière sèche. Donc, le choix de la résine CAST, qui présentait une expansion plus faible, a permis de générer une contrainte acceptable sur la céramique tout en conservant un taux de liant recommandé (87,136).

4.3 Application pédagogique des simulateurs canalaires

4.3.1 Matériels et méthodes

Deux praticiens expérimentés dans le domaine de l'endodontie ont d'abord réalisé un essai préliminaire en situation.

Les SC ont ensuite fait l'objet d'une pré-étude afin d'évaluer leur cohérence avec la réalité d'une application pédagogique (l'apprentissage et la formation), leur sensibilité, et éventuellement d'en cerner les limites et y remédier. Les simulateurs ont été manipulés en conditions réelles par des étudiants en chirurgie dentaire.

L'objectif de cette partie du travail a été de faire évaluer les SC céramiques par les étudiants. Ensuite, l'apprentissage de la préparation canalaires (système de mise en forme inconnu des étudiants) a été comparé sur les SC résineux classiques (Endo Training Block[®], Dentsply) et céramiques.

4.3.1.1 Inclusion et répartition des étudiants

Trente étudiants inscrits en 4^e année à la faculté de chirurgie dentaire de Lille ont été sélectionnés par tirage au sort. Après avoir été convoqués puis avoir signé un engagement de confidentialité, leur note moyenne (/20) en travaux pratiques d'endodontie de 3^e année a été archivée et comparée par un test non paramétrique de Wilcoxon ($\alpha=5\%$), pour contrôler l'absence de différence de niveau entre les étudiants. Ils ont ensuite été répartis entre 3 groupes expérimentaux par randomisation à l'aide d'un générateur de nombres aléatoires (Intermodino[®] Group) : simulateur résine (R), simulateur céramique (C) et simulateur imprégné par de la résine (CR).

- Dans le groupe R, les étudiants ont reçu chacun 3 simulateurs en résine époxy transparente (Endo training blocks[®], Dentsply) avec un canal de conicité 2%, diamètre apical 15/100^e mm et une courbure apicale de 35°. Cette courbure a été choisie afin de comparer les résultats des SC du marché avec les nôtres. Les simulateurs ont été opacifiés afin de masquer la vue du canal radiculaire.
- Dans le groupe C, les étudiants ont reçu chacun 3 SC en céramique (non imprégnés) représentant un canal unique de canine mandibulaire avec courbure apicale et diamètre de 15/100^e de mm.
- Dans le groupe CR, 3 SC en céramique imprégnés par de la résine époxy ont été distribués pour chaque étudiant. La morphologie canalaires était identique aux simulateurs du groupe C.

4.3.1.2 Entraînement pratique et questionnaires sur l'utilisation des SC

Le système de mise en forme ProTaper® (Dentsply) - inconnu des étudiants - a été présenté par un assistant hospitalo-universitaire d'endodontie et un contre-angle réducteur avec contrôle de torque a été distribué à chaque étudiant (NiTi E35®, B.A. International).

Durant la phase d'apprentissage, chaque étudiant a préparé 3 simulateurs en fonction de son groupe d'appartenance (Fig. 56) et y a ajusté un cône de gutta-percha selon les instructions fournies. Après avoir contrôlé l'ajustage visuel, radiographique et tactile des cônes par auto-évaluation, les étudiants ont finalement obturé les simulateurs par technique thermo-mécanique. Finalement, les simulateurs ont été collectés et stockés.



Figure 56 : vues de l'étape de préparation des canaux des simulateurs résineux (à gauche) et céramique (à droite) durant la séance d'apprentissage de l'étude pratique.

Chaque participant a ensuite complété un questionnaire (Tab. 14) anonyme comprenant des échelles d'accord (/10) et des commentaires ouverts concernant plusieurs paramètres clés évoqués dans la littérature (134). Cela concernait leur évaluation à propos de l'utilisation des SC pour l'apprentissage de la préparation canalair au travers des différents critères du questionnaire. Les résultats des scores ont été comparés (analyse statistique : ANOVA, comparaison multiple de Tukey, $\alpha=5\%$).

Tableau 14 : questionnaire d'évaluation des SC en résine, céramique HAp et céramique HAp imprégnés par de la résine (Score 1 : insuffisant, score 10 : parfait).

Question	Echelle d'accord
Anatomie interne	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Forme du canal	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Dimension du canal	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Texture au fraisage à haute vitesse	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Texture lors de la mise en forme canalair	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Durété	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Irrigation	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Comportement radiologique	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Comportement lors de l'obturation	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Facilité d'utilisation	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Score général	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10
Remarques, suggestions :	

4.3.1.3 Evaluation de l'apprentissage de la préparation canalaire

Une séance d'évaluation de l'apprentissage a été réalisée 2 semaines après la séance d'entraînement pratique. Les étudiants des groupes R et C ont chacun préparé le canal de 3 dents naturelles humaines monoradiculées dont la couronne a été sectionnée, selon le même protocole que lors de la séance d'entraînement. Les critères de jugement de l'apprentissage pratique à la préparation canalaire ont été choisis en se basant sur la littérature (50,133).

- Contrôle tactile de l'ajustage du maître cône

Un enseignant expérimenté de travaux pratiques d'endodontie a mesuré à l'aide d'une paire de précelles la présence ou l'absence d'une résistance au retrait d'un maître cône ajusté par l'étudiant.

- Contrôle radiographique en longueur de l'ajustage du maître cône

Chaque étudiant a réalisé 2 clichés radiographiques cône-en-place après la préparation canalaire avec une incidence vestibulo-linguale et une incidence mésio-distale, et a remis à l'encadrant les fichiers des images au format .JPEG. Un enseignant d'endodontie a alors classé en aveugle les dents en 3 catégories (Fig. 57) :

- ajustage **court** = pointe du maître-cône à plus de 2 mm de la constriction apicale,
- ajustage **acceptable** = pointe du maître-cône entre 2 mm et la constriction apicale,
- ajustage **long** = dépassement de la pointe du maître-cône du foramen majeur.

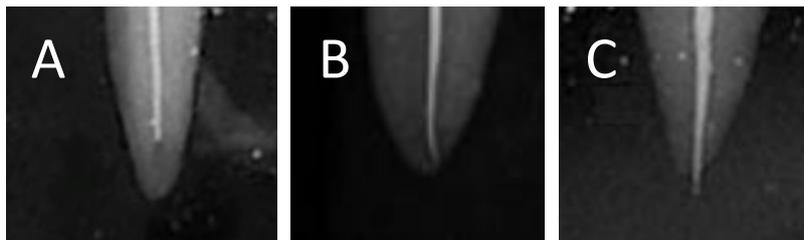


Figure 57 : clichés radiographiques cônes-en-place : ajustage en longueur court (A), acceptable (B) et long (C).

L'analyse statistique de l'évaluation tactile et en longueur de l'ajustage du maître cône a été réalisée par le centre de biostatistiques du CHRU de Lille (CERIM). Une régression logistique mixte avec effet aléatoire tenant compte de la corrélation entre les mesures répétées a été utilisée (SAS®-SAS institute Inc) ($\alpha=0,05$).

4.3.2 Résultats

4.3.2.1 Utilisation du simulateur canalair en travaux pratiques

Le SC qui a été développé dans ce travail peut s'adapter aux circonstances : il permet de reproduire tous les types de configurations canalaires anatomiques naturelles (Fig. 58) grâce à une haute reproductibilité du procédé. Il permet de créer des configurations sur mesure à la demande et des difficultés opératoires spécifiques (butées, fausses routes, perforations).

Il a été possible d'utiliser les instruments endodontiques pour réaliser des exercices de traitement endodontique sur des SC à morphologie simple ou complexe, depuis l'étape de l'aménagement des entrées canalaires jusqu'à l'obturation (Fig. 59). Ce SC présente l'avantage de reproduire des exercices d'aménagement de la cavité d'accès sur dent complexe (élimination du plafond pulpaire et des triangles dentinaires, relocalisation des entrées canalaires, préparation des isthmes) et d'obturation à chaud sans déformer la résine, non réalisables sur les SC résineux commercialisés actuellement. De plus, la composition en HAp (radio-opaque) des SC en céramique a permis de visualiser nettement les étapes opératoires sur les clichés radiographiques.

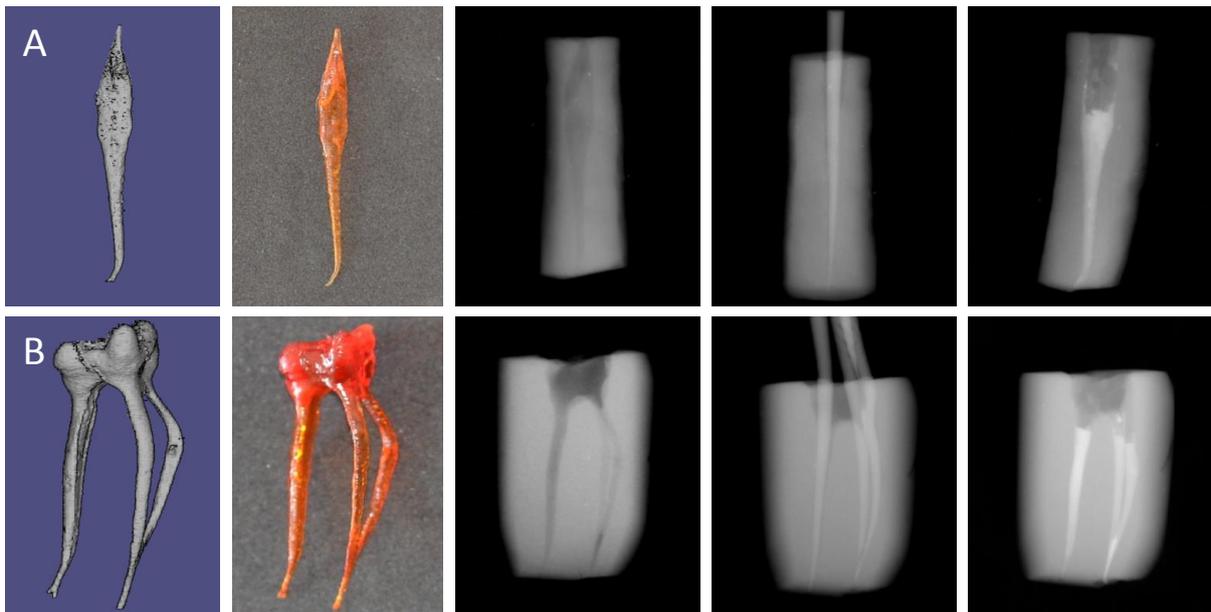


Figure 58 : conception, fabrication et utilisation en travaux pratiques de systèmes canalaires à morphologie simple (A) et complexe (B). De gauche à droite : données numériques du volume pulpaire, moule canalair reproduit en résine acrylique, cliché radiographique préopératoire, cône-en-place et d'obturation.

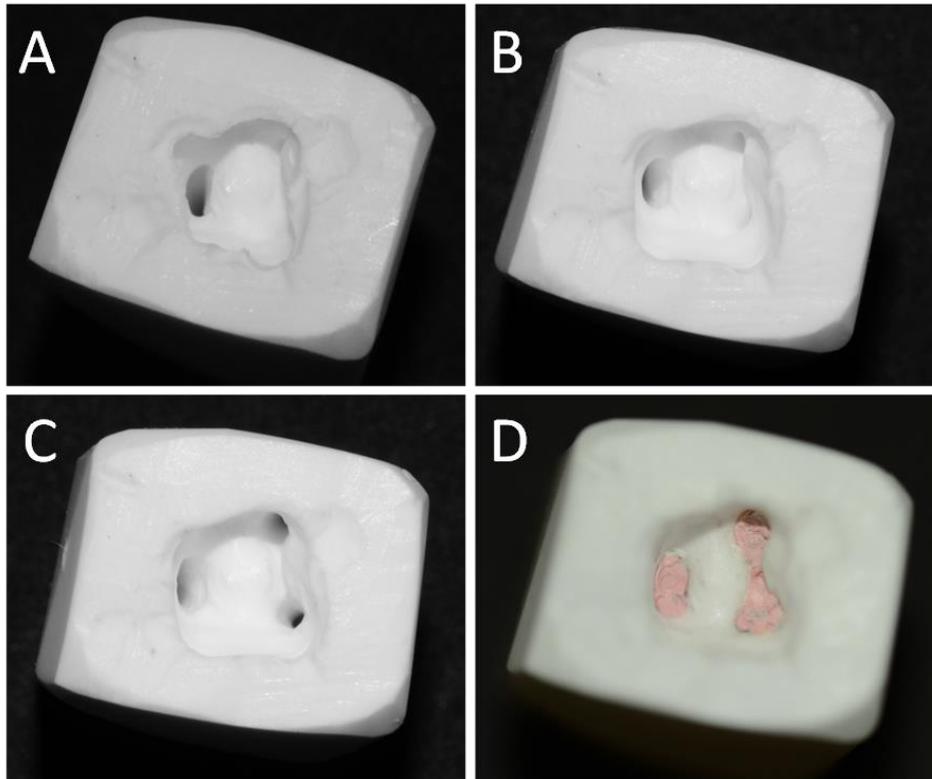


Figure 59 : essai de traitement endodontique sur un SC représentant une molaire mandibulaire complexe à 3 canaux. Vue préopératoire (A), suppression du plafond pulpaire (B), aménagement des entrées canales et d'un isthme mésial (C) et obturation endodontique (D).

