



HAL
open science

Modélisation et optimisation mécanique des restaurations dentaires : Développements numériques et expérimentaux

Yannick Yasothan

► **To cite this version:**

Yannick Yasothan. Modélisation et optimisation mécanique des restaurations dentaires : Développements numériques et expérimentaux. Mécanique des solides [physics.class-ph]. Université Paris-Saclay, 2023. Français. NNT : 2023UPAST081 . tel-04549614

HAL Id: tel-04549614

<https://theses.hal.science/tel-04549614v1>

Submitted on 17 Apr 2024

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.

Modélisation et optimisation mécanique
des restaurations dentaires.
Développements numériques et
expérimentaux.

*Modeling and mechanical optimization of dental
restorations. Numerical and experimental developments.*

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

École doctorale n° 579, Sciences Mécaniques et Énergétiques Matériaux
et Géosciences (SMEMaG)
Spécialité de doctorat : Mécanique des solides
Graduate School : Sciences de l'ingénierie et des systèmes
Réfèrent : CentraleSupélec

Thèse préparée dans l'unité de recherche LMPS - Laboratoire de Mécanique
Paris-Saclay (Université Paris-Saclay, CentraleSupélec, ENS Paris-Saclay,
CNRS), sous la direction d'Elsa VENNAT, Professeure des universités, le
co-encadrement de Jan NEGGERS, Maître de conférences, et le co-encadrement
de Nicolas SCHMITT, Professeur des universités

Thèse soutenue à Paris-Saclay, le 23 juin 2023, par

Yannick YASOTHAN

Composition du jury

Yannick TILLIER Professeur, CEMEF Ecole des Mines de Paris	Président
Guillaume HAIAT Directeur de recherche, MSME Université Gustave Eiffel	Rapporteur & Examineur
Benoît BLAYSAT Professeur, Institut Pascal Université Clermont Au- vergne	Rapporteur & Examineur
Laurent TAPIE Enseignant-chercheur HDR, URB2i EPF Ecole d'in- génieur·e·s	Examineur

Titre : Modélisation et optimisation mécanique des restaurations dentaires. Développements numériques et expérimentaux.

Mots clés : Restauration dentaire indirecte, Couche d'adhésif, Défauts, Essai miniature mixed mode bending, Loi de traction-séparation, Corrélation d'images numériques intégrée

Résumé : La Restauration Dentaire Indirecte (RDI) est un traitement proposé en odontologie conservatrice qui consiste à éliminer la partie abîmée de la dent, puis à combler l'espace vacant en collant une prothèse. Ces dernières années, la Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur (CFAO) dentaire a connu un véritable essor pour la réalisation des prothèses. Cependant, dans les logiciels disponibles sur le marché, l'optimisation de la prothèse ne s'appuie que sur des considérations géométriques. Aucune analyse basée sur des critères mécaniques n'est intégrée dans la chaîne CFAO alors que les sollicitations mécaniques constituent l'une des principales causes d'échecs cliniques.

Des travaux antérieurs ont montré l'intérêt de combler ce manque via des simulations du comportement mécanique de l'assemblage prothétique patient spécifique par éléments finis. Ils ont révélé en particulier la nécessité d'améliorer la modélisation mécanique de la couche d'adhésif de l'assemblage dentaire. Cette couche peut s'endommager et causer des décollements de prothèses. Les travaux de recherche menés durant cette thèse ont pour but d'enrichir les connaissances sur cette couche critique et de proposer un modèle qui pourrait être intégré dans un nouveau maillon d'optimisation mécanique de la chaîne CFAO.

Dans un premier temps, la structure interne de couches d'adhésif d'assemblages modèles a été visualisée en 3D grâce à la microtomographie aux rayons X. A l'aide d'une méthode de segmentation adaptée pour analyser ces images 3D, les défauts présents dans la couche d'adhésif ont été détectés et quantifiés. Ils ont été classifiés en deux catégories : les défauts encapsulés présents dans la masse de la colle et les défauts aux interfaces. Leur taille, leur forme et leur localisation dans la couche d'adhésif ont été analysées.

Dans un deuxième temps, des essais Miniature Mixed Mode Bending (MMMB) ont été réalisés sur des éprouvettes pré-fissurées de taille millimétrique sollicitées en mode-mixte I/II pour caractériser le comportement de la couche d'adhésif. L'adhérence de l'interface faible d'une couche d'adhésif est estimée par la méthode des aires qui requiert la mesure de l'accroissement de longueur de fissure. Cette mesure est effectuée par une technique de corrélation d'images numériques. La dispersion observée dans l'estimation de l'adhérence masque l'influence du ratio de mixité I/II. Au vu de ces résultats, une analyse en mode I du comportement des couches d'adhésif semble suffisante en première approximation pour décrire leur comportement mécanique. De plus, la dispersion observée est liée à la sensibilité de l'adhérence aux protocoles de collage et aux énergies dissipées « parasites » qui ne sont pas dissociées de l'énergie de rupture lors de l'estimation de l'adhérence.

Dans un troisième temps, un modèle de zone cohésive (loi de traction-séparation bilinéaire définie par trois paramètres) de la couche d'adhésif a été identifié grâce à un essai MMMB en utilisant la technique de corrélation d'images numériques intégrée. La fiabilité de cette méthode est supérieure car elle permet de ne pas prendre en compte une partie de l'énergie « parasite » qui conduit à une surestimation de l'adhérence. L'implémentation de cette loi dans les modélisations numériques évaluant les états de contraintes des RDIs permettra de prédire la propagation de fissure de la couche d'adhésif étudiée.

Finalement, grâce à ces études, une meilleure compréhension des couches d'adhésif dentaire a été obtenue, ce qui permettra à terme d'optimiser les protocoles de fabrication et d'augmenter la durabilité des RDIs.

Title : Modeling and mechanical optimization of dental restorations. Numerical and experimental developments.

Keywords : Indirect dental restoration, Adhesive layer, Defects, Miniature mixed mode bending test, Traction-separation law, Integrated-digital image correlation

Abstract : Indirect Dental Restoration (IDR) is a treatment proposed in conservative dentistry that consists of removing the damaged part of the tooth, then filling the vacant space by bonding a prosthesis. In recent years, Computer Aided Design and Manufacturing (CAD/CAM) has become a real boom for the production of prostheses. However, in the software available on the market, the optimization of the prosthesis is only based on geometrical considerations. No analysis based on mechanical criteria is integrated into the CAD/CAM chain, even though mechanical stresses are one of the leading causes of clinical failures.

Previous work has shown interest in filling this gap through finite element simulations of the mechanical behavior of the patient-specific prosthetic assembly. In particular, it revealed the need to improve the mechanical modeling of the adhesive layer of the dental assembly. This layer can be damaged and cause prosthesis debonding. The research carried out during this thesis aims to enrich the knowledge on this critical layer and propose a model that could be integrated into a new mechanical optimization component of the CAD/CAM chain.

First, the internal structure of adhesive layers of model assemblies was visualized in 3D using X-ray microtomography. Using a segmentation method adapted to analyze these 3D images, the defects present in the adhesive layer were detected and quantified. They were classified into two categories : encapsulated defects in the adhesive mass and defects at the interfaces. Their size, shape, and location in the adhesive layer were analyzed.

Secondly, Miniature Mixed Mode Bending (MMMB) tests were performed on millimeter-sized pre-cracked specimens loaded in mixed mode I/II to characterize the behavior of the adhesive layer. The adhesion of the weak interface of an adhesive layer is estimated by the area method, which requires the measurement of the crack length increase. A digital image correlation technique performs this measurement. The dispersion observed in the estimate of the adherence masks the influence of the mixed mode ratio I/II. Because of these results, a mode I analysis of the behavior of the adhesive layers seems sufficient as a first approximation to describe their mechanical behavior. Moreover, the observed dispersion is related to the sensitivity of the adhesion to the bonding protocols and to the "parasitic" dissipated energies, which are not dissociated from the fracture energy when estimating the adherence.

Thirdly, a cohesive zone model (bilinear traction-separation law defined by three parameters) of the adhesive layer was identified through an MMMB test using the integrated-digital image correlation technique. The reliability of this method is superior because it allows ignoring part of the "parasitic" energy, which leads to an overestimation of the adherence. Implementing this law in the numerical models evaluating the stress states of the IDRs will allow for predicting the crack propagation of the studied adhesive layer.

Finally, thanks to these studies, a better understanding of dental adhesive layers has been obtained, ultimately allowing for the optimization of manufacturing protocols and increasing the durability of IDRs.

Remerciements

Mes remerciements sont donc dans un premier temps adressés à mon équipe d'encadrement, en commençant par Elsa Vennat qui a dirigé ces travaux de thèse, Nicolas Schmitt et enfin Jan Neggers. Je profite de l'occasion pour remercier Johan Hoefnagels pour m'avoir chaleureusement accueilli dans son laboratoire à Eindhoven et suivi sur une partie de la thèse.

Je remercie aussi chaleureusement tous les membres de mon jury de thèse de m'avoir fait l'honneur d'évaluer mon travail de thèse, en premier lieu Yannick Tillier, qui a accepté d'en être le président, Guillaume Haiat et Benoit Blaysat pour l'attention particulière qu'ils ont porté à la lecture de mon manuscrit et pour leurs remarques constructives, ainsi que Laurent Tapie en tant qu'examinateur. Leur présence a permis un échange scientifique constructif lors de ma soutenance, et je les en remercie.

Je remercie les stagiaires qui ont travaillé avec moi – Tarik, Nawaz et Mariam – pour avoir montré motivation et force de propositions. C'était super de vous encadrer.

Je tiens à remercier les nombreux chercheurs et ingénieurs qui ont pris le temps pour me former à de nouvelles techniques, et notamment :

- Nicolas Roubier pour son aide sur de nombreuses manip (préparation d'échantillons, essais mécaniques, etc...)
- Gilbert Le Gal pour son aide à la préparation d'échantillons et la fabrication de dispositifs
- Marc van Maris pour l'accueil à Eindhoven et son aide avec le MMMB

Je remercie tous les autres ingénieurs et techniciens qui m'ont accompagné au laboratoire (Maxime, Sokona, Youssef, Thomas, Philippe, Delong, Farida, Fleur, Charlène, Xavier, Marc, etc...).

Je tiens aussi à saluer tous les collègues que j'ai fréquenté durant ces années de thèse. J'ai pu tisser de nombreuses amitiés durant cette thèse, qui je l'espère, dureront. Ma mère a trouvé qu'on formait une grande famille. Je pense notamment à Laure et Louis (le trio légendaire du labo), au meilleur openspace : le pôle scientifique (Vivien, Leonard, Abir, Krishna, Alice, Guillaume, Kablan), au jardin d'enfants (Margot, Shangaya, Raphaël, Max, Loïc, Antoine, ...), aux Iraniens (Milad, Hossein, Ali et Asef), au Cartel (Valeria, Yilun, ...), Alexis, Tong, Valentin, Gianluca, Gottfried, Jiacheng, au SPMS, au LMT (notamment le CDC au 1er étage) et à tous les autres...

Je tiens à remercier mes amis des Arts qui m'ont soutenu et accompagné durant ces dernières années. Notamment, Edward qui m'a accueilli à son travail pendant plus de 6 mois pour rédiger le manuscrit. J'aurai toujours une dette envers toi. Je remercie ses collègues de Soeximex-Cogefa qui ont chaleureusement accueilli un inconnu complet dans leurs locaux.

Je tiens aussi à remercier mes amis de primaire/collège/lycée qui m'endurent depuis bientôt près de 20 ans pour certains. Ça m'a fait extrêmement plaisir que vous soyez à la soutenance et surtout au pot.

Enfin, je tiens à remercier ma famille, bien éloignée du monde de la recherche, pour leurs soutiens tout au long de ma thèse.

Table des matières

Introduction	9
1 Contexte clinique - les restaurations dentaires indirectes	13
1.1 Chaîne de fabrication des restaurations dentaires indirectes	14
1.2 Description des restaurations dentaires indirectes	15
1.2.1 La prothèse dentaire	15
1.2.2 Le matériau de scellement	19
1.2.3 La préparation dentaire	21
1.2.4 L'interface colle / prothèse	25
1.2.5 L'interface colle / préparation dentaire	25
1.3 Échecs cliniques des restaurations dentaires indirectes	26
2 Morphologie de la couche d'adhésif : observation et quantification des défauts	29
2.1 Matériels et méthodes	31
2.1.1 Conception et fabrication des assemblages dentaires	31
2.1.2 Acquisition et traitement d'images de l'assemblage	32
2.1.3 Méthodes d'analyse	34
2.2 Résultats et discussion	36
2.2.1 Caractérisation morphologique de la couche d'adhésif	36
2.2.2 Caractérisation des défauts présents dans la couche d'adhésif	38
2.3 Bilan et perspectives	43
3 Comportement mécanique de la couche d'adhésif : caractérisation de l'adhérence	45
3.1 Introduction	46
3.2 Matériels et méthodes	54

3.2.1	Le dispositif MMMB	54
3.2.2	Préparation des éprouvettes MMMB	56
3.2.3	Les essais MMMB	59
3.2.4	Identification du CERR équivalent par la méthode des aires	61
3.2.5	Analyse des incertitudes	66
3.3	Résultats et discussion	68
3.3.1	Identification de l'interface faible	68
3.3.2	Caractérisation de l'adhérence en mode-mixte de l'interface faible	72
3.4	Bilan et perspectives	82
4	Comportement mécanique de la couche d'adhésif : calibration d'une loi de traction-séparation	83
4.1	Matériels et méthodes	84
4.1.1	Lois de traction-séparation	84
4.1.2	Corrélation d'images intégrée	87
4.1.3	Présentation de l'essai MMMB traité	90
4.1.4	Mise en place du modèle numérique	91
4.1.5	Mise en place de l'I-DIC	93
4.2	Résultats et discussion	95
4.2.1	Identification de la position du front de fissure a_0	95
4.2.2	Identification des paramètres K_I , Δ_I^o et G_c	103
4.3	Bilan et perspectives	113
	Conclusion	115
	Bibliographie	119

Introduction

La carie est une pathologie affectant près de 2,3 milliards de personnes dans le monde [1]. Elle forme avec l'érosion dentaire et les traumatismes externes, la principale source de pertes de substances dentaires. Selon l'Union Nationale des Caisses d'Assurance Maladie, les soins dentaires coûtent près de 11 milliards d'euros par an en France [2]. Leur prise en charge est partagée entre la Caisse Primaire d'Assurance Maladie, la complémentaire santé et le patient. La durabilité des soins dentaires est donc une question centrale et prioritaire de santé publique.

L'odontologie conservatrice est une branche de la dentisterie dont le but est la restauration des fonctions dentaires d'un individu en préservant au maximum les tissus sains. La première étape de la restauration consiste en l'élimination de la partie lésée du tissu dentaire par fraisage. La partie de la dent qui subsiste après l'usinage est appelée *préparation dentaire*. Cet usinage crée un espace que le praticien doit combler pour rétablir les fonctionnalités de la dent. L'une des techniques de comblement préconisées est la *Restauration Dentaire Indirecte* (RDI). Lors de ce traitement, le praticien comble l'espace manquant en y plaçant une prothèse dentaire par collage. Malgré les avancées réalisées dans le milieu des biomatériaux dentaires, les échecs de RDIs – principalement liés au décollement et à la rupture des prothèses [3] – demeurent importantes [4]. Ils sont engendrés par une combinaison de sollicitations environnementales (mécaniques, thermiques et chimiques) présentes dans le milieu buccal.

Mes travaux s'insèrent dans le cadre d'un projet de recherche visant à améliorer la pérennité des RDIs. Aujourd'hui, aucune analyse mécanique n'est réalisée dans la phase de conception des prothèses dentaires de type RDI. Mettre

en place un modèle patient spécifique afin de valider la tenue mécanique de l'assemblage prothétique dentaire conçu pourrait donc combler cette lacune. En effet, la géométrie et les matériaux des différents éléments de l'assemblage pourraient alors être optimisés dans le but de minimiser les contraintes au sein de l'assemblage et ainsi augmenter la durabilité des RDIs.

Dans des travaux précédents, K. Shindo avait montré qu'une modélisation de l'assemblage dentaire à partir de données patient était réalisable [5]. Une optimisation géométrique pouvait alors être mise en place dans le but de minimiser les contraintes mécaniques subies par la prothèse dentaire durant la mastication [6]. Cependant, étant donné les simplifications de modélisation, ses travaux doivent être considérés comme les prémices de la mise en place de RDIs patients spécifiques. Par exemple, dans les simulations numériques proposées – mais, à notre connaissance, aussi dans celles recensées dans la littérature – la couche d'adhésif a toujours un comportement linéaire élastique, alors que cette zone s'endommage cliniquement. Cet endommagement peut être à l'origine des décollements de prothèses. Il est donc primordial d'améliorer la compréhension et la modélisation de cette couche.

Les paramètres de la couche d'adhésif influant sur la pérennité d'un assemblage dentaire sont sa nature [7, 8], sa géométrie [9, 10], ses défauts [11, 12] et son comportement mécanique [13]. Mes travaux de thèse visent à approfondir les connaissances des deux derniers facteurs.

Le chapitre 1 pose le contexte général de la thèse en discutant notamment des différents matériaux constituant les assemblages dentaires, des méthodes de fabrication des prothèses actuelles et de l'origine des échecs cliniques. L'objectif est double. Le premier est de familiariser le lecteur avec les concepts et le vocabulaire spécifiques au milieu dentaire. Le second est de situer mes travaux dans le contexte clinique.

Le chapitre 2 porte sur la morphologie interne de la couche d'adhésif en caractérisant la répartition et la forme des défauts de la couche d'adhésif sur un assemblage modèle afin de déterminer s'ils pourraient être à l'origine des échecs des RDIs.

Le chapitre 3 est dédié à l'étude du comportement mécanique à la rupture de la couche d'adhésif. Son adhérence sous des sollicitations en mode-mixte I/II est caractérisée en réalisant des essais *miniature mixed mode bending* sur des éprouvettes constituées de trois couches (préparation dentaire, colle et prothèse) de taille millimétrique.

Le chapitre 4 porte sur la calibration d'une loi d'endommagement de la couche d'adhésif pouvant être utilisée dans les modélisations de RDIs. Une première identification de ses paramètres a été réalisée par corrélation d'images numé-

riques intégrée.

CHAPITRE 1

Contexte clinique - les restaurations dentaires indirectes

Dans le cadre d'une lésion dentaire relativement peu étendue une *Restauration Dentaire Indirecte* (RDI) peut être proposée par le praticien dentaire. Ces restaurations font partie des restaurations peu invasives et sont en phase avec les concepts de dentisterie "à minima" préservant un maximum de tissus sains. Dans ce contexte, le praticien élimine la partie de la dent affectée et pose une prothèse pour combler l'espace laissé vacant. La restauration créée est un assemblage (Figure 1.1) composé :

1. de deux adhérents (le tissu dentaire sain, appelé *préparation dentaire*, et la prothèse) ;
2. d'un matériau de scellement ;
3. d'une interface entre le matériau de scellement et la préparation dentaire ;
4. d'une interface entre le matériel de scellement et la prothèse.

L'expression *couche d'adhésif* désignera l'ensemble constitué du matériau de scellement et de ses deux interfaces.

Dans ce chapitre introductif consacré à la description des RDIs, mes travaux sont situés dans le contexte clinique et les notions spécifiques nécessaires à la compréhension du manuscrit sont décrites.

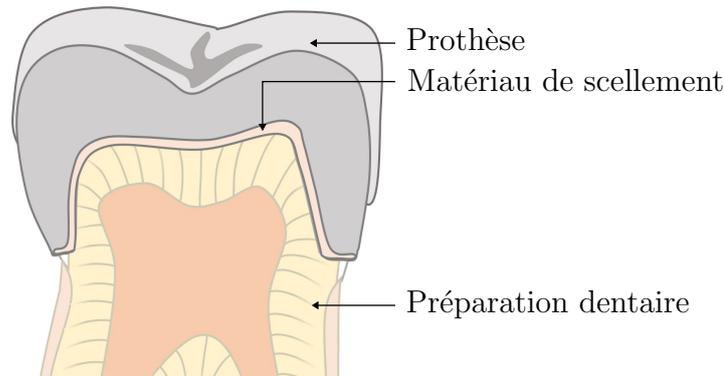


FIGURE 1.1 – Schéma représentatif d'une restauration dentaire indirecte (d'après [14]).

1.1 Chaîne de fabrication des restaurations dentaires indirectes

Dans le cadre d'une lésion peu étendue, la praticien peut être amené à proposer la mise en place d'une RDI. Si cette option est choisie, le praticien supprime alors la partie affectée de la dent et pose une prothèse pour combler l'espace vacant. Il existe deux voies pour concevoir et fabriquer la prothèse : la voie traditionnelle et la voie plus récente qui s'appuie sur la Conception et la Fabrication Assistée par Ordinateur (CFAO). Cette présentation s'appuie essentiellement sur le « Guide pratique de ventilation n°16 » de l'Institut National de Recherche et de Sécurité (INRS) [15], l'article «The application of CAD / CAM technology in Dentistry» de Susic *et al.* [16] et l'habilitation à diriger des recherches de L. Tapie [17].

La voie traditionnelle met en jeu de nombreuses étapes. La première est la prise de l'empreinte dentaire avec de l'alginate ou du silicone. Cette empreinte est transmise au prothésiste afin qu'un modèle en plâtre de la denture du patient soit coulé. Un négatif en cire est ensuite réalisé à partir du modèle pour fabriquer la prothèse en métal ou en céramique. Les prothèses en métal sont fabriquées par fonderie ; tandis que celles en céramique sont obtenues principalement par frittage ou pressage à chaud [18]. La prothèse est ensuite remise au dentiste qui la place en bouche par collage sur la préparation dentaire. Le praticien contrôle, puis corrige les imperfections afin d'assurer le bon alignement des dents.

La deuxième voie d'obtention des prothèses est la CFAO dentaire. Elle est plus récente (milieu des années 80) et son développement exponentiel à partir des

années 2000 est lié à l’essor du numérique. Son développement a permis de diminuer le nombre d’étapes nécessaire à la fabrication des prothèses tout en l’automatisant [19, 20]. La première étape consiste à numériser la denture du patient soit directement dans la bouche du patient, soit indirectement à partir de l’empreinte dentaire réalisée de la manière traditionnelle. Les scans sont ensuite transmis à un logiciel de CFAO dentaire permettant la fabrication de la prothèse soit par usinage [19] soit par impression 3D [21].

Actuellement, aucune optimisation basée sur des critères mécaniques n’est réalisée au cours de l’obtention d’une prothèse par la voie «CFAO» bien que les sollicitations mécaniques excessives / et ou répétées sont l’une des principales causes des échecs cliniques et que les données nécessaires à la réalisation de cette optimisation sont déjà acquises. Durant sa thèse, K. Shindo a mis en place un modèle simple d’optimisation géométrique des RDIs à partir des données patient [5]. Il a montré à partir de calculs numériques par éléments finis que les contraintes subies par la prothèse pouvaient être sensiblement réduites. Cependant, ces simulations ne prennent pas en compte les défauts ou les propriétés mécaniques de la couche d’adhésif. Mes travaux ont donc pour but de mieux caractériser cette couche tant morphologiquement que mécaniquement afin de proposer une modélisation plus réaliste de l’assemblage.

1.2 Description des restaurations dentaires indirectes

Les RDIs sont des assemblages dentaires composés d’une prothèse dentaire (Figure 1.2, A), d’un matériau de scellement (Figure 1.2, B) et d’une préparation dentaire (Figure 1.2, C). Elles présentent donc deux interfaces : l’une entre le matériau de scellement et la prothèse dentaire (Figure 1.2, F) et l’autre entre le matériau de scellement et la préparation dentaire (Figure 1.2, G).

Il existe différents types de RDIs : les inlays, les onlays, les overlays, les couronnes et les facettes (Figure 1.3). Dans cette partie, la composition, la microstructure et les propriétés mécaniques des différents éléments de la RDI sont décrites.

1.2.1 La prothèse dentaire

La prothèse dentaire est le dispositif collé à la préparation dentaire rétablissant les fonctionnalités de la dent (Figure 1.2, A). Historiquement, les premières prothèses étaient réalisées en or pur car ce métal est inerte, biocompatible, et ne se corrode pas. Cependant, du fait de sa faible rigidité, il a été remplacé progressivement par des alliages en or [22]. De nos jours, les alliages sont

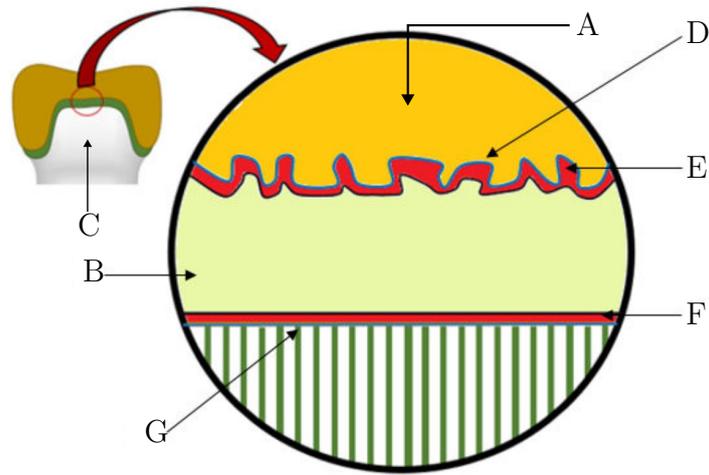


FIGURE 1.2 – Les éléments constituant une restauration dentaire indirecte (d'après [5]). A la prothèse ; B la colle ; C la préparation dentaire ; D + E l'interface entre le matériau de scellement et la préparation dentaire ; F + G l'interface entre le matériau de scellement et la prothèse dentaire.

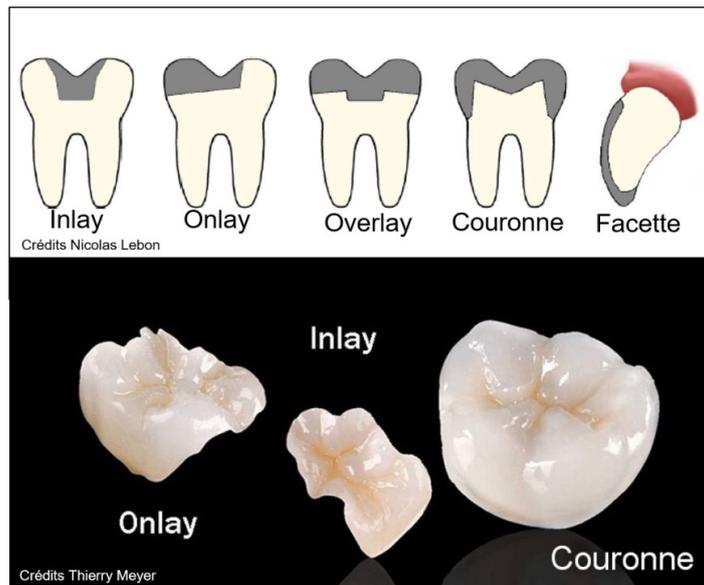


FIGURE 1.3 – Les cinq types de restaurations dentaires indirectes. (d'après [17])

divisés en trois catégories [23] : ceux de haute noblesse, ceux nobles et ceux non nobles (Tableau 1.1). Voici un exemple de composition d'un alliage de haute noblesse : (62–78) %_m d'or, (8–26) %_m d'argent, (8–11) %_m de cuivre,

(0–3) %_m de platine, (2–4) %_m de palladium et (0–1) %_m de zinc.

	Haute noblesse	Noblesse	Non noblesse
Métal noble	>60 % _m	>25 % _m	<25 % _m

TABLEAU 1.1 – Catégories d’alliages métalliques.

Ces alliages possèdent des propriétés mécaniques élevées (Tableau 1.2), mais leur biocompatibilité pose problème. En effet, une diminution de la noblesse des matériaux s’accompagne d’une augmentation de leur sensibilité à la corrosion [24]. Des éléments avec un fort potentiel allergisant sont alors rejetés dans l’organisme. Par exemple, ~10 % des personnes sont hypersensibles au nickel [25]. De plus, d’un point de vue esthétique, l’opacité des prothèses en alliage métallique doit être masquée par un vernis en céramique [23].

	Haute noblesse Au – Pd	Co – Cr
E (GPa)	100 [26]	230 [26]
σ_{\max} (MPa)	600 [26]	700 [27]

TABLEAU 1.2 – Propriétés mécaniques des alliages. Au–Pd est un alliage Or - Palladium, Co – Cr est un alliage Cobalt - Chrome, E est le module d’Young, σ_{\max} est la résistance maximale en traction.

Les prothèses en céramique se révèlent être une alternative intéressante à celles en métal. Le développement de la CFAO dentaire a permis l’émergence des prothèses dentaires faites entièrement en céramique (appelées *prothèse dentaire tout céramique*). Ces prothèses offrent des propriétés mécaniques (Tableau 1.3) et esthétiques satisfaisantes et sont biocompatibles [28, 29]. Les premières céramiques utilisées pour fabriquer des prothèses étaient les céramiques feldspathiques [30]. Elles sont constituées d’une phase vitreuse formée d’une combinaison de feldspath, de silice et d’alumine. La phase vitreuse offre à ces matériaux une excellente transparence et ainsi de bonnes propriétés esthétiques (Figure 1.4.a) [31]. Cependant, leurs propriétés mécaniques sont relativement faibles (Tableau 1.3), du fait d’une porosité importante [32] – liée à leur procédé de fabrication qui est le frittage – et de l’absence de phase cristalline [33]. Ainsi, ces céramiques sont principalement employées en tant que vernis des prothèses en métal.

Le développement des vitrocéramiques a offert un bon compromis entre propriétés mécaniques et esthétique (Tableau 1.3). La phase vitreuse (principalement constituée de silice) assure l’esthétisme [34], tandis que la phase cristalline – formée de leucite (KAlSi_2O_6), de silicate de lithium ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_3$), ou de

disilicate de lithium ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) – offre des propriétés mécaniques supérieures à celles des céramiques feldspathiques (Figure 1.4.b) [35].

L’essor de la CFAO dentaire en tant que procédé de fabrication a permis le développement des prothèses en céramique polycristalline. Ces céramiques sont uniquement constituées d’une phase cristalline formée de grains d’oxyde de zircon (ZrO₂) stabilisé par des oxydes d’yttrium (Y₂O₃) ou d’alumine (Al₂O₃) (Figure 1.4.c). L’absence de phase vitreuse génère une forte opacité de ces restaurations qui est masquée par un vernissage avec de la céramique feldspathique [36]. Les céramiques polycristallines possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles des vitrocéramiques (Tableau 1.3).

	Feldspathique	Vitrocéramique	Polycristalline
E (GPa)	60 [37, 38]	80 [37, 38]	200 [37]
σ_{\max} (MPa)	140 [37, 38]	300 [37, 38]	1350 [37]
K_{Ic} (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	1 [37]	1.4 [37]	5 [37]

TABLEAU 1.3 – Les propriétés mécaniques des céramiques. E est le module de Young, σ_{\max} est la résistance maximale en traction et K_{Ic} est le facteur d’intensité de contraintes critique en mode I.

La recherche sur les biomatériaux dentaire est en développement constant. Par exemple, dans les années 2000 ont été inventés les prothèses en composite à matrice céramique feldspathique infiltrée par de la résine ou *Polymer Infiltrated Ceramic Network* en anglais (PICN) (Figure 1.4.d) [39]. Ces matériaux présentent des propriétés mécaniques proches de la dentine (Tableau 1.4 et Tableau 1.6) avec un excellent esthétisme.

Durant ma thèse, le choix a été fait d’utiliser les PICNs comme matériaux prothétiques.

	PICN
E (GPa)	30 [40]
σ_{\max} (MPa)	150–180 [37, 38]
K_{Ic} (MPa $\sqrt{\text{m}}$)	1.5 [37]

TABLEAU 1.4 – Propriétés mécaniques des PICNs. E est le module d’Young, σ_{\max} est la résistance maximale en traction et K_{Ic} est le facteur d’intensité de contraintes critique en mode I.

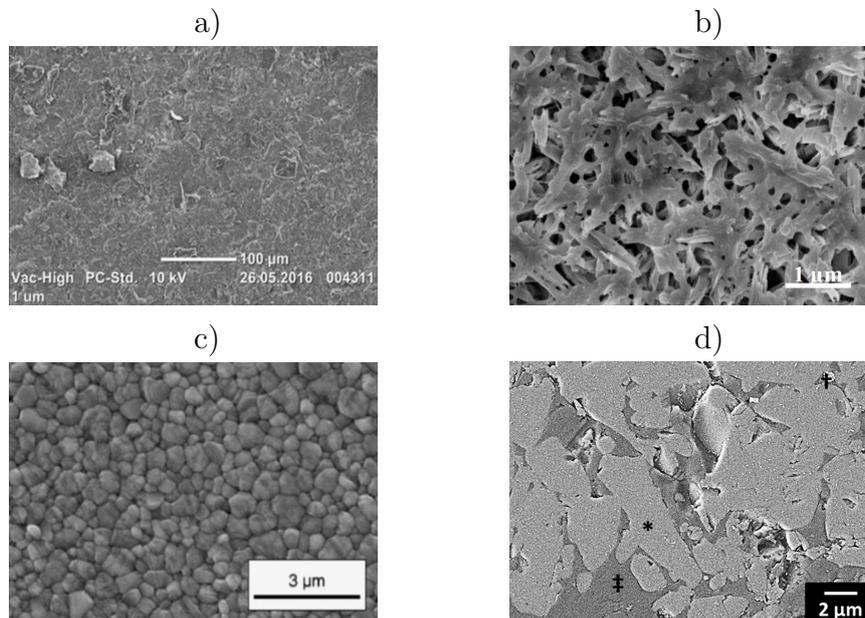


FIGURE 1.4 – Images réalisées par Microscopie Électronique à Balayage (MEB) a) d'une céramique feldspathique [41], b) de la phase cristalline d'une vitrocéramique [42], c) d'une céramique polycristalline [43] et d) d'un PICN [44].

1.2.2 Le matériau de scellement

Le matériau de scellement (Figure 1.2, B) est l'élément qui lie la prothèse à la préparation dentaire. Historiquement, les premiers matériaux de scellement étaient des colles. Ces colles sont des composites constituées d'une matrice en résine renforcée par des particules en céramique (Figure 1.5 et Figure 1.6) [45]. Les résines utilisées sont basées sur des mélanges de monomères de diméthacrylates.