4.3.2.2 Etude sur l'évaluation pratique des simulateurs canalaires

Les étudiants des groupes R, C et CR ont appris leur technique endodontique respectivement sur les SC blocs de résine commerciale, céramique d'HAp, et céramique HAp imprégnée de résine. Les résultats des préparations canalaires n'ont pas montré de différence significative concernant leurs notes moyennes (/20) de travaux pratiques d'endodontie de l'année précédente, respectivement de $12,44 \pm 1,73$, $11,19 \pm 1,89$ et $11,27 \pm 1,94$ ($p > 0,05$).

4.3.2.2.1 Questionnaires après l'apprentissage

L'analyse des questionnaires (Fig. 60) complétés par des utilisateurs étudiants après leur apprentissage sur SC a montré un score concernant le comportement radiologique des SC significativement plus élevé ($p < 0,05$) pour les simulateurs C et CR que pour les simulateurs R. Concernant la sensation tactile lors de la mise en forme du canal, le simulateur CR a présenté un score significativement supérieur ($p < 0,05$) aux simulateurs C et R.

Le score général et le score concernant la dureté ont semblé supérieurs pour les simulateurs C et CR, mais ces différences n'étaient pas significatives, ce qui est probablement lié à la faible taille de l'échantillon dans cette étude. Par ailleurs, aucune différence significative n'a été mise en évidence concernant les autres critères.

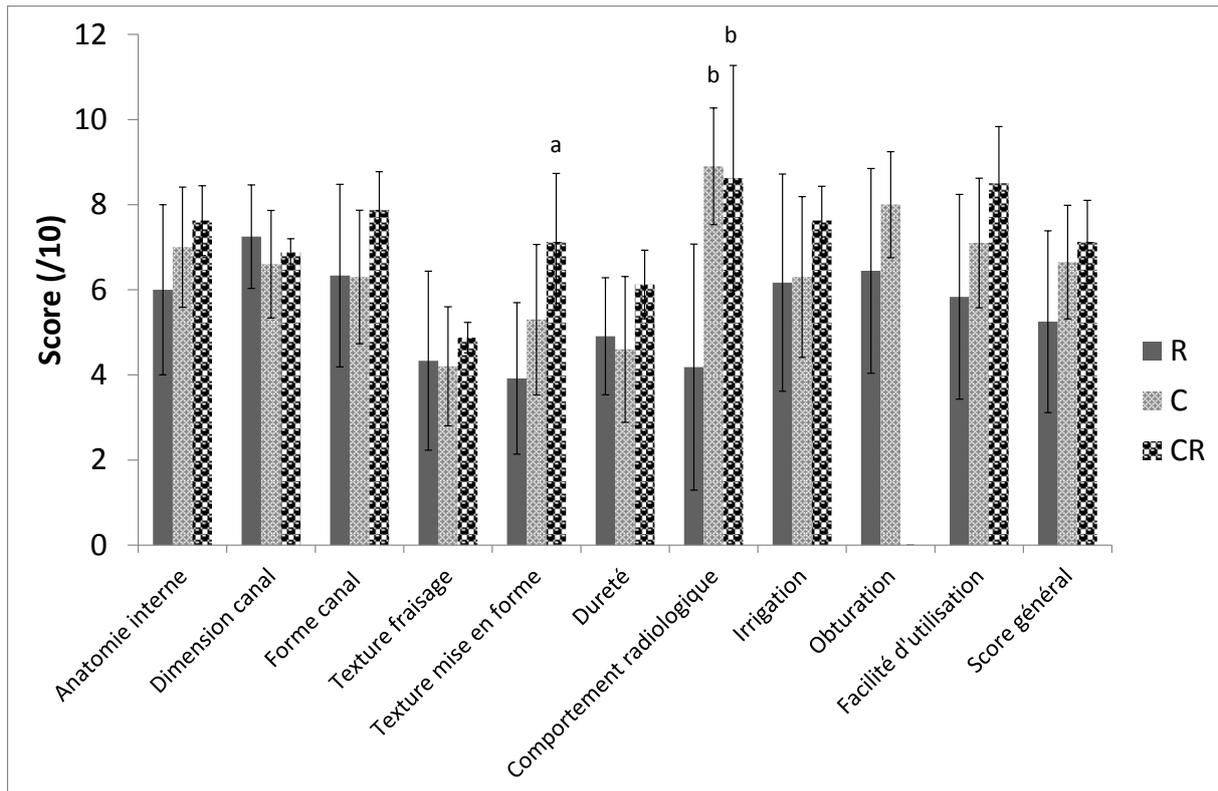


Figure 60 : scores moyens des réponses aux questionnaires étudiants après apprentissage sur simulateurs en bloc résine (R), céramique et céramique imprégnée de résine (CR). *a* signifie différence significative avec le groupe R concernant la texture lors de la mise en forme ; *b* signifie différence significative avec le groupe R concernant le comportement radiologique.

Les commentaires des étudiants ont été résumés dans le tableau 15.

Tableau 15 : commentaires des étudiants concernant l'utilisation des SCs.

Simulateur canalaire	Remarque
R	Texture inadaptée Effet de vissage important Nombreuses fractures instrumentales
C	Dureté insuffisante Friabilité élevée
CR	Pas de forme externe

4.3.2.2.2 Evaluation de l'apprentissage de la préparation canalaire

Après l'apprentissage préclinique des étudiants avec les différents simulateurs (SC R ou SC C), les résultats de l'évaluation sur dents naturelles ont été exposés dans le tableau 16. Concernant le contrôle tactile de l'ajustage du maître cône (Tab. 17), les dents naturelles contenant un maître-cône sans résistance au retrait étaient plus nombreuses que celles présentant une résistance au retrait du cône ($p < 0,05$) pour les deux groupes. Mais aucune différence significative de la résistance au retrait des maîtres cônes n'a pu être mise en évidence entre les groupes C et R ($p > 0,05$).

Concernant l'ajustage en longueur du maître-cône (Tab. 16), malgré les différentes méthodes d'enseignement pratique, aucune différence statistiquement significative n'a pu être mise en évidence entre les groupes R et C ($p > 0,05$).

Tableau 16 : ajustage en longueur du maître-cône par des étudiants dans les racines naturelles après l'apprentissage sur simulateur canalaire résineux (R) ou simulateur canalaire céramique (C).

SC utilisés pour l'apprentissage	Ajustage court du maître-cône* (nb)	Ajustage acceptable du maître-cône** (nb)	Ajustage long du maître-cône*** (nb)
R	12	14	3
C	18	9	3

- * ajustage **court** = pointe du maître-cône à plus de 2 mm de la constriction apicale,
- ** ajustage **acceptable** = pointe du maître-cône entre 2 mm et la constriction apicale,
- *** ajustage **long** = dépassement de la pointe du maître-cône.

Tableau 17 : résistance au retrait des maîtres-cônes ajustés par des étudiants dans les racines naturelles après l'apprentissage sur simulateur canalaire résineux (R) ou simulateur canalaire céramique (C).

Résistance au retrait	Nombre de dents Groupe R	Nombre de dents Groupe C
Absence	4	8
Présence	25	22
Total	29	30

4.3.3 Discussion

- *Indications concernant la sensation tactile de l'opérateur*

La sensation tactile ressentie au cours de l'instrumentation d'un matériau sur le modèle pédagogique est essentielle pour obtenir un rendu réaliste d'un traitement canalaire. Malheureusement, actuellement, aucun indicateur précis n'existe pour la mesurer ou la quantifier. La méthode directe d'évaluation sensorielle pour évaluer le ressenti de la main de l'opérateur sur un matériau est probablement le choix le plus logique. Cependant, cette approche de bon sens apparent est limitée par la subjectivité personnelle et la difficulté du choix de l'évaluateur approprié (des experts ou des étudiants). D'autre part, les propriétés mécaniques (dureté, résistance à la rupture en flexion, ou encore ténacité) et les caractéristiques de surface (rugosité, coefficient de frottement) du matériau sont susceptibles de jouer un rôle important dans la sensation tactile perçue lors de l'instrumentation. Une évaluation indirecte par étude des propriétés du matériau peut donc aider à estimer la sensation de l'opérateur. Même si chaque paramètre ci-dessus pris séparément ne permet pas de déterminer la proprioception, leur analyse conjointe permet d'en avoir une appréciation plus fine. Nous avons donc tenté de comparer un faisceau d'éléments mécaniques (microdureté, résistance à la rupture en flexion 3-points) qui affectera probablement la sensation tactile pour obtenir des informations pertinentes.

Comme déjà mentionné précédemment, l'évaluation de la sensation tactile lors de l'instrumentation n'est pas aussi simple qu'il n'y paraît. En effet, elle ne peut pas être uniquement perçue par l'interaction entre la main, l'instrument et le matériau, mais une composante physiologie et psychologique entre également en jeu. Les résultats des caractérisations mécaniques seuls sont donc insuffisants pour l'apprécier. Certains auteurs (134) ont utilisé des questionnaires adressés à des utilisateurs de modèles dentaires pour l'évaluer. Ici, une étude par questionnaire a permis d'apporter des informations complémentaires et a montré que les étudiants utilisateurs étaient satisfaits de la sensation à l'instrumentation du matériau céramique. Ces résultats étaient cohérents avec l'estimation fournie par la caractérisation mécanique du matériau. Cependant, le manque d'expérience pratique des étudiants ne permet pas de prendre en compte la totalité de leur opinion, c'est pourquoi une évaluation des SC doit désormais être réalisée par des enseignants spécialisés en endodontie.

- *Evaluation pratique des SC par des étudiants en chirurgie dentaire*

L'évaluation sur l'utilisation du SC développé a été menée auprès d'étudiants et visait à évaluer s'il pourrait remplacer les SC en résine dans la formation endodontique préclinique et si cette approche de l'enseignement influencerait le résultat des traitements canalaires sur les dents humaines extraites ou les patients. A notre connaissance, seules deux équipes ont développé et évalué des modèles utilisés en endodontie. La première, menée par Nassri et coll. a apprécié des paramètres similaires chez des enseignants et des étudiants pour évaluer un SC résineux qu'ils avaient développé (134). Même si les auteurs s'autocritiquent à propos de la précision et la qualité de leur modèle, ils ont le mérite d'avoir élaboré un protocole d'évaluation adapté. C'est pourquoi nous avons construit un questionnaire similaire adressé aux étudiants, collectant des informations sur leur ressenti. La seconde équipe, menée par Tchorz et coll. (50,133), a évalué l'apprentissage de l'endodontie pratique sur modèle en quantifiant l'ajustage en longueur des maîtres cônes de gutta-percha et de l'obturation finale. Dans ce travail, nous avons donc mesuré parallèlement la résistance au retrait des maîtres-cônes ajustés (mesurée par sensation tactile de l'évaluateur) et l'ajustage en longueur du maître-cône (évalué sur des radiographies), pour évaluer le résultat de l'apprentissage.

L'analyse des réponses aux questionnaires a montré que les étudiants utilisateurs ont particulièrement apprécié la radio-opacité des SC C et SC CR. Ils étaient également satisfaits de la sensation tactile des SC CR au cours de l'instrumentation endodontique, comparée à une sensation plus « molle » des SC R et SC C (Fig. 60). La radio-opacité était similaire à celle de la dentine naturelle pour les SC en HAp, naturellement radio-opaque, ce qui permet effectivement d'éviter l'application d'un vernis à base d'oxyde de bismuth lors de son

positionnement sur un modèle reproduisant la cavité buccale (153). Les critiques rapportées concernent un effet de vissage important et des fractures instrumentales dans les SC en résine commerciale. En raison de l'utilisation d'un matériau différent, celles-ci n'ont pas été retrouvées pour les deux SC en céramique (Tab. 15). Il est encourageant de constater que la principale critique sur « SC C » concernant la texture « molle » lors de l'instrumentation a pu être corrigée sur « SC CR » par l'imprégnation de résine. En effet, hybride HAp-résine époxy a permis de conserver la radio-opacité de l'HAp tout en diminuant la friabilité ressentie.