Lors de la mise en place d'une prothèse sur une préparation dentaire, la colle se trouve initialement dans un état pâteux. La polymérisation des monomères solidifie la colle et scelle les adhérents. L'amorçage et la propagation de la réaction chimique se fait alors soit par la voie photochimique, soit par la voie chimique, soit par l'association des deux. Le matériau obtenu est un thermodurcissable fortement réticulé dont les monomères sont liés par des liaisons covalentes [46].

Les colles sont classées dans trois catégories : les colles «sans potentiel adhésif», «avec potentiel adhésif» et «auto-adhésives». Les colles «sans potentiel adhésif» sont celles qui combrent l'espace vacant entre les adhérents, mais el-

les requièrent l'utilisation d'un système adhésif pour assurer l'adhésion. Les systèmes d'adhésif sont des agents de couplage comme le silane (section 1.2.4) ou des adhésifs (section 1.2.5) qui lient la colle aux adhérents. Les colles «avec potentiel adhésif» possèdent un certain potentiel d'adhésion aux adhérents. Cependant, celui-ci est insuffisant pour s'affranchir de l'utilisation de systèmes d'adhésif. Finalement, la dernière catégorie de colle est la catégorie des colles «auto-adhésives» qui, en théorie, ne nécessitent pas de systèmes d'adhésif. Cependant, en pratique, l'utilisation de ces systèmes est tout de même conseillée pour améliorer l'adhésion de la colle.

Dans les années 70, Wilson *et al.* [47] ont mis au point les ciments verres-ionomères. Ces ciments sont une alternative aux colles. Ils sont composés d'une poudre en verre pouvant être constituée d'alumine (Al_2O_3), de silice (SiO_2), de fluorite (CaF_2) réagissant avec une solution acide comme de l'acide polyalkénoïque ($-\text{[CH}_2\text{CH(COOH)}\text{]}_n-$). La solidification se fait par une réaction acido-basique entre la poutre et la solution [48]. Les ciments verres-ionomères possèdent une meilleure adhésion physico-chimique avec les adhérents que les colles. En revanche, les propriétés mécaniques (Tableau 1.5), la résistance à l'usure et l'esthétisme des ciments sont inférieurs à ceux des colles [48]. Ainsi, la durabilité des RDIs collées avec du ciment verre-ionomère est plus faible que celle avec de la colle [7, 8]. Pour pallier ces inconvénients, des matériaux hybrides comme les ciments verres-ionomères modifiés par adjonction de résine ou les compomères ont été développés pour allier les avantages des deux colles historiques [49].

Aujourd'hui, les colles sont plus populaires que les ciments en raison des multiples avantages évoqués. Durant ma thèse, le choix a donc été fait d'utiliser des colles plutôt que des ciments. Un nombre considérable de colles existe sur le marché. En voici une liste non exhaustive : Filtek™ Supreme (3M ESPE), RelyX™ U100 (3M ESPE), RelyX™ ARC (3M ESPE), Multilink® Automix (Ivoclar Vivadent AG), Variolink™ II (Ivoclar Vivadent AG), BisCem™ (Bisco), Maxcem Elite™ (Kerr Corporation) et NX3 Nexus™ Troisième Génération (Kerr Corporation). La composition de chacune de ces colles est différente. Ainsi, leurs propriétés le sont également. Le choix a été fait de mener la caractérisation des défauts (chapitre 2) sur du Maxcem Elite™ (Kerr Corporation), tandis que l'étude du comportement mécanique (chapitre 3 et chapitre 4) a été réalisée sur du NX3 Nexus™ Troisième Génération (Kerr Corporation).

	Ciment verre-ionomère	Colle
E (GPa)	3–12 [50]	2.4–16 [51, 52, 53]
σ_{\max} (MPa)	15–80 [50]	60–160 [51, 52, 53]
K_{Ic} (MPa \sqrt{m})	0.18–0.3 [54]	0.8–2 [53]

TABLEAU 1.5 – Propriétés mécaniques des matériaux de scellement. E le module d'Young, σ_{\max} la résistance maximale en traction et K_{Ic} le facteur d'intensité de contraintes en mode I.

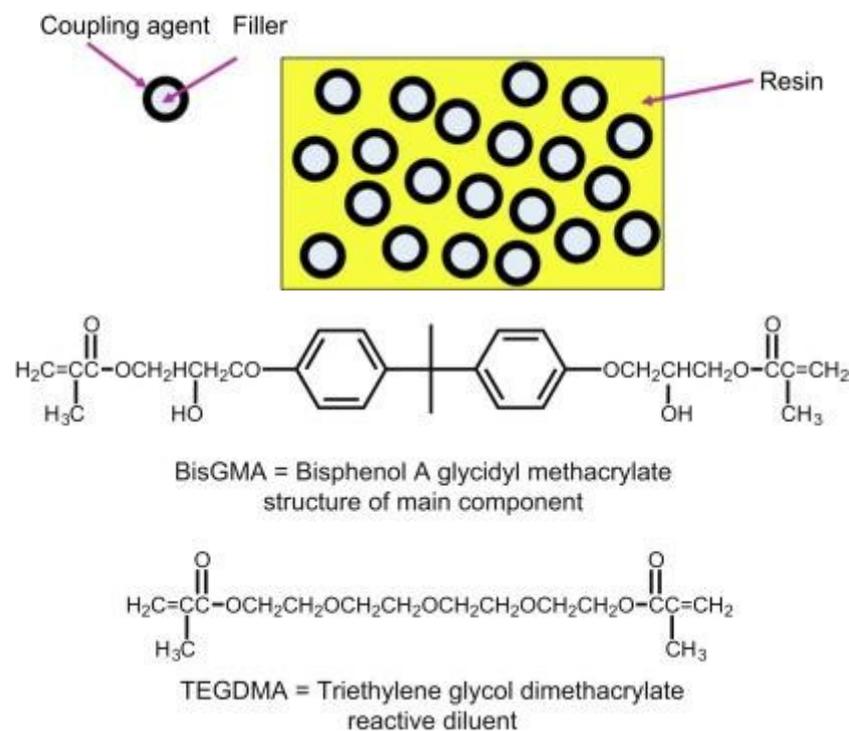


FIGURE 1.5 – Représentation schématique d'une colle avec le système de monomères constituant la résine. [55]

1.2.3 La préparation dentaire

La préparation dentaire (Figure 1.2, C) est la dent traitée sur laquelle le praticien colle la prothèse dentaire. Selon l'étendue de la lésion, la prothèse dentaire est collée soit sur l'émail, soit sur la dentine, soit sur les deux. La composition, la microstructure et les propriétés mécaniques de ces tissus dentaires sont décrites dans ce qui suit.

L'émail est la partie externe de la dent en contact avec l'environnement buccal (Figure 1.7). C'est le matériau le plus minéralisé chez les vertébrés [57] avec

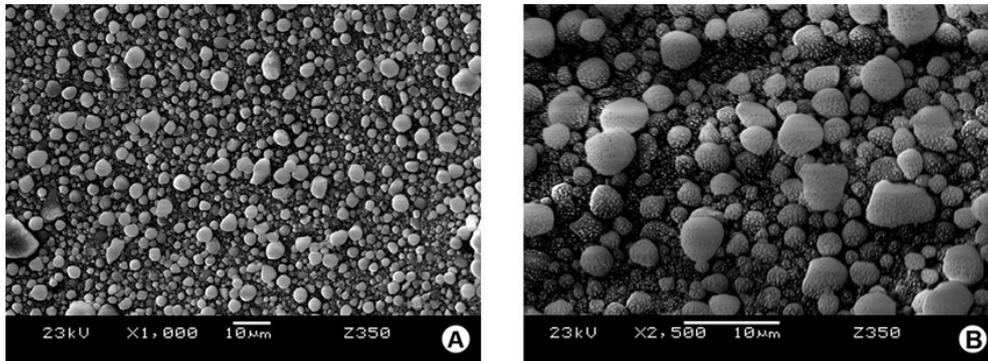


FIGURE 1.6 – Images d’une colle Filtek™ Supreme réalisées par Microscopie Électronique à Balayage (MEB). A et B avec des grossissements de 1 et de 2.5. Les particules sont des renforts constitués de zircon et de silice. [56]

près de 96 %_m de matériaux inorganiques (principalement de l’hydroxyapatite de calcium (HA)), 1 %_m à 2 %_m de matériaux organiques et 3 %_m à 4 %_m d’eau [58]. La microstructure de l’émail est similaire à celle d’un composite (Figure 1.8) . Elle est composée d’une matrice appelée *émail interprismatique* traversée par des fibres appelées *prismes d’émail* partant de la jonction émail-dentine à la surface externe de la dent [59]. Les prismes d’émail ont un diamètre d’environ 5 µm [59]. La matrice et les fibres sont composées de cristallites de monocristaux d’HA ayant une section de 50 nm × 25 nm et une longueur pouvant atteindre 1 µm [60]. Ainsi, la différenciation entre les deux éléments de l’émail ne se fait pas sur la composition mais sur l’orientation de leurs cristallites. Dans la matrice, elles n’ont pas d’orientation privilégiée. Dans les fibres, les cristallites localisées au centre sont orientées dans la direction des fibres tandis que celles à la surface externe dévient de 20° à 45° [61]. Cette microstructure complexe fait de l’émail un matériau anisotrope [62].

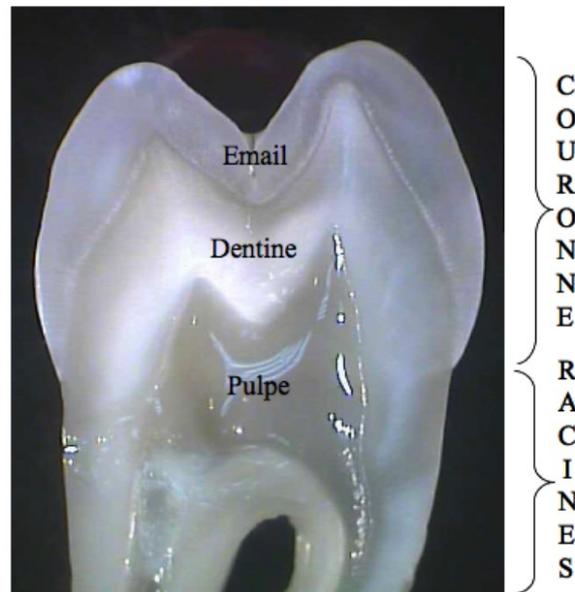


FIGURE 1.7 – Micrographie optique d’une dent. [63]

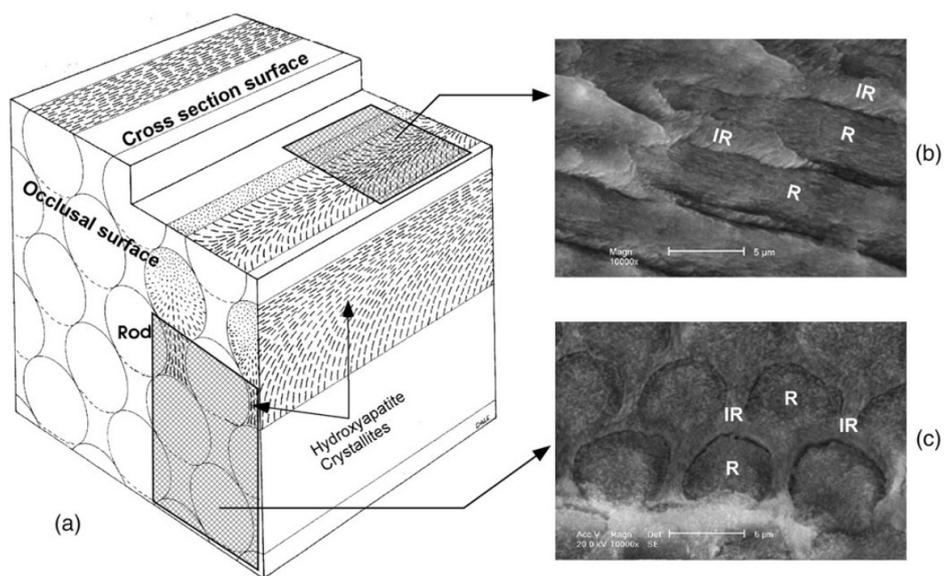


FIGURE 1.8 – Représentation schématique et images MEB de l’émail où R une prisme d’émail et IR l’émail interprismatique. [59]

La dentine est le tissu majoritaire de la dent qui est située entre la pulpe et l’émail (Figure 1.7). Comme l’émail, la dentine est constituée d’une partie

minéralisée (70 %_m), d'une partie organique (20 %_m) et d'eau (10 %_m) [64]. Sa microstructure est similaire à celle d'un composite (Figure 1.9). Elle est composée d'une matrice appelée dentine intertubulaire traversée par des tubes cylindriques creux appelées tubules [65]. La « gaine » de ces tubules est appelée dentine péritubulaire. Les tubules traversent en éventail la dent ; allant de la pulpe à l'émail. Cette microstructure complexe fait que la dentine a un comportement mécanique anisotrope [66].

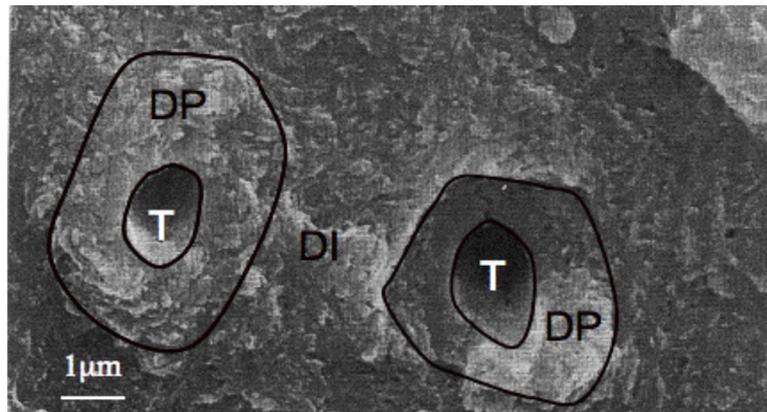


FIGURE 1.9 – Image MEB de dentine. DI la dentine intertubulaire, DP la dentine péritubulaire et T le tubule. [63]

	Email	Dentine
E (GPa)	70–120 [67, 68]	12–20 [69, 70, 71]
K_{Ic} (MPa \sqrt{m})	0.67–3.93 [72]	1.1–2.3 [73, 74]

TABLEAU 1.6 – Les propriétés mécaniques des tissus dentaires. E le module d'Young, K_{Ic} le facteur d'intensité de contraintes en mode I.

La durabilité des RDIs dépend du comportement mécanique de ses adhérents. Par exemple, une forte différence de rigidité entre la prothèse et la préparation dentaire entraîne l'apparition de zones de concentration de contraintes critiques à l'intégrité des RDIs [75]. La vitrocéramique (Tableau 1.3) et le PICN (Tableau 1.4) semblent ainsi être des bons matériaux prothétiques lorsque la prothèse est respectivement collée sur de l'émail et sur de la dentine (Tableau 1.6). Comme il a été évoqué à la section 1.2.1, les travaux ont été réalisés sur des PICNs. Ainsi, le choix a été fait d'étudier des assemblages dentaires avec une préparation dentaire constituée d'un matériau proche de la dentine.

1.2.4 L'interface colle / prothèse

La durabilité des RDIs est sensible à la qualité du collage de la prothèse via la colle. Le collage est assuré par l'application d'un agent de couplage (Figure 1.2, E) qui améliore l'adhésion physico-chimique. Le silane est souvent utilisé comme agent de couplage car il lie un matériau inorganique à un matériau organique [76]. Le silane est constitué d'organotrialkoxysilane de formule $R - Y - Si - X_3$. R est un groupe non-hydrolysable organique se liant à la matrice en résine du colle. X est un groupe hydrolysable se liant à une surface riche en groupe hydroxyle ($-OH$) comme la céramique.

Avant d'appliquer le silane, une attaque chimique (Figure 1.2, F) est réalisée avec de l'acide fluorhydrique ou *HydroFluoric acid* en anglais (HF) sur la céramique pour améliorer la richesse de sa surface en groupe hydroxyle ($-OH$). L'attaque chimique crée aussi de la rugosité dans laquelle le colle s'infiltrer. L'infiltration engendre un meilleur ancrage et donc une meilleure adhésion mécanique. La rugosité dépend de nombreux paramètres comme le temps d'application de l'HF ou la composition de la céramique. Par exemple, pour les céramiques feldspathiques, la hauteur moyenne arithmétique de surface Sa varie de 0.14 ± 0.016 sans attaque chimique à 0.41 ± 0.01 avec 40 s d'attaque chimique ; et à 0.6 ± 0.01 avec 160 s. Pour les vitrocéramiques, la Sa varie de 0.16 ± 0.03 sans attaque chimique à 0.3 ± 0.02 avec 40 s d'attaque chimique ; et à 0.65 ± 0.016 avec 160 s [77].

1.2.5 L'interface colle / préparation dentaire

Cette partie s'appuie essentiellement sur l'article de Zhao *et al.* [78]. La majorité des colles adhère mal aux tissus dentaires. Les différences de microstructure entre l'émail et la dentine font que le protocole de collage doit être adapté aux matériaux constituant la préparation dentaire.

L'adhésion à la dentine est difficile car la colle possède une mauvaise adhérence avec sa partie organique. De plus, de la boue dentinaire est incrustée à sa surface. Elle est constituée des restes de tissu dentaire éliminés durant le fraisage. Un adhésif (Figure 1.2, F) composé de monomères est appliqué pour améliorer l'adhésion physico-chimique de la colle. L'une des extrémités de ces monomères est constituée de groupe de méthacrylates se liant à la résine, tandis que l'autre extrémité réagit avec l'HA ou les amines du réseau de collagènes. Avant l'application de cet adhésif, une attaque chimique est effectuée (par exemple avec de l'acide phosphorique) pour dissoudre l'HA sur une profondeur de (1–5 μm) et éliminer la boue dentinaire. Le réseau de fibrilles de collagène est ainsi révélé et les tubules sont élargis et libérés des bouchons de boue dentinaire qui les obstruaient. Ces sites deviennent propices à l'ancrage de la colle, ce qui favorise son adhésion mécanique. L'interface créée est

appelée *couche hybride* (H de la Figure 1.2 et Figure 1.10.b).

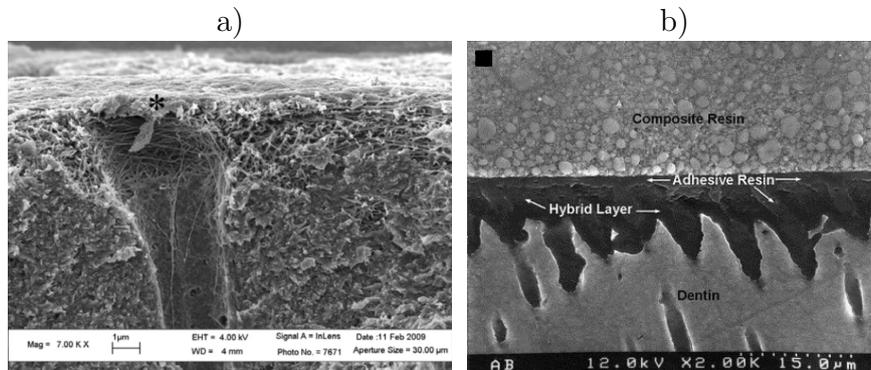


FIGURE 1.10 – Images MEB d’un échantillon a) de dentine après une attaque chimique à l’acide phosphorique [63] et b) d’une couche hybride [79].

L’adhésion à l’émail est assurée par une attaque chimique préalable de l’émail à l’acide phosphorique (Figure 1.10.a). Elle nettoie la surface d’adhésion et engendre une rugosité proche de $50\ \mu\text{m}$, favorable à l’adhésion mécanique de la colle. De plus, la mouillabilité – qui décrit la capacité d’une surface à laisser un liquide s’étaler – de l’émail augmente alors, améliorant l’adhésion physico-chimique.

1.3 Échecs cliniques des restaurations dentaires indirectes

Les RDIs étant des assemblages complexes exposées à des sollicitations mécaniques, thermiques, chimiques ou encore bactériologiques, leur durabilité dépend des matériaux les constituants, du protocole de collage et de l’environnement buccal. Mes travaux se sont focalisés sur l’étude de l’impact des sollicitations mécaniques sur la durabilité des RDIs.

Malgré leur bonne durabilité [4], les prothèses métalliques posent de nombreux problèmes cliniques tels que la perte de vitalité et la fracture des préparations dentaires [4]; ou l’allergénicité de ces alliages [25]. Aujourd’hui, les praticiens préconisent les prothèses en céramique qui sont biocompatibles et qui présentent de bonnes propriétés esthétiques et mécaniques [28, 29]. Leur durabilité est inférieure ou égale à celle des RDIs avec une prothèse en alliage métallique [4]. L’échec des RDIs avec une prothèse en céramique est principalement dû à la fracture ou au décollage de la prothèse, dont l’initiation est

majoritairement localisée à l'interface colle / prothèse de la zone marginale des RDIs (Figure 1.11) [80, 81, 82].

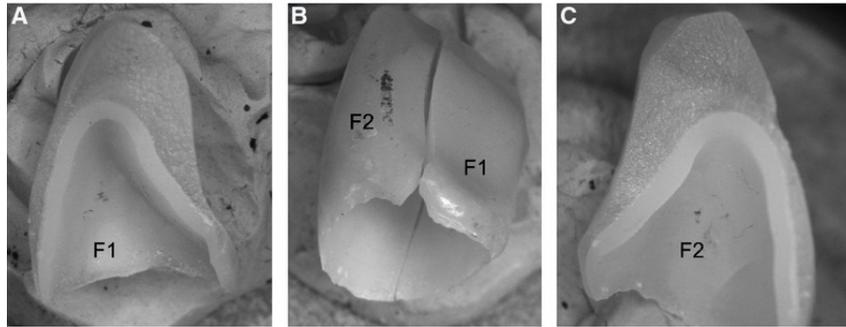


FIGURE 1.11 – Prothèse fracturée en deux parties F1 et F2 dont la propagation de fissure s'est initiée dans la zone marginale [82]

Les simulations numériques réalisées par K. Shindo [5] sur un RDI montrent qu'une zone de forte concentration de contraintes existe dans la zone marginale de la prothèse et de la couche d'adhésif qui pourrait être à l'origine de certains échecs cliniques (Figure 1.12).

Dans les simulations, le comportement mécanique de la prothèse est approché par une loi linéaire élastique. Étant donné le caractère élastique-fragile des céramiques, cette modélisation est suffisante pour prédire la rupture des prothèses à l'aide de critères simples comme le critère de Rankine. En revanche, la couche d'adhésif est modélisée par un comportement linéaire élastique et est liée parfaitement aux adhérents, malgré le fait que son endommagement puisse être la source des décollements et des ruptures de prothèses. Une description plus fine du comportement de la couche d'adhésif intégrant cet endommagement améliorerait la fiabilité des simulations. Aussi, des essais ont été réalisés pour estimer l'adhérence de la couche au chapitre 3 et une loi d'endommagement décrivant son comportement a été calibrée au chapitre 4.

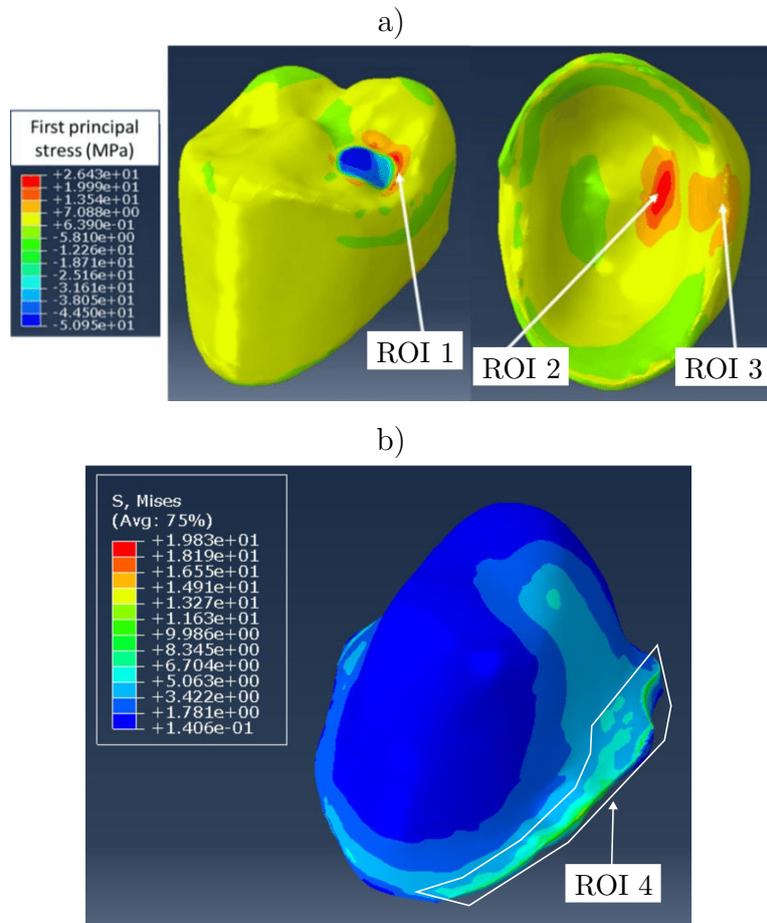


FIGURE 1.12 – Distribution des contraintes principales maximales et de Von Mises dans respectivement ; a) une prothèse et b) une couche d’adhésif d’une RDI patient spécifique soumise à une charge masticatoire statique (d’après [6]). Les zones ROI 3 et ROI 4 – qui se trouvent dans la zone marginale de la prothèse et de la couche d’adhésif – présentent une forte concentration de contrainte.

Une étude a été préalablement menée pour identifier et caractériser les causes de cet endommagement. Les travaux de la littérature ont montré la présence de défauts dans la couche d’adhésif des RDIs [83, 84]. Leur impact sur la tenue mécanique d’un assemblage dépend de leur quantité, leur distribution et leur forme. C’est pourquoi on s’intéresse à la morphologie des défauts avant de caractériser le comportement mécanique des couches d’adhésif. Le chapitre 2 traite donc de la caractérisation morphologique des défauts présents dans les couches d’adhésif.

CHAPITRE 2

Morphologie de la couche d'adhésif : observation et quantification des défauts

La *Restauration Dentaire Indirecte* (RDI) est un traitement que le praticien peut proposer dans le cadre d'une lésion dentaire peu étendue. Durant sa thèse, K. Shindo a développé un outil d'optimisation géométrique des RDIs à partir des données patient [5]. Cependant, de nombreuses simplifications avaient été faites dans cette modélisation mécanique. La couche d'adhésif y était notamment considérée homogène, avec un comportement linéaire élastique et parfaitement attachée aux adhérents. Or, en réalité, des défauts sont présents dans la couche d'adhésif qui peuvent nuire à l'intégrité des RDIs. Il est donc pertinent de les prendre en compte dans les simulations numériques. La première étape pour mieux comprendre l'impact des défauts est de connaître leur répartition et leur forme dans la couche d'adhésif.

Le chapitre 2 est de ce fait dédié à la mise en place d'un protocole de caractérisation morphologique des défauts de la couche d'adhésif. La présence des défauts dépend de la géométrie, des matériaux et du protocole de collage des RDIs. Il existe autant de configurations de RDIs que de dents à restaurer. Aussi, pour déduire des conclusions, il a été choisi de mener l'étude sur un assemblage modèle dont la géométrie suit les recommandations de Tapie *et al* [85]. Cette géométrie a été utilisée dans d'autres travaux pour étudier l'influence de paramètres géométriques sur l'intégrité des assemblages [86, 87, 88].

De plus, pour s'assurer d'en tirer des conclusions générales, l'étude sur les défauts doit être réalisée sur des matériaux proches de ceux constituant les RDIs et le protocole de fabrication des assemblages doit être bien contrôlé. La première exigence permet de diminuer la sensibilité des résultats au choix des matériaux. La seconde exigence assure que les conclusions ne sont pas liées à des incertitudes sur la géométrie des assemblages. La fiabilité de la fabrication des prothèses est aisée à assurer du fait qu'elles peuvent être réalisées par CFAO. En revanche, la mise en place d'une fabrication fiable de la préparation dentaire est plus ardue étant donné la géométrie complexe de la dent. Dans leurs travaux, Malkoç *et al.* et Dauti *et al.* ont privilégié l'une des deux exigences [83, 84]. Malkoç *et al.* [83] ont priorisé le matériau en préparant manuellement soixante-dix-sept préparations dentaires extraites de dents. Dauti *et al.* [84] ont priorisé la fiabilité en fabriquant des préparations dentaires en résine et par impression 3D. Lorsque la préparation dentaire est réalisée manuellement, sa géométrie n'est pas maîtrisée ; et lorsqu'elle est fabriquée dans un matériau non biologique, la différence est forte entre son interface colle / préparation dentaire et celle des RDIs réelles en bouche. Pour pallier ces inconvénients, nous avons choisi de fabriquer la préparation dentaire à partir d'os cortical de bœuf dont la microstructure est proche de la dentine et dont l'usinage est possible grâce à la possibilité d'en extraire des blocs massifs.

Les travaux de caractérisation morphologique des défauts par microtomographie aux rayons X (*X-ray micro Computed Tomography* (X-ray μ CT) en anglais) de Malkoç *et al.* [83] et de Dauti *et al.* [84] montrent que la μ CT peut être utilisée pour étudier les défauts des RDIs. Cette technique non destructive fournit une image tridimensionnelle permettant de visualiser la structure interne d'un objet en mesurant l'atténuation d'un faisceau de rayons X à travers celui-ci [89].

La position, la taille et la forme d'un défaut ont une influence sur la localisation et l'intensité des concentrations de contrainte qu'il induit. Par exemple, dans le cas d'une plaque infinie sollicitée en traction et comportant un défaut elliptique, la contrainte maximale de la plaque σ_{\max} vaut :

$$\sigma_{\max} = K_t \sigma_o \quad (2.1)$$

$$\text{avec } K_t = 1 + 2 \left(\frac{a}{b} \right) \quad (2.2)$$

où σ_o la contrainte de la plaque loin du défaut, K_t le facteur de concentration de contrainte, a et b les axes respectivement orthogonal et colinéaire à la traction [90]. L'Équation 2.2 montre que l'aplatissement des défauts entraîne une augmentation de σ_{\max} . Ainsi, même si la porosité ou la taille des défauts sont faibles dans une couche d'adhésif, la forme elliptique d'un défaut peut être critique à la tenue mécanique d'une RDI. Il est donc pertinent de caractériser la position, la taille et la forme des défauts.

Ce chapitre propose une méthode pour caractériser la morphologie des bulles et des décollements des couches d'adhésif à partir d'acquisitions X-ray μ CT d'assemblages modèles. La méthode est illustrée pour une RDI composée d'une préparation dentaire en os cortical de bœuf collée à une prothèse en composite avec une colle auto-adhésive.

2.1 Matériels et méthodes

2.1.1 Conception et fabrication des assemblages dentaires

Le protocole de caractérisation a été mis en œuvre sur des assemblages dentaires modèles définis par Tapie *et al.* [85] (Figure 2.1). Les modèles géométriques de la préparation dentaire et de la prothèse ont été réalisés sur CATIA V5 (Dassault Systems). Les matériaux bruts ont été fraisés avec une fraise diamantée cylindrique de 2 mm (KaVo Dental) sur un prototype de fraiseuse par commande numérique (Lyra Mill SA) dont la précision d'usinage est d'environ 15 μ m. Les couronnes ont été réalisées en composite dans des blocs de Vita Enamic® (VITA Zahnfabrik) et la préparation dentaire a été usinée dans de l'os cortical de boeuf. Ce choix permet de remplacer la dent humaine par un matériau dont la microstructure est similaire à la dentine [91] et dont la mise en forme peut être réalisée par usinage. Cette substitution dentine/os cortical de boeuf avait déjà été adoptée dans une étude caractérisant l'adhérence d'une couche d'adhésif [92]. Les deux adhérents sont collés avec la colle auto-adhésif Maxcem Elite™ (Kerr Corporation) [93].

Le protocole de collage du fabricant Kerr Corporation a été suivi pour fabriquer les assemblages modèles [93]. La céramique a été mordancée à l'acide fluorhydrique et traitée avec un agent de couplage en silane. La préparation dentaire a été traitée à l'acide phosphorique. La couronne a ensuite été remplie en excès de colle avec une seringue à double compartiment munie d'un embout mélangeur, puis collée à la préparation dentaire à l'aide d'un guide cylindrique creux avec une masse de 166.5 g pour assurer la coaxialité de l'assemblage. La colle a été photopolymérisée au niveau de la zone marginale (Figure 2.1) pendant soixante secondes à l'aide d'une lampe à polymériser SDI Radii Plus® LED.

Trois assemblages modèles (nommés E_1 , E_2 et E_3) ont été réalisés en suivant ce protocole.

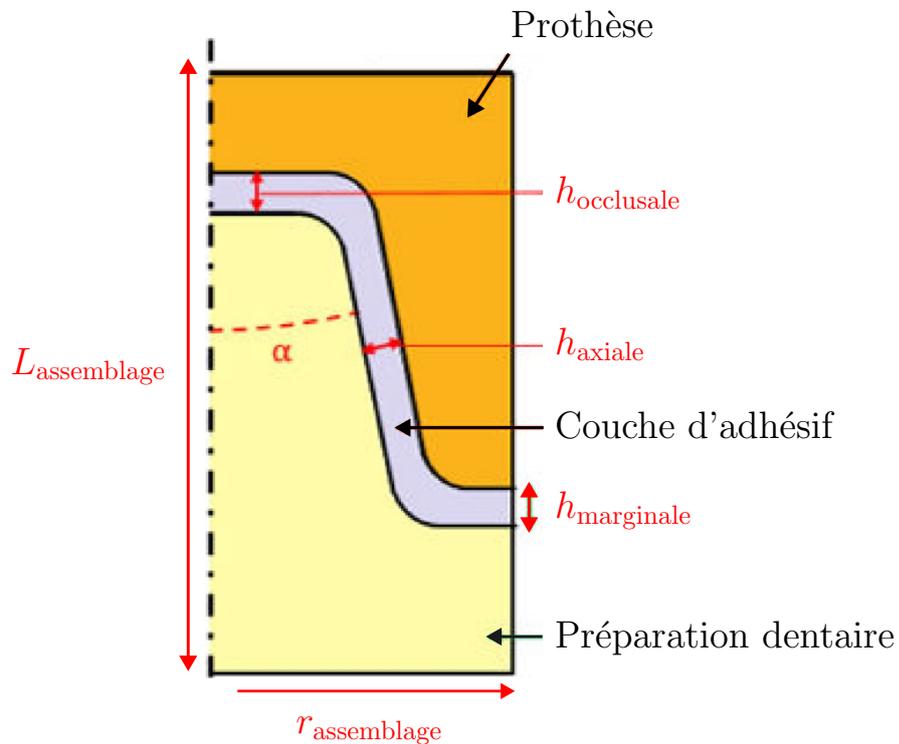


FIGURE 2.1 – Schéma représentatif de l'assemblage modèle (d'après [5]). $h_{\text{occlusale}} = 0.3$ mm, $h_{\text{axiale}} = 0.2$ mm et $h_{\text{marginale}} = 0.1$ mm sont respectivement les épaisseurs des zones occlusale, axiale et marginale de la couche d'adhésif; $\alpha = 6^\circ$ est l'angle de convergence; $h_{\text{assemblage}} = 12$ mm est la hauteur de l'assemblage; et $r_{\text{assemblage}} = 4$ mm est le rayon de l'assemblage.