En résumé, le score général des questionnaires et celui de dureté ont semblé meilleurs pour les SCs en céramique, mais ces différences n'étaient pas significatives, probablement en raison du faible échantillon inclus dans cette étude pilote. Pour augmenter la puissance statistique, une étude incluant au moins 4000 échantillons devra être menée ultérieurement.

En ce qui concerne l'évaluation de la performance des étudiants après l'apprentissage, une étude a été menée comparant l'effet d'apprentissage à la préparation canalair de praticiens non expérimentés à l'aide de SC R (R) et de SC C (C). Il n'a pas été possible de réaliser une étude en double aveugle. En effet, les morphologies extérieures et les aspects internes des SC étaient trop différents pour ne pas être reconnaissables. Les résultats présentés ici ont montré que l'efficacité d'apprentissage à la préparation canalair du SC C était comparable à celle des SC R du marché (Tab. 16,17).

Cependant, il faut garder à l'esprit que les résultats de cette étude ont des limites. En effet, le nombre d'étudiants inclus est peu important et la controverse existe autour du choix du critère de jugement principal (ajustage d'un maître cône en longueur) pour évaluer un apprentissage de la préparation canalair. Le choix a été réalisé après analyse de la littérature, où une seule étude quantifiant l'apprentissage en endodontie (50) a été retrouvée. Tchorz et coll. ont évalué l'efficacité d'apprentissage d'un modèle qui a été développé pour permettre la détermination électronique de la longueur de travail en salle de simulation. Le critère de jugement principal qu'ils ont choisi (ajustage du maître cône en longueur) semblait donc adapté à cette application, mais incomplet pour la présente étude dédiée initialement à l'évaluation de l'étape de la préparation canalair. Plus récemment, ces mêmes auteurs ont comparé l'apprentissage en endodontie réalisé sur dents naturelles et artificielles en utilisant ce même critère de jugement (133), ce qui conforte le choix dans la présente étude. Ils justifient leur choix en invoquant la méta-analyse de Schaeffer et coll. (154) montrant que le positionnement de la masse obturatrice par rapport à l'apex de la dent est déterminant pour le succès final du traitement endodontique. En effet, la sensibilité de ce critère est largement discutable car l'ajustage en longueur du maître cône diffère de la limite d'obturation radiographique. De plus, de multiples autres facteurs conditionnent le succès d'un traitement en-

odontique et peuvent biaiser l'analyse des résultats : la présence d'une lésion inflammatoire péri-radriculaire d'origine endodontique, le protocole d'irrigation, le nombre de racines de la dent, la pose du champ opératoire ou encore le respect de l'anatomie canalair (155). Enfin, une mise en forme incorrecte peut être compensée radiologiquement par l'étape de l'ajustage du maître cône et inversement. Il est donc nécessaire de développer un moyen mieux adapté à l'évaluation de l'apprentissage de la préparation canalair dans son contexte (cathétérisme, pré-élargissement, détermination de la longueur de travail, irrigation, mise en forme). Pour y parvenir, plusieurs approches peuvent être proposées :

- détermination d'un score global qualitatif basé sur l'observation par des aides optiques et la vérification de l'ajustage d'un maître cône préalablement calibré par l'évaluateur. Ceci permettrait d'éliminer l'influence de l'étape de l'ajustage du cône par l'étudiant sur l'ajustage radiographique en longueur.
- validation d'un critère de jugement principal par l'étude comparant différents modes d'évaluation traditionnelle en travaux pratiques et par microtomographie.

Bien que les critères de jugement ne soient pas tout à fait satisfaisants, l'emploi des mêmes critères que Tchorz et coll. permet de comparer nos résultats avec les leurs. Toutefois, des efforts supplémentaires n'en restent pas moins nécessaires pour garantir une évaluation objective de l'apprentissage pratique préclinique en endodontie. Il est donc nécessaire de renforcer la validation du SC en réalisant une évaluation par des endodontistes experts et en augmentant le nombre d'étudiants inclus dans une étude ultérieure. Des solutions sont proposées et discutées dans les perspectives ci-après.

Enfin, les SC résineux transparents permettent classiquement d'avoir une bonne visibilité du travail effectué. Les travaux de LaTurno et coll. (156) menés sur des SC en résine époxy ont montré que les SC transparents permettaient d'améliorer la compréhension de l'aspect biomécanique de la préparation canalair par la visibilité. Le SC en céramique développé dans ce travail ne présente pas cet avantage, mais l'existence de difficultés anatomiques standardisées permet d'anticiper leur découverte, de les expliquer et donc d'améliorer leur compréhension et la manière de les contourner par les utilisateurs. Par ailleurs, l'absence de visibilité directe lors de l'instrumentation et la radio-opacité des SCs en céramique permettent de s'approcher d'une situation clinique pendant l'apprentissage. Ceci permettra de répondre à la nécessité d'élaborer un modèle de simulation endodontique idéal permettant l'apprentissage des techniques opératoires modernes en accord avec une mise en situation clinique sur patient (4,5).

5 Conclusion et perspectives

Ce travail a permis de concevoir et d'élaborer un simulateur canalaire adapté aux travaux pratiques d'endodontie et présentant des perspectives pour l'entraînement pratique (apprentissage préclinique) et des perspectives pour la recherche en endodontie. Un simulateur canalaire a été élaboré en adaptant des techniques de synthèse de matériaux céramiques (HAp), de mise en forme (particulièrement le volume pulpaire à l'intérieur du SC) et d'optimiser des techniques d'imprégnation de céramiques techniques par de la résine, pour tenter de pallier les limites des simulateurs résineux existant actuellement.

Il a été prouvé que la technique de mise en forme par coulage d'une barbotine était la plus appropriée car elle permet d'incorporer simultanément un porogène et un volume pulpaire central préparé préalablement par une technique additive de stéréolithographie. Il est ainsi possible de reproduire l'ensemble des situations cliniques souhaitées.

Le SC que nous avons développé possède de nombreuses propriétés proches de la dentine naturelle : le même composant minéral, une porosité contrôlable (taille des pores 0,8 - 5 μm , taux de porosité 20 - 30%), une dureté et une résistance en flexion qu'il est possible de faire varier (65 - 75 HV ; 40 - 75 MPa), une morphologie canalaire adaptée aux besoins, et une radio-opacité. L'étude pilote sur l'évaluation de l'application de ce SC par des étudiants en chirurgie dentaire a montré un meilleur comportement radiologique des SC en céramique HAp. L'imprégnation d'HAp par la résine époxy a permis d'améliorer significativement la sensation tactile lors de l'instrumentation endodontique.

A ce stade du développement, 2 types de SC en céramique peuvent donc être proposés : un simulateur poreux imprégné par de la résine pour la formation des praticiens, et un simulateur dense/poreux non imprégné adapté selon les besoins spécifiques de certaines thématiques de recherche pour les applications d'ingénierie tissulaire.

5.1 Pédagogie

Tout d'abord, l'étude menée dans ce travail par questionnaires à destination des étudiants doit être complétée par des questionnaires enseignants, spécialisés en endodontie. Ceci permettra d'évaluer la cohérence du SC avec une application pédagogique.

Ensuite, dans le but d'optimiser le SC développé dans ce travail et de définitivement valider son utilisation pour une application pédagogique, il sera intéressant de confirmer nos résultats par une validation pratique multicentrique de l'apprentissage préclinique. L'évaluation du traitement endodontique préclinique a fait l'objet de nombreuses études publiées au cours des dernières années (133,157). La principale difficulté réside dans

la définition d'un critère de jugement principal adapté qui reste à déterminer car la littérature concernant ce sujet est pauvre et les avis divergent. Elemam et coll. préconisent d'évaluer la longueur, la densité de l'obturation et la conicité dans leurs critères d'évaluation d'étudiants hospitaliers, alors que Tchorz et coll. choisissent simplement l'ajustage en longueur. Il est donc nécessaire de définir des critères d'évaluation validés au travers d'une étude complémentaire. Puis un travail à plus large échelle permettra de déterminer des courbes d'apprentissage.

Il est également possible de prévoir d'éventuelles difficultés opératoires comme des bûtes, des fausses routes ou des perforations radiculaires. Les simulateurs peuvent ainsi être adaptés à la difficulté souhaitée de l'exercice préclinique. Ce type de simulateur canalaire rend possible l'entraînement du praticien sur des répliques de dents particulièrement complexes avant l'intervention sur patient (158). Le risque d'erreurs iatrogènes pourra ainsi être limité, et les chances de succès des traitements augmentées.

Le matériau composite présente des applications potentielles pour les travaux pratiques de dentisterie restauratrice. La phase organique des SC pourra être optimisée en remplaçant la résine époxy par d'autres polymères comme des résines polyuréthane.

Enfin, l'utilisation du simulateur pourrait également être élargie à l'apprentissage global de l'endodontie, depuis la cavité d'accès jusqu'à l'obturation. Ceci nécessite l'adjonction d'une morphologie externe pour faire évoluer le SC en dent artificielle complète. Des techniques de collage actuellement appliquées aux SC résineux pourraient être adaptées à l'HAp pour associer la partie coronaire et radiculaire.

5.2 Recherche

5.2.1 Ingénierie tissulaire

Une autre perspective pour le SC concerne la recherche dans le domaine de la régénération des tissus dentaires. En effet, le chirurgien dentiste est confronté à des pertes de substance qui pourraient au mieux être régénérées, permettant ainsi des obturations biologiques. Mais les améloblastes ne sont plus présents après la formation de l'émail, et la dentine peut uniquement être régénérée par la pulpe qui est souvent éliminée après une agression infectieuse, traumatique ou chimique (159). Le traitement actuel des pertes de substances consiste à éliminer le tissu altéré et à le remplacer par un biomatériau, mais des techniques d'ingénierie tissulaire sont déjà appliquées depuis longtemps. En effet, le coiffage pulpaire direct permet d'activer des cellules souches de la pulpe pour synthétiser une barrière minérale (160). Mais lorsque la pulpe est détruite en totalité, seule la revascularisation est possible. Cependant, elle a de nombreuses limites : synthèse d'un tissu ostéo-cémentaire, pas

de réelle vitalité pulpaire, épaissement des parois dentinaires (161). Par ailleurs, l'application clinique de ces méthodes n'a pas encore de réel fondement scientifique (surtout des rapports de cas chez l'humain (162), et les études menées chez l'animal sont peu concluantes (163)). Le succès relatif de la revascularisation peut être expliqué par la présence de SCAPs (Stem Cells from Apical Papilla) (164). D'autres cellules souches ont été retrouvées comme les DPSC (Dental Pulp Stem Cells), les PDLSC (Peridental Ligament Stem Cells), les SHEDs (Stem Cells from Human Exfoliated tooth) et les cellules souches du follicule dentaire (165,166). Toutes ces cellules pourraient avoir un intérêt dans une application de régénération des tissus dentaires. Cependant, lorsqu'elles sont cultivées *in vitro* et *in vivo* elles se différencient facilement en cellules ostéoprogénitrices, mais difficilement en cellules à phénotype odontoblastique. Il serait donc intéressant de :

- disposer d'un modèle reproductible pour expérimenter la technique de revascularisation,
- pouvoir orienter la différenciation de ces cellules en cellules productrices de dentine (étudier la différenciation *in vitro* de cellulesensemencées dans un SC, puis implanter le SC en sous cutané chez la souris et finalement en site maxillo-facial chez le gros animal).
- évaluer l'influence de la morphologie canalaire et des différents paramètres sur la différenciation cellulaire (taux de porosité, taille et forme des pores, composition chimique de la matrice minérale).

5.2.1.1 Etude de la cytocompatibilité des SC céramiques

Les résultats préliminaires ont montré une bonne vitalité de cellules MC3T3-E1 sur de l'HAp à 6 jours, montrant le potentiel de la céramique dense pour une application de régénération pulpaire (Fig. 61). La résine de stéréolithographie n'a pas eu d'influence négative sur la vitalité cellulaire. Par contre, une toxicité est apparue en rapport avec le taux de porosité. L' α -TCP est la céramique phosphocalcique la plus soluble dans l'eau, ce qui favorise la libération de calcium dans le milieu de culture cellulaire et pourrait être à l'origine d'une toxicité importante. Si ces résultats restent à confirmer, il est toutefois nécessaire de déterminer la cause de cette toxicité (porosité ou présence de la phase d' α -TCP) en réalisant de nouveaux essais de vitalité cellulaire sur des modèles rendus microporeux par de l'amidon ou par un porogène qui ne provoque l'apparition d' α -TCP dans l'HAp.