2.1.2 Acquisition et traitement d'images de l'assemblage

La structure interne des trois assemblages modèles a été visualisée par X-ray μ CT. Elle a été réalisée avec le microtomographe X50-CT à double tube de North Star Imaging Company (NSI) équipé d'un détecteur à écran plat Dexela ($3074 \text{ px} \times 3888 \text{ px}$, 14 bits). Il est utilisé avec un tube à rayons X refroidi utilisant une cible de réflexion (225 kV, détectabilité des détails $1 \mu\text{m}$). Les assemblages modèles ont été scannés avec les paramètres de balayage suivants : tension 180 kV, intensité $100 \mu\text{A}$. En appliquant un algorithme de rétroprojection filtrée, le volume de l'assemblage a été reconstruit sous la forme d'un réseau tridimensionnel de voxels ($1228 \text{ px} \times 1214 \text{ px} \times 1307 \text{ px}$), chacun contenant un niveau de gris caractérisant l'atténuation des rayons X. La taille des voxels de l'image 3D reconstruite est de $7.3 \mu\text{m}$. Des traitements supplémentaires proposés dans le logiciel de NSI ont été utilisés pour éliminer les

artefacts de reconstruction.

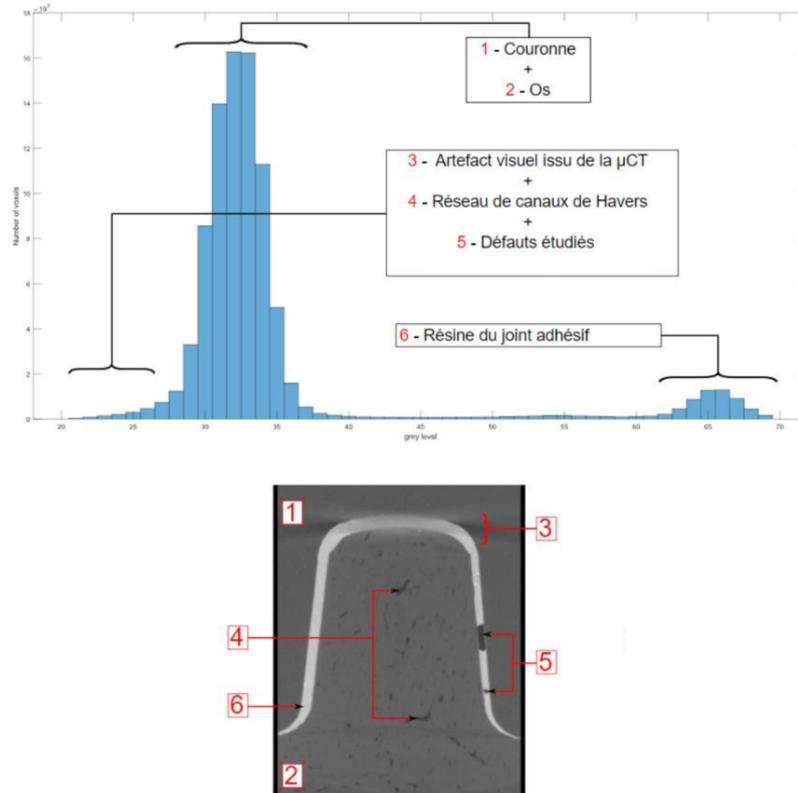


FIGURE 2.2 – Distribution du niveau de gris de l’assemblage modèle E_3 où sont indiqués les différents éléments composants l’image 3D reconstruite.

La morphologie de la couche d’adhésif a été caractérisée en extrayant les différents éléments constituant les images 3D. Cette couche est constituée de la colle, des défauts et des deux interfaces avec les adhérents. La résolution des acquisitions est insuffisante pour caractériser les interfaces. En revanche, la colle et les défauts dont le volume est supérieur à celui d’un cube de longueur d’arêtes de 3 vx peuvent être étudiés. La Figure 2.2 présente l’histogramme du niveau de gris de l’assemblage modèle E_3 .

La présence de canaux d’Havers et des artefacts d’acquisition empêchent l’utilisation d’une segmentation globale ou locale pour extraire aisément les défauts. Une méthode de segmentation développée sur MATLAB 2021b a été proposée pour extraire la couche d’adhésif. La segmentation est faite en deux étapes : d’abord l’extraction de la colle de l’image 3D de l’assemblage et ensuite l’extraction des défauts. La colle a été segmentée avec un seuillage

global du fait de la qualité de l'acquisition associée à la bonne différence de densité entre les différents éléments de l'assemblage. Les limites de l'intervalle de seuillage ont été définies d'une manière à affilier le plus de voxels possible à la colle. Ainsi, la caractérisation morphologique est très peu sensible au seuillage de la colle.

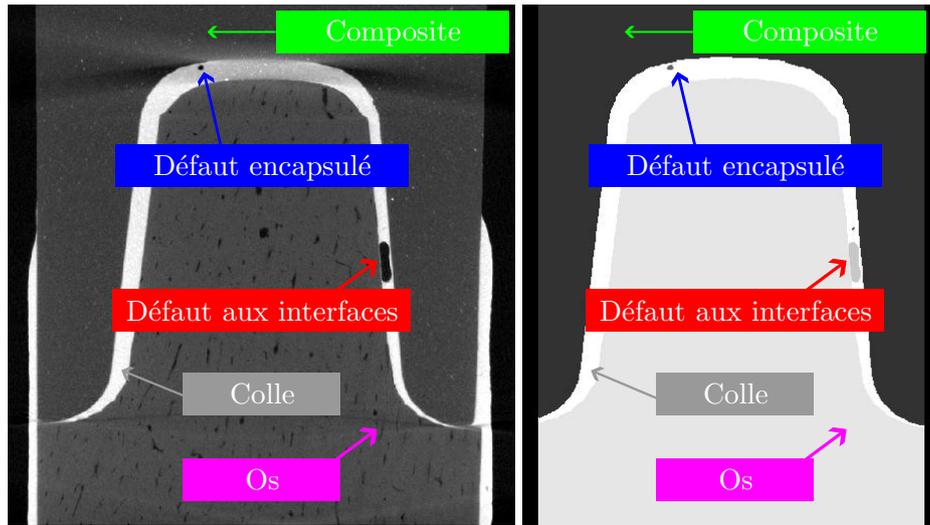


FIGURE 2.3 – Coupe 2D de l'image 3D reconstruite de l'assemblage modèle E_3 respectivement a) avant et b) après la segmentation.

L'extraction des défauts a été réalisée en trois étapes. La première étape a consisté en l'extraction par un seuillage global des voxels appartenant aux artefacts, aux réseaux de canaux de Havers et aux défauts (Figure 2.2). Dans la seconde étape, des opérations de dilatation sur les voxels affiliés à la colle ont créé un masque contenant la colle et les défauts. À la dernière étape, les voxels extraits à la première étape et contenus dans le masque ont été affiliés aux défauts. Les défauts de volume inférieur à $10\,503\ \mu\text{m}^3$, correspondant au volume d'un cube de côté $21.9\ \mu\text{m}$ ($3\ \text{vx}$), ont été retiré de l'analyse car leur nature (défaut réel ou artefact) était indiscernable. Des opérations morphologiques ont ensuite été réalisées pour assurer la contiguïté des contours de chaque élément. Finalement, la colle et les défauts de la couche d'adhésif ont été extraits des images 3D reconstruites et ont été analysés (Figure 2.3).

2.1.3 Méthodes d'analyse

La variation de l'épaisseur de la couche d'adhésif dans les assemblages dentaires est la première grandeur caractérisée. Elle a été mesurée en appliquant

la méthode proposée par Tapie *et al.* [85]. Cette méthode caractérise de manière fiable la taille de l'espace vacant entre une préparation dentaire et une prothèse à partir d'une image 3D d'une RDI, le but étant d'analyser l'existence éventuelle d'une corrélation entre cette épaisseur et la répartition des défauts.

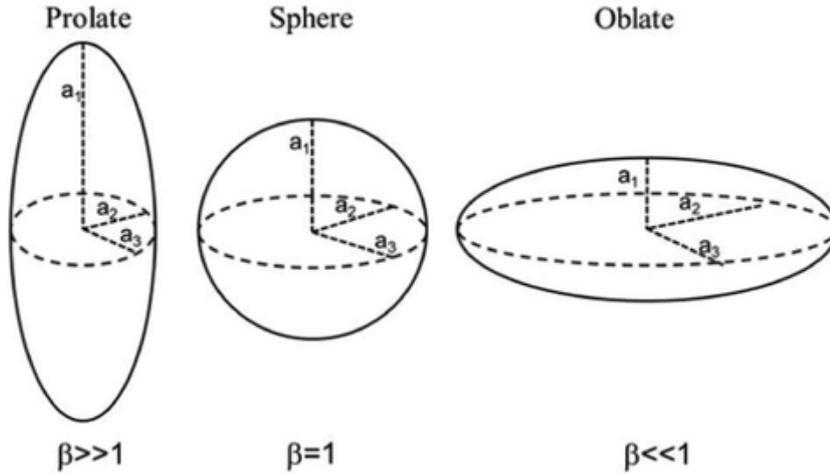


FIGURE 2.4 – Schéma représentatif de la sphéricité β . [94]

Les défauts observés ont été classés en deux catégories : les défauts confinés dans la masse de la colle qui sont nommés *défauts encapsulés* et les défauts possédant au moins une surface contiguë avec l'un des adhérents ou avec l'environnement buccal qui sont nommés *défauts aux interfaces* (Figure 2.3). La classification des défauts a donc été faite sur un critère de localisation. Les deux grandeurs caractéristiques des défauts sont la taille et la forme géométrique car les deux impactent de manière significative la résistance mécanique de la couche d'adhésif. La taille caractéristique d'un défaut encapsulé peut être évaluée à partir du rayon équivalent r_{encaps} défini en considérant une bulle sphérique de volume V_{encaps} :

$$r_{\text{encaps}} = \sqrt[3]{\frac{3V_{\text{encaps}}}{4\pi}} \quad (2.3)$$

La sphéricité β d'un défaut encapsulé de demi-axes $a_1 \neq (a_2 \approx a_3)$ est caractérisée par :

$$\beta = \frac{2a_1}{a_2 + a_3} \quad (2.4)$$

Lorsque $\beta = 1$, les défauts encapsulés sont des sphères (Figure 2.4). Ainsi, plus la sphéricité d'un défaut encapsulé s'éloigne de $\beta = 1$ et plus son potentiel à être critique pour une RDI augmente selon la direction de chargement. Les

défauts aux interfaces étant par nature des ellipsoïdes du fait de leur position dans une RDI, leur sphéricité n'a pas été étudiée.

2.2 Résultats et discussion

2.2.1 Caractérisation morphologique de la couche d'adhésif

Dans un premier temps, le volume apparent de la couche d'adhésif dans l'assemblage modèle a été visualisé et quantifié sans considérer les éventuels défauts présents dans la couche d'adhésif. La Figure 2.5 présente la visualisation 3D de l'épaisseur de la couche d'adhésif des trois assemblages modèles fabriqués. La robustesse et l'efficacité de la méthode de Tapie *et al.* [85], utilisée ici, avaient déjà été prouvées sur un assemblage modèle où une prothèse était posée sans collage sur une préparation dentaire. L'étude avait révélé un désalignement entre l'axe de la préparation dentaire et celui de la prothèse. Ce désalignement a également été observé dans nos assemblages modèles collés. Il se traduit par des variations d'épaisseur dans les sections droites de la couche d'adhésif (i.e., section situées dans des plans orthogonaux à l'axe moyen de l'assemblage) comme cela est illustrées dans les zones C2 et C3, C4 et C5, et E2 et E3 de la Figure 2.5. En revanche, Tapie *et al.* [85] n'avaient pas observé une surépaisseur de la couche d'adhésif du fait que leur assemblage modèle n'était pas collé. Cette surépaisseur est importante dans les zones occlusales des deux premiers assemblages où l'épaisseur est respectivement supérieure à 550 μm en A1 et 450 μm en C1 alors que leur épaisseur théorique était de 300 μm . De même dans la zone marginale de E_1 (A3 de la Figure 2.5) où l'épaisseur est supérieure à 200 μm alors que dans la phase de conception elle avait une valeur de 100 μm .

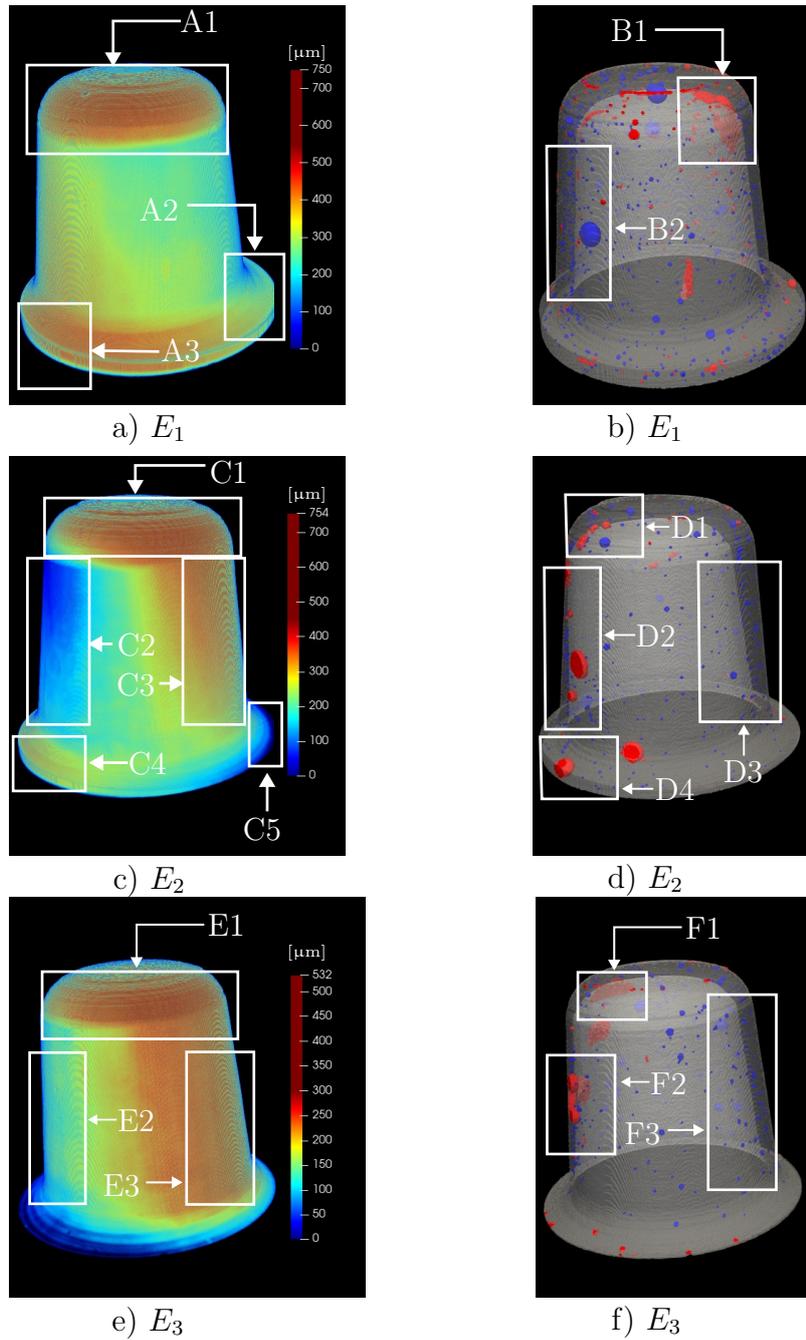


FIGURE 2.5 – Visualisation 3D de la couche d'adhésif des trois assemblages modèles : épaisseur en microns a) , c), et e) , défauts b), d) et f) avec les deux classes de défauts (en bleu les défauts encapsulés, en rouge les défauts aux interfaces)

Les différences d'épaisseur de couche d'adhésif entre la géométrie réelle et la géométrie conçue proviennent probablement de la phase d'écoulement de la colle. Les principaux paramètres dont dépendent l'écoulement sont :

1. la force appliquée durant le collage et la durée de pressage ;
2. la quantité de colle initiale dans la couronne ;
3. l'état de surface des adhérents ;
4. la géométrie des adhérents ;
5. la viscosité de la colle.

Les paramètres 4 et 5 ont été bien maîtrisés étant donné que les adhérents ont été fabriqués par CFAO et que la même colle a été utilisée pour les trois assemblages. Par contre, les trois premiers paramètres ont sans doute été moins maîtrisés. En effet, malgré le guide cylindrique utilisé, la force n'était pas appliquée uniformément sur l'assemblage. Cette non uniformité a probablement fait que la préparation dentaire a tourné autour d'un axe horizontal durant la phase d'assemblage et de collage d' E_2 et d' E_3 , entraînant le désalignement. De plus, la colle a été remplie « en excès » dans la couronne comme préconisé par le fabricant Kerr Corporation. Le volume de colle initial était différent pour chaque assemblage. Pour une force appliquée et un temps de pressage donnés, plus le volume de colle est important et plus la quantité de matière qui subsiste dans la couche d'adhésif après polymérisation est importante. Il est donc vraisemblable que le volume initial de colle était plus important pour E_1 que pour E_2 et E_3 . D'autre part, l'état de surface des adhérents est lié aux traitements appliqués manuellement sur les surfaces collées. Cette étape étant non automatisée, cet état est différent entre chaque échantillon et amène des différences dans l'écoulement de la colle. Finalement, bien que l'étude ait été réalisée sur des assemblages modèles en prenant des précautions particulières lors de l'assemblage des deux parties, la géométrie finale révèle des écarts notables par rapport à la géométrie conçue. Il est fort probable que cet écart soit encore plus élevé dans les RDIs collées en bouche par un praticien. Il peut s'avérer préjudiciable à l'intégrité des RDIs car un volume initial de colle plus important peut s'accompagner d'une augmentation de la quantité de défauts rendant moins pérenne les assemblages dentaires. Une attention particulière est portée au lien entre le volume de colle et la quantité de défauts dans l'étude qui suit (section 2.2.2).

2.2.2 Caractérisation des défauts présents dans la couche d'adhésif

La morphologie globale de la couche d'adhésif étant caractérisée, nous allons maintenant identifier et caractériser les défauts.

[mm ³]	E_1	E_2	E_3
V_{ca}	43.3	40.0	29.6
$V_{interfaces}$	0.14	0.16	0.21
$V_{encapsules}$	0.25	0.08	0.11

TABLEAU 2.1 – Volume de la couche d’adhésif V_{ca} , des défauts encapsulés $V_{encapsules}$ et des défauts aux interfaces $V_{interfaces}$ des trois échantillons étudiés.

Le Tableau 2.1 présente le volume de la couche d’adhésif, des défauts encapsulés et des défauts aux interfaces des assemblages. Le volume total de défauts dans la couche d’adhésif est respectivement de 0.39 mm³, 0.24 mm³ et 0.31 mm³ pour E_1 , E_2 et E_3 . Rappelons que l’estimation du volume des défauts ne prend pas en compte ceux de volume inférieure à 10 503 μm³ (correspondant à un cube de 21.9 μm de côté) non quantifiable par l’imagerie numérique. Le volume total de défauts est faible en regard du volume de la couche d’adhésif et correspond à une porosité moyenne d’environ 1%. Cependant, ces données doivent être exploitées avec prudence car outre le fait qu’il s’agit d’une estimation basse, la concentration des défauts dans certaines zones de la couche d’adhésif montre que la distribution des défauts, et donc de la porosité, est hétérogène.

Le volume des défauts dans l’échantillon E_2 était inférieur à celui d’ E_3 alors que le volume de sa couche d’adhésif est plus élevé (Tableau 2.1). Cette observation avait déjà été faite par Malkoç *et al.* [83] qui avaient effectué une étude similaire par μCT sur les défauts présents dans la couche d’adhésif de huit assemblages modèles. Ainsi, une augmentation du volume d’une couche d’adhésif n’entraîne pas forcément une augmentation de celui des défauts. La cause d’apparition des défauts est discutée dans la suite du manuscrit.

Caractérisation des défauts encapsulés

Dans un premier temps, les défauts encapsulés ont été analysés. La Figure 2.5 présente les images 3D de la couche d’adhésif avec les défauts des trois assemblages modèles E_1 , E_2 et E_3 . Les défauts encapsulés sont localisés dans les zones où l’épaisseur de la couche d’adhésif est élevée comme par exemple les zones B2, D3 et F3 de la Figure 2.5. Cette observation explique la différence de volume de défauts encapsulés entre E_1 et $\{E_2, E_3\}$ (Tableau 2.1). En effet, l’épaisseur de la colle de l’assemblage E_1 étant élevée dans toute sa couche d’adhésif, des défauts encapsulés sont apparus uniformément dans la couche au moment de l’assemblage. En revanche, les zones C2 et E2 des assemblages E_2 et E_3 (Figure 2.5) étant des zones avec une faible épaisseur, moins de défauts encapsulés ont été créés.

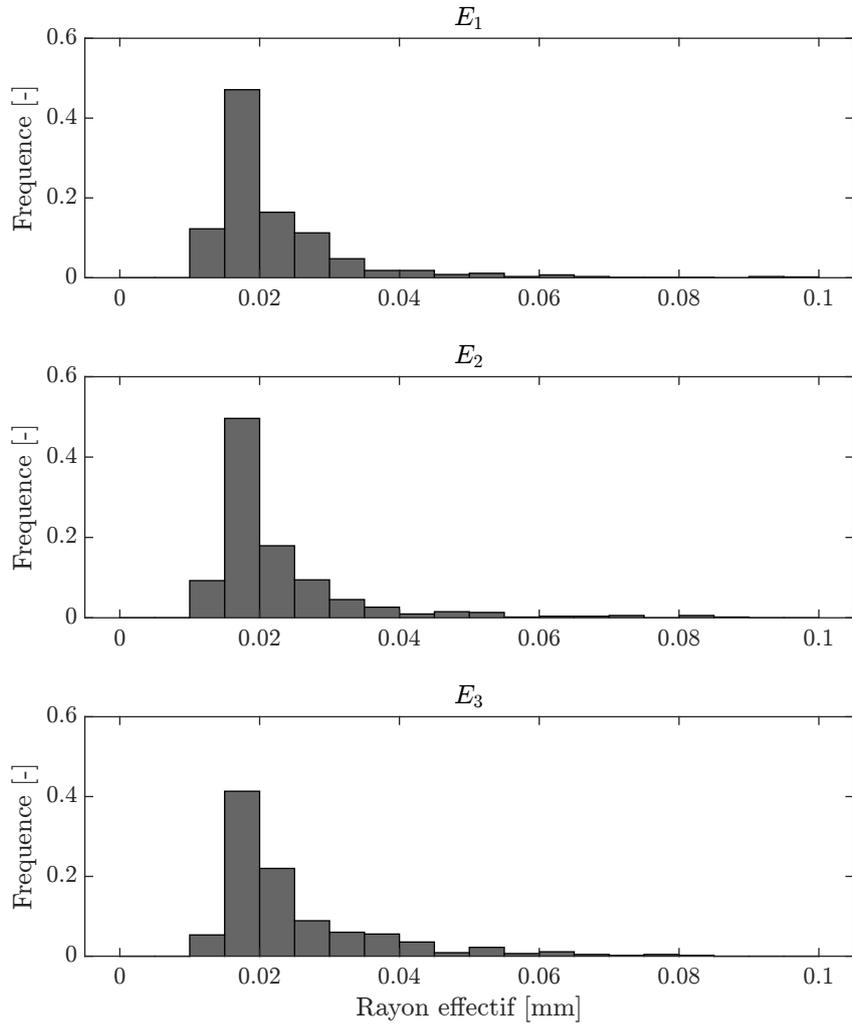


FIGURE 2.6 – Distribution du rayon effectif des défauts encapsulés des trois assemblages.

La Figure 2.6 présente la distribution de leur rayon effectif (Équation 2.3) dans les trois assemblages modèles. La part de défauts encapsulés de rayon effectif inférieur à $30\ \mu\text{m}$ est de 86 %, 88 % et 77 % pour E_1 , E_2 et E_3 , respectivement. Ces valeurs sont sous-estimées puisque l'estimation n'a pas tenu compte des défauts encapsulés de rayon effectif inférieur à environ $11\ \mu\text{m}$ ($1.5\ \text{vx}$) dont la proportion n'est sans doute pas négligeable. Le rayon effectif moyen est de $18.5\ \mu\text{m}$, $18.5\ \mu\text{m}$ et $20.5\ \mu\text{m}$ pour E_1 , E_2 et E_3 , respectivement. 23, 14 et 16 défauts encapsulés ont un rayon effectif supérieur à $60\ \mu\text{m}$.

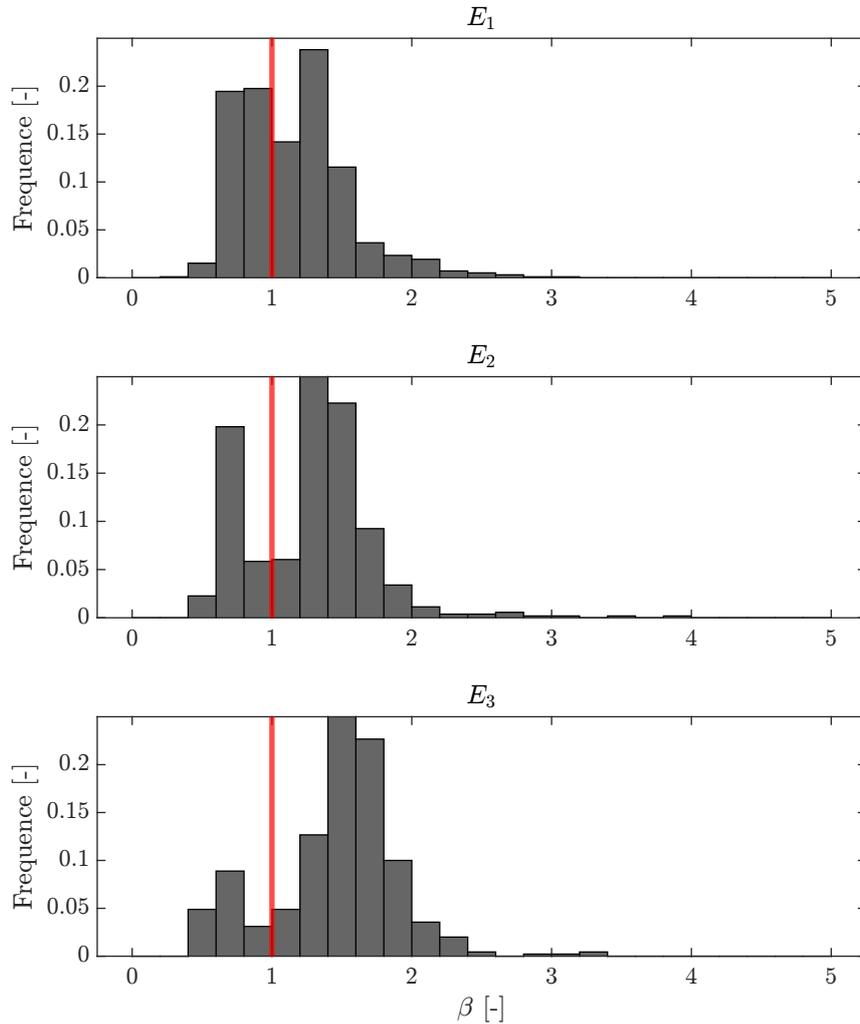


FIGURE 2.7 – Distribution de la sphéricité β des défauts encapsulés des trois assemblages.

La Figure 2.7 présente la distribution du degré de sphéricité β (Équation 2.4) des défauts encapsulés dans les trois assemblages. La part de défauts encapsulés dont la sphéricité est supérieure à 1.5 et inférieure à 1/1.5 est respectivement de 18 %, 31 % et 63.3 % pour E_1 , E_2 et E_3 . Ainsi, une grande variabilité existe sur le volume et la forme des défauts encapsulés dans les RDIs. Cette variabilité est due aux phénomènes déclenchant l’apparition des défauts encapsulés.

L’utilisation d’un embout mélangeur lors du remplissage de la couronne fait que les défauts encapsulés sont vraisemblablement dus au piégeage d’air durant la solidification de la colle. Ainsi, le principal phénomène influant sur l’apparition et la morphologie des défauts encapsulés est l’écoulement de la colle. Il serait pertinent de réaliser, à la suite de nos travaux, une étude plus fine sur la

distribution des défauts encapsulés, leur forme et leur orientation et de corréliser ces paramètres avec la localisation des défauts dans la couche d'adhésif en lien avec l'écoulement et la polymérisation. Cette étude pourrait être menée sur des assemblages « sandwiches » dont la fabrication est plus reproductible que celle des assemblages modèles considérés dans notre étude et dans Tapie *et al.* [85]. Ainsi, une analyse plus fine des paramètres en lien avec le processus de fabrication de l'assemblage dentaire qui minimisent l'apparition de défauts encapsulés critiques pourrait être faite. De plus, la réalisation d'une étude numérique comparant la distribution des contraintes dans la couche d'adhésif et dans l'ensemble de la RDI en fonction du type, de la localisation et de l'orientation des défauts permettrait de déterminer les défauts encapsulés les plus critiques aux RDIs.

Caractérisation des défauts aux interfaces

Pour rappel, nous avons appelé « défauts aux interfaces » tout défaut en contact avec un adhérent ou l'environnement buccal (section 2.1.3). Les défauts restants sont classés dans la catégorie des défauts encapsulés. Ainsi, le critère est seulement basé sur la localisation des défauts dans l'assemblage. On remarque que les défauts aux interfaces (en rouge sur la Figure 2.5) semblent être de deux types.

Des défauts aux interfaces « plats » allongés et de faible épaisseur sont visualisés à l'interface colle / préparation dentaire des trois assemblages et sont principalement localisés au niveau de la transition entre la zone axiale et la zone marginale (B1, D1 et F1 de la Figure 2.5). Des défauts aux interfaces similaires avaient déjà été observés par May *et al.* [86], mais à l'interface colle / prothèse de la zone occlusale d'assemblages modèles. Dans leur étude, les assemblages étaient constitués d'une prothèse en céramique feldspathique collée à une préparation dentaire en composite avec une colle sans potentiel adhésif. Ils avaient attribué l'existence de ces défauts aux contractions volumiques apparaissant durant la polymérisation. Elles génèrent des contraintes de traction dans la colle durcie qui est supérieure à l'adhérence de l'interface, provoquant des ruptures locales. La mouillabilité des adhérents est souvent évoquée avec la contraction volumique comme cause des défauts aux interfaces « plats » [86, 95, 96, 97]. La sensibilité de ces deux phénomènes à la nature, la composition et la microstructure des matériaux explique probablement la différence de localisation des défauts aux interfaces « plats » entre les travaux de May *et al.* [86] et les nôtres.

La pertinence de substituer la dentine par de l'os cortical de boeuf peut alors être questionnée, étant donné que les défauts aux interfaces « plats » à l'interface colle / préparation dentaire ne seraient peut-être pas apparus si le collage avait été réalisé sur de la dentine. La confirmation des résultats obtenus sur

des assemblages modèles avec un adhérent en dentine est donc nécessaire. Si la substitution de la dentine par de l'os est validée, des études de caractérisation morphologique des couches d'adhésif pourront être mises en place plus facilement dans les laboratoires et les entreprises de biomatériaux dentaires étant donné la facilité à obtenir des volumes conséquents d'os cortical de boeuf. Ces études permettraient d'optimiser les protocoles de fabrication dans l'objectif de diminuer les défauts potentiellement critiques à l'intégrité des RDIs.

Des défauts aux interfaces « volumiques » avec une épaisseur non négligeable par rapport aux défauts aux interfaces « plats » sont visualisés dans les échantillons E_2 et E_3 (par exemple dans les zones D2, D4 et F2 de la Figure 2.5). Ces défauts sont probablement des défauts encapsulés en contact avec l'environnement buccal ou au moins un adhérent.

D'un point de vue mécanique, les défauts aux interfaces sont préjudiciables d'un point de vue mécanique pour les RDIs car ils ont intrinsèquement une forme plus allongée et sont localisés aux interfaces. L'adhérence aux interfaces étant sans doute inférieure à celle de la colle, les défauts aux interfaces sont extrêmement critiques pour la durabilité des RDIs. Il est donc primordial de minimiser leur présence.

Même si les défauts sont nuisibles à l'intégrité mécanique des RDIs, ils ont aussi une influence sur d'autres plans, notamment pour les défauts situés dans la zone marginale et qui sont ouverts à l'environnement buccal. Ces défauts sont des sites favorables à l'infiltration de liquides pouvant détériorer la colle et à la prolifération de bactéries à l'origine de reprises de caries [98]. Il est donc primordial de diminuer la quantité de défauts présents dans les couches d'adhésif pour répondre à des problématiques liées à la mécanique, la physique, la chimie et la bactériologie.

La caractérisation morphologique a été réalisée sur des assemblages modèles proches des couronnes dentaires. Or, aujourd'hui pour être en accord avec le concept de dentisterie à minima les praticiens se tournent de plus en plus vers les inlays/onlays. Il serait donc intéressant de mener les études sur des assemblages modèles de ces restaurations moins invasives et de comparer leurs défauts par rapport à ceux des couronnes.

2.3 Bilan et perspectives

Dans ce chapitre, un protocole de caractérisation morphologique de la couche d'adhésif et de ses défauts internes est proposé. Des assemblages modèles de RDIs ont été scannés par microtomographie aux rayons X et un code Matlab adapté pour la segmentation des assemblages modèles a été développé pour analyser les images 3D reconstruites.

La caractérisation morphologique de la couche d'adhésif a montré que, malgré les précautions prises pour contrôler le protocole de fabrication, l'écart entre l'assemblage modèle théorique recherché et les assemblages réels était élevé. La géométrie des RDIs posées en bouche est certainement encore plus éloignée de celle prévue par le praticien en raison de la difficulté à guider les parties en bouche pour les aligner et d'appliquer la force qui pourrait être suggérée dans le protocole.

L'analyse des images μ CT a permis de visualiser les défauts présents dans la couche d'adhésif. Ils ont été classés en deux types : les défauts encapsulés qui sont totalement emprisonnés dans la masse ; et les défauts aux interfaces qui ont au moins une surface contigüe avec l'environnement extérieur ou un adhérent. Les défauts encapsulés sont situés dans les zones où l'épaisseur de la colle est élevée. Ces défauts, ainsi qu'une partie des défauts aux interfaces, sont dus à de l'air encapsulé dans la couche d'adhésif durant le collage. Les défauts aux interfaces restants apparaissent à cause des contractions volumiques durant la polymérisation et des problèmes de mouillabilité des adhérents. Ces derniers sont principalement localisés à la transition entre les zones occlusale et axiale. Les essais sur des assemblages sandwichs permettraient d'étudier la sensibilité de paramètres comme la force de collage, l'épaisseur de colle, la nature de la colle, la nature des adhérents sur l'apparition, la répartition et la morphologie des défauts. Cette étude permettrait de rechercher les paramètres optimaux minimisant l'existence des défauts dans la couche d'adhésif.

D'un point de vue mécanique, la forme elliptique de certaines défauts encapsulés laisse présager qu'elles pourraient être critiques vis à vis de la tenue mécanique des RDIs. Cependant, la localisation aux interfaces associée à leur forme elliptique semble indiquer que les défauts aux interfaces seraient plus critiques que les défauts encapsulés. L'endommagement que ces défauts peuvent induire dans la couche d'adhésif mérite d'être considéré dans les simulations prédisant l'état de contraintes des RDIs. A l'heure actuelle, la majorité des modélisations considèrent la couche d'adhésif comme parfaitement attachée aux adhérents et avec un comportement mécanique isotrope et homogène. Le choix est fait dans ces travaux d'identifier une loi homogénéisée de type traction-séparation. Pour cela, l'adhérence en mode-mixte I/II d'une couche d'adhésif est caractérisée avec le dispositif *miniature mixed mode bending* dans le chapitre 3 puis une loi de traction-séparation est calibrée dans le chapitre 4.

CHAPITRE 3

Comportement mécanique de la couche d'adhésif : caractérisation de l'adhérence

Les *Restaurations Dentaires Indirectes* (RDIs) fabriquées par la voie de la Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur (CFAO) sont de plus en plus répandues [99]. Ce procédé permet notamment d'avoir une prothèse avec des dimensions maîtrisées avant la pose en bouche. Néanmoins, des problèmes de durabilité subsistent dans les RDIs. Une solution proposée par K. Shindo [5] serait d'insérer un maillon d'optimisation basé sur des critères mécaniques dans la chaîne CFAO. Cependant, la modélisation qu'il a mis en place est simplifiée et pourrait être enrichie pour pouvoir représenter de manière plus fiable les principaux phénomènes de rupture observés dans les cas cliniques ; notamment dans la couche d'adhésif. Dans les études précédentes [5, 6], cette couche est, en effet, modélisée par une interface parfaite sans possibilité de rupture ou par une couche de faible épaisseur, élastique et adhérant parfaitement aux substrats. Or, la couche d'adhésif d'une RDI présente des défauts qui peuvent engendrer le décollement des prothèses (chapitre 2). Pour enrichir la modélisation de cette couche, une investigation de son comportement mécanique doit être menée.

L'adhérence de la couche d'adhésif est une propriété pertinente à caractériser car elle exprime la force ou l'énergie nécessaire pour rompre la couche. Aussi, ce chapitre débute par un bref inventaire des essais permettant de caractériser cette propriété (section 3.1). Cette introduction met en évidence que le dispositif *Miniature Mixed Mode Bending* (MMMB) est adapté pour caractériser le comportement mécanique de la couche d'adhésif dentaire [100]. Ce dispositif a

permis d'identifier l'interface faible de la couche d'adhésif sous une sollicitation en mode I, puis d'étudier l'adhérence de cette interface sous une sollicitation en mode-mixte I/II.

3.1 Introduction

Deux approches sont couramment proposées pour décrire l'adhérence entre deux milieux. L'une vise à évaluer la résistance de la couche d'adhésif en considérant que les trois corps (adhésif et les deux adhérents) sont des milieux continus. L'autre adopte le point de vue de la mécanique de la rupture en partant du principe qu'une discontinuité est présente dans l'interface et qu'elle se propage [101].

Dans la recherche et dans l'industrie des biomatériaux dentaires, la première approche généralement utilisée pour caractériser l'adhérence des couches d'adhésif. Elle amène à évaluer la résistance mécanique [102]. Les deux propriétés la décrivant sont la résistance à la rupture en traction σ_T et celle en cisaillement pur σ_S .

La résistance à la rupture en traction σ_T est caractérisée par les essais (*macro-tensile bond* et *micro-tensile bond*), tandis que celle en cisaillement pur σ_S est évaluée par les essais (*macro-shear bond* et *micro-shear bond*) [103] (Figure 3.1). La différence entre les essais micro et macro réside dans la surface utile sollicitée S_u qui est inférieure à 1 mm^2 dans les essais micro.

Les résistances σ_T et σ_S sont définies comme :

$$\sigma_T = F_{\max}^T/S_u; \quad \sigma_S = F_{\max}^S/S_u \quad (3.1)$$

où F_{\max}^T et F_{\max}^S sont respectivement les forces maximales atteintes durant les essais en traction et en cisaillement pur.

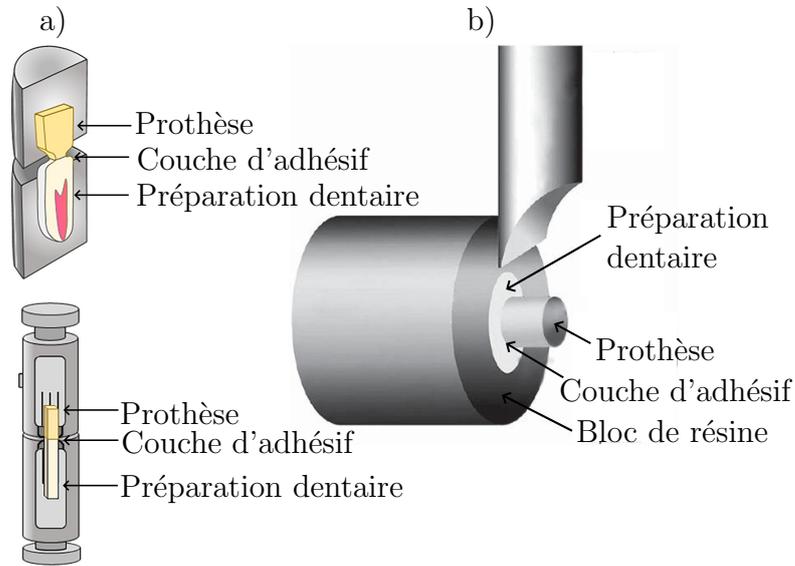


FIGURE 3.1 – Schéma représentatif des essais a) tensile bond [104] et b) shear bond [105].

La fiabilité de ces essais est contestée du fait que la rupture en traction est sensible aux défauts provenant de l'usinage des éprouvettes et que la rupture en cisaillement dépend d'une sollicitation imparfaitement contrôlée combinant traction et cisaillement pur [53]. Ces essais évaluent mal la résistance réelle. Ainsi, une partie de la forte dispersion observée n'est pas propre aux propriétés des matériaux mais aux conditions d'essais.

Des essais standardisés existent dans d'autres domaines pour caractériser de manière fiable l'adhérence comme les essais de pelage [106], les essais de cisaillement à simple recouvrement [107] ou les essais Arcan [107]. Cependant, leur mise en place sur les couches d'adhésif dentaires est délicate. La raison principale en est que l'adhérence est sensible à de multiples facteurs comme la composition, la microstructure et l'état de surface des adhérents; la nature de la colle; le protocole de collage [101]. La caractérisation mécanique de la couche d'adhésif doit être ainsi réalisée sur des éprouvettes de taille millimétrique constituées de tissus biologiques durs et de matériaux fragiles comme les céramiques. Ces contraintes font que les essais standardisés doivent être miniaturisés pour caractériser de manière fiable la couche d'adhésif. Cette miniaturisation amène des difficultés dans la maîtrise des sollicitations appliquées. Finalement, ces essais appliqués au biomatériaux dentaires présentent les mêmes inconvénients que les essais usuellement utilisés pour caractériser l'adhérence dans la recherche et dans l'industrie des biomatériaux dentaires.

La réalisation d'essais standards visant à caractériser l'amorçage et la propagation de fissures dans la couche adhésive prend ainsi tout son sens dans la mesure où des défauts sont observés dans la masse de la colle et aux interface colle-adhérents. La propagation d'une fissure est contrôlée par les sollicitations en front de fissure qui peuvent être décomposées en trois modes de sollicitations élémentaires : normale à la fissure (mode I), colinéaire à la fissure (mode II) et transverse à la fissure (mode III) (Figure 3.2).

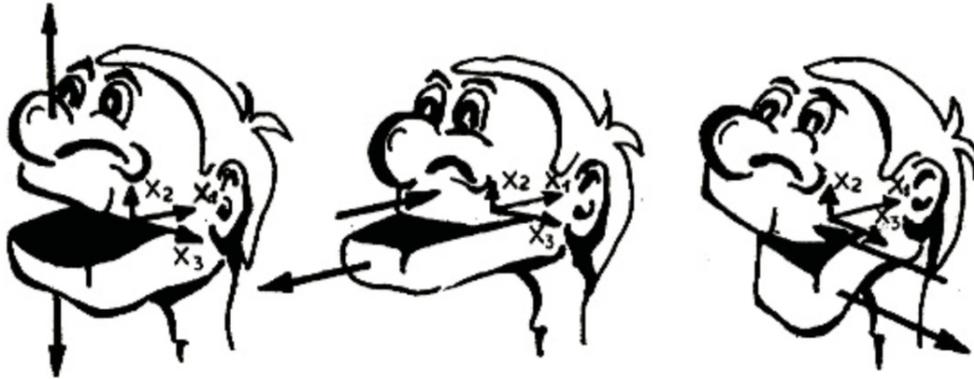


FIGURE 3.2 – Schéma représentatif des trois modes de sollicitations élémentaires [108].

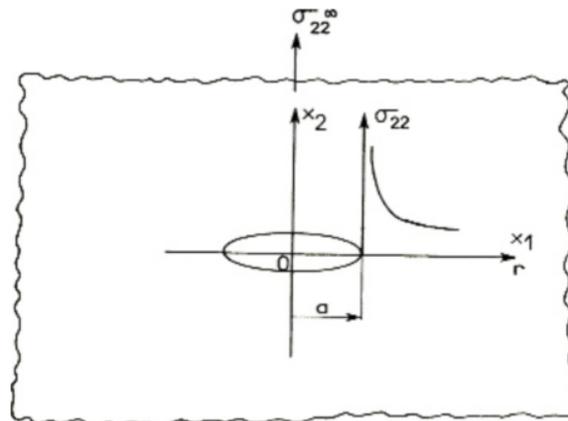


FIGURE 3.3 – Schéma représentatif d'un milieu plan infini avec une fissure au milieu sollicitée en mode I [108].

Une zone de singularité de contraintes apparaît alors en front de fissure (Figure 3.3) [108]. La singularité est décrite par le facteur d'intensité des contraintes

lorsque le matériau est homogène avec un comportement linéaire, élastique et isotrope. Ce facteur dépend du mode de sollicitations, de la longueur de la fissure et de la géométrie de la pièce.

Par exemple, pour un milieu plan infini avec une fissure au milieu de longueur $2a$ (Figure 3.3) :

$$K_I = \sigma_{22}^{\infty} \sqrt{\pi a}; \quad K_{II} = \sigma_{12}^{\infty} \sqrt{\pi a} \quad (3.2)$$

où K_I le facteur d'intensité des contraintes en mode I, K_{II} le facteur d'intensité des contraintes en mode II, σ_{22}^{∞} la contrainte de traction loin de la fissure et σ_{12}^{∞} la contrainte de cisaillement loin de la fissure.

Lorsque le facteur d'intensité des contraintes atteint un seuil appelé facteur d'intensité des contraintes critique ou ténacité, la fissure se propage. Cette ténacité est une propriété du matériau et elle dépend du mode de sollicitations en front de fissure.

Par exemple, une fissure sollicitée en mode I se propage lorsque $K_I = K_{IC}$ où K_{IC} le facteur d'intensité des contraintes critique en mode I. Sous une sollicitation mixte, on pourra définir un facteur d'intensité des contraintes critique fonction de K_{IC} , K_{IIC} et K_{IIIC} .

La propagation d'une fissure peut également être modélisée en adoptant un point de vue énergétique, et en évaluant le rapport de l'énergie nécessaire pour propager la fissure sur une surface créée. Dans le cadre de la mécanique de la rupture linéaire élastique, la grandeur mécanique est décrite par le taux de restitution d'énergie G . Cette propriété est liée aux facteurs d'intensité des contraintes en mode mixte I/II par la relation :

$$G = \frac{K_I^2 + K_{II}^2}{E'} \quad (3.3)$$

où $E' = E$ en contraintes planes, $E' = E/(1 - \nu^2)$ en déformations planes, E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson. Cette propriété dépend donc du mode de sollicitations en front de fissure. Par exemple, une sollicitation en mode I est décrite par le taux de restitution d'énergie en mode I $G_I = (K_I)^2/E'$.

La théorie de Griffith stipule que la fissure se propage lorsque le G est supérieur ou égal à un seuil appelé taux de restitution d'énergie critique (*Critical Energy Release Rate* (CERR) en anglais) [108]. Comme pour le facteur d'intensité des contraintes critique, le CERR est une propriété du matériau qui dépend du mode de sollicitations en front de fissure. Ainsi, une fissure sollicitée en mode I se propage lorsque $G_I \geq G_{Ic}$ où G_{Ic} le CERR en mode I.

Lorsque la sollicitation en front de fissure est mixte, un CERR G_c est défini. La définition de G_c est un compromis entre la finesse recherchée pour la mo-

délisation ; et la difficulté et les moyens expérimentaux mis en oeuvre pour l'identifier.

Quand G_c est défini par une constante, son identification est aisée mais la richesse de sa description est faible. Lorsque G_c est décrit par une loi puissance (Équation 3.4 pour une sollicitation en mode-mixte I/II) ou par le critère de Benzeggagh-Kenane (Équation 3.5 pour une sollicitation en mode-mixte I/II) [109], son identification est complexe et requiert des expérimentations difficiles à mettre en oeuvre.

$$G_c = 1 / \left[\left(\frac{G_I}{G_{Ic}(G_I + G_{II})} \right)^\alpha + \left(\frac{G_{II}}{G_{IIc}(G_I + G_{II})} \right)^\alpha \right]^{\frac{1}{\alpha}} \quad (3.4)$$

$$G_c = G_{Ic} + (G_{IIc} - G_{Ic}) \left(\frac{G_{II}}{G_I + G_{II}} \right)^\eta \quad (3.5)$$

où G_{II} est le taux de restitution d'énergie en mode II, G_{IIc} est le CERR en mode II, et α et η sont des constantes des modèles.

Ces descriptions sont fines car elles dépendent des propriétés des matériaux en sollicitations élémentaires et du ratio de mixité I/II. Dans le cadre restreint d'une sollicitation en mode-mixte I/II, le ratio $G_{II}/(G_I + G_{II})$ est fréquemment utilisé pour quantifier ce ratio.

La mixité peut également être définie d'un point de vue cinématique [110] par l'angle ψ défini par :

$$\psi = \arctan \left(\frac{\Delta_{yx}}{\Delta_{yy}} \right) \quad (3.6)$$

où Δ_{yx} et Δ_{yy} respectivement le cisaillement et l'ouverture au niveau du front de fissure.

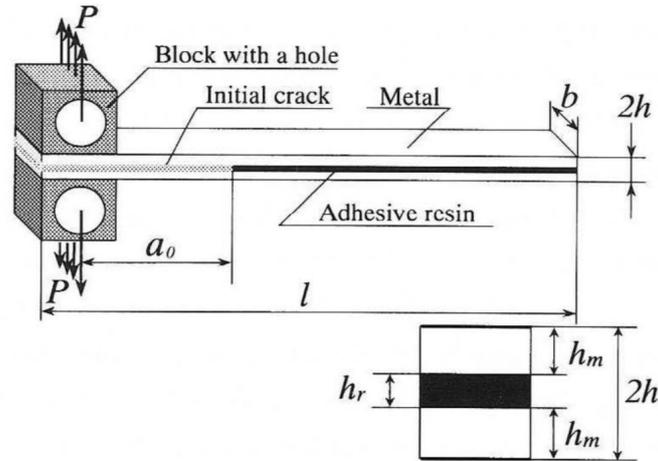


FIGURE 3.4 – Schéma représentatif d'un essai DCB pour caractériser une couche d'adhésif dentaire [111].

Dans le cadre de la mécanique de la rupture, l'adhérence est caractérisée en étudiant la propagation des fissures d'éprouvettes pré-fissurées. Les essais communément réalisés pour déterminer l'adhérence en mode I sont les essais *Double Cantilever Beam* (DCB) (et ses variantes) [112, 113] (Figure 3.4) et les essais *single edge notched beam* (et ses variantes). Ces essais ont été utilisés dans la recherche en biomatériau dentaire du fait de leur facilité de mise en oeuvre sur des éprouvettes de taille millimétrique. De nombreuses études ont été menées pour identifier K_{Ic} et G_{Ic} [114, 79, 102, 115, 116, 111, 117, 118, 119]. Des expressions analytiques ont été établies et progressivement enrichies, s'appuyant sur la théorie des poutres et l'estimation de la complaisance, par exemple :

$$G_I = \frac{12P^2a^2}{B^2Eh^3} \left[1 + \frac{(1+\nu)}{5} \left(\frac{h}{a} \right)^2 \right] \quad (3.7)$$

où P la force maximale, a la longueur de la fissure, B l'épaisseur de l'éprouvette, E le module d'Young, $2h$ la largeur de l'éprouvette [120] (Figure 3.5). Les travaux de Chai *et al.* [118, 119] ont aussi identifié numériquement la ténacité.

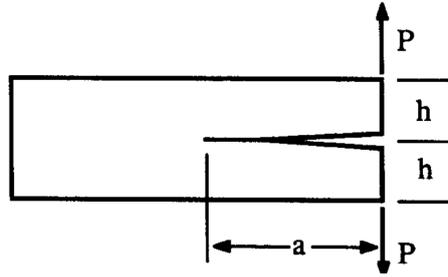


FIGURE 3.5 – Schéma représentatif d'un essai DCB classique [120].

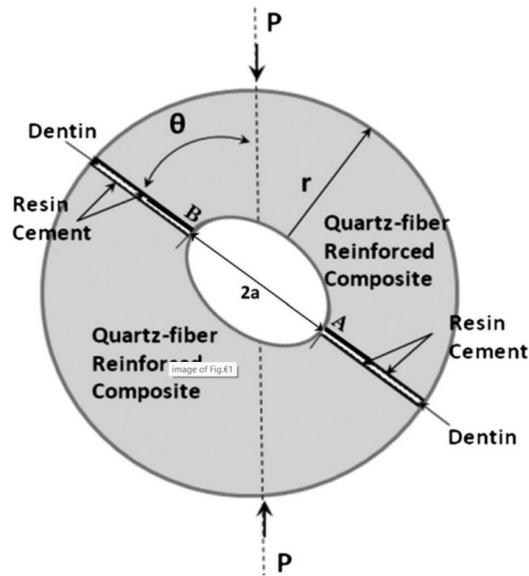


FIGURE 3.6 – Schéma représentatif d'un essai *Brazil-nut-sandwich* [121].

Les couches d'adhésif étant en pratique sollicitées en mode-mixte à cause de leur géométrie et des chargements complexes qu'elles subissent [122], des essais *Brazil-nut-sandwich* ont été mis en œuvre pour caractériser le comportement des couches d'adhésif à différents ratios de mixité I/II [123, 121, 124] (Figure 3.6). D'après les équations développées par Atkinson *et al.* [125], le K_{Ic} et le K_{IIc} sont évalués de manière analytique [123, 124] sachant que :

$$K_I = f_I(\theta) \frac{P}{\sqrt{a}}, \quad K_{II} = \pm f_{II}(\theta) \frac{P}{\sqrt{a}} \quad (3.8)$$

où K_I le facteur d'intensité des contraintes en mode I, K_{II} le facteur d'intensité des contraintes en mode II, P la force appliquée, $2a$ la longueur de fissure, f_I et

f_{II} des fonctions dépendant de θ l'inclinaison du plan de fissure à la direction du chargement (Figure 3.6). Les facteurs d'intensité de contraintes peuvent aussi être évalués numériquement avec la méthode *interaction integral* [121, 124].

Une forte dispersion des résultats des essais *Brazil-nut-sandwich* a été observée. Par exemple, la dispersion sur G_c des essais réalisés par Melo *et al.* augmentent de 33% à 66% avec le ratio de mixité I/II [121]. Elle peut être attribuée à différents facteurs dont les principaux sont la fiabilité de l'essai, la fiabilité de la méthode de post-traitement et la sensibilité inhérente de l'adhérence au matériaux et au protocole de collage. Des essais sous une sollicitation en mode-mixte I/II contrôlée et une quantification des incertitudes mériteraient d'être réalisés dans le but d'étudier la part des dispersions due à la sensibilité inhérente à l'adhérence.

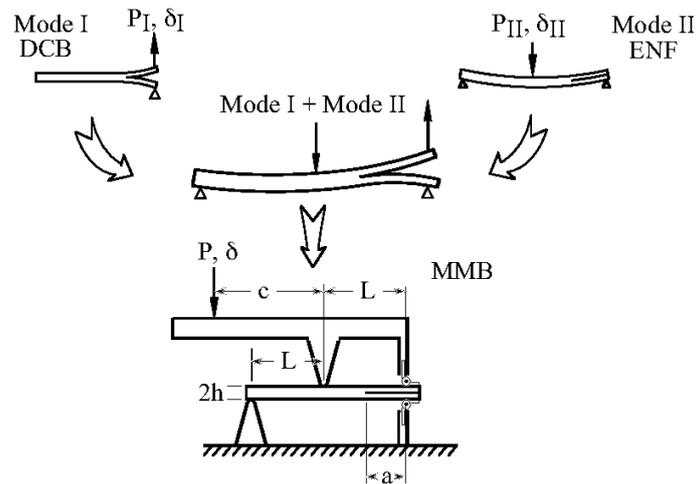


FIGURE 3.7 – Schéma représentatif d'un essai *mixed mode bending* (MMB) [126].

Les essais *mixed mode bending* (MMB) sont une alternative intéressante aux essais *Brazil-nut-sandwich*. Crews et Reeder les avaient mis en oeuvre à la fin des années 80 pour étudier l'influence d'une sollicitation en mode-mixte I/II avec un seul dispositif sur des éprouvettes de taille millimétrique [126, 127] (Figure 3.7). La mixité de la sollicitation est contrôlée en variant la distance entre le point de chargement et l'appui central du dispositif MMB (distance c sur la Figure 3.7).

Durant sa thèse, M. Kolluri a développé le dispositif Miniature Mixed Mode Bending (MMMB) qui est une miniaturisation du MMB pour caractériser l'interface cuivre / epoxy d'éprouvettes millimétriques avec une propagation de

fissure stable [100]. Ce dispositif répond aux principales exigences qu'implique la caractérisation de l'adhérence des couches d'adhésif : une sollicitation en mode-mixte I/II contrôlée et un protocole de fabrication d'éprouvettes de type DCB reproductible.

De plus, la géométrie du dispositif avait été optimisée pour que la quantité d'énergie stockée en son sein durant un essai soit faible. Cette attention particulière portée à la conception permet d'assurer une propagation de fissure stable. Cette stabilité permet de satisfaire l'une des conditions nécessaires pour évaluer l'adhérence avec la méthode des aires [128] et offre la possibilité de prendre des images durant un essai dans le but de suivre la propagation de fissure.

Le dispositif MMMB a donc été utilisé pour caractériser l'adhérence d'une couche d'adhésif dentaire. Dans un premier temps, l'interface la moins tenace de la couche d'adhésif – appelée *interface faible* – a été identifiée. Cette identification a permis de réaliser la caractérisation de la couche d'adhésif sur des éprouvettes bi-matériaux au lieu de tri-matériaux et a permis de focaliser les analyses sur les mécanismes de fissuration les plus critiques. Dans un second temps, l'interface faible a été caractérisée sous une sollicitation en mode-mixte I/II contrôlée. L'analyse des incertitudes menée a permis quantifier la part de la dispersion de G_c qui est liée à la mesure et à la méthode de calcul.

3.2 Matériels et méthodes

3.2.1 Le dispositif MMMB

Dans le cadre d'une collaboration avec le laboratoire Mechanics of Materials de l'Eindhoven University of Technology, deux campagnes d'essais ont été réalisées pour caractériser l'adhérence des couches d'adhésif avec le dispositif MMMB (Figure 3.8) décrit dans Kolluri *et al* [100]. Le MMMB est associé à une machine in-situ de micro-traction (Kammrath & Weiss GmbH) équipée d'une cellule de force 50 N. Les essais ont été effectués sous un microscope optique ZEISS SteREO Discovery.V20 équipée d'une caméra ZEISS AxioCam 506 mono acquérant des photos 14 bits B&W. La propagation de fissure est suivie à partir de ces photos prises à une fréquence d'une image par seconde avec une définition de 2752 px × 2208 px.

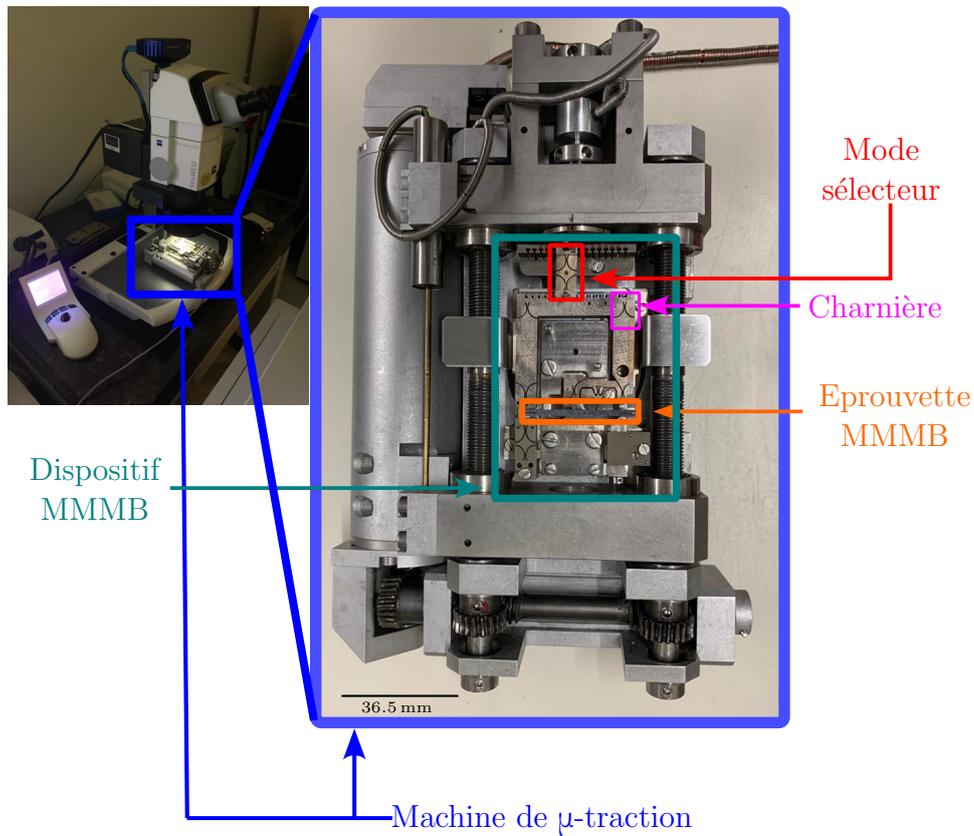


FIGURE 3.8 – Image du dispositif MMMB dans une machine in-situ de micro-traction (Kammrath & Weiss GmbH) placé sous un microscope optique ZEISS SteREO Discovery.V20.

Le ratio de mixité I/II est contrôlé par la position ξ du mode sélecteur (Figure 3.9) définie comme :

$$\xi = \frac{h}{H} \quad (3.9)$$

où h la distance entre le mode sélecteur et la poutre de droite du mécanisme de chargement et H la distance entre les deux poutres du mécanisme de chargement. Lorsque $\xi = 0$, l'éprouvette pré-fissurée est sollicitée en mode I (essai DCB). Plus le mode sélecteur est positionné à gauche et plus du cisaillement est ajouté à la sollicitation allant jusqu'à la reproduction de l'essai *end notch flexure* lorsque $\xi = 1$.

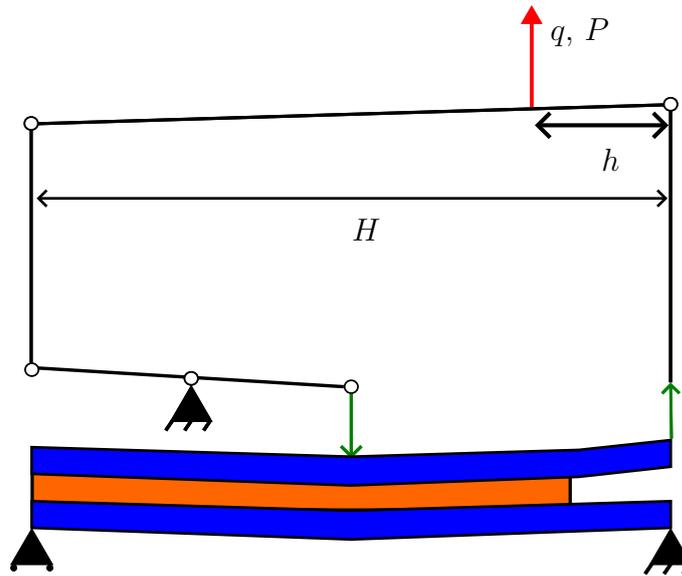


FIGURE 3.9 – Schéma représentatif du dispositif MMMB. q le déplacement imposé sur le dispositif MMMB, P la force mesurée par le capteur de force, h la distance entre le mode sélecteur et la poutre de droite du mécanisme de chargement et H la distance entre les deux poutres du mécanisme de chargement.

3.2.2 Préparation des éprouvettes MMMB

Le protocole de préparation des éprouvettes MMMB pour l'identification de l'interface faible est d'abord présenté. Les éprouvettes de cette analyse sont constituées d'une préparation dentaire (adhérent du haut) collée à la prothèse dentaire (adhérent du bas) avec une colle sans potentiel adhésif (Figure 3.10.a). Compte tenu de la difficulté d'extraire des poutres millimétriques de la dent humaine, en garantissant à la fois une bonne reproductivité et homogénéité, la dentine a été remplacée par de l'os cortical de boeuf. Les deux possèdent des constitutions, des microstructures [91] et des propriétés mécaniques [14] comparables. Cette approche a déjà été adoptée pour caractériser la résistance d'une interface colle / préparation dentaire [92]. Des plaques d'os cortical de boeuf de $35 \text{ mm} \times 5.5 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ ont été extraites de fémurs de boeuf par fraisage conventionnel. Elle ont ensuite été tronçonnées pour obtenir des poutres d'environ $35 \text{ mm} \times 5.5 \text{ mm} \times 1.5 \text{ mm}$ avec une scie Secotom-10 (Struers). Un soin particulier est apporté à ces opérations pour éviter un endommagement des éprouvettes pouvant induire des biais dans les résultats.

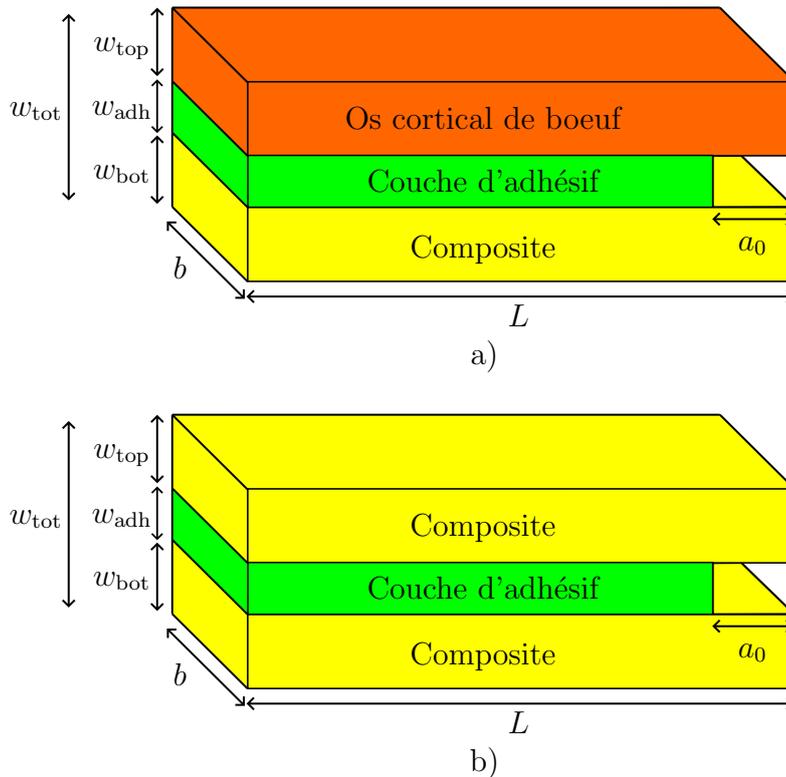


FIGURE 3.10 – Schéma représentatif d’une éprouvette MMB pour a) l’identification de l’interface faible b) la caractérisation de l’adhérence de l’interface faible. L la longueur de l’éprouvette; w_{tot} la largeur totale de l’éprouvette; w_{top} la largeur de l’adhérent du haut; w_{adh} la largeur de la couche d’adhésif; w_{bot} la largeur de l’adhérent du bas; b l’épaisseur de l’échantillon et a_0 la longueur initiale de la fissure.

Pour la partie prothèse, les poutres proviennent d’un disque ($\varnothing 92 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$) en composite Vita Enamic[®] (VITA Zahnfabrik). Ce composite est constitué d’une matrice céramique infiltrée par de la résine. Des plaques $35 \text{ mm} \times 5.5 \text{ mm} \times 14 \text{ mm}$ sont tronçonnées dans le disque à l’aide d’une scie Discotom-5 (Struers), puis retaillées pour réaliser des poutres d’environ $35 \text{ mm} \times 5.5 \text{ mm} \times 1.3 \text{ mm}$ avec une scie Secotom-10 (Struers).