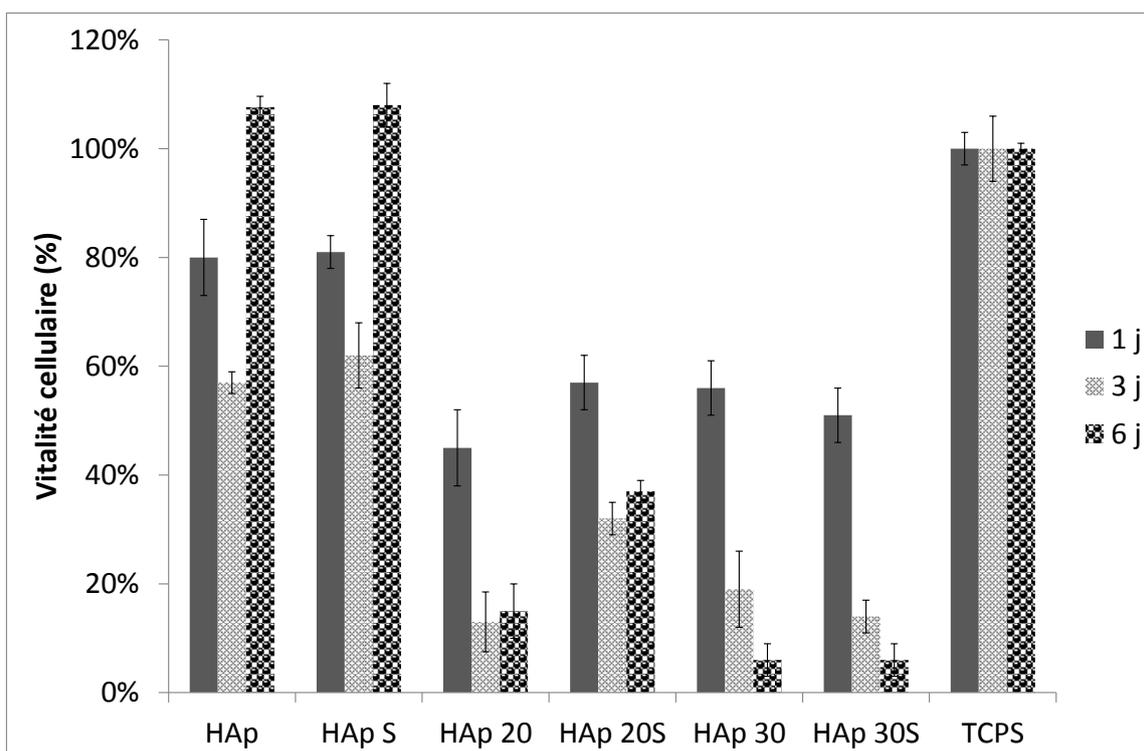


Figure 61 : vitalité de cellules MC3T3-E1 à 1, 3 et 6 jours par contact direct avec les céramiques HAp, HAp S, HAp 20, HAp 20S, HAp 30, HAp 30S, et le témoin (TCPS). La vitalité cellulaire (Bleu d'Alamar) a été mesurée à 1, 3 et 6 jours (Twinkle LB 970, Berthold) selon la formule suivante : $Vitalité (\%) = \frac{\text{Fluorescence échantillon}}{\text{Fluorescence témoin}} \times 100$.

5.2.1.2 Causes de la présence d'une phase d' α -TCP

Il est nécessaire de comprendre comment une phase d' α -TCP apparaît dans l'HAp en utilisant l'amidon comme agent porogène. Afin d'y parvenir, une méthode de quantification de l' α -TCP dans une céramique biphasée doit tout d'abord être développée. Ceci permettrait de déterminer le ratio Ca/P.

Des résultats préliminaires d'analyse dispersive en énergie ont montré que les principaux résidus de la combustion de l'amidon étaient du calcium et du phosphore (Fig. 62). Ceci pourrait avoir une influence sur l'évolution du ratio Ca/P lors du traitement thermique de la céramique.

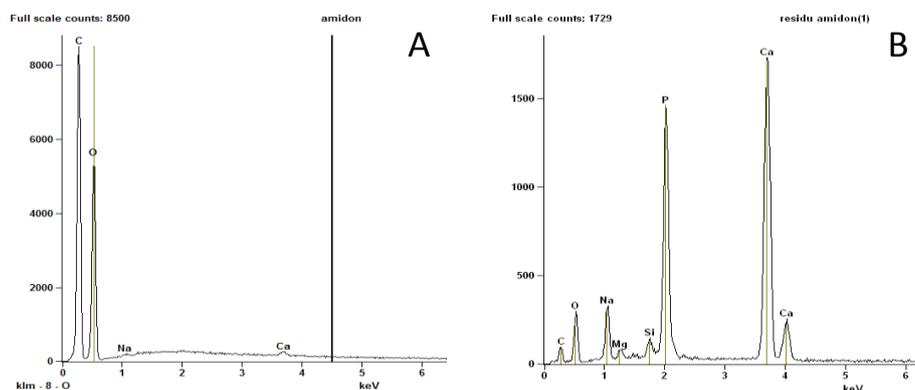


Figure 62 : analyse dispersive en énergie de l'amidon (A) et des résidus de la perte au feu de l'amidon (B).

Si une phase d' α -TCP est apparue, alors il est nécessaire de rechercher du calcium excédentaire dans une autre phase riche en calcium (CaO, TTCP). A notre connaissance, aucun travail publié actuellement ne montre une telle modification dans l'HAp poreuse frittée après utilisation de l'amidon, car la composition du produit final n'est jamais étudiée dans la littérature (118,146). Il est donc nécessaire de poursuivre les recherches dans ce sens.

Malgré l'absence actuelle d'une explication, il est cependant possible de proposer une solution à ce problème en remplaçant l'amidon par du PMMA. En effet, la phase d' α -TCP n'est alors plus retrouvée sur les diffractogrammes de rayons X, montrant que ce problème peut être résolu facilement (Fig. 63). Cependant, le coût élevé du PMMA, contrairement à l'amidon, est incompatible avec une utilisation pédagogique massive (Tab. 13).

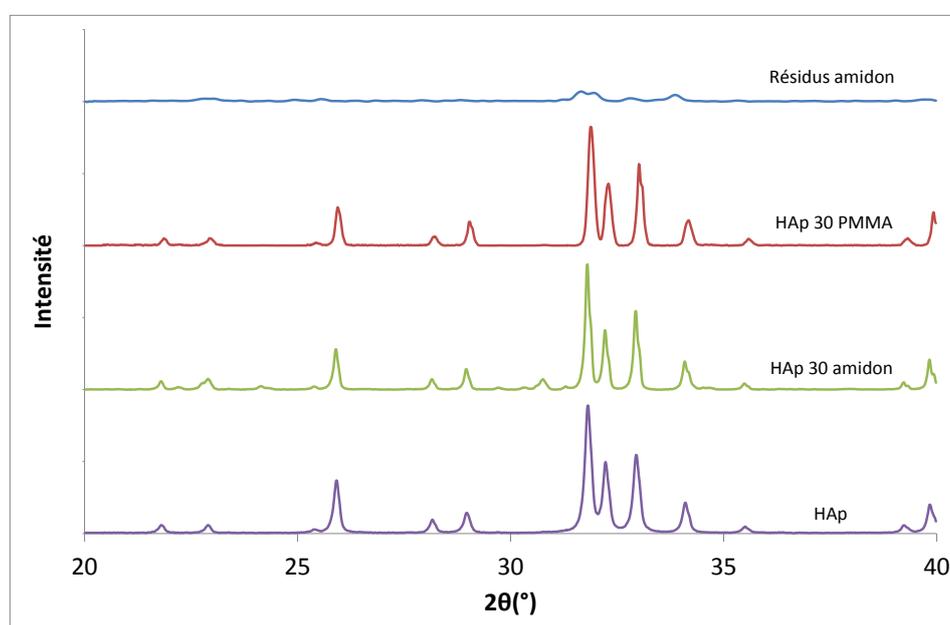


Figure 63 : diffractogramme de rayons X : HAp, HAp poreuse par amidon, HAp poreuse par PMMA et résidus de l'amidon après traitement thermique.

5.2.2 Autres perspectives

D'autres perspectives concernant la recherche en endodontie sont envisageables autour de plusieurs axes : infection endodontique, bactériologie ; étapes du traitement endodontique ; effet des instruments endodontiques sur la préparation canalaire ; développement/évaluation d'instruments endodontiques ; applications en dentisterie restauratrice.

Par exemple, parmi les étapes du traitement endodontique, l'irrigation constitue une procédure indispensable pour le nettoyage et la désinfection canalaire. L'action solvante et désinfectante de l'hypochlorite de sodium sont théoriquement possibles sur notre simulateur (41). L'action chélatante de l'EDTA (43) sur l'HAp durant 1 minute en rinçage final pourrait également parfaire le nettoyage et faciliter l'ouverture de la porosité du matériau. L'absence d'interactions néfastes doit donc être étudiée.

6 Table des illustrations

Figure 1 : représentation schématique d'une dent et de son parodonte : émail (1), dentine (2), pulpe (3), cément (4), ligament parodontal (5), os alvéolaire (6).....	12
Figure 2 : prismes d'émail humain (MEB $\times 500$).	13
Figure 3 : observations de la structure poreuse de la dentine humaine au microscope électronique à balayage (gauche $\times 6000$, droite $\times 12000$).	14
Figure 4 : organisation du complexe dentino-pulpaire (11).....	14
Figure 5 : schéma étiopathogénique de la maladie carieuse <i>selon Keyes</i> (20).	15
Figure 6 : cavité d'accès terminée sur une incisive isolée par un champ opératoire (Dr. Alain Gambiez).	20
Figure 7 : pyramide de l'apprentissage adaptée du NTL, 1960. (<i>Image Softstarresearch.com</i>)	22
Figure 8 : principaux types de configurations pulpaires selon Vertucci (A) et complétés par Gulabivala (B) (56).	24
Figure 9 : différents simulateurs canaux résineux disponibles sur le marché. De gauche à droite : bloc (8), ZPUK Endo Simulation (<i>image Frasaco</i>), Endo Training Tooth (<i>image VDW</i>).....	26
Figure 10 : reproduction d'une dent par impression 3D. A (70) : image CBCT (gauche), prototype d'une dent (droite) ; B (<i>image DELendo</i>) : TrueTooth.....	26
Figure 11 : simulation de canaux courbes (gauche : 45° ; droite : 60°) dans un support métallique (72).	27
Figure 12 : simulation virtuelle d'un soin dentaire par le simulateur VirTeaSy Dental (<i>image HRV</i>). ..	27
Figure 13 : diagramme de phase binaire des phosphates de calcium dans le système $\text{CaO-P}_2\text{O}_5$ (83).	30
Figure 14 : maille élémentaire d'un cristal d'hydroxyapatite (79).....	31
Figure 15 : procédés de mise en forme d'une céramique.	34
Figure 16 : techniques de génération de porosités dans les céramiques (116).....	37
Figure 17 : organigramme du déroulement de la thèse.	40
Figure 18 : synthèse d'hydroxyapatite stœchiométrique par précipitation aqueuse. Réacteur de synthèse (gauche), filtration (milieu) et obtention de produits bruts (droite).	41
Figure 19 : calcul de la température de frittage et du retrait linéaire d'une céramique testée au laboratoire.....	46
Figure 20 : pesée hydrostatique illustrant le principe d'Archimède. M1 est la masse de la matrice sèche de l'échantillon, M2 est la masse humide de la matrice après imprégnation dans l'eau, et M3 est la masse de la matrice durant l'immersion dans l'eau.....	47
Figure 21 : imprégnation des céramiques par transfert sous vide (IT).	49
Figure 22 : imprégnation des céramiques par la méthode d'imprégnation dans le bain (IB).....	50
Figure 23 : quantification de l'imprégnation résineuse d'une céramique poreuse par le rapport des surfaces blanches sur la surface totale de céramique (logiciel Perfect-Image®).....	51
Figure 24 : diffractogramme de rayons X de la poudre d'HAp. Les pics caractéristiques de l' α -TCP, β -TCP et du CaO (indiqués par les lignes pointillées) sont absents.....	51
Figure 25 : diffractogramme de rayons X de la dentine humaine et de l'HAp de synthèse.	52
Figure 26 : distribution de la taille des particules de la poudre d'HAp synthétisée (calcinée à 950°C et broyée durant 24 h à 100 rpm).	53
Figure 27 : densité hydrostatique d'HAp à différents taux de matière sèche (MS65, MS70, MS75 MS80) en fonction de la température de frittage.....	54