Les poutres ont été collées avec la colle NX3 Nexus[™] Troisième Génération (Kerr Corporation). Cette colle sans potentiel adhésif est composée de monomères de diméthacrylates renforcée par des particules en céramique (section 1.2.2). Kerr Corp recommande l’utilisation du *primer* et de l’adhésif Optibond[™] eXtra Universal (Kerr Corporation) pour améliorer l’adhésion du NX3 Nexus[™] avec les adhérents. De plus, les travaux du chapitre 2 ont montré

que la largeur de la couche d'adhésif w_{adh} était fluctuante dans une RDI. Dans cette étude, la largeur a été fixée à 200 μm . Le protocole de collage a suivi les recommandations du fabricant Kerr Corporation sur le collage des prothèses dentaires [129].

Le protocole de fabrication adopté pour réaliser une éprouvette pré-fissurée est le suivant :

1. les poutres en os et en composite ont été rincées et séchées ;
2. l'acide fluorhydrique 5 % a été appliqué durant 1 min sur la poutre en composite, qui a ensuite été rincée et séchée ;
3. le *primer* Optibond™ eXtra Universal a été appliqué durant 15 s sur les deux poutres, puis séché ;
4. l'adhésif Optibond™ eXtra Universal a été appliqué durant 20 s sur les deux poutres, puis séché ;
5. l'adhésif a été polymérisé durant 5 s avec une lampe à polymériser Radium Plus® (SDI) ;
6. les poutres ont été collées avec le NX3 Nexus™. Pour assurer que $w_{adh} = 200 \mu\text{m}$, deux bouts de film de téflon de 200 μm d'épaisseur ont été placés aux extrémités de l'éprouvette durant le collage. Ils réalisent également la pré-fissure. La mise en position des poutres a été assurée avec un dispositif en téflon constitué de trois pions. Durant le collage, une masse de 150 g a été appliquée pour exercer une pression uniforme sur l'éprouvette.
7. la colle a été polymérisée en l'exposant durant 40 s avec une lampe à polymériser Radium Plus® (SDI) ;
8. l'éprouvette a été polie pour retirer l'excès de colle.

Trois éprouvettes pré-fissurées ont été fabriquées en suivant ce protocole (Tableau 3.1). Elles ont été stockées au réfrigérateur durant 12 h, puis ont passées 4 h à température ambiante avant la réalisation des essais MMMB (Figure 3.11).

[mm]	L	w_{tot}	w_{top}	w_{adh}	w_{bot}	b	a_0
A_1	37	1.9	0.9	0.2	0.8	4.2	4.5
A_2	36.5	1.9	0.8	0.2	0.9	4.9	7.2
A_3	37.5	1.9	0.9	0.2	0.8	4.8	3.4

TABLEAU 3.1 – Dimensions des éprouvettes A_1 à A_3 . L la longueur de l'échantillon ; w_{tot} la largeur totale de l'échantillon ; w_{top} la largeur de l'adhérent du haut ; w_{adh} la largeur de la couche d'adhésif ; w_{bot} la largeur de l'adhérent du bas ; b l'épaisseur de l'échantillon et a_0 est la longueur initiale de la fissure.

Cette étude a montré que l'interface faible de la couche d'adhésif étudiée est l'interface colle / prothèse. L'adhérence de cette interface a donc été caractérisée pour différents ratios de mixité I/II. Les éprouvettes testées sont similaires à celles de l'identification de l'interface faible mis à part que les deux adhérents sont en composite (Figure 3.10.b). Onze éprouvettes ont été fabriquées (Tableau 3.2). Le stockage de neuf d'entre-elles (B_1, B_2, B_5 à B_{11}) a été identique à celui de l'identification de l'interface faible. Dans le but d'étudier qualitativement l'effet d'une modification des conditions de stockage et d'essai sur la mécanique, les éprouvettes B_3 et B_4 ont été testées respectivement, directement après collage et en sortie du réfrigérateur (Tableau 3.3).

[mm]	L	w_{tot}	w_{top}	w_{adh}	w_{bot}	b	a_0
B_1	37	1.9	0.7	0.3	0.9	3.9	7.5
B_2	37	1.9	0.9	0.2	0.8	5.2	8.5
B_3	37	1.9	1	0.2	0.7	5.2	7.5
B_4	37	1.9	0.9	0.2	0.8	4.0	5
B_5	37	1.9	0.8	0.3	0.8	4.7	4.4
B_6	37	1.9	0.8	0.2	0.9	4.9	9.3
B_7	37	1.9	0.9	0.2	0.8	5.0	5.2
B_8	37	1.9	0.8	0.2	0.9	4.4	6
B_9	37	1.9	0.8	0.2	0.9	5.2	5.5
B_{10}	37	1.9	0.8	0.3	0.8	5.0	5
B_{11}	37	1.9	0.9	0.2	0.8	5.3	6.9

TABLEAU 3.2 – Dimensions des éprouvettes A_1 à A_3 . L la longueur de l'échantillon ; w_{tot} la largeur totale de l'échantillon ; w_{top} la largeur de l'adhérent du haut ; w_{adh} la largeur de la couche d'adhésif ; w_{bot} la largeur de l'adhérent du bas ; b l'épaisseur de l'échantillon et a_0 est la longueur initiale de la fissure.

3.2.3 Les essais MMMB

Après avoir appliqué un mouchetis avec de la peinture noire et blanche sur les faces latérales des éprouvettes pour faire de la corrélation d'images numérique (*Digital Image Correlation* (DIC) en anglais), les essais MMMB ont été réalisés en effectuant une série de charge-décharge à déplacement imposé pour une vitesse de chargement constante de $5 \mu\text{m/s}$.

	ξ [-]	q_e^1 [μm]	q_e^E [μm]	Δq [μm]	P_1 [N]	S+E
A_1	0	100	700	100	0	(N)
A_2	0	100	600	100	0	(N)
A_3	0	100	700	100	0	(N)
B_1	0	100	800	100	0.25	(N)
B_2	0	100	800	100	0	(N)
B_3	0	100	680	100 puis 80	1	(S)
B_4	0	200	1100	100	0.1	(T)
B_5	0.25	100	700	100	0.1	(N)
B_6	0.25	200	400	100	0.1	(N)
B_7	0.25	200	700	100	0.1	(N)
B_8	0.25	200	600	100	0.1	(N)
B_9	0.45	100	500	100	0.5	(N)
B_{10}	0.45	200	600	100	1	(N)
B_{11}	0.45	100	480	100 puis 80	1	(N)

TABLEAU 3.3 – Condition de stockage et d’essais de l’ensemble des éprouvettes MMMB. ξ la position du mode sélecteur ; q_e^1 et q_e^E respectivement le déplacement imposé au premier et au dernier cycles de charge-décharge ; Δq l’incrément de déplacement imposé à chaque cycle ; P_1 la force limite durant la décharge ; S+E la condition de stockage et d’essai où (N) : 12 h au réfrigérateur / essai à température ambiante, (S) : essai à température ambiante directement après collage et (T) : 12 h au réfrigérateur / essai.

A chaque cycle, le déplacement final imposé augmente d’un incrément Δq constant de 100 μm (mis à part les éprouvettes B_3 et B_{11} pour lesquelles $\Delta q = 100 \mu\text{m}$ avant le début de la propagation de fissure puis $\Delta q = 80 \mu\text{m}$) jusqu’à atteindre la limite en déplacement imposable par le MMMB (Figure 3.11). La décharge a été arrêtée à une force non nulle P_1 variant légèrement entre chaque essai (Figure 3.11 et Tableau 3.3). Avant le début des essais, neuf images ont été prises pour quantifier les incertitudes sur le champ de déplacement mesuré par DIC (section 3.2.5).

Pour l’identification de l’interface faible, les essais sont réalisés en mode I (position $\xi = 0$ du mode sélecteur) (Tableau 3.3). Pour la caractérisation de l’adhérence de l’interface faible, les essais B_1 à B_4 , B_5 à B_8 et B_9 à B_{11} ont respectivement été réalisés aux positions $\xi = 0$ (correspondant au mode I), $\xi = 0.25$ et $\xi = 0.45$ du mode sélecteur (Tableau 3.3).

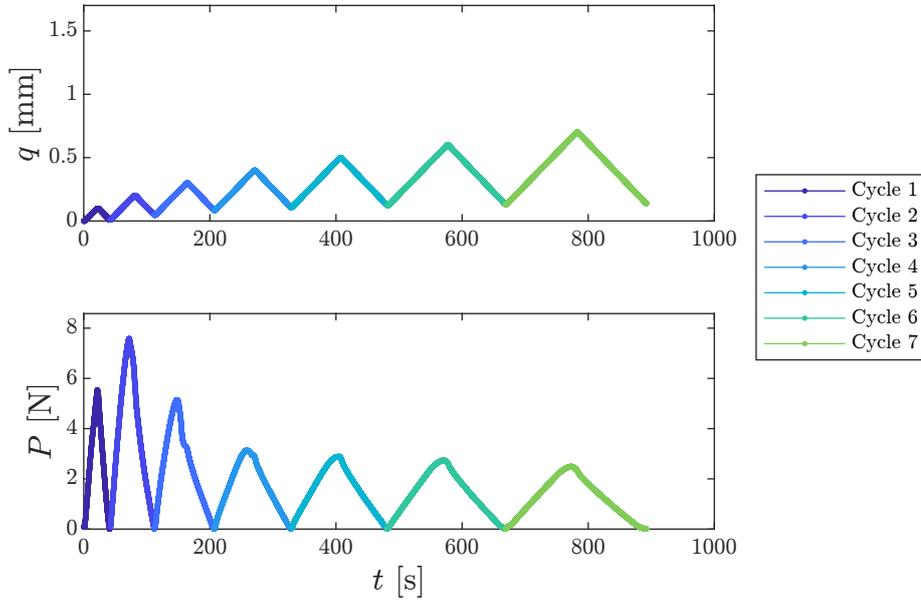


FIGURE 3.11 – Courbe force P - temps t et déplacement imposé q - temps t de l'essai A_1 .

3.2.4 Identification du CERR équivalent par la méthode des aires

La méthode des aires a été utilisée pour estimer l'adhérence de l'interface faible durant les cycles de chargement-déchargement au cours desquels une propagation de fissure stable a été observée [128]. La Figure 3.12 présente cette méthode dans le cadre de la mécanique linéaire élastique de la rupture, où une éprouvette pré-fissurée constituée de matériaux élastiques soumise à un cycle de chargement-déchargement nommé J (Figure 3.12.c). De q_b^J (début de la propagation de fissure) à q_e^J (début du déchargement), la fissure se propage de manière stable sur une surface ΔS^J . La propagation de fissure s'accompagne alors d'une chute continue de la force P à la force P_e^J . Lors de la décharge, l'hypothèse est communément faite que l'éprouvette revient à l'état initial (origine de l'espace (P, q)), indiquant l'absence de sources dissipatives générant un déplacement non nul à $P = 0$. Il est à noter que la raideur $\frac{P}{q}$ intègre les raideurs du dispositif MMB et de l'éprouvette (Figures 3.12.a et 3.12.b).

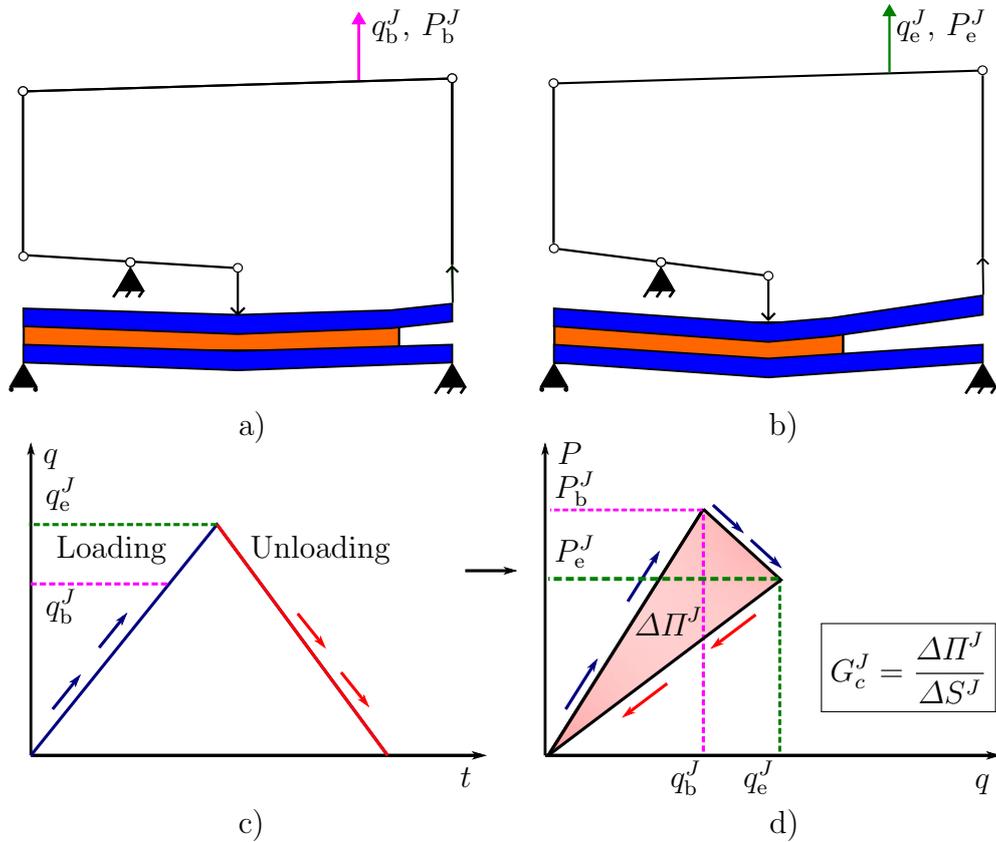


FIGURE 3.12 – Schéma représentatif de la méthode des aires pour évaluer le CERR durant un cycle J lorsque le dispositif MMB et échantillon se déforme de manière élastique. q le déplacement imposé sur le dispositif MMB ; P la force mesurée par le capteur de force ; q_b^J et q_e^J respectivement les déplacements pour lesquels la propagation de fissure et le déchargement débutent ; P_b^J et P_e^J respectivement les forces pour lesquelles la propagation de fissure et le déchargement débutent ; G_c^J le CERR équivalent de J ; $\Delta \Pi^J$ l'énergie dissipée durant J ; et ΔS^J la surface de fissuration créée durant le cycle J .

Si, la propagation de fissure est stable durant un cycle J , le CERR équivalent peut s'exprimer comme le rapport de l'énergie utilisée pour propager la fissure sur la surface créée [128].

Mesure de l'énergie dissipée

Si le dispositif MMB et l'échantillon se déforment élastiquement (comme dans le cas théorique de la Figure 3.12), l'énergie nécessaire pour propager la fissure est égale à l'énergie dissipée durant la propagation de fissure. Cette

énergie correspond à l'aire du cycle J sur la courbe $P-q$ débutant et terminant à 0 N (Figure 3.12.d).

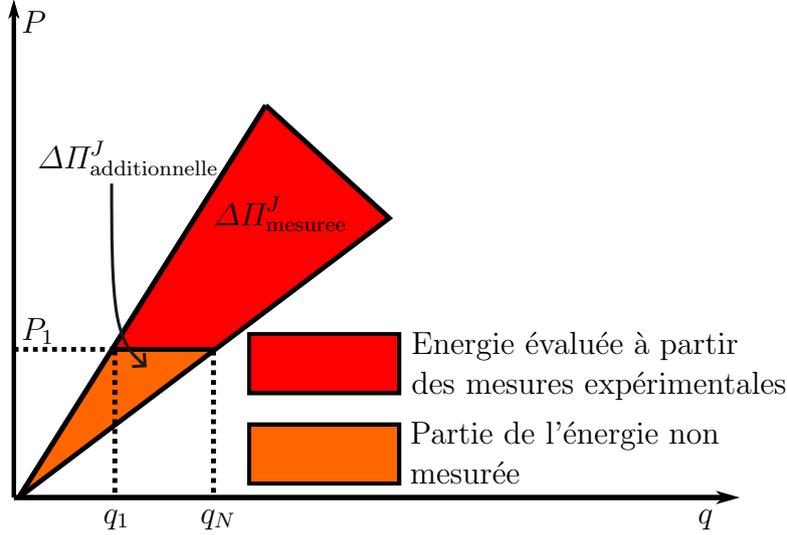


FIGURE 3.13 – Schéma représentatif de la décomposition l'énergie dissipée totale durant un cycle de chargement-déchargement purement élastique. P_1 est la force au début du cycle ; q_1 est le déplacement au début du cycle et q_N est le déplacement à la fin du cycle.

Puisque la majorité des décharges ne se fait pas jusqu'à une force de 0 N durant les essais, une partie de l'énergie dissipée n'est pas « mesurée » (Figure 3.13). L'énergie dissipée $\Delta\Pi^J$ durant le cycle J se décompose alors comme :

$$\Delta\Pi^J = \Delta\Pi_{\text{mesuree}}^J + \Delta\Pi_{\text{additionnelle}}^J \quad (3.10)$$

où $\Delta\Pi_{\text{mesuree}}^J$ est la dissipation d'énergie mesurée durant le cycle J et $\Delta\Pi_{\text{additionnelle}}^J$ est l'énergie dissipée non mesurée.

$\Delta\Pi_{\text{mesuree}}^J$ est calculée avec l'algorithme de Shoelace [130] :

$$\Delta\Pi_{\text{mesuree}}^J = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^N |q_i P_{i+1} - q_{i+1} P_i| \quad (3.11)$$

où N est le nombre de données expérimentales acquises durant J ; P_i est la force mesurée avec le capteur de force à un instant i ; q_i est le déplacement de la traverse à i ; $P_{N+1} = P_1$; et $q_{N+1} = q_1$.

En considérant que l'énergie de croissance de fissure est la seule source de dissipation d'énergie, $\Delta\Pi_{\text{additionnelle}}^J$ est définie comme :

$$\Delta\Pi_{\text{additionnelle}}^J = \frac{1}{2}(q_N - q_1)P_1 \quad (3.12)$$

Mesure de l'aire de l'accroissement de surface

L'autre grandeur à connaître pour évaluer G_c^J est la surface créée ΔS^J durant le cycle J . Sous l'hypothèse que que le front de fissure se propage de manière uniforme dans l'épaisseur, ΔS^J est définie par :

$$\Delta S^J = b\Delta a^J \quad (3.13)$$

où b est l'épaisseur de l'échantillon ; et Δa^J est l'accroissement de longueur de fissures durant le cycle J .

G_c^J est fortement sensible à Δa^J . La méthode de mesure de l'accroissement de longueur de fissure doit donc être précise et robuste. Elle est réalisée en repérant l'évolution de la position du front de fissure depuis les images prises durant les essais. La précision d'une localisation manuelle du front de fissure est faible du fait de l'absence d'un critère objectif définissant cette localisation. En revanche, il a été démontré que la position du front pouvait être identifiée précisément en utilisant les champs de déplacement obtenues par corrélation d'images numérique [131]. Ainsi, le choix a été fait de détecter cette position à partir de l'ouverture évaluée par DIC des éprouvettes pré-fissurées. Dans ces travaux, la DIC a été réalisée avec le logiciel académique Correli 3.2 (nouvelle version de Correli 3.0 [132]) développé au Laboratoire de Mécanique Paris-Saclay qui estime les champs de déplacement à partir de l'approche dite «globale».

La DIC, réalisée sur les deux régions d'intérêt ROI_{top} et ROI_{bot} situées de part et d'autre du chemin de propagation de la fissure y_{cp} , évalue le champ de déplacement \vec{u} (Figure 3.14). Ces deux régions d'intérêt (*Regions Of Interest* (ROIs) en anglais) ont été discrétisées par des éléments finis T3 associés à leurs fonctions de forme.

La position du front de fissure a été identifiée en extrayant les déplacements $\vec{u}(x, y_{\text{top}})$ et $\vec{u}(x, y_{\text{bot}})$ du champ de déplacement \vec{u} où y_{top} et y_{bot} correspondent respectivement aux lignes horizontales de ROI_{top} et ROI_{bot} les plus proches de y_{cp} (Figure 3.14). Après avoir supprimé les mouvements de corps rigide de l'éprouvette de ces déplacements, une séparation équivalente a été calculée :

$$\Delta_{eq}(x, y_{cp}) = \|\vec{u}(x, y_{\text{top}}) - \vec{u}(x, y_{\text{bot}})\| \quad (3.14)$$

Le front de fissure a alors été identifié à la position (x_{CF}, y_{cp}) où

$$\Delta_{eq}(x_{CF}, y_{cp}) = C\sigma\Delta_{eq} \quad (3.15)$$

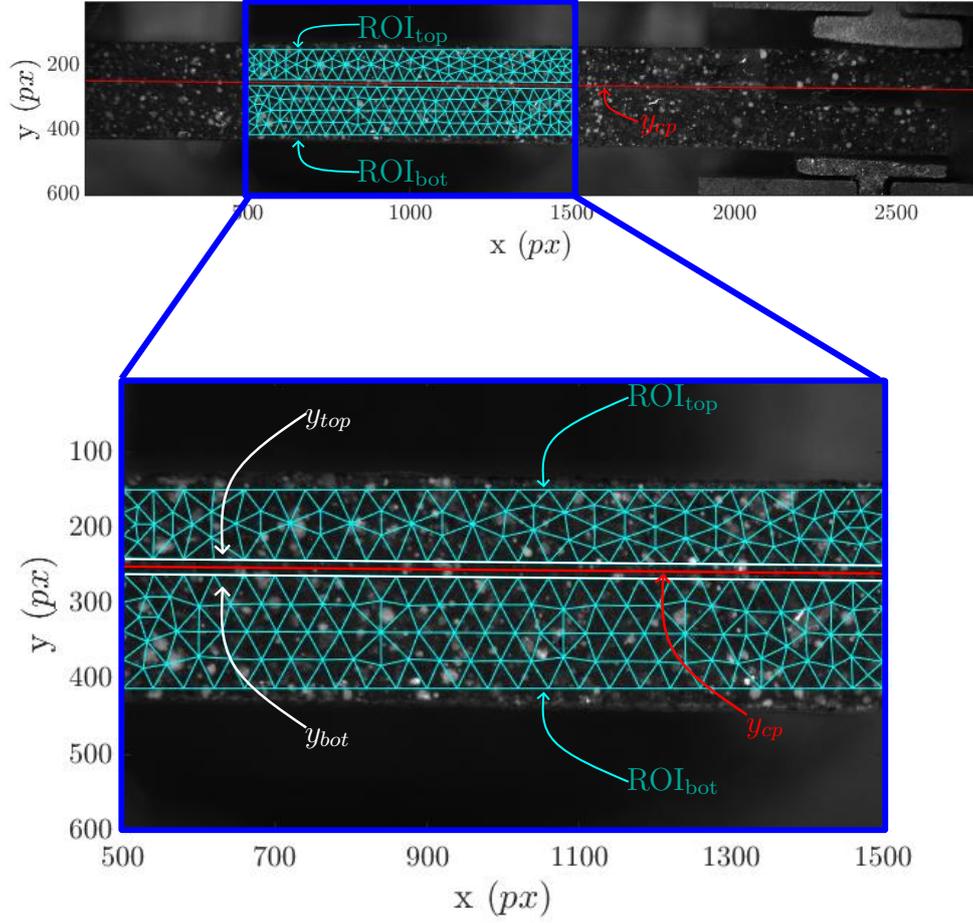


FIGURE 3.14 – Schéma représentatif des deux régions d'intérêts sur lesquels la DIC est réalisée pour B_1 .

où x_{CF} l'abscisse de la position du front de fissure, C une constante égale à 5 [133] et $\sigma_{\Delta_{eq}}$ l'incertitude sur la séparation équivalente dont la quantification est présentée à la section 3.2.5. Ce critère permet de détecter la position (x_{CF}, y_{cp}) du front de fissure pour une ouverture suffisamment éloignée des incertitudes de la séparation équivalente dues aux bruits numériques (section 3.2.5).

L'accroissement de la longueur de fissure Δa^J durant le cycle de charge-décharge J est définie par :

$$\Delta a^J = \|\vec{x}_{CF}^J - \vec{x}_{CF}^{(J-1)}\| \quad (3.16)$$

où \vec{x}_{CF}^J la position du front de fissure à la fin du cycle J et $\vec{x}_{CF}^{(J-1)}$ la position du front de fissure à la fin du cycle $J - 1$.

Estimation du CERR équivalent

Finalement, G_c^J est quantifiable pour l'ensemble des cycles avec propagation de fissure stable mis à part pour le premier où \bar{x}_{CF}^{J-1} est inconnue :

$$G_c^J = \frac{\Delta II^J}{b \Delta a^J} \quad (3.17)$$

3.2.5 Analyse des incertitudes

Avant de présenter la méthode pour quantifier l'incertitude sur le calcul des CERRs équivalents, nous allons nous intéresser aux différentes sources amenant de la dispersion sur les résultats :

- la première source de dispersion est liée à la validité ou non des hypothèses faites dans le cadre de la méthode des aires à savoir que la propagation de fissure est stable et que les énergies parasites sont négligeables par rapport à l'énergie de fissuration ;
- la seconde source de dispersion est liée à la sensibilité inhérente de l'adhérence à des facteurs comme la composition, la microstructure, l'état de surface des adhérents ; la composition de la colle ; ou le protocole de collage ;
- la troisième source de dispersion est liée à la sensibilité de l'adhérence au ratio de mixité I/II en front de fissure. La variabilité liée à cette dernière devrait être faible étant donné que le dispositif MMMB a été conçu pour appliquer un ratio de mixité I/II constant pour chaque position du mode sélecteur ;
- la dernière source de dissipation est liée aux incertitudes dues à la mesure et à la méthode de calcul. L'analyse des incertitudes proposée dans cette section permet d'évaluer la part de la variabilité associée à cette dernière source.

L'incertitude sur les CERRs équivalents provient du fait que toutes les mesures expérimentales sont associées à des dispersions engendrant de la variabilité sur la grandeur calculée. Dans le cas de la méthode des aires, le taux de restitution d'énergie critique G_c^J pour un cycle J est évalué par l'Équation 3.17. Elle dépend de l'énergie dissipée ΔII^J , de l'épaisseur b de l'échantillon et de la propagation de fissure Δa^J . La dispersion est associée à chaque paramètre qui génère une incertitude sur l'estimation de G_c^J . La formule de propagation des incertitudes indique que pour une fonction f dépendant de paramètres x_i appartenant à l'ensemble $\{x\}$, son incertitude σ_f est définie par :

$$(\sigma_f)^2 = \sum \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 (\sigma_{x_i})^2 \quad (3.18)$$

où σ_{x_i} est l'incertitude sur x_i [134].

L'incertitude sur l'épaisseur de l'échantillon étant négligeable (incertitude relative $< 0.5\%$), l'incertitude $\sigma_{G_c}^J$ sur G_c^J s'exprime par :

$$\sigma_{G_c}^J = G_c^J \sqrt{\left(\frac{\sigma_{\Delta\Pi}^J}{\Delta\Pi^J}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{\Delta a}^J}{\Delta a^J}\right)^2} \quad (3.19)$$

où $\sigma_{\Delta\Pi}^J$ l'incertitude de $\Delta\Pi^J$ et $\sigma_{\Delta a}^J$ l'incertitude de Δa^J .

Incertitude sur la mesure de l'énergie dissipée

Les incertitudes sur $\Delta\Pi^J$ proviennent de la mesure de force P ($\sigma_P \approx 0.1$ N) et du déplacement q ($\sigma_q \approx 0.001$ mm). Ainsi, en appliquant l'Équation 3.18, l'incertitude $\sigma_{\Delta\Pi}^J$ sur $\Delta\Pi^J$ est :

$$\sigma_{\Delta\Pi}^J = \frac{1}{2} \sqrt{(\sigma_P)^2 \left(\sum_{i=1}^N (q_{i+1} - q_i)^2\right) + (\sigma_q)^2 \left(\sum_{i=1}^N (P_i - P_{i+1})^2\right)} \quad (3.20)$$

Incertitude sur la mesure de l'accroissement de la la longueur de fissure

L'incertitude sur Δa^J provient de la mesure du champ de déplacement \vec{u} par DIC. La source de l'incertitude $\vec{\sigma}_u$ sur \vec{u} est le bruit numérique des images utilisées pour la DIC. Ce bruit est dû à de nombreux facteurs comme le bruit du capteur de la caméra, l'environnement de l'essai, le mouchetis, etc.

Une manière de quantifier l'incertitude $\vec{\sigma}_u$ est de réaliser une DIC entre deux images «identiques» prises avant le début d'un essai [135, 133]. Le bruit numérique étant non nul, un champ de déplacement est mesuré correspondant à l'incertitude engendrée par ce bruit sur le champ de déplacement. La fiabilité de cette méthode est assurée en l'appliquant sur toutes les combinaisons d'images prises avant l'essai. 36 champs d'incertitude sont ainsi évalués dont la moyenne estime l'incertitude $\vec{\sigma}_u$.

Pour évaluer l'incertitude $\sigma_{\Delta a}^J$ sur Δa^J , $\vec{\sigma}_u$ est propagée sur toutes les étapes permettant de caractériser la propagation de fissure (section 3.2.4) :

1. extraction des déplacements $\vec{u}(x, y_{top})$ et $\vec{u}(x, y_{bot})$;
2. évaluation de la séparation $\vec{u}(x, y_{top}) - \vec{u}(x, y_{bot})$;
3. évaluation de la séparation équivalente $\Delta_{eq}(x, y_{cp})$ (Équation 3.14) ;
4. identification de position du front de fissure (x_{CF}, y_{cp}) (Équation 3.15) ;
5. évaluation de l'accroissement de la longueur de fissure Δa^J durant un cycle J (Équation 3.16).

A l'étape 1, l'incertitude sur \vec{u} mesurée en chaque point matériel se trouvant le long de y_{bot} et y_{top} a été quantifiée. Elle a été obtenue directement à partir du champ d'incertitude $\vec{\sigma}_u$. Cependant, dans le but de simplifier les prochaines étapes et de proposer une analyse conservatrice des incertitudes, l'incertitude σ_U de ces points a été définie comme :

$$\sigma_U = \max[\vec{\sigma}_u(x, y^{top}), \vec{\sigma}_u(x, y^{bot})] \quad (3.21)$$

A l'étape 2, les incertitudes $\sigma_{\Delta_{yx}}$ et $\sigma_{\Delta_{yy}}$ des composantes de la séparation ont été estimées :

$$\sigma_{\Delta_{yy}} = 2\sigma_{\Delta_U} \quad (3.22)$$

$$\sigma_{\Delta_{yx}} = 2\sigma_{\Delta_U} \quad (3.23)$$

A l'étape 3, l'incertitude $\sigma_{\Delta_{eq}}$ de la séparation équivalente a été évalué à :

$$\sigma_{\Delta_{eq}} = 2\sigma_{\Delta_U} \quad (3.24)$$

A l'étape 4, l'incertitude $\sigma_{x_{CF}}$ sur la position du front de fissure a été évaluée. La relation entre Δ_{eq} et x_{CF} étant définie par l'Équation 3.15, l'incertitude $\sigma_{x_{CF}}$ ne peut pas être quantifiée par la formule de projection des incertitudes (Équation 3.18). $\sigma_{x_{CF}}$ a donc été définie comme suit :

$$\sigma_{x_{CF}} = |\Delta_{eq}^{-1}((C+1)\sigma_{\Delta_{eq}}) - \Delta_{eq}^{-1}((C-1)\sigma_{\Delta_{eq}})| \quad (3.25)$$

A la cinquième étape, l'incertitude $\sigma_{\Delta_a}^J$ de Δ_a^J est évaluée :

$$\sigma_{\Delta_a}^J = \sigma_{x_{CF}}^J + \sigma_{x_{CF}}^{J-1} \quad (3.26)$$

Il est à noter que $\sigma_{\Delta_a}^J$ est sensible à la qualité de la DIC. En effet, l'Équation 3.25 dépend de l'ouverture évaluée par DIC.

3.3 Résultats et discussion

3.3.1 Identification de l'interface faible

L'identification de l'interface faible a permis de focaliser la caractérisation expérimentale sur la zone de la couche d'adhésif qui est la plus faible.

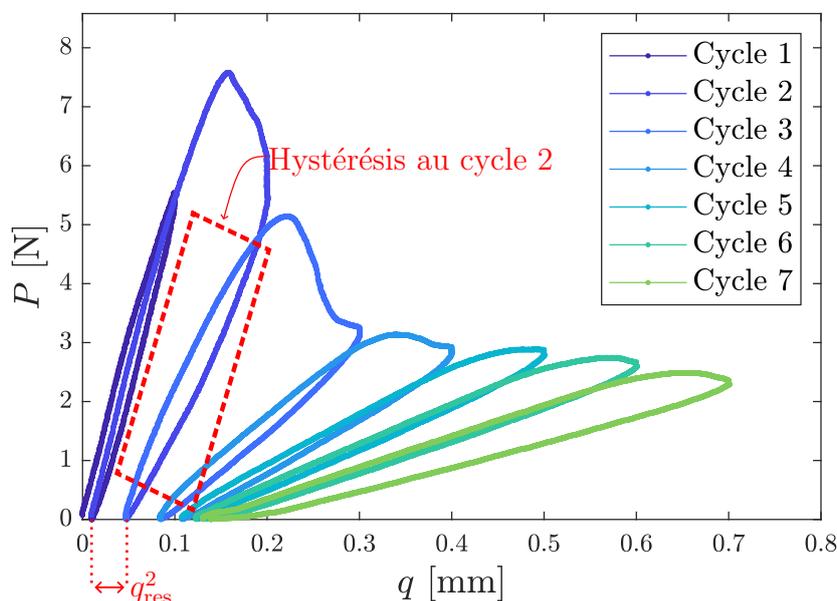


FIGURE 3.15 – Courbe force P - déplacement imposé q de l'essai A_1 sollicité en mode I. q_{res}^2 le déplacement résiduel au cycle 2.

La courbe force P - déplacement imposé q de l'essai A_1 est présentée sur la Figure 3.15. Pour faciliter la visualisation, chaque cycle de charge-décharge a été associé à une couleur. Les paramètres expérimentaux associés à cet essai sont indiqués dans le Tableau 3.4. Lors du premier cycle, la pré-fissure ne s'est pas propagée car la quantité d'énergie fournie au système était insuffisante. Dans les cycles de charge-décharge qui ont suivi (cycles 2 et plus), la force maximale a diminué à chaque nouveau cycle et les dissipations d'énergie ont été plus importantes. Une diminution progressive de l'effort a également été observée en phase de charge après que le maximum d'effort ait été atteint et qu'une diminution de la raideur ait été visualisée par une pente plus faible. Ces signes attestent d'une propagation de fissure stable durant les cycles.

	q_e [μm]	P_b [N]	P_e [N]	q_{res} [μm]
Cycle 2	200	7.6	5.5	38
Cycle 3	300	5.1	3.3	37
Cycle 4	400	3.1	3	24
Cycle 5	500	2.9	2.8	15
Cycle 6	600	2.7	2.6	8
Cycle 7	700	2.5	2.4	8

TABLEAU 3.4 – Déplacement au début du déchargement q_e , force au début de la propagation de fissure P_b , force au début du déchargement P_e et déplacement résiduel q_{res} des cycles avec propagation de fissure.

Une hystérésis est apparue dans la boucle «décharge du premier cycle recharge du second cycle». Des hystérésis ont également été observée dans les boucles «décharge-recharge» suivantes (voir zone indiquée par un encadré rouge pointillé sur la Figure 3.15). Les hystérésis sont probablement dues au comportement visco-élasto-plastique de l'os, au comportement visco-élastique de la couche d'adhésif et du composite ou à des dissipations d'énergie dans le dispositif MMB. La contribution de cette dernière devrait être négligeable étant donné que la machine a été conçue pour se déformer de manière élastique, notamment avec l'utilisation de charnières-poutres élastiques (Figure 3.8).

Des déplacements résiduels q_{res} ont également été observés à chaque cycle de charge-décharge (voir q_{res} du cycle 2 indiqué sur la Figure 3.15). De nombreuses causes peuvent être à l'origine de ces déplacements :

1. le comportement mécanique non linéaire des éléments constituant l'éprouvette ;
2. la fermeture des micro-cavités présents dans la zone endommagée au cours de la décharge ;
3. le frottement entre les lèvres de la fissure durant la décharge
4. l'obstruction de la fermeture des adhérents par des particules ou par la rugosité durant la décharge.

Les deux derniers mécanismes sont vraisemblablement les principales causes des déplacements résiduels étant donné que les contraintes appliquées sont faibles pour observer des phénomènes visco-élastiques ou plastiques et que la taille de la zone endommagée est faible.

Les boucles d'hystérésis «décharge-recharge» et les déplacements résiduels ne sont pas directement associés à la propagation de fissures. Elles introduisent un biais dans l'estimation de l'énergie dissipée et par conséquent également dans l'estimation du CERR équivalent par la méthode des aires qui est basée

sur les hypothèses de la mécanique linéaire élastique de la rupture. Les énergies dissipées dans les hystérésis et les déplacements résiduels sont nommées «énergies parasites».

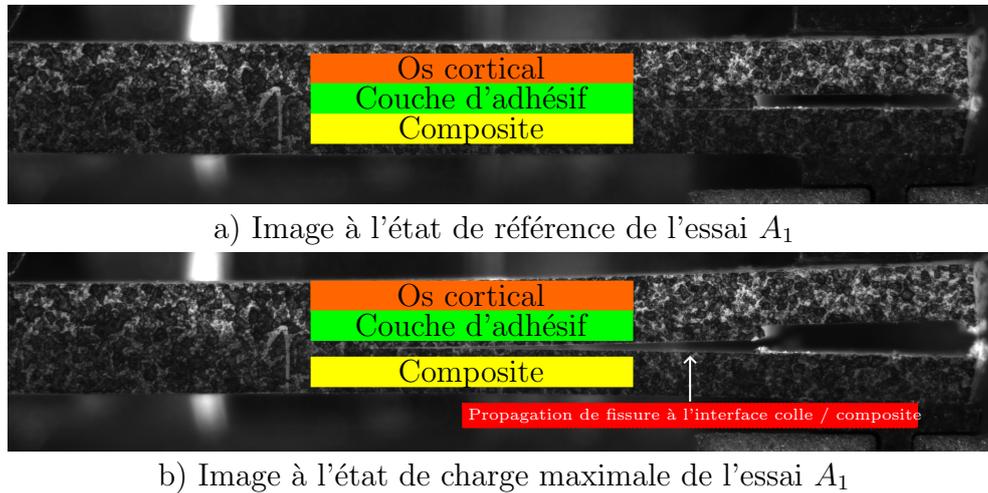


FIGURE 3.16 – Images de l'essai A_1 à l'état de référence et de charge maximale.

Les images de l'essai A_1 prises à l'état de référence (état initial sans charge) et de charge maximale sont présentées sur la Figure 3.16. On constate que la fissure s'est propagée à l'interface colle / composite. Ce résultat étant observé sur les trois essais, cette interface est désignée comme étant l'interface faible de la couche d'adhésif. Notons que la rupture aurait pu être cohésive, avec une fissure se propageant dans la masse de la colle. Dans ce cas-là, l'expression «interface faible» serait inadaptée. Il serait pertinent d'étudier dans des travaux futurs l'influence de l'épaisseur des couches sur le type de rupture.

L'adhérence de l'interface colle / os cortical est donc supérieure à celle de l'interface colle / composite. Ce résultat s'explique par la présence de tubes appelés «canaux de Havers» dans l'os cortical. Durant le collage, la colle pâteuse infiltre cette porosité et crée un ancrage mécanique qui améliore l'adhésion mécanique dans la préparation dentaire. Pour s'assurer de la bonne infiltration de la colle dans les porosités, le primer Optibond™ eXtra Universal a été appliqué sur l'os cortical de boeuf. Il dissout l'équivalent de la boue dentinaire bouchant les porosités intrinsèques du matériau et l'hydroxyapatite des parties minéralisées. La boue dentinaire est l'amas de matière constitué des débris éliminés durant le fraisage. L'action du primer est donc similaire à celle de l'acide phosphorique dans la section 1.2.5.

3.3.2 Caractérisation de l'adhérence en mode-mixte de l'interface faible

La caractérisation de l'adhérence de l'interface faible a été réalisée sur des éprouvettes pré-fissurées composite / colle / composite (Figure 3.10.b). L'absence de tissu biologique dans les éprouvettes permet d'éliminer une des sources possibles d'énergies parasites et permettrait ainsi de se rapprocher des hypothèses de la mécanique linéaire élastique de la rupture.

Étude de la stabilité des propagations de fissure

Dans un premier temps, une étude a été menée sur la stabilité des propagations de fissure afin de déterminer les cycles où la méthode des aires est applicable. Pour rappel, une propagation de fissure est qualifiée de stable lorsque la force diminue progressivement durant la fissuration.

La Figure 3.17 présente les courbes force P - déplacement imposé q des essais B_1 et B_2 où les éprouvettes ont été testées en mode I. La fissure s'est propagée de manière stable à partir du cycle 4 dans les deux essais. De plus, des boucles d'hystérésis et des déplacements résiduels à la décharge sont observés à chaque cycle indiquant la présence des phénomènes parasites identifiés dans la section 3.3.1, malgré le fait que la partie tissu biologique ait été remplacée par le composite dans les éprouvettes. Cette observation a été faite sur l'ensemble des essais réalisés (de B_1 à B_{11}). Cette dissipation d'énergie parasite (non prise en compte dans la modélisation faite pour identifier le CERR équivalent G_c^J) génère une surestimation de l'adhérence évaluée.

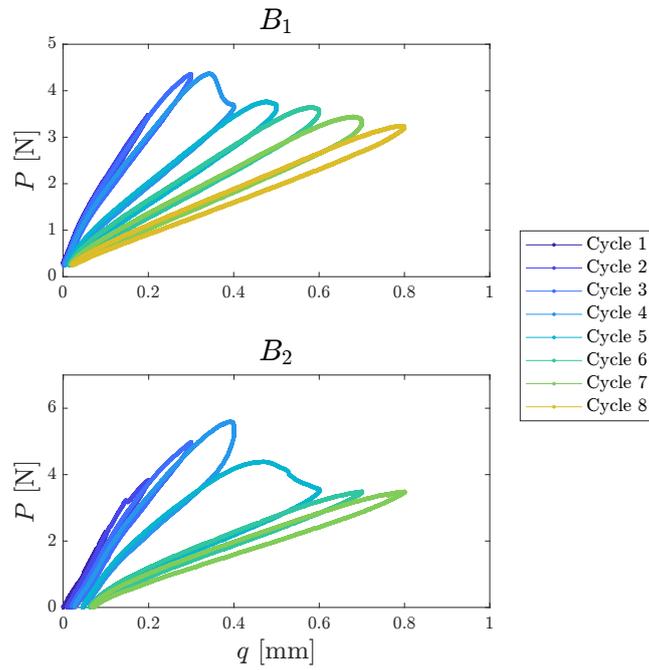


FIGURE 3.17 – Courbes force P - déplacement de la traverse q des essais B_1 et B_2 réalisés en mode I ($\xi = 0$).

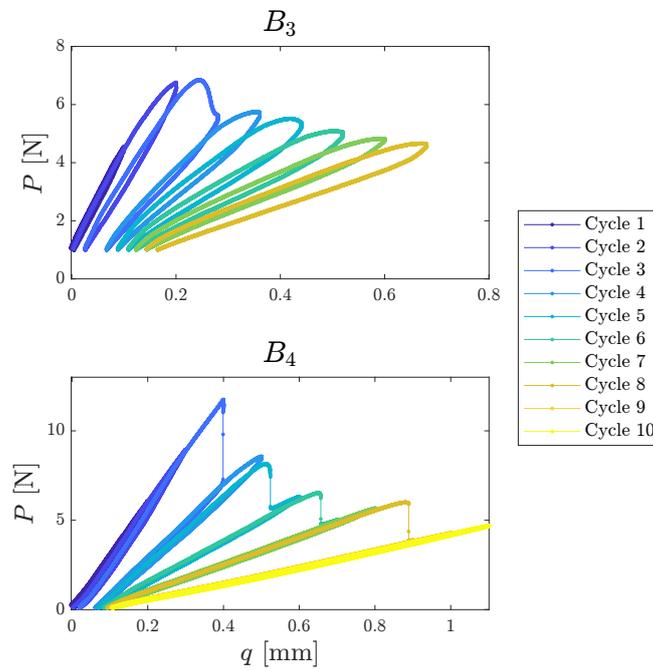


FIGURE 3.18 – Courbes force P - déplacement de la traverse q des essais B_3 et B_4 réalisés en mode I ($\xi = 0$). B_3 et B_4 sont les essais réalisés directement après respectivement ; le collage et la sortie du réfrigérateur.

La Figure 3.18 présente les courbes force P - déplacement imposé q des essais B_3 et B_4 réalisés directement après que les éprouvettes aient été respectivement collées et sorties du réfrigérateur. La fissure s'est propagée de manière stable à partir du cycle 3 pour B_3 .

Le comportement mécanique des éprouvettes $\{B_1, B_2\}$ et B_3 est identique bien que B_3 ait été testée directement après collage. Les trois essais ayant été réalisés à température ambiante, les résultats semblent indiquer que stocker les éprouvettes à 6 °C durant 12 H ne modifie pas intrinsèquement leur comportement.

Concernant l'essai B_4 , la fissure s'est propagée à l'interface colle / composite; signe qu'elle est l'interface faible de ces couches d'adhésif. Malgré cela, la courbe $P-q$ de B_4 est différente de celle de $\{B_1, B_2\}$. La force à partir de laquelle la propagation de fissure s'est initiée était plus de deux fois plus importante pour B_4 et la fissure s'est propagée de manière instable alors qu'elle était stable pour les deux premiers essais.

Cette instabilité est due un taux de restitution d'énergie supérieur au CERR. L'énergie élastique relâchée est alors supérieure à celle nécessaire pour propager la fissure et le surplus d'énergie est converti en énergie cinétique. L'une des raisons pouvant provoquées cette différence de comportement est la température de l'éprouvette durant l'essai. L'essai B_4 a été réalisé directement en sortie du réfrigérateur sans que l'éprouvette n'ait eu le temps de passer à température ambiante. Cette différence de température entre B_4 et $\{B_1, B_2\}$ pourrait diminuer l'adhérence de la couche d'adhésif.

La différence de comportement entre B_4 et $\{B_1, B_2\}$ peut aussi être expliquée par la sensibilité de l'adhérence au protocole de collage. Par exemple, si l'attaque chimique à l'acide fluorhydrique n'est pas appliquée uniformément sur les adhérents, localement certaines zones de contact adhéreront mieux que d'autres. Ainsi, un surplus d'énergie devra être fourni dans ces régions pour propager la fissure qui sera converti en énergie cinétique lorsque la propagation traversera une zone moins bien collée. Une autre possibilité est la présence de défauts à l'interface colle / composite.

	Essai	Cycles sans propagation de fissure	Cycles avec propagation de fissure stable	Cycles avec propagation de fissure instable
$\xi = 0$	B_1	1-2-3	4-5-6-7-8	
	B_2	1-2-3	4-5-6-7	
$\xi = 0.25$	B_5	1	2-3-4-5	6
	B_6	1	2-3	
	B_7	1-2-3	4-5-6-7	
	B_8	1	2-3-4-5	
$\xi = 0.45$	B_9	1-2	3-4-5	2
	B_{10}	1	3-4	
	B_{11}	1-2-3		

TABLEAU 3.5 – Cycles de charge-décharge des essais B_1 , B_2 et B_5 à B_{11} .

Les résultats à $\xi = 0.25$ et $\xi = 0.45$ étant similaires aux résultats des essais présentés aux Figures 3.17 et 3.18, seuls leurs cycles avec propagation de fissure sont renseignés (Tableau 3.5). La majorité des cycles avec propagation de fissure présentent une propagation de fissure stable mis à part le sixième cycle de B_5 , le deuxième cycle de B_{10} , et tous ceux de B_{11} .

Pour le sixième cycle de B_5 , l'instabilité est probablement due à la sensibilité de l'adhérence au protocole de collage du fait que la fissure s'est propagée de manière stable des cycles 2 à 5.

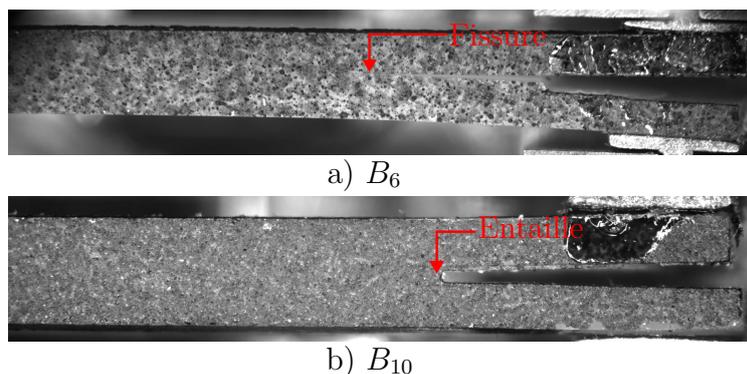


FIGURE 3.19 – Images prises avant l'initiation de la première propagation de fissure pour a) B_6 et b) B_{10} .

Pour le second cycle de B_{10} , l'instabilité est due au fait que la pré-fissure était une entaille et non pas une fissure (Figure 3.19). La pré-fissure des autres

essais (B_1 à B_9 et B_{11}) était également une entaille initialement. Cependant, leur pré-fissure s'est propagée lors de leur mise en position dans le dispositif MMMB du fait de la faible adhérence de leur interface colle / composite. Une attention particulière a donc été portée durant la mise en place de l'essai B_{10} pour éviter cette fissuration non maîtrisée.

Lorsqu'une éprouvette pré-fissurée avec une entaille est sollicitée, la contrainte est moins localisée. L'initiation de la propagation de fissure est donc retardée entraînant une accumulation d'énergie élastique dans les adhérents. Lorsque la propagation s'initie, une grande quantité d'énergie est relâchée engendrant une propagation de fissure instable. Ainsi, la fissuration non maîtrisée durant la mise en position des éprouvettes était finalement bénéfique pour le déroulement des essais car elle assurait une propagation de fissure stable en début d'essais.

Pour les cycles de B_{11} , l'instabilité est probablement due à la sensibilité de l'adhérence et au chargement en mode-mixte I/II. Durant un essai MMMB, plus la mixité est importante et plus l'essai est similaire à un essai *end notch flexure*. Les essais de mécanique de la rupture basés sur de la flexion trois points sont réputés pour être instable du fait qu'une quantité élevée d'énergie élastique est stockée pour déformer l'éprouvette testée. Ce surplus d'énergie est alors converti en énergie cinétique durant la propagation de fissure amenant l'instabilité.

Étude de l'évolution du taux de restitution d'énergie critique équivalent

Résultats des essais réalisés sous un chargement en mode I ($\xi = 0$)

Le CERR équivalent a été évalué sur l'ensemble des essais et des cycles conduisant à une propagation stable de la fissure (Tableau 3.5) à partir de la méthode des aires présentée dans la section 3.2.4. Pour rappel, l'adhérence n'a pas été évaluée aux premiers cycles avec propagation de fissure étant donné que la position de la pointe de fissure au cycle précédent était inconnue.

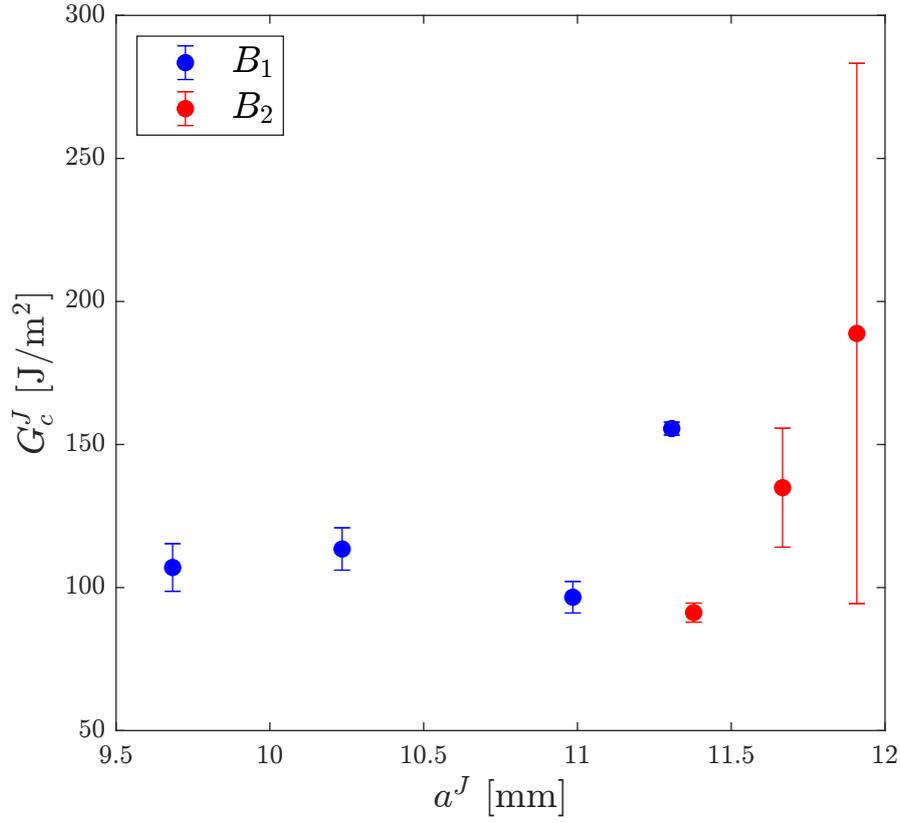


FIGURE 3.20 – Évolution du taux de restitution d'énergie critique équivalent G_c^J en fonction de la longueur maximale de fissure a^J à la fin du cycle J des essais en mode I ($\xi = 0$).

La Figure 3.20 présente l'évolution de G_c^J en fonction de la longueur maximale de fissure a^J à la fin du cycle J des essais en mode I ($\xi = 0$). Les barres d'incertitudes représentent les incertitudes $\sigma_{G_c^J}^J$ de G_c^J évaluée par la méthode présentée dans la section 3.2.5.

Pour l'essai B_1 , l'évolution du CERR équivalent est relativement constante sur les cycles 5 à 7 avec une moyenne (\pm écart-type) de 105.7 (± 8.5) J/m². Pour le dernier cycle, le CERR équivalent est de 155.7 J/m². La moyenne des incertitudes sur l'ensemble des cycles est faible par rapport aux CERRs équivalents estimés (5.9 J/m²).

Pour l'essai B_2 , le cycle 5 est en accord avec les cycles 5 à 7 de B_1 (G_c^5 de B_2 est égale à 91.2 J/m²). En revanche, le CERR équivalent des cycles suivants augmente fortement (134.9 J/m² et 188.8 J/m²) avec une incertitude $\sigma_{G_c^J}^J$ élevée (20.8 J/m² et 94.4 J/m²). D'après l'Équation 3.19, l'incertitude sur le CERR équivalent est liée aux incertitudes relatives de l'estimation de l'énergie dissipée

et de la mesure de l'accroissement de la longueur de fissure. Pour les cycles 6 et 7, l'incertitude relative liée à l'énergie dissipée est de l'ordre de 1%. En revanche, celle due à la propagation de fissure est respectivement de 15% et 50%. Les incertitudes élevées sont donc principalement dues à la mesure de la propagation de fissure.

Par définition, l'incertitude relative de la propagation de fissure dépend de la propagation de fissure Δa^J et de son incertitude $\sigma_{\Delta a}^J$. Pour le cycle 6, l'incertitude relative élevée est due à la propagation de fissure Δa^J . En effet, $\sigma_{\Delta a}^J$ est similaire entre les cycles 5 et 6 (≈ 0.05 mm) mais Δa^J diminue de 1.53 mm à 0.29 mm. Il est donc primordial pour assurer la fidélité des résultats que la propagation de fissure soit suffisamment élevée par rapport à son incertitude durant un cycle.

La diminution de la propagation de fissure entre les cycles 5 et 6 est due au pilotage de l'essai. Les essais ont été pilotés en série de charge-décharge et le déplacement imposé augmente d'un incrément Δq constant à chaque cycle. Or, plus la fissure d'une éprouvette se propage et plus le déplacement imposé devra être important pour assurer une propagation de fissure constante à chaque cycle. Ainsi, dans le futur, les essais devront être pilotés avec des cycles où l'incrément Δq augmente progressivement.

Pour le cycle 7 de B_2 , l'incertitude relative est due à une propagation de fissure faible (0.24 mm) associée à $\sigma_{\Delta a}^J$ supérieure à celle des deux autres cycles (0.12 mm). L'origine de cette forte incertitude est probablement la qualité de la DIC. Finalement, si le dernier cycle de B_2 est retiré du fait son incertitude élevée, la moyenne (\pm écart-type) du CERR équivalent en mode I était de $116.5 \text{ J/m}^2 (\pm 24.5 \text{ J/m}^2)$.

Résultats des essais réalisés sous un chargement en mode-mixte I/II avec $\xi = 0.25$

L'évolution de G_c^J en fonction de la longueur maximale de fissure a^J à la fin du cycle J des essais à $\xi = 0.25$ est présentée à la Figure 3.21.

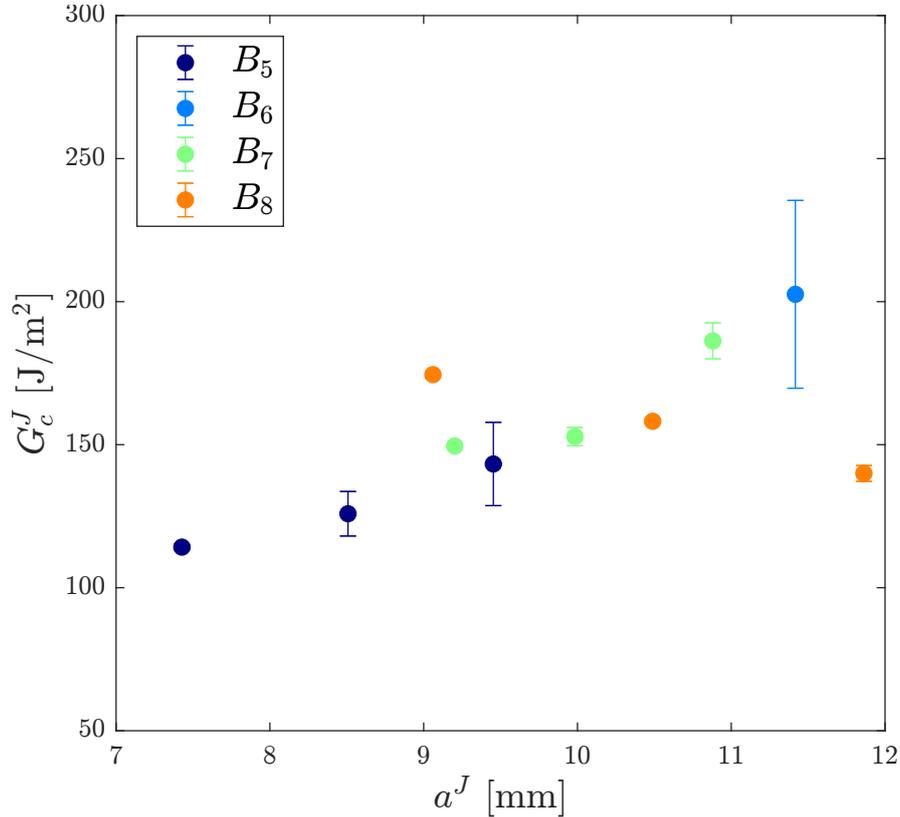


FIGURE 3.21 – Évolution du taux de restitution d'énergie critique équivalent G_c^J en fonction de la longueur maximale de fissure a^J à la fin du cycle J des essais à $\xi = 0.25$.

Pour les essais B_5 et B_7 , les CERRs équivalents augmentent respectivement de 29.1 J/m^2 et 36.8 J/m^2 avec la longueur de fissure avec une incertitude moyenne faible (7.76 J/m^2 et 3.31 J/m^2). Pour B_6 , le CERR équivalent évalué au cycle 3 vaut 202.6 J/m^2 et présente une forte incertitude (32.8 J/m^2). Elle est due à une propagation de fissure faible par rapport aux incertitudes ($\Delta a^J \approx 0.2 \text{ mm}$ alors que $\sigma_{\Delta a}^J = 0.03 \text{ mm}$). Pour l'essai B_8 , le CERR équivalent diminue de 174.5 J/m^2 à 140.0 J/m^2 durant la propagation de fissure avec une incertitude moyenne faible (0.55 J/m^2).

Finalement, en excluant le cycle 3 de B_6 dont l'incertitude est élevée, la moyenne (\pm écart-type) du CERR équivalent à $\xi = 0.25$ est de $143.7 \pm$

31.2 J/m².

Résultats des essais réalisés sous un chargement en mode-mixte I/II avec $\xi = 0.45$

L'évolution de G_c^J en fonction de la longueur maximale de fissure a^J à la fin du cycle J des essais à $\xi = 0.45$ est présentée à la Figure 3.22.

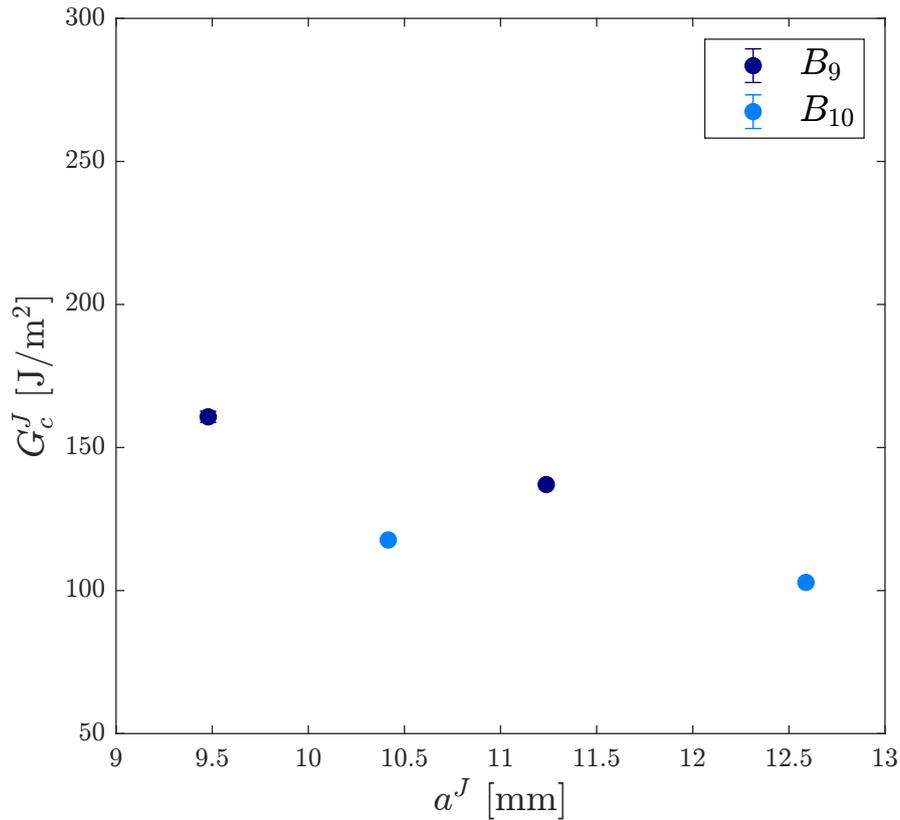


FIGURE 3.22 – Évolution du taux de restitution d'énergie critique équivalent G_c^J en fonction de la longueur maximale de fissure a^J à la fin du cycle J des essais à $\xi = 0.45$.

Les CERRs équivalents des essais B_9 et B_{10} diminuent respectivement de 33.6 J/m² et 14.8 J/m² durant la propagation de fissure. Notons que grâce aux grandes propagations de fissure durant ces essais, les incertitudes sont faibles (respectivement 1.2 J/m² et 0.6 J/m²). L'autre fait remarquable est le fort écart du CERR équivalent entre les deux essais. Finalement, la moyenne (\pm écart-type) du CERR équivalent à $\xi = 0.45$ est de 130.9 ± 20.3 J/m².

Discussion sur la dispersion du taux de restitution d'énergie critique équivalent

Une forte dispersion du taux de restitution d'énergie critique équivalent est observée par éprouvette et par ratio de mixité I/II. Elle est suffisamment importante pour masquer l'influence de la mixité sur l'adhérence. Ce constat concorde avec les résultats des essais *Brazil-nut-sandwich* réalisés par Rahbar *et al.*, Melo *et al.* et Manan *et al.* [123, 121, 124] qui montrent que l'influence du mode-mixte est masquée par la dispersion. Cependant ces études n'avaient pas analysé les causes de cette constatation.

La dispersion sur le taux de restitution d'énergie critique équivalent peut être due :

1. au non respect partiel des hypothèses nécessaires à l'application de la méthode des aires ;
2. à la sensibilité de l'adhérence aux propriétés matériaux et aux protocoles de collage ;
3. à la sensibilité de l'adhérence au ratio de mixité I/II ;
4. et aux incertitudes liées à la mesure et la méthode de calcul de l'adhérence.

L'analyse des incertitudes a prouvé la fidélité de la méthode de caractérisation lorsque la propagation de fissure est suffisante en regard des incertitudes de mesure de Δa . De plus, comme il a été évoqué à la section 3.2.5, la variabilité liée au ratio de mixité I/II devrait être négligeable étant donné que le dispositif MMMB a été conçu pour appliquer un ratio de mixité I/II constant pour chaque position du mode sélecteur. Ainsi, la dispersion observée est probablement due aux deux premiers points de la liste. Les éprouvettes testées étant constituées des mêmes matériaux, la dispersion observée est due au non respect partiel des hypothèses nécessaires à l'application de la méthode des aires et à la sensibilité de l'adhérence aux protocoles de collage.

Au vu des résultats présentés dans cette partie de la thèse, il semblerait que l'estimation des propriétés mécaniques par des essais de rupture en mode I soit suffisante pour enrichir les modèles numériques en première approximation. Ces essais présentent l'avantage d'avoir déjà été réalisés dans la recherche en biomatériau dentaire (section 3.1). L'exploitation de ces essais pourra être envisagée la méthode développée étant donné que l'hypothèse de propagation de fissure stable est respectée lors des essais en mode I.

Les RDIs collées en bouche sont certainement sujettes à une plus forte variabilité dans la mesure où le contrôle de la procédure de collage est moins bien maîtrisée que celui appliqué pour la réalisation des éprouvettes MMMB.

Ainsi, la modélisation du comportement mécanique des couches d'adhésif devra considérer les deux sources à l'origine des dispersions observées.

3.4 Bilan et perspectives

Dans ce chapitre, une démarche a été proposée pour caractériser l'adhérence d'une couche d'adhésif dentaire sous une sollicitation en mode-mixte I/II avec le dispositif MMMB. L'interface colle / composite a été identifiée comme étant l'interface faible de la couche d'adhésif étudiée en réalisant des essais MMMB en mode I. L'adhérence de cette interface a été caractérisée pour trois différents ratios de mixité I/II. Les résultats ont montré que le CERR équivalent estimé par la méthode des aires présente une forte dispersion qui masque l'influence du ratio de mixité I/II. Ce constat indique qu'il est pertinent, en première approximation, de négliger cette influence dans les modélisations numériques de RDIs. En revanche, les mécanismes à l'origine de cette dispersion doivent être considérés.

L'analyse des incertitudes a montré que la dispersion observée n'était pas liée à la mesure et à la méthode d'estimation du CERR équivalent lorsque la propagation de fissure au cours d'un cycle de charge-décharge était suffisante en regard de son incertitude. Ainsi, la dispersion provient de la sensibilité de l'adhérence aux protocoles de collage ; et de la présence de mécanismes dissipatifs (nommés «parasites») éloignant les essais des hypothèses de la mécanique linéaire élastique de la rupture. Les outils d'optimisations mécaniques devront donc considérer dans leurs modélisations ces sources de dispersion.

Pour quantifier la part de la dispersion liée la sensibilité de l'adhérence, il est intéressant de proposer une méthode de caractérisation de l'adhérence peu sensible aux énergies parasites. C'est ce qui est écrit dans le chapitre suivant où une loi de traction-séparation est calibrée à partir des images prises durant la propagation de fissure de l'essai B_8 par corrélation d'images intégrées.

Il est important de noter que les résultats de ces travaux sont seulement valides pour la configuration d'assemblages dentaires testés. Une multitude de RDIs existe sur le marché et chacune est associée à plusieurs protocoles de collage. Ainsi, la caractérisation du comportement de chaque assemblage devra faire l'objet d'une étude expérimentale spécifique. Il est primordial de généraliser ce type de caractérisation pour améliorer la compréhension générale sur le comportement mécanique des RDIs.