Table des illustrations

Figure 28 : évolution de la microdureté de la céramique HAp (75% de taux de matière sèche) en fonction de la température de frittage.	54
Figure 29 : image MEB ($\times 6000$, barres = 10 μm) de dentine humaine (porosité 20%) et d'HAp synthétisée (porosité 20%, taux de matière sèche 75%) et frittée à 1100°C.....	55
Figure 30 : image MEB ($\times 2000$, barres = 10 μm) illustrant la dispersion des cristaux d'amidon en fonction des traitements appliqués : dilution dans l'eau (A) ; broyage tourne-jarre (B) ; broyage planétaire (C).	55
Figure 31 : taille des particules d'amidon de riz par granulométrie LASER en fonction des traitements de dispersion appliqués : dilution dans l'eau ; broyage tourne-jarre ; broyage planétaire ($p < 0,05$). ..	56
Figure 32 : évolution du taux de porosité d'HAp en fonction de la concentration massique d'amidon de riz.	57
Figure 33 : microstructure de dentine humaine, SC résineux commercial (R) et HAp de synthèse frittées à 1275°C : dense (HAp) et 20% poreuse (HAp 20), observée par MEB ($\times 500$, barres = 50 μm).	57
Figure 34 : évolution de la viscosité de barbotines d'HAp MS75 et d'HAp + amidon (10% massique) à 65, 70 et 75% en taux de matière sèche en fonction de la vitesse.	58
Figure 35 : diffractogrammes de rayons X d'HAp (poudre) calcinée à 1000°C, HAp frittée à 1275°C : HAp, HAp poreuse 20% (HAp 20) et 30% (HAp 30) par ajout d'amidon ; α -TCP pur et d'amidon pur. * signifie pic de diffraction caractéristique de l' α -TCP.....	60
Figure 36 : analyses thermogravimétrique (en bleu) et thermique différentielle (en rouge) de l'amidon (A), HAp poreuse 20% (B) et 30% (C) (* : pic exothermique).....	61
Figure 37 : courbes de retrait (dilatométrie) d'HAp avec différents taux de matière sèche (60% ; 70% ; 75%) en fonction de la température de frittage. (<i>Trois essais par groupe ont été réalisés, un seul essai est exposé pour des raisons de clarté</i>).....	62
Figure 38 : courbes de retrait (dilatométrie) d'HAp à 75% de taux de matière sèche avec différents taux de porosité (20% et 30%) en fonction de la température de frittage. (<i>Trois essais par groupe ont été réalisés, un seul essai est exposé ici pour des raisons de clarté</i>).....	63
Figure 39 : traitement thermique optimisé appliqué aux céramiques poreuses.....	63
Figure 40 : aspect macroscopique d'HAp poreuse (20% : A et C ; 30% : B et D) frittés, non imprégnés (A et B) et imprégnés de résine par la méthode passive (C et D).	64
Figure 41 : taux d'imprégnation de la résine dans les céramiques, par la méthode d'imprégnation passive (IP), par transfert (IT), dans le bain (IB) et dans le bain associée à un traitement ultrasonore (IB+Us).	65
Figure 42 : images MEB ($\times 500$, barres = 50 μm) de la microstructure de l'HAp 30% poreuse non imprégnée (HAp 30) et imprégnée (HAp 30R) par la méthode d'imprégnation dans le bain associée à un traitement ultrasonore (IB+Us).	65
Figure 43 : essais de microdureté Vickers sur l'émail et la dentine humaine ; céramiques d'HAp avec différentes porosités : 0% (HAp), 20% (HAp 20), 30% (HAp 30), céramiques imprégnées par une résine époxy (HAp 30R) ; résine époxy pure (R) et SC résineux commercial (SC R). * signifie différence significative avec dentine.	66
Figure 44 : résistance à la rupture en flexion 3-points, de céramiques d'HAp avec différents taux de porosité : 0% (HAp), 20% (HAp 20), 30% (HAp 30), céramiques imprégnées par une résine époxy (HAp 30R) ; la résine époxy pure (R) et un SC résineux commercial (SC R) * signifie différence significative avec HAp.....	67
Figure 45 : illustration des étapes du procédé de fabrication d'un SC.	72

Table des illustrations

Figure 46 : procédé de coulage de la barbotine autour du moule canalaire. Moule canalaire positionné (gauche), récipient cylindrique en plâtre positionné (milieu), coulage de la barbotine (droite).....	73
Figure 47 : étapes pour l'analyse de la reproductibilité de la morphologie canalaire dans les simulateurs canalaires développés.	74
Figure 48 : calcul du coefficient de Dice-Sørensen (quotient de similarité, QS) entre 2 sous-ensembles A et B.	75
Figure 49 : approche intuitive du calcul des distances de Hausdorff (x et y) entre 2 sous-ensembles A et B.	75
Figure 50 : images de reconstructions numériques de volumes pulpaires à complexité variable : canines (A ₁₋₄), prémolaires (B ₁₋₄), molaires maxillaires (C ₁₋₃), molaires mandibulaires (D ₁₋₃).....	76
Figure 51 : images de reconstructions numériques de volumes pulpaires (gauche) et leur prototype (droite) en résine acrylique (CAST) reproduits par stéréolithographie : canine simple (A), prémolaire complexe (B), molaire complexe (C).	77
Figure 52 : courbes de dilatométrie de résines de stéréolithographie (R2, H2, G2, CAST) utilisées pour reproduction des volumes pulpaires. <i>Trois essais par groupe ont été réalisés, un seul essai par groupe est exposé pour des raisons de clarté.</i>	78
Figure 53 : aspect, après frittage, de céramique d'HAp poreuse (20%) en incorporant un moule canalaire en résine stéréolithographiée (R2) en place. Les flèches indiquent l'apparition de fissures dans le simulateur canalaire qui peuvent être provoquées par l'expansion de la résine lors du frittage.	78
Figure 54 : analyse thermogravimétrique (bleu) et thermique différentielle (rouge) de la résine CAST.	79
Figure 55 : traitement thermique optimisé pour la fabrication des simulateurs canalaires en céramique.....	79
Figure 56 : vues de l'étape de préparation des canaux des simulateurs résineux (à gauche) et céramique (à droite) durant la séance d'apprentissage de l'étude pratique.	82
Figure 57 : clichés radiographiques cônes-en-place : ajustage en longueur court (A), acceptable (B) et long (C).	83
Figure 58 : conception, fabrication et utilisation en travaux pratiques de systèmes canalaires à morphologie simple (A) et complexe (B). De gauche à droite : données numériques du volume pulpaire, moule canalaire reproduit en résine acrylique, cliché radiographique préopératoire, cône-en-place et d'obturation.	84
Figure 59 : essai de traitement endodontique sur un SC représentant une molaire mandibulaire complexe à 3 canaux. Vue préopératoire (A), suppression du plafond pulpaire (B), aménagement des entrées canalaires et d'un isthme mésial (C) et obturation endodontique (D).	85
Figure 60 : scores moyens des réponses aux questionnaires étudiants après apprentissage sur simulateurs en bloc résine (R), céramique et céramique imprégnée de résine (CR). a signifie différence significative avec le groupe R concernant la texture lors de la mise en forme ; b signifie différence significative avec le groupe R concernant le comportement radiologique.	86
Figure 61 : vitalité de cellules MC3T3-E1 à 1, 3 et 6 jours par contact direct avec les céramiques HAp, HAp S, HAp 20, HAp 20S, HAp 30, HAp 30S, et le témoin (TCPS). La vitalité cellulaire (Bleu d'Alamar) a été mesurée à 1, 3 et 6 jours (Twinkle LB 970, Berthold) selon la formule suivante : Vitalité (%) = Fluorescence échantillon/Fluorescence témoin X 100.	94

Table des illustrations

Figure 62 : analyse dispersive en énergie de l'amidon (A) et des résidus de la perte au feu de l'amidon (B).	94
Figure 63 : diffractogramme de rayons X : HAp, HAp poreuse par amidon, HAp poreuse par PMMA et résidus de l'amidon après traitement thermique.	95
Tableau 1 : propriétés mécaniques de l'émail et de la dentine humaine (10).....	13
Tableau 3 : classification des traumatismes dentaires selon Andreasen (24).....	16
Tableau 4 : pourcentages massiques des constituants minéraux des tissus calcifiés (79).	29
Tableau 5 : principaux phosphates de calcium (81,82).....	30
Tableau 6 : composition des produits en fonction du ratio Ca/P molaire initial après traitement thermique (90).....	31
Tableau 7 : taille des particules d'amidon (117–119).....	38
Tableau 8 : référence des phosphates de calcium dans les fiches PDF-4 des diffractogrammes de rayons X.	42
Tableau 9 : géométrie des échantillons en fonction des essais réalisés.	44
Tableau 9 : mesures de la surface spécifique des poudres d'HAp.	53
Tableau 10 : viscosité de référence (μ_0) et dynamique (à 10^6 s^{-1}) de barbotines d'HAp MS75, et d'HAp + amidon (10% du poids de matière sèche) avec différents taux de matière sèche (65, 70, 75 et 80%).	58
Tableau 11 : estimation du coût (euros) de fabrication d'un SC en fonction des matériaux utilisés. ...	59
Tableau 12 : température de frittage et retrait linéaire de céramiques crues d'HAp à différents taux de matière sèche selon l'analyse des dérivées des courbes de dilatométrie.	62
Tableau 13 : expansion maximale de résines utilisées pour créer, par stéréolithographie, le prototype des volumes pulpaire.	78
Tableau 14 : questionnaire d'évaluation des SC en résine, céramique HAp et céramique HAp imprégnés par de la résine (Score 1 : insuffisant, score 10 : parfait).....	82
Tableau 15 : commentaires des étudiants concernant l'utilisation des SCs.	86
Tableau 16 : ajustage en longueur du maître-cône par des étudiants dans les racines naturelles après l'apprentissage sur simulateur canalaire résineux (R) ou simulateur canalaire céramique (C).....	87
Tableau 17 : résistance au retrait des maîtres-cônes ajustés par des étudiants dans les racines naturelles après l'apprentissage sur simulateur canalaire résineux (R) ou simulateur canalaire céramique (C).	87

7 Bibliographie

1. De Moor R, Hülsmann M, Kirkevang L-L, Tanalp J, Whitworth J. Undergraduate curriculum guidelines for endodontology. *Int Endod J.* 2013;46:1105–14.
2. European Society of Endodontology, Gulabivala K, Ahlquist M, Cunnington S, Gambairini G, Tamse A, et al. Accreditation of postgraduate speciality training programmes in Endodontology. Minimum criteria for training Specialists in Endodontology within Europe. *Int Endod J.* 2010;43:725–37.
3. Sonntag D, Bärwald R, Hülsmann M, Stachniss V. Pre-clinical endodontics: a survey amongst German dental schools. *Int Endod J.* 2008;41:863–8.
4. Tchorz JP, Hellwig E, Altenburger MJ. Teaching model for artificial teeth and endodontic apex locators. *J Dent Educ.* 2013;77:626–9.
5. European Society of Endodontology. Quality guidelines for endodontic treatment: consensus report of the European Society of Endodontology. *Int Endod J.* 2006;39:921–30.
6. Pitts NB, Chow TW, Renson CE, Kirkwood J, Walker RT. Mounted human skulls as an aid to preclinical endodontic teaching. *Int Endod J.* 1984;17:73–5.
7. Dummer PM, Alodeh MH, al-Omari MA. A method for the construction of simulated root canals in clear resin blocks. *Int Endod J.* 1991;24:63–6.
8. Spenst A, Kahn H. The use of a plastic block for teaching root canal instrumentation and obturation. *J Endod.* 1979;5:282–4.
9. Tanalp J, Güngör T. Apical extrusion of debris: a literature review of an inherent occurrence during root canal treatment. *Int Endod J.* 2014;47:211–21.
10. Goldberg M, Farge P. Manuel d'histologie et de biologie buccale: La dent et ses tissus de soutien. Masson; 1989. 160 p.
11. Lasfargues J-J, Colon P, Vanherle G, Lambrechts P. Odontologie conservatrice et restauratrice. Paris, France: Éditions CdP; 2009.
12. Cazalbou S, Combes C, Eichert D, Rey C. Adaptative physico-chemistry of biorelated calcium phosphates. *J Mater Chem.* 2004;14:2148–53.
13. Sloan AJ, Moseley R, Dobie K, Waddington RJ, Smith AJ. TGF-beta latency-associated peptides (LAPs) in human dentin matrix and pulp. *Connect Tissue Res.* 2002;43:381–6.
14. Brès E, Hardouin P. Matériaux en phosphate de calcium - Aspects fondamentaux. Montpellier, France: Editions Sauramps; 1998.
15. Beer R, Baumann MA, Kielbassa AM, Ruech A, Le Sueur-Almosni F. Atlas de poche d'endodontie. Editions Flammarion; 2008.
16. Vennat E, Bogicevic C, Fleureau J-M, Degrange M. Demineralized dentin 3D porosity and pore size distribution using mercury porosimetry. *Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater.* 2009;25:729–35.
17. Simon S, Machtou P. Endodontie. CdP. 2012.