CHAPITRE 4

Comportement mécanique de la couche d'adhésif : calibration d'une loi de traction-séparation

Les Restaurations Dentaires Indirectes (RDIs) fabriquées par la voie de la Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur (CFAO) ont connu un véritable essor ces dernières années. Le principal avantage de la CFAO par rapport à la voie traditionnelle est la bonne maîtrise des dimensions de la prothèse sans l'intervention manuelle d'un prothésiste (section 1.1). Cependant, les RDIs sont toujours sujets à des échecs cliniques dus à des sollicitations mécaniques extérieures (forces masticatoires, chocs violents, ...). La recherche en médecine dentaire se sert de simulations Eléments Finies (EFs) des RDIs pour identifier les paramètres géométriques et/ou matériaux optimaux minimisant les contraintes mécaniques subies [6]. L'insertion de ces simulations dans la chaîne numérique CFAO permettrait de créer un maillon d'optimisation sur des critères mécaniques des RDIs dans le but d'améliorer leur durabilité [5]. Cependant, les fortes simplifications formulées dans les modélisations numériques font qu'elles doivent être enrichies pour représenter de manière fiable les principaux mécanismes de rupture. L'une des priorités est la modélisation de la couche d'adhésif. Actuellement, elle est toujours décrite par une interface parfaite ou par une couche élastique parfaitement attachée aux adhérents alors qu'une partie des échecs est expliquée par la fissuration de la couche d'adhésif, qui cause le décollement des prothèses dentaires [3]. La couche d'adhésif est donc un des éléments critiques à la durabilité des RDIs et son endommagement doit être considéré dans les simulations numériques.

L'une des manières de modéliser l'endommagement est l'utilisation de loi de traction-séparation (*Traction-Separation Law* (TSL) en anglais). Dans la recherche en dentaire, cette loi a notamment été utilisée pour étudier la propagation de fissure dans des restaurations dentaires directes [136, 137]. Récemment, Karimzadeh *et al.* [138] ont calibré des TSLs pour modéliser le comportement mécanique sous une sollicitation en mode-mixte I/II d'une bague d'orthodontie collée à une dent. Ce chapitre propose de décrire le comportement mécanique de la couche d'adhésif par une TSL dont les paramètres ont été identifiés par corrélation d'images numériques intégrée (*Integrated-Digital Image Correlation* (I-DIC) en anglais). La stratégie suivie pour atteindre cet objectif a été d'identifier la longueur initiale de fissure a_0 par I-DIC, puis d'identifier avec la même méthode les paramètres décrivant une TSL bilinéaire en mode I que sont la rigidité en mode I K_I , la séparation limite en mode I Δ_I^o et le taux de restitution d'énergie critique en mode I G_{Ic} . La calibration a été réalisée à partir de l'essai *Miniature Mixed Mode Bending* (MMMB) B_8 présenté au chapitre 3.

4.1 Matériels et méthodes

Cette section présente l'ensemble des briques nécessaires à la mise en place de l'identification de la longueur initiale a_0 et des paramètres de la TSL bilinéaire en mode I. L'I-DIC est utilisée pour réaliser ces deux travaux d'identification. Cette méthode requiert un modèle numérique où le comportement mécanique de la couche d'adhésif est décrit par une TSL.

4.1.1 Lois de traction-séparation

Dans les assemblages collés, les modèles de zone cohésive décrivent l'initialisation et la propagation de fissure en reliant les tractions maintenant la cohésion de la couche d'adhésif à sa séparation [139]. La séparation représente le déplacement relatif entre les deux adhérents.

La Figure 4.1 présente une TSL bilinéaire sous une sollicitation en mode I à différents stades de chargement. À gauche de la figure, est représentée une éprouvette pré-fissurée soumise à une sollicitation, en mode I, augmentant graduellement à chaque étape. La courbe en jaune représente la distribution de la traction le long de l'éprouvette. À droite de la figure, est représentée la TSL bilinéaire décrivant le comportement de la couche d'adhésif.

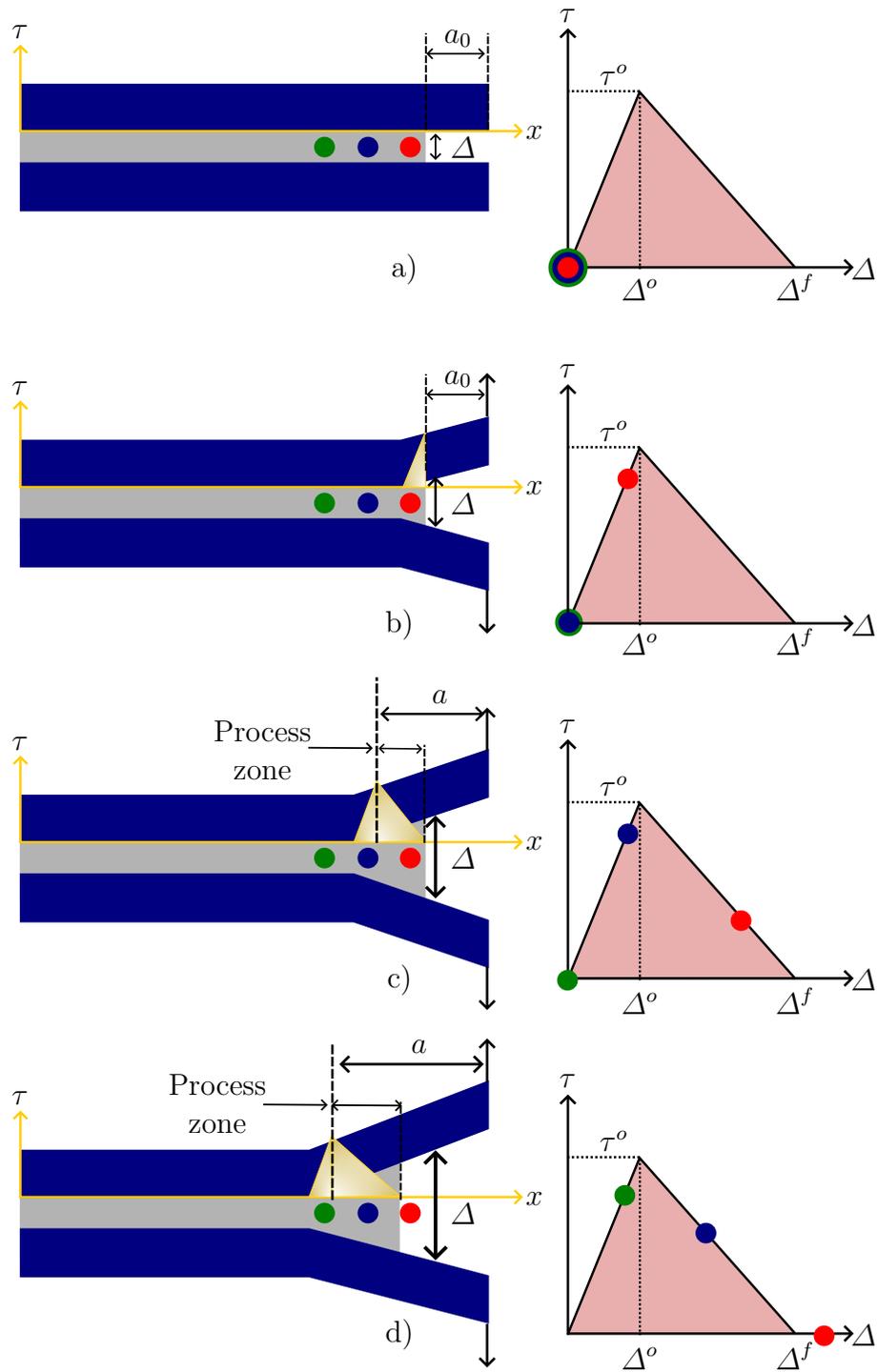


FIGURE 4.1 – Description d’une TSL bilinéaire en mode I. τ la traction, Δ la séparation et a la longueur de fissure.

Une description de l'état des points matériels bleu, rouge et vert de la Figure 4.1 est donnée ci-dessous :

- Étape a) : aucun chargement n'est appliqué sur l'éprouvette. Les trois points matériels sont situés en aval du front de fissure et leur état se trouve à l'origine de l'espace ($\tau-\Delta$) où τ la traction et Δ la séparation. Δ et τ sont de ce fait nulle aux trois points matériels.
- Étape b) : le point matériel rouge s'est déformé mais sans endommagement. Il est toujours situé en aval du front de fissure défini - par convention - à la position où la traction est maximale [140]. Elle est décrite par la longueur initiale de fissure a_0 . La traction τ est maximale en front de fissure mais est à ce stade inférieure à τ^o et ne l'atteindra que si $\Delta = \Delta^o$. Les points matériels bleu et vert sont suffisamment éloignés du front de fissure pour n'être que légèrement déformés. Ainsi, à ce stade, aucune propagation de fissure n'a eu lieu.
- Étape c) : la fissure s'est propagée et le front de fissure est localisé en un point situé entre les points matériel rouge et bleu. Le point matériel rouge en amont de la pointe de fissure s'est endommagé (sa raideur a diminuée). Le point bleu ne l'est pas encore. La position du front de fissure s'est donc déplacée vers la gauche; indiquant que la longueur de fissure a s'est accrue sans échec de l'adhésif. Cette propagation de fissure crée une zone de points matériels endommagés appelée «*process zone*».
- Étape d) : les points matériels rouge, bleu et vert vont respectivement rompre, s'endommager et commencer à se déformer.

Enfin, les points-clés à retenir sont que les tractions maintiennent la cohésion de la matière, que la position du front de fissure est définie par la localisation de la traction maximale et qu'il existe une zone endommagée à droite de la pointe de fissure.

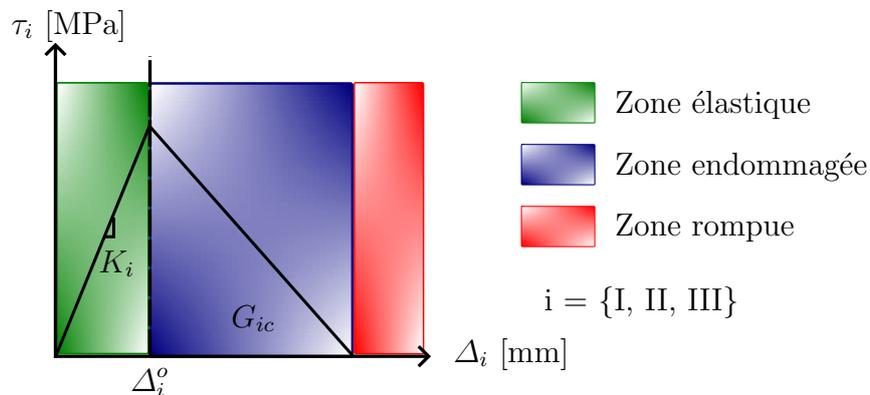


FIGURE 4.2 – Les TSLs bilinéaires suivant le type de sollicitation.

Les TSLs bilinéaires se décomposent en trois zones (zone élastique, zone endommagée et zone rompue) qui dépendent du type de sollicitations appliqué en front de fissure (Figure 4.2). La pente dans la zone élastique est régie par la rigidité K_i (unité : N/mm³); le passage dans la zone endommagée par la séparation limite Δ_i^o (unité : mm); et le passage dans la zone rompue par le taux de restitution d'énergie critique (*Critical Energy Release Rate* (CERR) en anglais) G_{ic} (unité : N/mm) où $i = \{I, II, III\}$ indique le mode d'ouverture de la fissure.

Dans cette étude, la calibration des TSLs est effectuée sur l'essai MMMB B_8 du chapitre 3. L'une des conclusions du chapitre 3 était que l'influence du ratio de mixité I/II sur l'adhérence de la couche d'adhésif dentaire était accessoire en regard de la dispersion des résultats. Ainsi, le comportement de la couche peut être approximé par une TSL en mode I. Dans cette étude, l'I-DIC est utilisée pour identifier les paramètres de cette TSL.

4.1.2 Corrélation d'images intégrée

L'I-DIC est une méthode d'identification de paramètres $\{p\}$ à partir des images prises durant un essai [141]. Une brève description en est donnée dans ce chapitre. Le lecteur est renvoyé vers l'article "*Simultaneous Full-Field Multi-Experiment Identification*" de Neggers *et al.* [142] pour de plus amples informations.

Tout d'abord intéressons nous au principe de la corrélation d'images numériques (*Digital Image Correlation* (DIC) en anglais). La DIC est une méthode de mesure de champ de déplacement à partir des images prises durant un essai [141]. A un instant t de l'essai, ce champ est évalué en minimisant une fonction coût η^2 exprimant la différence entre l'image de référence et l'image déformée prise à t sur une région d'intérêt ou *Region Of Interest* (ROI) en anglais :

$$\eta^2(t, \vec{x}_k, \{p\}) = \frac{1}{2\sigma^2} \sum_{k=1}^{N_k} [g(0, \vec{x}_k) - g(t, \vec{x}_k + \vec{u}_{tk}(\{p\}))]^2 \quad (4.1)$$

où σ^2 la variance du niveau de bruit de chaque pixel, N_k le nombre de points matériels dans le ROI, $g(t)$ la série d'images prises durant l'essai dont $g(0)$ est l'image de référence, \vec{x}_k la position du point matériel k sur l'image de référence et \vec{u}_{tk} le déplacement à l'instant t du point matériel k . \vec{u} est discrétisé comme :

$$\vec{u}_{tk} = \sum v_i(t) \vec{\phi}_{ki} \quad (4.2)$$

où $\{v(t)\}$ désigne l'ensemble des degrés de libertés et $\vec{\phi}_{ki}$ des fonctions de forme.

Dans ces travaux, la DIC est réalisée avec le logiciel académique Correli 3.2 (nouvelle version de Correli 3.0 [132]) développé au Laboratoire de Mécanique

Paris-Saclay. Dans ce logiciel, $\vec{\phi}_{ki}$ sont des fonctions de forme éléments finis. Cette approche est appelée « DIC globale » dont le cadre est adopté dans ce qui suit.

Les paramètres $\{p\}$ du problème de minimisation sont $\{v(t)\}$. La résolution est réalisée de manière itérative par une méthode de Gauss-Newton nécessitant une initialisation $\{v(t)\}^0$. Les paramètres $\{v(t)\}$ sont corrigés à chaque itération d'un incrément $\{\delta v(t)\}$ jusqu'à atteindre la convergence :

$$\{v(t)\}^{n+1} = \{v(t)\}^n + \{\delta v(t)\} \quad (4.3)$$

Hild *et al.* [141] décrivent $\{\delta v(t)\}$ comme :

$$\{\delta v(t)\} = [M^{\text{DIC}}(t)]^{-1} \{b^{\text{DIC}}(t)\} \quad (4.4)$$

où

$$[M_{ij}^{\text{DIC}}(t)] = \sum_{k=1}^{N_k} (\nabla g(0, \vec{x}_k) \cdot \vec{\phi}_i(\vec{x}_k)) (\vec{\phi}_j(\vec{x}_k) \cdot \nabla g(0, \vec{x}_k)) \quad (4.5)$$

$$\{b_i^{\text{DIC}}(t)\} = \sum_{k=1}^{N_k} (\nabla g(0, \vec{x}_k) \cdot \vec{\phi}_i(\vec{x}_k)) (g(0, \vec{x}_k) - g(t, \vec{x}_k + \vec{u}_{tk})) \quad (4.6)$$

où $\{b^{\text{DIC}}(t)\}$ le gradient de la fonction coût de DIC et $[M^{\text{DIC}}(t)]$ sa hessienne.

Le principe de la I-DIC est similaire à la DIC mis à part le fait que \vec{u} est la sortie d'un modèle analytique ou numérique dépendant des paramètres $\{p\}$ recherchés. Le problème de minimisation en I-DIC est identique à celui en DIC (Équation 4.1). Sa résolution est aussi réalisée par une méthode de Gauss-Newton dont l'initialisation est $\{p\}^0$. A chaque itération de l'algorithme de Gauss-Newton, les paramètres sont corrigés d'un incrément $\{\delta p\}$ jusqu'à atteindre la convergence :

$$\{p\}^{n+1} = \{p\}^n + \{\delta p\} \quad (4.7)$$

Rethoré *et al.* [143] démontrent que l'incrément $\{\delta p\}$ se met sous la forme :

$$\{\delta p\} = [M^{\text{IDIC}}(t)]^{-1} \{b^{\text{IDIC}}(t)\} \quad (4.8)$$

où $\{b^{\text{IDIC}}(t)\}$ le gradient de la fonction coût de I-DIC et $[M^{\text{IDIC}}(t)]$ sa hessienne. Étant donné que Correli 3.2 fournit $[M^{\text{DIC}}(t)]$ et $\{b^{\text{DIC}}(t)\}$, il est commode de définir $[M^{\text{IDIC}}]$ et $\{b^{\text{IDIC}}\}$ comme :

$$[M^{\text{IDIC}}(t)] = \frac{1}{2\sigma} [S(t)]^T [M^{\text{DIC}}(t)] [S(t)] \quad (4.9)$$

$$\{b^{\text{IDIC}}(t)\} = \frac{1}{2\sigma} [S(t)]^T \{b^{\text{DIC}}(t)\} \quad (4.10)$$

où

$$[S(t)] = \frac{\partial\{v(t)\}}{\partial\{p\}} \quad (4.11)$$

la matrice de sensibilité exprimant la sensibilité de $\{v(t)\}$ à $\{p\}$. $[S(t)]$ sert de matrice de projection entre l'espace des solutions de la DIC et de la I-DIC.

Remarque 1 : L'Équation 4.1 s'applique pour l'étude d'un couple d'images (référence et déformée). Elle peut être étendue pour une série d'images déformées par la modification suivante :

$$[M^{\text{IDIC}}] = \sum_{t=1}^{N_t} [M^{\text{IDIC}}(t)] \quad (4.12)$$

$$\{b^{\text{IDIC}}\} = \sum_{t=1}^{N_t} \{b^{\text{IDIC}}(t)\} \quad (4.13)$$

où N_t le nombre d'images dans la série d'images déformées, $[M^{\text{IDIC}}]$ la hessienne de η^2 entre l'image de référence et la série d'images déformées et $\{b^{\text{IDIC}}\}$ son gradient.

Remarque 2 : Des problèmes de convergence sont souvent rencontrés lors de la minimisation de η^2 provenant d'un mauvais conditionnement de $[M^{\text{IDIC}}]$. Ce souci s'explique par la différence de sensibilité de $\{v(t)\}$ à $\{p\}$. Plus les sensibilités seront d'ordres de grandeurs différents et plus $[M^{\text{IDIC}}]$ sera mal conditionnée. La normalisation de $\{p\}$ par les paramètres initiaux $\{p\}^0$ aide à réduire ces difficultés :

$$\{p^*\} = \frac{\{p\}}{\{p\}^0} \quad (4.14)$$

où $\{p^*\}$ l'ensemble des paramètres normalisés réellement recherchés durant la I-DIC.

Dans nos travaux, les paramètres recherchés $\{p\}$ sont ceux régissant une TSL bilinéaire en mode I : K_I , Δ_I^o et G_{Ic} . Un modèle dépendant de ces paramètres et sortant un champ de déplacement \bar{u}^{FEM} doit donc être construit. Le modèle est réalisé numériquement sur le logiciel commercial ABAQUS 2021 car sa bibliothèque de lois de comportement intègre par défaut des TSLs [144].

Notons que les paramètres des TSLs sont sensibles à la longueur initiale de fissure a_0 . Par exemple, une erreur sur a_0 se répercutera sur le calcul de l'aire de la surface créée durant la fissuration qui affectera le CERR identifié. La longueur initiale de fissure a_0 doit donc être mesurée précisément avant de calibrer les TSLs. En mécanique de la rupture, la définition de a_0 dépend de la modélisation choisie. Dans cette étude, le comportement de la couche d'adhésif est modélisé par un modèle cohésif. Comme indiqué dans la section 4.1.1, a_0

est définie dans ce modèle par la localisation de la traction maximale assurant la cohésion de la matière. Ainsi, la détection de cette position requiert l'utilisation de TSLs. Dans mes travaux, les TSLs ont été calibrées par I-DIC avec un modèle numérique construit sur ABAQUS 2021. Il semble donc adapter d'utiliser l'I-DIC avec un modèle numérique construit sur ABAQUS 2021 pour détecter a_0 .

4.1.3 Présentation de l'essai MMMB traité

Le protocole de calibration de la TSL a été appliqué sur l'essai B_8 du chapitre 3 (Figure 4.3 et Tableau 3.2). Les essais ont été effectués sous microscope optique ZEISS SteREO Discovery.V20. Des images 14 bits B&W avec une fréquence d'une image $2752 \text{ px} \times 2208 \text{ px}$ par seconde ont été prises avec une caméra ZEISS Axiocam 506 mono. L'éprouvette a été sollicitée cycliquement à $5 \mu\text{m/s}$ avec un chargement en fin de cycle augmentant de $100 \mu\text{m}$ à chaque cycle. La décharge se faisait jusqu'à 0.1 N .

En considérant chaque cycle comme indépendant, l'essai B_8 est divisé en cinq parties (Figure 4.6). Lors du premier cycle, la fissure ne s'est pas propagée et lors du second, les déplacements imposés étaient trop faibles pour calibrer une TSL. Ainsi, une TSL a été calibrée individuellement pour les cycles 3, 4 et 5. Au préalable, leur longueur initiale de fissure a_0 a été mesurée par I-DIC dont la réalisation requiert la mise en place d'un modèle numérique reproduisant l'essai B_8 sur ABAQUS 2021.

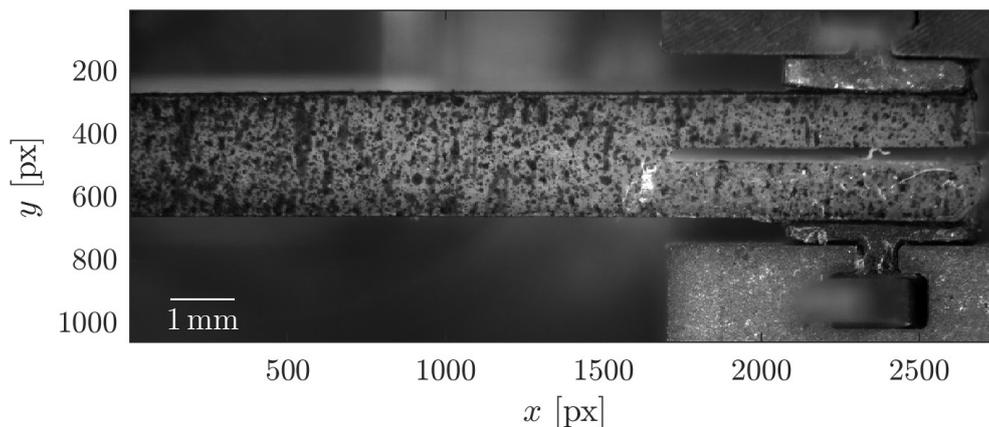


FIGURE 4.3 – Image à l'état de référence de l'essai B_8 .

4.1.4 Mise en place du modèle numérique

La mise en place du modèle numérique sur ABAQUS 2021 nécessite de construire un maillage de la géométrie ; puis de renseigner les lois de comportements et les conditions limites. Les calculs ont été réalisés dans le cadre des déformations planes étant donné la forme parallélépipédique de l'éprouvette et sa déformation dans le plan (x, y) durant l'essai.

Maillage

Le maillage 2D a été construit à partir de l'image de référence (Figure 4.4).

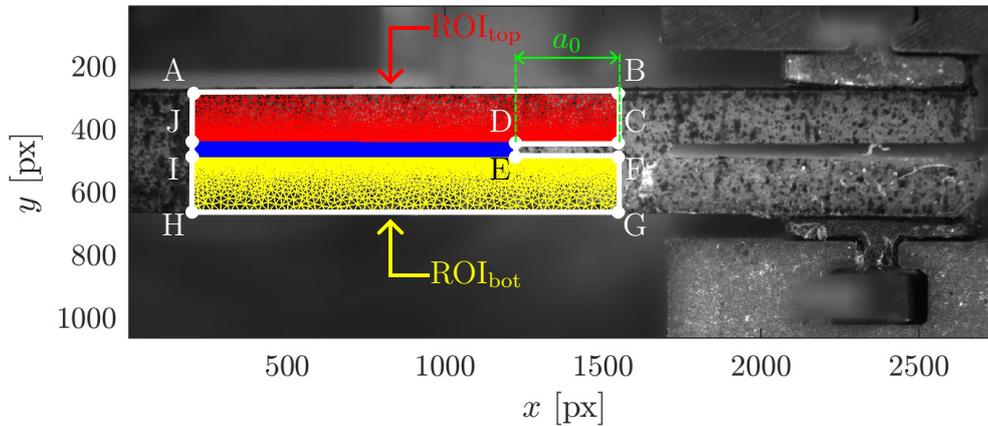


FIGURE 4.4 – Maillage du modèle numérique. Les maillages de l'adhérent du haut, de la couche d'adhésif et de l'adhérent du bas sont respectivement en rouge, en bleu et en jaune. a_0 la longueur initiale de fissure. Échelle : $1 \text{ px} = 5 \times 10^{-3} \text{ mm}$.

La couche d'adhésif a été maillée avec des éléments cohésifs 2D (COH2D4) de longueur 0.01 mm (2 px) et de largeur de 0.22 mm (45 px). Les régions d'intérêts (*Regions Of Interests* (ROIs)) en anglais) des deux adhérents ont été maillées en utilisant le logiciel Gmsh avec des éléments triangulaires à trois noeuds (CPE3) dont la taille évolue graduellement de 0.01 mm (2 px) proche de l'adhésif à 0.15 mm (30 px) sur les contours. Les nombres d'éléments sont respectivement de 9895 et 10 732 éléments pour les maillage de ROI_{top} et ROI_{bot} .

Lors de l'identification de la position du front de fissure a_0 (section 4.2.1), a_0 est le paramètre $\{p\}$ recherché par I-DIC. L'I-DIC requiert une initialisation a_0^0 de la longueur initiale de fissure a_0 . a_0^0 doit obligatoirement être inférieure à la longueur optimale d' a_0 afin que \vec{u}^{FEM} y soit sensible. Ainsi,

a_0 a été initialisée à 1.25 mm (250 px) pour le cycle 3. Les suivants ont été initialisés par les a_0 optimaux identifiés aux cycles précédents. Les résultats de ces identifications ont fixé les a_0 pour l'identification des paramètres de la TSL (section 4.2.2).

Comportement mécanique

Dans la simulation numérique, les adhérents ont été considérés homogènes, isotropes avec un comportement linéaire élastique. Les valeurs des paramètres module d'Young et coefficient de Poisson sont issus de la littérature ($E = 30\text{GPa}$ [40] et $\nu = 0.277$ [145]). Une TSL en mode I suffirait pour décrire le comportement de la couche d'adhésif durant l'essai B_8 (section 4.1.1). Toutefois, le logiciel ABAQUS 2021 n'intègre pas de TSL en mode I pur dans sa bibliothèque de lois de comportement. En revanche, une TSL en mode-mixte y est intégrée. Cette TSL a été adoptée avec un CERR défini comme une constante. La frontière entre la zone élastique et endommagée est gouvernée par le critère en déplacement :

$$\left(\frac{\langle\Delta_I\rangle}{\Delta_I^o}\right)^2 + \left(\frac{\Delta_{II}}{\Delta_{II}^o}\right)^2 = 1 \quad (4.15)$$

$$\text{où } \langle\Delta_I\rangle = \begin{cases} \Delta_I & \text{si } \langle\Delta_I\rangle > 0 \\ 0 & \text{sinon.} \end{cases}$$

Cette TSL est décrite par les cinq paramètres K_I , K_{II} , Δ_I^0 , Δ_{II}^0 et G_c le CERR équivalent. Le mode II étant négligeable durant ces essais, la rigidité en cisaillement K_{II} a été définie comme étant égale à K_I afin de ne pas distinguer le faible comportement en mode II du mode I. Δ_{II}^0 a été fixé à 6.3×10^{-3} mm (1.2 px), une valeur suffisamment élevée pour que le passage dans la zone endommagée ne soit jamais dictée par le mode II.

Lors de l'identification de la position du front de fissure a_0 (section 4.2.1), l'hypothèse a été faite que la couche d'adhésif ne s'endommage pas avant le début de la propagation de fissure. Ainsi, son comportement peut être modélisée par une TSL ne satisfaisant jamais les conditions nécessaires pour passer dans la zone endommagée ($K_I = K_{II} = 19700\text{N/mm}^3$, $\Delta_I^o = 1\text{mm}$ (201px), $\Delta_{II}^o = 6e^{-3}\text{mm}$ (1.2px) et $G_c = 1000\text{J/m}^2$).

Lors de l'identification des paramètres de la TSL (section 4.2.2), K_I , Δ_I^0 , et G_c sont les paramètres trois $\{p\}$ recherchés par I-DIC. L'I-DIC étant une méthode itérative, les paramètres initiaux valaient : $K_I^0 = 19700 \text{ N/mm}^3$, $\Delta_I^{o0} = 2 \times 10^{-3} \text{ mm}$ et $G_c^0 = 100 \text{ J/m}^2$.

Conditions aux limites

Les conditions aux limites à imposer dans la simulation numérique ont été évaluées en réalisant une DIC sur l'ensemble des images prises durant l'essai. Dans cet objectif, les ROIs des deux adhérents ont été maillés avec des éléments triangulaires à trois nœuds de 0.2 mm (40 px) (Figure 4.5). La DIC a été réalisée avec une régularisation mécanique de 0.4 mm (80 px). La résolution spatiale de la DIC est donc contrôlée par la régularisation mécanique. L'initialisation de la DIC a été faite de manière itérative ; le résultat de l'image précédente devenant l'initialisation de celle étudiée. Les champs de déplacement obtenus ont été projetés sur les nœuds des contours [HI] , [JA], [BC] et [FG] pour définir les conditions limites du modèle numérique (Figure 4.4). Les contours restants ont été considérés comme des bords libres.

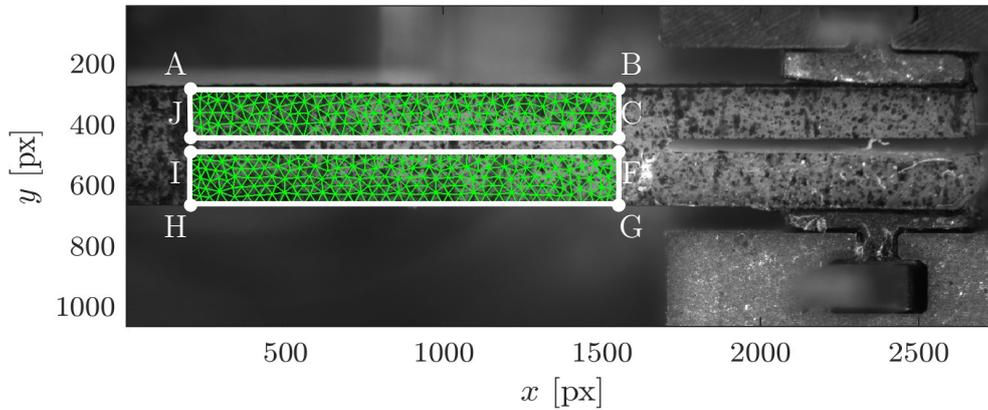


FIGURE 4.5 – Maillage de la DIC.

4.1.5 Mise en place de l'I-DIC

La qualité de l'identification de paramètres $\{p\}$ par I-DIC dépend de trois variables. La première est la sensibilité du champ de déplacement en sortie du modèle numérique \vec{u}^{FEM} aux paramètres $\{p\}$. La sensibilité décrit l'impact d'une légère perturbation de $\{p\}$ sur \vec{u}^{FEM} . Plus cette sensibilité est élevée et meilleure sera l'identification. La seconde variable sont les erreurs intrinsèques au modèle qui doivent être minimisées pour garantir une bonne qualité d'identification. La dernière variable est le bruit numérique des images utilisées pour l'I-DIC qui doit être le plus faible possible.

Lors de l'identification d' a_0 (section 4.2.1), le choix a été pris de réaliser l'I-DIC sur les onze images précédents l'amorce de la propagation de fissure (Figure 4.6) sur les zones d'intérêts (ou *Region of Interests* (ROIs) en anglais) formées par les quadrilatères ABCJ et IFGH définis à la Figure 4.4. Ainsi,

l'I-DIC a été réalisée aux moments où \vec{u}^{FEM} était le plus sensible à a_0 tout en évitant de capter l'endommagement apparaissant durant la propagation de fissure. En effet, pour rappel, le modèle numérique lors de l'identification d' a_0 considère que la couche d'adhésif ne s'endommage pas.

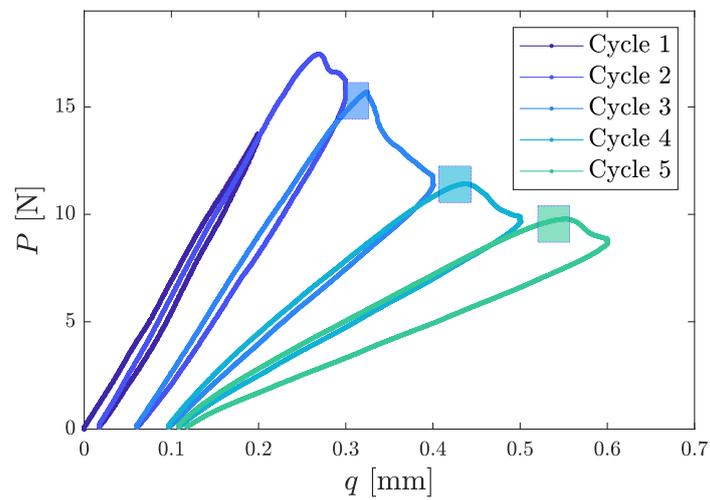


FIGURE 4.6 – Évolution de la force P - déplacement de la traverse q durant l'essai MMMB B_8 . Les zones colorées correspondent aux moments où les images ont prises pour l'identification de la longueur initiale de fissure a_0 .

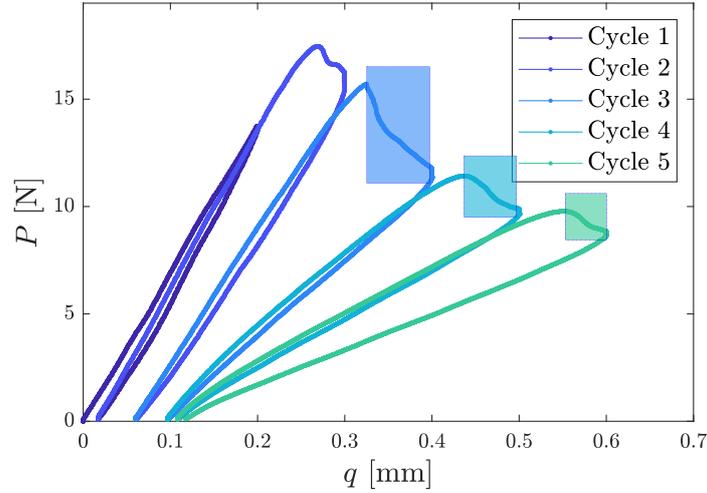


FIGURE 4.7 – Évolution de la force P - déplacement de la traverse q durant l’essai MMB B_8 . Les zones colorées correspondent aux moments où les images sont prises pour l’identification de K_I , de Δ_I^o et de G_c .