18. Gronthos S, Brahim J, Li W, Fisher LW, Cherman N, Boyde A, et al. Stem cell properties of human dental pulp stem cells. *J Dent Res*. 2002;81:531–5.
19. Kakehashi S, Stanley HR, Fitzgerald RJ. The effects of surgical exposures of dental pulps in germ free and conventional laboratory rats. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*. 1965;20:340–9.
20. Keyes PH. Research in dental caries. *J Am Dent Assoc*. 1968;76:1357–73.
21. Featherstone JDB. Caries prevention and reversal based on the caries balance. *Pediatr Dent*. 2006;28:128–32.
22. Loesche WJ. Microbiology of Dental Decay and Periodontal Disease. In: Baron S, editor. *Medical Microbiology*. 4th Edition Galveston (TX), 1996.
23. Andersson L. Evidence-based dental traumatology. *Dent Traumatol Off Publ Int Assoc Dent Traumatol*. 2008;24:497.
24. Andreasen JO, Bakland LK, Flores MT, Andreasen FM, Andersson L. *Traumatic Dental Injuries: A Manual*. Edition John Wiley & Sons, 2011.
25. Zach L, Cohen G. Pulp response to externally applied heat. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*. 1965 Apr;19:515–30.
26. Goodis HE, Schein B, Stauffer P. Temperature changes measured in vivo at the dentinoenamel junction and pulpodentin junction during cavity preparation in the *Macaca fascicularis* monkey. *J Endod*. 1988;14:336–9.
27. Sigusch BW, Völpel A, Braun I, Uhl A, Jandt KD. Influence of different light curing units on the cytotoxicity of various dental composites. *Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater*. 2007;23:1342–8.
28. Bergenholtz G, Cox CF, Loesche WJ, Syed SA. Bacterial leakage around dental restorations: its effect on the dental pulp. *J Oral Pathol*. 1982;11:439–50.
29. Sasafuchi Y, Otsuki M, Inokoshi S, Tagami J. The effects on pulp tissue of microleakage in resin composite restorations. *J Med Dent Sci*. 1999;46:155–64.
30. Lasfargues J-J, Machtou P. Pathogénèse des lésions périapicales. *Réal Clin*. 2001;12:139–48.
31. Fabricius L, Dahlén G, Holm SE, Möller AJ. Influence of combinations of oral bacteria on periapical tissues of monkeys. *Scand J Dent Res*. 1982;90:200–6.
32. Perez F, Calas P, de Falguerolles A, Maurette A. Migration of a *Streptococcus sanguis* strain through the root dentinal tubules. *J Endod*. 1993;19:297–301.
33. Cooper PR, Takahashi Y, Graham LW, Simon S, Imazato S, Smith AJ. Inflammation–regeneration interplay in the dentine–pulp complex. *J Dent*. 2010;38:687–97.
34. Siqueira JF, Magalhães KM, Rôças IN. Bacterial reduction in infected root canals treated with 2.5% NaOCl as an irrigant and calcium hydroxide/camphorated paramonochlorophenol paste as an intracanal dressing. *J Endod*. 2007;33:667–72.
35. Siqueira JF, Rôças IN. Diversity of endodontic microbiota revisited. *J Dent Res*. 2009;88:969–81.

36. Shuping GB, Orstavik D, Sigurdsson A, Trope M. Reduction of intracanal bacteria using nickel-titanium rotary instrumentation and various medications. *J Endod.* 2000;26:751–5.
37. Card SJ, Sigurdsson A, Orstavik D, Trope M. The effectiveness of increased apical enlargement in reducing intracanal bacteria. *J Endod.* 2002;28:779–83.
38. White SC, Pharoah MJ. *Oral radiology: principles and interpretation.* St. Louis, Mo.: Mosby/Elsevier; 2009.
39. Ahmad IA. Rubber dam usage for endodontic treatment: a review. *Int Endod J.* 2009;42:963–72.
40. Zehnder M. Root canal irrigants. *J Endod.* 2006;32:389–98.
41. Portenier I, Waltimo T, Ørstavik D, Haapasalo M. The susceptibility of starved, stationary phase, and growing cells of *Enterococcus faecalis* to endodontic medicaments. *J Endod.* 2005;31:380–6.
42. Okino LA, Siqueira EL, Santos M, Bombana AC, Figueiredo J a. P. Dissolution of pulp tissue by aqueous solution of chlorhexidine digluconate and chlorhexidine digluconate gel. *Int Endod J.* 2004;37:38–41.
43. Hülsmann M, Heckendorff M, Lennon A. Chelating agents in root canal treatment: mode of action and indications for their use. *Int Endod J.* 2003;36:810–30.
44. Beatty RG, Baker PS, Haddix J, Hart F. The efficacy of four root canal obturation techniques in preventing apical dye penetration. *J Am Dent Assoc.* 1989;119:633–7.
45. Claisse A, Barril-Cochet I, Cochet J-Y, Flouriot A-C, Guigand M, Oriez D, et al. Obturation canalaire. *Dossier de l'ADF;* 2014.
46. Sarrazy B. Note de synthèse : Le contrat didactique. *Rev Fr Pédagogie.* 1995;112:85–118.
47. Wood EJ. *Problem-Based Learning: Exploiting Knowledge of how People Learn to Promote Effective Learning.* *Biosci Educ.* 2004;3:1-12.
48. Piaget J. In: *Psychologie et épistémologie.* Paris, Edition Denoël; p. 85.
49. Qualtrough AJE, Whitworth JM, Dummer PMH. Preclinical endodontology: an international comparison. *Int Endod J.* 1999;32:406–14.
50. Tchorz JP, Ganter PA, Woelber JP, Stampf S, Hellwig E, Altenburger MJ. Evaluation of an improved endodontic teaching model: do preclinical exercises have an influence on the technical quality of root canal treatments? *Int Endod J.* 2014;47:410–5.
51. Albrecht L, Ferreira EL, Passos MLM, Cecchetti RT. Teeth processing in human teeth bank – proposal of protocol. *RSBO Revista Sul-Brasileira de Odontologia.* 2013;e1984-5685.
52. Pashley DH, Andringa HJ, Derkson GD, Derkson ME, Kalathoor SR. Regional variability in the permeability of human dentine. *Arch Oral Biol.* 1987;32:519–23.
53. Nielsen RB, Alyassin AM, Peters DD, Carnes DL, Lancaster J. Microcomputed tomography: an advanced system for detailed endodontic research. *J Endod.* 1995;21:561–8.

54. Paqué F, Zehnder M, Marending M. Apical fit of initial K-files in maxillary molars assessed by micro-computed tomography. *Int Endod J.* 2010;43:328–35.
55. Hess W, Dolamore WH, Zürcher E. The anatomy of the root-canals of the teeth of the permanent dentition. Edition New York: Wm. Wood & co;1925.
56. Vertucci FJ. Root canal morphology and its relationship to endodontic procedures. *Endod Top.* 2005;10:3–29.
57. Paqué F, Peters OA. Micro-computed tomography evaluation of the preparation of long oval root canals in mandibular molars with the self-adjusting file. *J Endod.* 2011;37:517–21.
58. Jou Y-T, Karabucak B, Levin J, Liu D. Endodontic working width: current concepts and techniques. *Dent Clin North Am.* 2004;48:323–35.
59. Lolayekar N, Bhat S V, Bhat S. Disinfection methods of extracted human teeth. *J Oral Health Comm Dent.* 2007;1:27–9.
60. Kumar M, Sequeira PS, Peter S, Bhat GK. Sterilisation of extracted human teeth for educational use. *Indian J Med Microbiol.* 2005;23:256–8.
61. Nassif AC da S, Tieri F, da Ana PA, Botta SB, Imparato JCP. Structuralization of a human teeth bank. *Pesqui Odontológica Bras Braz Oral Res.* 2003 May;1:70–4.
62. Costa S de M, Lima EB, Abreu FM de, Mameluque S, Bonan PRF. Assessment of a state university tooth bank two years after its foundation. *RGO.* 2012;60:227-32.
63. Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SRP. Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent.* 2004;6:117–21.
64. Krifka S, Börzsönyi A, Koch A, Hiller K-A, Schmalz G, Friedl K-H. Bond strength of adhesive systems to dentin and enamel--human vs. bovine primary teeth in vitro. *Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater.* 2008;24:888–94.
65. Tziafa C, Koliniotou-Koumpia E, Papadimitriou S, Tzias D. Dentinogenic responses after direct pulp capping of miniature swine teeth with Biodentine. *J Endod.* 2014;40:1967–71.
66. Frozoni M, Balic A, Sagomonyants K, Zaia AA, Line SRP, Mina M. A feasibility study for the analysis of reparative dentinogenesis in pOBCol3.6GFPTpz transgenic mice. *Int Endod J.* 2012;45:907–14.
67. Bryant ST, Thompson SA, al-Omari MA, Dummer PM. Shaping ability of Profile rotary nickel-titanium instruments with ISO sized tips in simulated root canals: Part 1. *Int Endod J.* 1998;31:275–81.
68. Weine FS, Kelly RF, Lio PJ. The effect of preparation procedures on original canal shape and on apical foramen shape. *J Endod.* 1975;1:255–62.
69. Merrett SJ, Bryant ST, Dummer PMH. Comparison of the shaping ability of RaCe and FlexMaster rotary nickel-titanium systems in simulated canals. *J Endod.* 2006;32:960–2.
70. Lee S-J, Jang K-H, Spangberg LSW, Kim E, Jung I-Y, Lee C-Y, et al. Three-dimensional visualization of a mandibular first molar with three distal roots using computer-aided rapid prototyping. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2006;101:668–74.

71. Kum KY, Spångberg L, Cha BY, Il-Young J, Msd null, Seung-Jong L, et al. Shaping ability of three ProFile rotary instrumentation techniques in simulated resin root canals. *J Endod.* 2000;26:719–23.
72. Akçay I, Yiğit-Özer S, Adigüzel Ö, Kaya S. Deformation of the self-adjusting file on simulated curved root canals: a time-dependent study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2011;112:12–7.
73. Grande NM, Plotino G, Pecci R, Bedini R, Malagnino VA, Somma F. Cyclic fatigue resistance and three-dimensional analysis of instruments from two nickel-titanium rotary systems. *Int Endod J.* 2006;39:755–63.
74. Plotino G, Grande NM, Sorci E, Malagnino VA, Somma F. Influence of a brushing working motion on the fatigue life of NiTi rotary instruments. *Int Endod J.* 2007;40:45–51.
75. Suebnukarn S, Chaisombat M, Kongpunwijit T, Rhienmora P. Construct validity and expert benchmarking of the haptic virtual reality dental simulator. *J Dent Educ.* 2014;78:1442–50.
76. Cuddihy M, Gorman CM, Burke FM, Ray NJ, Kelliher D. Endodontic access cavity simulation in ceramic dental crowns. *Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater.* 2013;29:626–34.
77. Lee M-H, Versluis A, Kim B-M, Lee C-J, Hur B, Kim H-C. Correlation between experimental cyclic fatigue resistance and numerical stress analysis for nickel-titanium rotary files. *J Endod.* 2011;37:1152–7.
78. Luz DDS, de S Ourique F, Scarparo RK, Vier-Pelisser FV, Morgental RD, Waltrick SBG, et al. Preparation time and perceptions of brazilian specialists and dental students regarding simulated root canals for endodontic teaching: a preliminary study. *J Dent Educ.* 2015;79:56–63.
79. Montel G, Bonel G, Trombe J-C, Heughebaert J-C, Rey C. Progres dans le domaine de la chimie des composés phosphores solides à structure d'apatite. Application à la biologie et au traitement des minerais. *Pure & Appl Chem.* 1980;52:973–87.
80. Al-Sanabani JS, Madfa AA, Al-Sanabani FA. Application of Calcium Phosphate Materials in Dentistry. *Int J Biomater.* 2013;e876132.
81. Elliott JC, editor. *Studies in Inorganic Chemistry.* In: *Studies in Inorganic Chemistry.* Elsevier; 1994.
82. Bohner M. Calcium orthophosphates in medicine: from ceramics to calcium phosphate cements. *Injury.* 2000;31:37–47.
83. Kreidler ER, Hummel FA. Phase relations in the system SrO-P₂O₅ and the influence of water vapor on the formation of Sr₄P₂O₉. *Inorganic Chemistry.* 1967;6:884–91.
84. Brown PW. Phase Relationships in the Ternary System CaO–P₂O₅–H₂O at 25°C. *J Am Ceram Soc.* 1992;75:17–22.
85. Young RA, Holcomb DW. Variability of hydroxyapatite preparations. *Calcif Tissue Int.* 1982;34:17–32.
86. Andres-Verges M, Fernandez-Gonzalez C, Martinez-Gallego M. Hydrothermal synthesis of calcium deficient hydroxyapatites with controlled size and homogeneous morphology. In: *Journal of the European Ceramic Society.* Elsevier; 1998:1245–50.

87. Hornez J-C, Chai F, Monchau F, Blanchemain N, Descamps M, Hildebrand HF. Biological and physico-chemical assessment of hydroxyapatite (HA) with different porosity. *Biomol Eng.* 2007;24:505–9.
88. ŚAlósarczyk A, Stobierska E, Paszkiewicz Z, Gawlicki M. Calcium Phosphate Materials Prepared from Precipitates with Various Calcium:Phosphorus Molar Ratios. *J Am Ceram Soc.* 1996;79:2539–44.
89. Monma H, Ueno S, Kanazawa T. Properties of hydroxyapatite prepared by the hydrolysis of tricalcium phosphate. *J Chem Technol Biotechnol.* 1981;31:15–24.
90. Raynaud S, Champion E, Bernache-Assollant D, Thomas P. Calcium phosphate apatites with variable Ca/P atomic ratio I. Synthesis, characterisation and thermal stability of powders. *Biomaterials.* 2002;23:1065–72.
91. Kivrak N, Taş AC. Synthesis of Calcium Hydroxyapatite-Tricalcium Phosphate (HA-TCP) Composite Bioceramic Powders and Their Sintering Behavior. *J Am Ceram Soc.* 1998;81:2245–52.
92. Markovic M, Fowler B, Tung M. Preparation and comprehensive characterization of a calcium hydroxyapatite reference material. *J Res Natl Inst Stand Technol.* 2004;109:553–68.
93. Zyman Z, Rokhmistrov D, Loza K. Determination of the Ca/P ratio in calcium phosphates during the precipitation of hydroxyapatite using X-ray diffractometry. *Process Appl Ceram.* 2013;7:93–5.
94. Ishikawa K, Ducheyne P, Radin S. Determination of the Ca/P ratio in calcium-deficient hydroxyapatite using X-ray diffraction analysis. *J Mater Sci Mater Med.* 1993;4:165–8.
95. Raynaud S, Champion E, Bernache-Assollant D, Laval J-P. Determination of Calcium/Phosphorus Atomic Ratio of Calcium Phosphate Apatites Using X-ray Diffractometry. *J Am Ceram Soc.* 2001;84:359–66.
96. NF ISO 13779-3. Implants chirurgicaux - Hydroxyapatite - Partie 3 : analyse chimique et caractérisation de la cristallinité et de la pureté de phase. AFNOR; 2008.
97. Asscher Y, Weiner S, Boaretto E. Variations in Atomic Disorder in Biogenic Carbonate Hydroxyapatite Using the Infrared Spectrum Grinding Curve Method. *Adv Funct Mater.* 2011;21:3308–13.
98. Wang FR. Experimental study of osteogenic activity of sintered hydroxyapatite--on the relationship of sintering temperature and pore size. *Nihon Seikeigeka Gakkai Zasshi.* 1990;64:847–59.
99. Halouani R, Bernache-Assollant D, Champion E, Ababou A. Microstructure and related mechanical properties of hot pressed hydroxyapatite ceramics. *J Mater Sci Mater Med.* 1994;5:563–8.
100. Munar ML, Udoh K, Ishikawa K, Matsuya S, Nakagawa M. Effects of Sintering Temperature Over 1,300°C on the Physical and Compositional Properties of Porous Hydroxyapatite Foam. *Dent Mater J.* 2006;25:51–8.
101. Barralet JE, Gaunt T, Wright AJ, Gibson IR, Knowles JC. Effect of porosity reduction by compaction on compressive strength and microstructure of calcium phosphate cement. *J Biomed Mater Res.* 2002;63:1–9.

102. Yasuda HY, Mahara S, Umakoshi Y, Imazato S, Ebisu S. Microstructure and mechanical property of synthesized hydroxyapatite prepared by colloidal process. *Biomaterials*. 2000;21:2045–9.
103. Yao X, Tan S, Jiang D. Fabrication of hydroxyapatite ceramics with controlled pore characteristics by slip casting. *J Mater Sci Mater Med*. 2005;16:161–5.
104. Van Noort R. The future of dental devices is digital. *Dent Mater*. 2012;28:3–12.
105. Lebon N, Tapie L, Vennat E, Mawussi B. Influence of CAD/CAM tool and material on tool wear and roughness of dental prostheses after milling. *J Prosthet Dent*. 2015;114:236-47.
106. Tanodekaew S, Channasanon S, Uppanan P. Preparation and degradation study of photocurable oligolactide-HA composite: A potential resin for stereolithography application. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2014;102:604–11.
107. Nayar S, Bhuminathan S, Bhat WM. Rapid prototyping and stereolithography in dentistry. *J Pharm Bioallied Sci*. 2015;7:216–9.
108. Silva NRFA, Witek L, Coelho PG, Thompson VP, Rekow ED, Smay J. Additive CAD/CAM Process for Dental Prostheses. *J Prosthodont*. 2011;20:93–6.
109. Monneret S. La microstéréolithographie et ses applications. *Mécanique et Industrie*. 2005;6:457-62.
110. Zhou WZ, Li D, Chen ZW, Chen S. Direct fabrication of an integral ceramic mould by stereolithography. *Proc Inst Mech Eng Part B J Eng Manuf*. 2010;224:237–43.
111. Hollister SJ. Porous scaffold design for tissue engineering. *Nat Mater*. 2005;4:518–24.
112. Chu TM, Halloran JW, Hollister SJ, Feinberg SE. Hydroxyapatite implants with designed internal architecture. *J Mater Sci Mater Med*. 2001;12:471–8.
113. Charrière E, Lemaitre J, Zysset P. Hydroxyapatite cement scaffolds with controlled macroporosity: fabrication protocol and mechanical properties. *Biomaterials*. 2003;24:809–17.
114. Lu JX, Flautre B, Anselme K, Hardouin P, Gallur A, Descamps M, et al. Role of interconnections in porous bioceramics on bone recolonization in vitro and in vivo. *J Mater Sci Mater Med*. 1999;10:111–20.
115. Gbureck U, Vorndran E, Barralet JE. Modeling vancomycin release kinetics from microporous calcium phosphate ceramics comparing static and dynamic immersion conditions. *Acta Biomater*. 2008;4:1480–6.
116. Chevalier E, Chulia D, Pouget C, Viana M. Fabrication of porous substrates: A review of processes using pore forming agents in the biomaterial field. *J Pharm Sci*. 2008;97:1135–54.
117. Prabhakaran K, Melkeri A, Gokhale NM, Sharma SC. Preparation of macroporous alumina ceramics using wheat particles as gelling and pore forming agent. *Ceram Int*. 2007;33:77–81.

118. Sundaram J, Durance TD, Wang R. Porous scaffold of gelatin–starch with nanohydroxyapatite composite processed via novel microwave vacuum drying. *Acta Biomater.* 2008;4:932–42.
119. Lemos AF, Ferreira JMF. Porous bioactive calcium carbonate implants processed by starch consolidation. *Mater Sci Eng C.* 2000;11:35–40.
120. Hossen S, Sotome I, Takenaka M, Isobe S, Nakajima M, Okadome H. Effect of particle size of different crop starches and their flours on pasting properties. *Japan Journal of Food Engineering.* 2011;12:29–35.
121. Chen CH, Takita K, Honda S, Awaji H. Fracture behavior of cylindrical porous alumina with pore gradient. *J Eur Ceram Soc.* 2005;25:385–91.
122. Chen C-H, Takita K, Ishiguro S, Honda S, Awaji H. Fabrication on porous alumina tube by centrifugal molding. *J Eur Ceram Soc.* 2005;25:3257–64.
123. Almirall A, Larrecq G, Delgado JA, Martínez S, Planell JA, Ginebra MP. Fabrication of low temperature macroporous hydroxyapatite scaffolds by foaming and hydrolysis of an α -TCP paste. *Biomaterials.* 2004;25:3671–80.
124. Del Real RP, Wolke JGC, Vallet-Regí M, Jansen JA. A new method to produce macropores in calcium phosphate cements. *Biomaterials.* 2002;23:3673–80.
125. Fukasawa T, Deng Z-Y, Ando M, Ohji T, Goto Y. Pore structure of porous ceramics synthesized from water-based slurry by freeze-dry process. *J Mater Sci.* 2001;36:2523–7.
126. Deville S, Saiz E, Tomsia AP. Freeze casting of hydroxyapatite scaffolds for bone tissue engineering. *Biomaterials.* 2006;27:5480–9.
127. Isobe T, Kameshima Y, Nakajima A, Okada K. Preparation and properties of porous alumina ceramics with uni-directionally oriented pores by extrusion method using a plastic substance as a pore former. *J Eur Ceram Soc.* 2007;27:61–6.
128. Miyagawa N, Shinohara N. Fabrication of porous alumina ceramics with unidirectionally-arranged continuous pores using a magnetic field. *Nippon Seramikkusu Kyokai Gakujutsu Ronbunshi.* 1999;107:673–7.
129. Le Ferrand H, Bouville F, Niebel TP, Studart AR. Magnetically assisted slip casting of bioinspired heterogeneous composites. *Nat Mater.* 2015;14:1172–9.
130. Muzafar A, Kanjwal FAS. Fabrication of Poly(caprolactone) Nanofibers Containing Hydroxyapatite Nanoparticles and Their Mineralization in a Simulated Body Fluid. *Fibers Polym.* 2011;12:50–6.
131. Flauder S, Sajzew R, Müller FA. Mechanical properties of porous β -tricalcium phosphate composites prepared by ice-templating and poly(ϵ -caprolactone) impregnation. *ACS Appl Mater Interfaces.* 2015;7:845–51.
132. US 4451235. Okuda K, Nagai H, Fujimaki H, Tomonaga A, Aoki H. Process for preparing an artificial dental root. 1984.
133. Tchorz JP, Brandl M, Ganter PA, Karygianni L, Polydorou O, Vach K, et al. Pre-clinical endodontic training with artificial instead of extracted human teeth: does the type of exercise have an influence on clinical endodontic outcomes? *Int Endod J.* 2015;48:888–93.

134. Nassri MRG, Carlik J, Silva CRN da, Okagawa RE, Lin S. Critical analysis of artificial teeth for endodontic teaching. *J Appl Oral Sci.* 2008;16:43–9.
135. Descamps M, Richart O, Hardouin P, Hornez JC, Leriche A. Synthesis of macroporous β -tricalcium phosphate with controlled porous architectural. *Ceram Int.* 2008;34:1131–7.
136. Descamps M, Hornez JC, Leriche A. Manufacture of hydroxyapatite beads for medical applications. *J Eur Ceram Soc.* 2009;29:369–75.
137. Singh N, Singh J, Kaur L, Singh Sodhi N, Singh Gill B. Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. *Food Chem.* 2003;81:219–31.
138. Loos MR, Coelho LAF, Pezzin SH, Amico SCA. The effect of acetone addition on the properties of epoxy. *Polimeros.* 2008;18:76-80.
139. Chuenarrom C, Benjakul P, Daosodsai P. Effect of indentation load and time on knoop and vickers microhardness tests for enamel and dentin. *SciELO.* 2009;12:473-6.
140. Baig AA, Faller RV, Yan J, Ji N, Lawless M, Eversole SL. Protective effects of SnF₂ - Part I. Mineral solubilisation studies on powdered apatite. *Int Dent J.* 2014;64:4–10.
141. Descamps M, Hornez JC, Leriche A. Effects of powder stoichiometry on the sintering of β -tricalcium phosphate. *J Eur Ceram Soc.* 2007;27:2401–6.
142. Muralithran G, Ramesh S. The effects of sintering temperature on the properties of hydroxyapatite. *Ceram Int.* 2000;26:221–30.
143. Karimzadeh A, Ayatollahi MR, Bushroa AR, Herliansyah MK. Effect of sintering temperature on mechanical and tribological properties of hydroxyapatite measured by nanoindentation and nanoscratch experiments. *Ceram Int.* 2014;40:9159–64.
144. Karacayli U, Gunduz O, Salman S, Ozyegin LS, Agathopoulos S, Oktar FN. Effect of Sintering Temperature on Mechanical Properties and Microstructure of Sheep-bone Derived Hydroxyapatite (SHA). In: 13th International Conference on Biomedical Engineering. 2008;23:1271-74.
145. Yang X-Y, Li Y, Lemaire A, Yu J-G, Su B-L. Hierarchically structured functional materials: Synthesis strategies for multimodal porous networks. *Pure Appl Chem.* 2009;81:2265-307.
146. Rodríguez-Lorenzo LM, Vallet-Regí M, Ferreira JMF. Fabrication of porous hydroxyapatite bodies by a new direct consolidation method: starch consolidation. *J Biomed Mater Res.* 2002;60:232–40.
147. Kundu B, Lemos A, Soundrapandian C, Sen PS, Datta S, Ferreira JMF, et al. Development of porous HAp and β -TCP scaffolds by starch consolidation with foaming method and drug-chitosan bilayered scaffold based drug delivery system. *J Mater Sci Mater Med.* 2010;21:2955–69.
148. Combes C, Rey C. Biomatériaux à base de phosphates de calcium. *Techniques de l'Ingénieur.* 2013;N4950.
149. Plotino G, Grande NM, Bedini R, Pameijer CH, Somma F. Flexural properties of endodontic posts and human root dentin. *Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater.* 2007;23:1129–35.

150. Chun K, Choi H, Lee J. Comparison of mechanical property and role between enamel and dentin in the human teeth. *J Dent Biomech*. 2014;5:e1758736014520809.
151. Xi T, Schreurs R, Heerink WJ, Bergé SJ, Maal TJJ. A Novel Region-Growing Based Semi-Automatic Segmentation Protocol for Three-Dimensional Condylar Reconstruction Using Cone Beam Computed Tomography (CBCT). *PLoS ONE*. 2014;9:e111126.
152. Dalirsefat SB, da Silva Meyer A, Mirhoseini SZ. Comparison of Similarity Coefficients used for Cluster Analysis with Amplified Fragment Length Polymorphism Markers in the Silkworm, *Bombyx mori*. *J Insect Sci*. 2009;9:1-8.
153. Tchorz JP, Hellwig E, Altenburger MJ. An improved model for teaching use of electronic apex locators. *Int Endod J*. 2012;45:307–10.
154. Schaeffer MA, White RR, Walton RE. Determining the Optimal Obturation Length: A Meta-Analysis of Literature. *J Endod*. 2005;31:271–4.
155. Dahan S. Facteurs prédictifs du succès des thérapeutiques endodontiques. *Réalités Cliniques*. 2014;25:77–88.
156. LaTurno SAL, Corcoran JF, Ellison RL. An evaluation of a teaching aid in endodontics. *J Endod*. 1984;10:507–11.
157. Elemam RF, Abdul Majid ZS, Groesbeck M, Azevedo ÁF. Quality of Root Canals Performed by the Inaugural Class of Dental Students at Libyan International Medical University. *Int J Dent*. 2015;2015:e135120.
158. Byun C, Kim C, Cho S, Baek SH, Kim G, Kim SG, et al. Endodontic Treatment of an Anomalous Anterior Tooth with the Aid of a 3-dimensional Printed Physical Tooth Model. *J Endod*. 2015;41:961–5.
159. Estrela C, Guedes OA, Silva JA, Leles CR, Estrela CR de A, Pécora JD. Diagnostic and clinical factors associated with pulpal and periapical pain. *Braz Dent J*. 2011;22:306–11.
160. Zanini M, Sautier JM, Berdal A, Simon S. Biodentine induces immortalized murine pulp cell differentiation into odontoblast-like cells and stimulates biomineralization. *J Endod*. 2012;38:1220–6.
161. Lovelace TW, Henry MA, Hargreaves KM, Diogenes A. Evaluation of the delivery of mesenchymal stem cells into the root canal space of necrotic immature teeth after clinical regenerative endodontic procedure. *J Endod*. 2011;37:133–8.
162. Thibodeau B. Case report: pulp revascularization of a necrotic, infected, immature, permanent tooth. *Pediatr Dent*. 2009;31:145–8.
163. Saoud TMA, Zaazou A, Nabil A, Moussa S, Aly HM, Okazaki K, et al. Histological observations of pulpal replacement tissue in immature dog teeth after revascularization of infected pulps. *Dent Traumatol Off Publ Int Assoc Dent Traumatol*. 2015;31:243–9.
164. Sonoyama W, Liu Y, Yamaza T, Tuan RS, Wang S, Shi S, et al. Characterization of the apical papilla and its residing stem cells from human immature permanent teeth: a pilot study. *J Endod*. 2008;34:166–71.
165. Keller L, Kuchler-Bopp S, Mendoza SA, Poliard A, Lesot H. Tooth engineering: searching for dental mesenchymal cells sources. *Front Physiol*. 2011;2:e7.

166. Volponi AA, Pang Y, Sharpe PT. Stem cell-based biological tooth repair and regeneration. *Trends Cell Biol.* 2010;20:715–22.

8 Annexes

Valorisation du projet de thèse

Brevet

- **Robberecht L**, Hornez JC, Chai F, Bécavin T, Dehurtevent M, Deveaux E, Leriche A. Simulateur canalaire endodontique artificiel à base d'hydroxyapatite. Brevet d'invention, déposé le 27 mai 2015, BFF140597DBBCDG

Publication en soumission

- **Robberecht L**, Chai F, Hornez JC, Dehurtevent M, Marchandise P, Bécavin T, Deveaux E. A novel anatomical ceramic root canal simulator for endodontic training. En soumission dans le European Journal of Dental Education (7/12/2015)

Communications

- **Robberecht L**, Chai F, Deveaux E, Moreau G, Bécavin T, Hornez JC. Development of an artificial dental model, designed for the study of composite resin bonding. Journées annuelles de la Société Française de Métallurgie et de Matériaux, SF2M, Ecole Centrale de Lille (Villeneuve d'Ascq), 2013 (*session poster*)
- **Robberecht L**, Chai F, Marchandise P, Deveaux E, Quaegebeur P, Hornez JC. Racine dentaire artificielle en hydroxyapatite pour la formation des praticiens en endodontie. Collège National des Enseignants en Odontologie Conservatrice, CNEOC (Lille), 2014 (*session poster*)
Prix du meilleur jeune conférencier (CNEOC, Lille, juin 2014)
- **Robberecht L**, Chai F, Deveaux E, Hornez JC. Développement d'un modèle dentaire artificiel pour l'étude de l'adhésion de résines composites. Collège National des Enseignants en Odontologie Conservatrice, CNEOC (Lille), 2014 (*communication orale*)
- **Robberecht L**, Chai F, Marchandise P, Deveaux E, Hornez JC. Hydroxyapatite dental root for dental education and research. 14e Journées André Verbert (Lille), 2014 (*communication orale*)



BREVET D'INVENTION

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



15 rue des Minimes - CS 50001 - 92677 Courbevoie Cedex

Pour vous informer : INPI Direct 0820 210 211

Pour déposer par télécopie : 33 (0)1 56 65 86 00

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S)

Vos références pour ce dossier	BFF140597DBBCDG
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL	
TITRE DE L'INVENTION	
Titre	SIMULATEUR CANALAIRE ENDODONTIQUE ARTIFICIEL A BASE D'HYDROXYAPATITE
LE(S) DEMANDEUR(S)	INSERM (Institut National de la Santé et de la Recherche Médicale), Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis, UNIVERSITE DE LILLE 2 DROIT ET SANTE, CENTRE HOSPITALIER REGIONAL ET UNIVERSITAIRE DE LILLE (CHRU)
DÉSIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S)	
INVENTEUR 1	
Nom	ROBBERECHT
Prénom	Lieven
Rue	170 rue Faidherbe
Code postal et ville	59120 LOOS
Pays	FR
INVENTEUR 2	
Nom	HORNEZ
Prénom	Jean-Christophe
Rue	35 Col des Tonneliers
Code postal et ville	59300 VALENCIENNES
Pays	FR
INVENTEUR 3	
Nom	CHAI
Prénom	Feng
Rue	49 rue Jean-Jacques Rousseau
Code postal et ville	59120 LOOS
Pays	FR
INVENTEUR 4	

Annexes

Nom	DEVAUX
Prénom	Etienne
Rue	32 rue Germaine
Code postal et ville	59110 LA MADELEINE
Pays	FR
INVENTEUR 5	
Nom	LERICHE
Prénom	Anne
Rue	32 Grande Route de Mons
Code postal et ville	7334 HAUTRAGE
Pays	BE
INVENTEUR 6	
Nom	HORNEZ
Prénom	Vincent
Rue	2 rue de la Prière
Code postal et ville	59144 ETH
Pays	FR
INVENTEUR 7	
Nom	BECAVIN
Prénom	Thibault
Rue	170 rue Faidherbe
Code postal et ville	59120 LOOS
Pays	FR
INVENTEUR 8	
Nom	DEHURTEVENT
Prénom	Marion
Rue	170 rue Faidherbe
Code postal et ville	59120 LOOS
Pays	FR
DATE ET SIGNATURE	
Signé numériquement par	Subject: FR, CABINET PLASSERAUD, Ina SCHREIBER; Issuer: FR, INPI, INPI-EN-LIGNE 1.1
Date	27 May 2015
Signataire	Mandataire

Annexes

Conformément aux dispositions de la loi n° 78-17 du 6.01.1978 modifiée relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés, vous bénéficiez d'un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI. Les données à caractère personnel que vous êtes tenu(e) de nous fournir dans ce formulaire sont exclusivement utilisées pour identifier le titulaire de la demande et son éventuel mandataire.

Notice d'information et de non-opposition au changement de finalité d'échantillons biologiques prélevés dans le cadre du soin et/ou du diagnostic.

Madame, Monsieur,

Dans le cadre de votre prise en charge au sein de notre établissement, votre chirurgien-dentiste a dû vous extraire une ou plusieurs dents. A terme, le/les organe(s) dentaires sont détruits. Le but de notre demande est de recueillir votre approbation pour utiliser ces dents pour la recherche plutôt que de les détruire. Les recherches envisagées ne sont pas forcément en relation avec votre maladie et concernent les pathologies endodontiques. Le but de la recherche est de comparer l'obturation et la désobturation du volume canalaire dentaire par différents matériaux. Un certain nombre de données issues de votre dossier médical seront recueillies, notamment le diagnostic de votre maladie qui a entraîné l'extraction dentaire. Cette recherche sera menée en total respect de la confidentialité.

A titre indicatif :

- ✓ Les éléments (échantillons) seront conservés et utilisés sous la responsabilité du Docteur Lieven Robberecht, au sein du CHRU de Lille.
- ✓ Sont appelés « déchets d'activités de soins » les éléments issus des activités de diagnostic, de suivi et de traitement préventif, curatif ou palliatif, dans les domaines de la médecine. Il s'agit notamment des produits sanguins, cellules, tissus.

Aucun examen de vos caractéristiques génétiques ne sera réalisé.

N'hésitez pas à poser toutes les questions afin d'obtenir toutes les réponses qui vous semblent nécessaires, par exemple les objectifs poursuivis, l'intérêt scientifique de la démarche, le lieu de conservation des échantillons, les résultats qui peuvent être espérés, sans pour cela entrer dans le détail des programmes de recherche.

Modalités d'opposition :

Votre opposition peut nous être communiquée à tout moment. Elle prendra effet à compter de sa réception et pour les éléments et échantillons n'ayant pas encore fait l'objet d'une utilisation.

Dans un souci de bonne gestion, merci :

- d'adresser une copie du présent document daté et signé à la personne responsable de la recherche et en indiquant expressément votre opposition sur la copie du document (Dr Lieven Robberecht, Faculté de chirurgie-dentaire, 1 place de Verdun, 59000 Lille)

Signature du Chirurgien-dentiste	Accord du Patient	Si elle est nommée, accord de la personne de confiance.
Fait à Lille, le ___/___/___ Nom Signature	Cocher la case correspondant à votre choix <input type="checkbox"/> Je ne m'oppose pas <input type="checkbox"/> Je m'oppose Au changement de finalité de mes échantillons biologiques selon les modalités qui m'ont été indiquées. Fait à Lille, le ___/___/___ Nom Signature	Cocher la case correspondant à votre choix <input type="checkbox"/> Je ne m'oppose pas <input type="checkbox"/> Je m'oppose Au changement de finalité des échantillons biologiques de la personne dont j'assume la responsabilité. Fait à Lille, le ___/___/___ Nom Signature

« Les données médicales recueillies sur le prélèvement seront réunies sur un fichier informatique permettant leur traitement automatisé dans le cadre de recherches. Conformément à la loi « informatique et libertés » du 6 janvier 1978, vous disposez à leur égard d'un droit d'accès, de rectification et d'opposition. Si vous souhaitez exercer ce droit et obtenir communication des informations vous concernant, veuillez vous adresser au Docteur Lieven Robberecht, Faculté de chirurgie-dentaire, 1 place de Verdun, 59000 Lille.

« Conformément à la loi, les prélèvements ne pourront être cédés à titre commercial ni donner lieu à une rémunération à votre bénéfice. Ils pourront être utilisés pour des recherches effectuées par un ou plusieurs organismes publics ou privés » Article 16-1 et 16-6 du Code civil »