Pour l’identification des paramètres de la TSL (section 4.2.2), la sensibilité de \vec{u}^{FEM} aux paramètres K_I , Δ_I^o et G_c étant maximale durant la propagation de fissure, l’identification a été réalisée sur les images prises durant la fissuration sur ROI_{top} et ROI_{bot} pour chaque cycle (Figure 4.7). Ce choix permet aussi de minimiser les énergies parasites captées durant l’identification qui éloignent les essais des hypothèses de la mécanique linéaire élastique de la rupture (section 3.3.1).

4.2 Résultats et discussion

4.2.1 Identification de la position du front de fissure a_0

Dans un premier temps, une étude de sensibilité est menée afin d’étudier l’influence de la variation d’ a_0 sur le champ de déplacement \vec{u}^{FEM} . Ensuite, les résultats de l’identification sont présentés. Enfin, l’analyse des résidus est réalisée pour discuter de la qualité de l’identification. Les analyses de la sensibilité et des résidus sont faites de manière approfondie dans le but de familiariser le lecteur à ces concepts.

Il est important de noter que l’axe x des images est orientée de la gauche vers la droite et l’axe y du haut vers le bas (Figure 4.8). Ainsi, la composante x d’un déplacement est positif si celui-ci est orienté vers la droite et la composante y est négative s’il est orienté vers le haut.

En suivant l'approximation de Taylor d'ordre 1, le champ de sensibilité décrit l'impact d'une augmentation de 100 % d'un des paramètres recherchés sur le champ de déplacement \vec{u}^{FEM} . Le paramètre étudié ici est la longueur initiale de fissure a_0 . Son champ de sensibilité à l'initialisation de l'algorithme de Gauss-Newton $[S(t, a_0^0)]$ s'exprime par différence finie comme :

$$[S(t, a_0^0)]_k \approx \frac{\vec{u}_{tk}^{\text{FEM}}(a_0^0(1 + \Delta_{a_0}^*)) - \vec{u}_{tk}^{\text{FEM}}(a_0^0)}{\Delta_{a_0}^*} \quad (4.16)$$

où a_0^0 la longueur a_0 à l'initialisation de l'algorithme de Gauss-Newton et $\Delta_{a_0}^* = 10\%$.

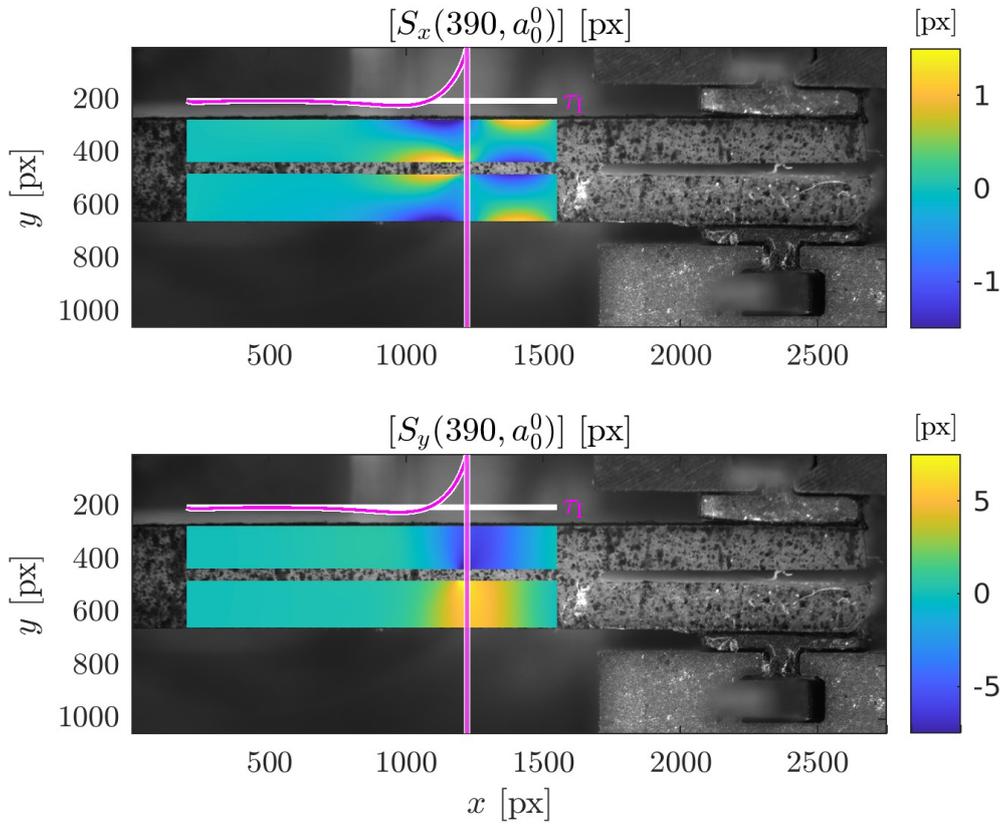


FIGURE 4.8 – Champs de sensibilité d' a_0^0 à l'image 390. $[S_x(390, a_0^0)]$ et $[S_y(390, a_0^0)]$ sont respectivement les sensibilités sur les composantes x et y de \vec{u}^{FEM} . L'évolution de π_1 en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top}. Échelle : 1 px = 5 μm .

L'étude du champ de sensibilité a été réalisée sur le cycle 4. L'I-DIC a été faite sur les images comprises entre 380 et 390 de la série d'images g prises durant B_8 . En principe, ce champ devrait être représenté en fonction de x, y

et t . Le choix a été pris de le tracer à l'image où la sensibilité est maximale, c'est-à-dire juste avant le début de la propagation de fissure (Figure 4.8).

En suivant l'approximation de Taylor d'ordre 1, la Figure 4.8 représente l'impact de doubler a_0^0 sur les composantes x et y de \vec{u}^{FEM} à l'image 390, notée respectivement $[S_x(390, a_0^0)]$ et $[S_y(390, a_0^0)]$. Au-dessus des champs de sensibilité ont été tracés en magenta l'évolution de τ_1 en fonction de x et la position du front de fissure (droite verticale).

Les extremums de $[S_x(390, a_0^0)]$ sont proches de $\pm 5 \mu\text{m}$ (± 1 px) et localisés de part et d'autre du front de fissure sur les bords hauts et bas des deux ROIs. La composante x de \vec{u}^{FEM} , nommée u_x^{FEM} , est très peu sensible sur le reste des ROIs. Pour $[S_y(390, a_0^0)]$, une forte sensibilité est observée de part et d'autre du front de fissure avec des extremums supérieurs à $\pm 25 \mu\text{m}$ (± 5 px). La composante y de \vec{u}^{FEM} , nommée u_y^{FEM} , est très peu sensible sur le reste des ROIs.

Les résultats montrent qu' u_y^{FEM} est plus sensible à une variation d' a_0 qu' u_x^{FEM} . Ainsi, l'identification a majoritairement été réalisée sur u_y^{FEM} . Ce résultat était attendu étant donné que les déplacements sont principalement portés par y . Ce constat étant vrai pour tous les paramètres étudiés, seuls les champs dépendant d' u_y^{FEM} sont tracés dans ce qui suit.

De plus, $[S_y(390, a_0^0)]$ est négative sur ROI_{top} et positive sur ROI_{bot} . Ainsi, en suivant l'approximation de Taylor d'ordre 1, un allongement de 100 % d' a_0 créera une ouverture de 10 px au niveau de la position initiale du front de fissure. Cette ouverture est élevée en regard des champs de déplacement en front de fissure (ouverture inférieure à 1 px). Ainsi, une variation d' a_0 a une forte influence sur u_y^{FEM} . On dit alors que l'identification est sensible à a_0 . L'étude des sensibilités à a_0 étant similaire pour les deux autres cycles, la longueur initiale de fissure est sensible pour tous les cycles étudiés.

a_0 [px]	DIC	I-DIC
Cycle 3	332	329
Cycle 4	726	717
Cycle 5	1010	989

TABLEAU 4.1 – a_0 identifiée par DIC (méthode présentée à la section 3.2.4) et par I-DIC.

Le Tableau 4.1 présente la longueur initiale de fissure a_0 identifiée par DIC (méthode présentée à la section 3.2.4) et par I-DIC. La différence observée entre les deux méthodes (3 px pour le cycle 3, 9 px pour le cycle 4 et 21 px pour le cycle 5) provient de la définition du front de fissure. Dans la section 3.2.4,

le front de fissure était défini cinématiquement par la position où l'ouverture était égale à cinq fois l'incertitude sur la séparation équivalente entre les deux ROIs. Ainsi, pour B_8 , la pointe de fissure a été localisée à la position où l'ouverture vaut $2.9 \mu\text{m}$ (0.58 px). En revanche, le front de fissure a été défini mécaniquement par I-DIC par la position où la traction maintenant la cohésion de la couche d'adhésif est maximale. L'ouverture est respectivement de $3.3 \mu\text{m}$ (0.66 px), $4.1 \mu\text{m}$ (0.82 px), et $4.7 \mu\text{m}$ (0.94 px) aux positions des fronts de fissure identifiées par I-DIC. Ces ouvertures sont supérieures à celles définissant la position du front de fissure cinématiquement. Ainsi, les a_0 identifiées par I-DIC sont inférieures à celles identifiées par DIC.

À présent, la qualité de l'identification d' a_0 est discutée en étudiant les champs de résidu \vec{r}_u définis par :

$$\vec{r}_u = \vec{u}^{\text{DIC}} - \vec{u}^{\text{FEM}} \quad (4.17)$$

où \vec{u}^{DIC} le champ de déplacement évalué par DIC. \vec{r}_u exprime l'écart du champ mesuré par DIC avec celui calculé par simulation numérique. Ainsi, il décrit le champ de déplacement à ajouter à \vec{u}^{FEM} pour qu'il soit identique à \vec{u}^{DIC} . En principe, ce champ devrait être représenté en fonction de x , y et t pour une itération donnée de l'algorithme de Gauss-Newton. Cependant, il est souvent tracé à l'instant où le résidu global est maximal car c'est à ce moment que la description globale du modèle est la plus erronée. Le résidu global est défini comme $\eta/\sqrt{N_k}$ où η la racine de la fonction coût (Équation 4.1) et N_k le nombre de pixels dans les ROIs.

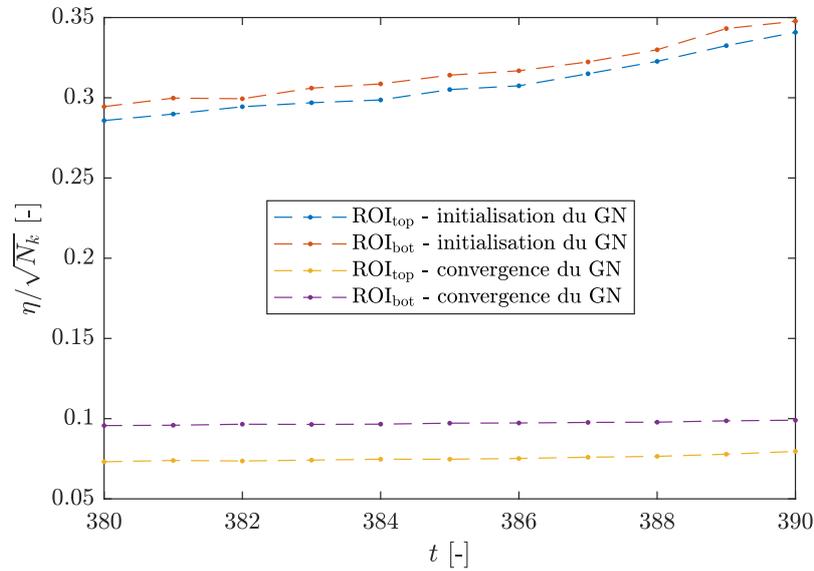


FIGURE 4.9 – Évolution du résidu global pour les deux ROIs en fonction des images étudiées à l’initialisation et à la convergence de l’algorithme de Gauss-Newton (GN).

Les courbes de la Figure 4.9 représentent l’évolution du résidu global pour les deux ROIs à l’initialisation et à la convergence de l’algorithme de Gauss-Newton en fonction des images. Pour chaque image, le résidu global diminue (par exemple, de 0.35 à 0.1 pour le ROI_{bot} à l’image 390). Ainsi, la longueur a_0 identifiée diminue bien la fonction coût η^2 . De plus, le champ de résidu a été tracé à l’image 390 car le résidu global y est maximal (Figure 4.10).

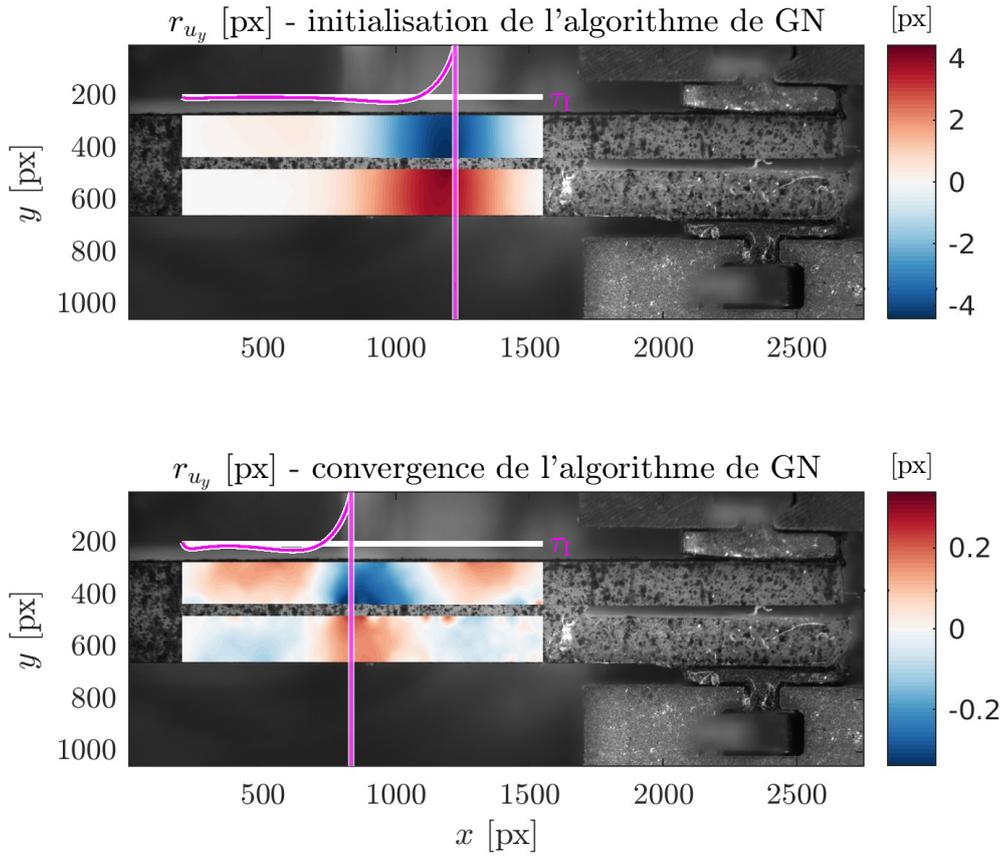


FIGURE 4.10 – Composante y de \vec{r}_u à l'image 390 pour l'initialisation et la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton (GN). L'évolution de π en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top} . Échelle : 1 px = 5 μm .

La Figure 4.10 représente la composante y de \vec{r}_u à l'image 390 pour l'initialisation et la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton. A l'initiation de l'algorithme de Gauss-Newton, la composante y de \vec{r}_u est négative sur le ROI_{top} et positive sur le ROI_{bot} . Il faut donc ajouter une ouverture proche de 40 μm (8 px) au niveau du front de fissure pour minimiser le résidu. Durant la minimisation, la longueur initiale de fissure a_0 s'est accrue pour ajouter cette ouverture diminuant la valeur maximale du résidu de près de 19 μm (3.8 px). Pour pouvoir discuter de la fiabilité de l'identification d' a_0 , ce champ de résidu est comparé au champ de déplacement de l'éprouvette.

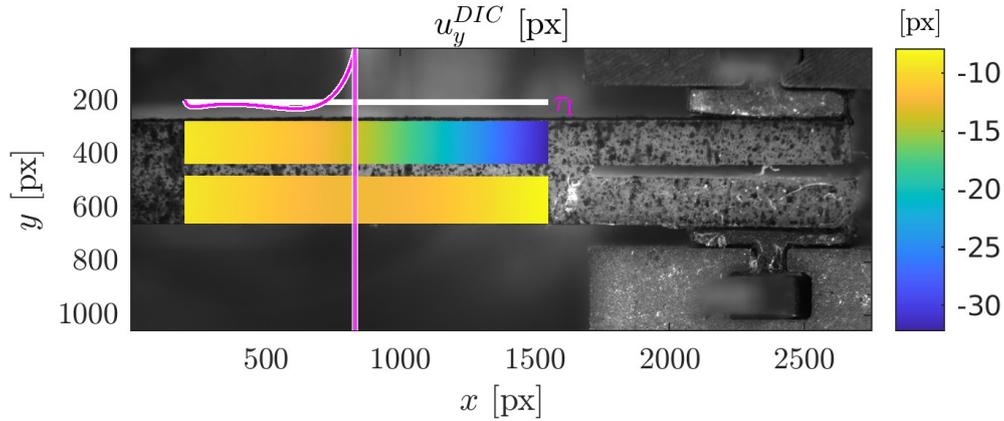


FIGURE 4.11 – Composante y du champ de déplacements \vec{u}^{DIC} à l'image 390. Échelle : 1 px = 5 μm .

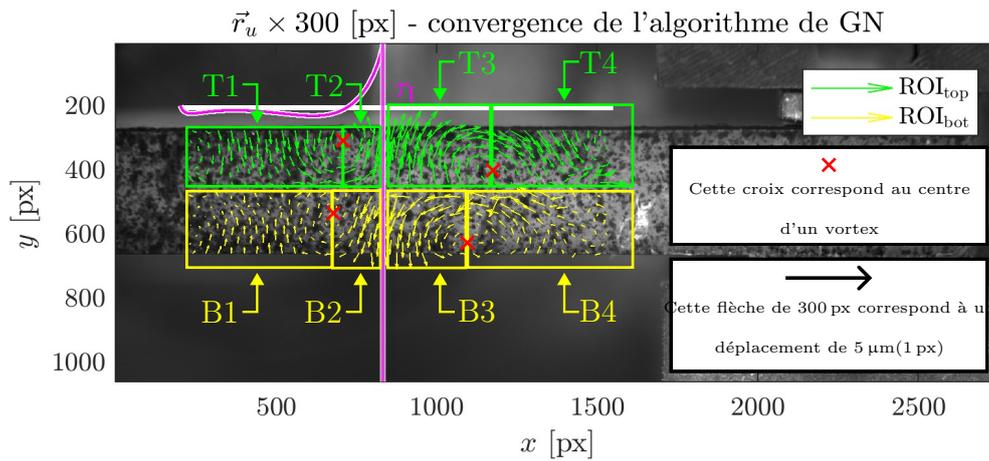


FIGURE 4.12 – \vec{r}_u (grossissement $\times 300$) à l'image 390 pour la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton (GN). L'évolution de τ_1 en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top} . Échelle : 1 px = 5 μm .

La Figure 4.11 représente la composante y du champ de déplacement \vec{u}^{DIC} à l'image 390. La déformée des deux ROIs est respectivement de 100 μm (20 px) et 25 μm (5 px). Le résidu maximal observé à convergence sur la Figure 4.10 est proche de 1 μm (0.2 px). Le résidu est à un ordre de grandeur strictement inférieur aux déformations des adhérents. La pointe de fissure est donc bien identifiée pour le cycle 4. Cependant, le champ de résidu non nul indique qu'une partie de la cinématique n'est pas captée par le modèle. Une discussion

est menée dans ce qui suit pour expliquer les raisons probables de l'existence de ce résidu après la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton.

La Figure 4.12 représente le champ de résidu \vec{r}_u à l'image 390 à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton. Son amplitude est multipliée par un facteur de 300 pour une meilleure visualisation. Ainsi, une flèche avec une norme de 1.5 mm (300 px) correspond à un déplacement de $5\ \mu\text{m}$ (1 px). De plus, les flèches vertes et jaunes représentent respectivement les résidus sur ROI_{top} et ROI_{bot} .

La Figure 4.12 montre qu'une ouverture manque au niveau du front de fissure (zones T2, T3, B2 et B3 de la Figure 4.12). L'équilibre statique fait que ce manque d'ouverture a été compensé par un défaut de fermeture aux extrémités des ROIs (zones T1, T4, B1 et B4 de la Figure 4.12). De plus, les zones T3 / T4 et B3 / B4 de la Figure 4.12 se sont respectivement déformées en cisaillement anti-horaire et horaire. La recherche de l'équilibre statique fait que ces cisaillements ont été compensés dans les zones T1, T2, B1 et B2. Le résidu de la Figure 4.12 montre que le cisaillement estimé par le modèle numérique doit être réduit. Ainsi, ce modèle surestime les déformations en cisaillement.

Les choix de modélisation sont probablement à l'origine des résidus observés à la Figure 4.12. En effet, le modèle numérique a été défini parfaitement élastique. Or, si l'endommagement pouvant apparaître en front de fissure avant le début d'une propagation de fissure était considéré, la longueur initiale de fissure a_0 augmenterait ajoutant localement l'ouverture manquante. De plus, une erreur sur la raideur des adhérents et de la couche d'adhésif peut aussi amener un décalage vers la gauche du front de fissure.

En outre, la combinaison d'ouverture, de fermeture et de cisaillement crée des vortex sur la Figure 4.12 dont les centres sont indiqués par des croix rouges. Ces centres indiquent les zones de passage entre les résidus positifs et négatifs. Les centres des vortex de ROI_{bot} sont décalés vers la gauche par rapport à ceux de ROI_{top} . La raideur entre les deux adhérents est donc probablement différente. Les deux raisons vraisemblables à la différence de raideur sont une évolution de l'épaisseur de l'éprouvette et la non prise en compte dans le modèle numérique des points matériels de la couche d'adhésif qui reste collé à l'adhérent du bas. De plus, les centres des vortex ne sont pas centrés sur la fibre neutre des adhérents. Ainsi, un gradient de la raideur existerait au sein même des adhérents.

Finalement, ce modèle numérique bilinéaire est suffisant pour capter la majeure partie de la cinématique. Les champs de résidu r_y étant similaires pour les deux autres cycles, la longueur initiale de fissure est identifiée pour tous les cycles étudiés. Le modèle numérique nécessaire à la calibration des TSLs

peut donc être construit.

4.2.2 Identification des paramètres K_I , Δ_I^o et G_c

Pour les trois cycles étudiés (3, 4 et 5), des problèmes de convergence ont été rencontrés lors de l'identification des trois paramètres avec Δ_I^o qui diverge et K_I et G_c qui convergent. Une première solution envisagée a été de fixer Δ_I^o égale à $2\ \mu\text{m}$ ($0.4\ \text{px}$), puis d'identifier K_I et G_c en regard de ce paramètre. Une étude de la sensibilité du champ \bar{u}^{FEM} aux paramètres K_I , Δ_I^o et G_c durant le cycle 4 a été menée pour déterminer si la stratégie proposée est pertinente. Les champs de sensibilité ont été tracés à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton aux images 392 et 407 qui correspondent respectivement à la première et la dernière image de la série d'images g .

La Figure 4.13 représente la sensibilité de u_y^{FEM} à K_I aux images 392 et 407 à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton. L'évolution de τ_1 en fonction de x et la position du front de fissure (droite verticale) ont été tracées en magenta au dessus des ROI_{top} .

A l'image 392, la longueur de fissure a s'est accrue sans qu'aucun des points matériels de la couche d'adhésif n'ait échoué. De plus, une partie des points matériels à gauche de la pointe de fissure est soumise à de la compression ($\tau_1 < 0$). Cette observation est habituelle lors de l'utilisation de TSLs ([139]). Cette zone permet d'équilibrer la traction surfacique positive maintenant la cohésion de la matière. De plus, à l'image 392, la sensibilité de u_y^{FEM} à K_I varie de $\pm 2.5\ \mu\text{m}$ ($\pm 0.5\ \text{px}$) sur une zone large à droite du front de fissure. A l'image 407, la sensibilité est localisée au niveau du front de fissure et sa valeur varie entre $\pm 1\ \mu\text{m}$ ($\pm 0.2\ \text{px}$). u_y^{FEM} est donc plus sensible à K_I au début de la propagation de fissure qu'à la fin. D'autre part, la sensibilité est positive sur ROI_{top} et négative sur ROI_{bot} . Une augmentation de K_I rigidifie donc le système et freine donc l'ouverture des adhérents.

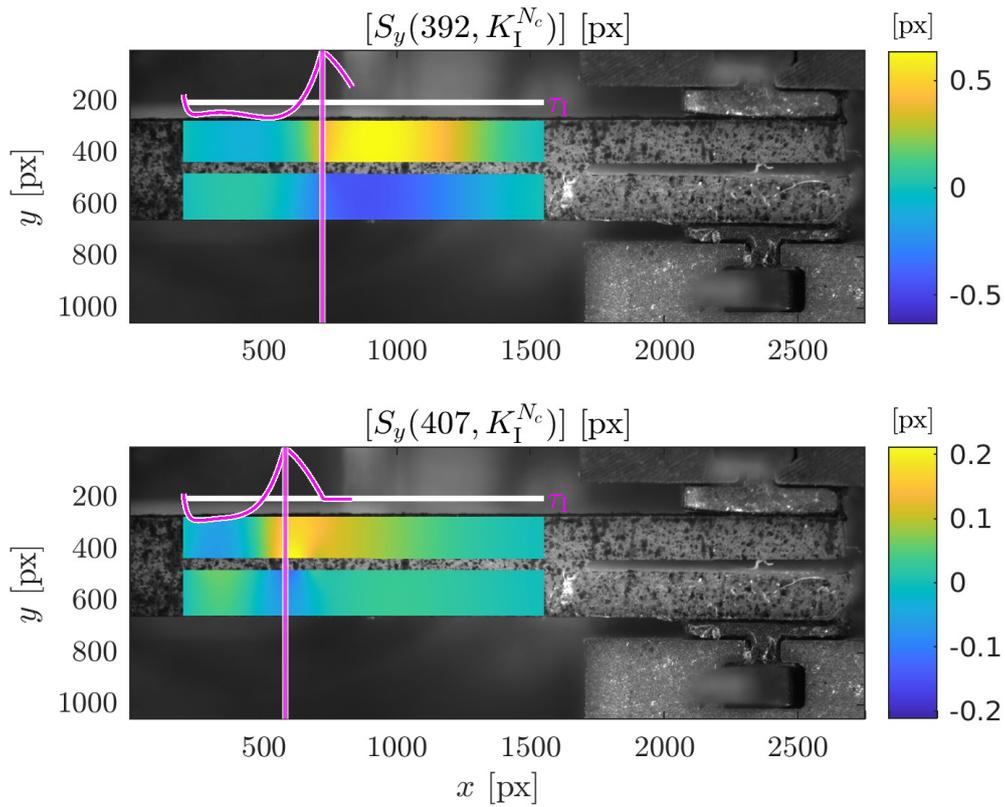


FIGURE 4.13 – Champ de sensibilité au paramètre K_I aux images 392 et 407 à la convergence de l’algorithme de Gauss-Newton (GN) où N_c l’itération à la convergence de l’algorithme de Gauss-Newton. L’évolution de τ_I en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top} . Échelle : 1 px = 5 μm .

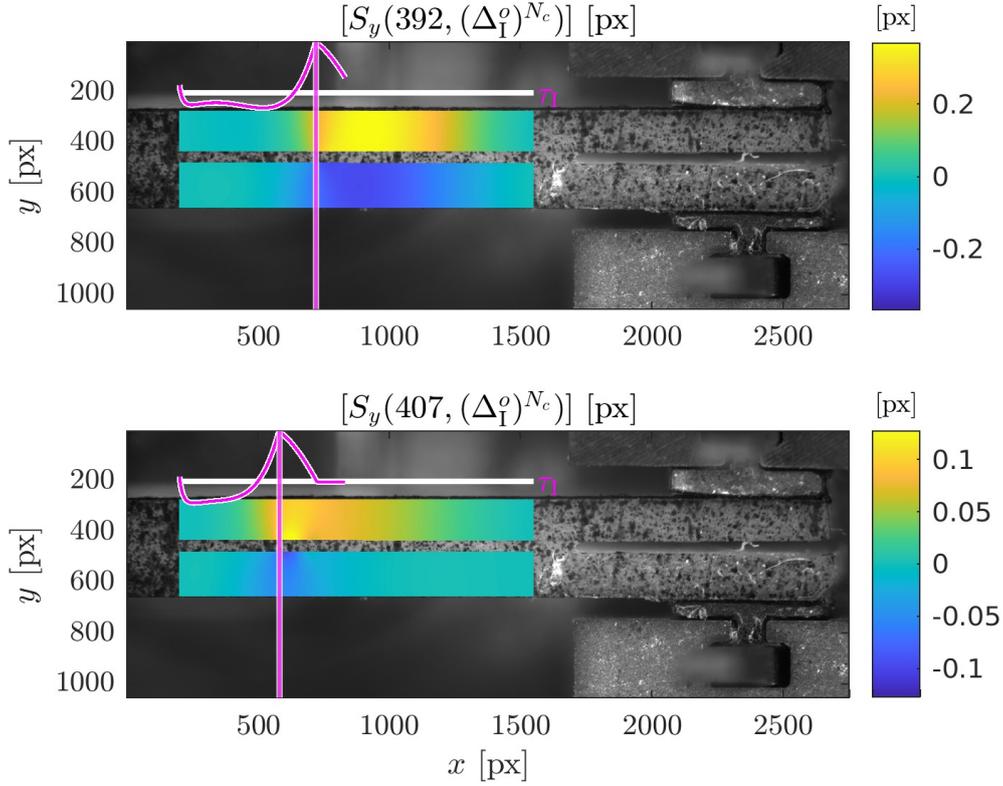


FIGURE 4.14 – Champ de sensibilité au paramètre Δ_I^o aux images 392 et 407 à la convergence du Gauss-Newton où N_c l'itération à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton. L'évolution de τ_I en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top} . Échelle : 1 px = 5 μm .

La Figure 4.14 représente la sensibilité de u_y^{FEM} à Δ_I^o aux images 392 et 407 à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton. A l'image 392, la sensibilité de u_y^{FEM} à Δ_I^o varie de plus de $\pm 1 \mu\text{m}$ ($\pm 0.2 \text{px}$) sur une zone large à droite du front de fissure. A l'image 407, la plus forte sensibilité est localisée au front de fissure et sa valeur varie entre $\pm 0.5 \mu\text{m}$ ($\pm 0.1 \text{px}$). u_y^{FEM} est donc plus sensible à Δ_I^o au début de la fissuration qu'à la fin. De plus, la sensibilité est positive sur ROI_{top} et négative sur ROI_{bot} . Une augmentation de Δ_I^o diminue les points matériels endommagés et freine donc l'ouverture des adhérents.

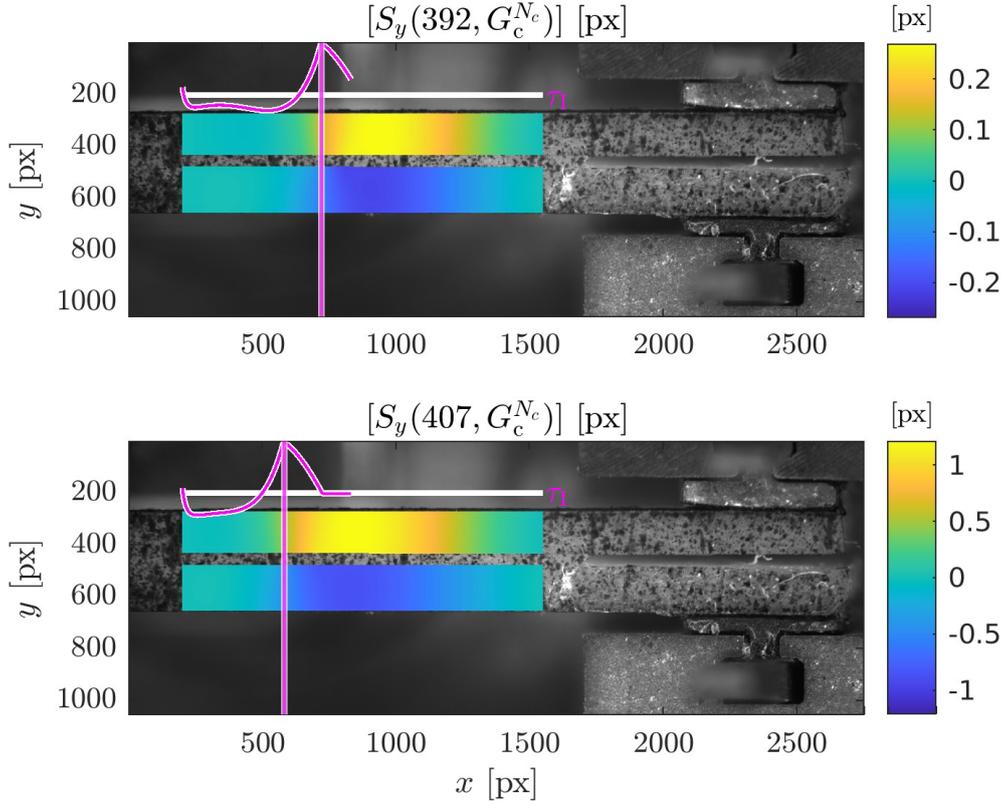


FIGURE 4.15 – Champ de sensibilité au paramètre G_c aux images 392 et 407 pour la meilleure itération de l’algorithme de Gauss-Newton. L’évolution de π_1 en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top} . Échelle : 1 px = 5 μm .

La Figure 4.15 représente la sensibilité de u_y^{FEM} à G_c aux images 392 et 407 à la convergence de l’algorithme de Gauss-Newton. A l’image 392, la sensibilité de u_y^{FEM} à G_c varie de plus de $\pm 1 \mu\text{m}$ ($\pm 0.2 \text{ px}$) sur une zone large à droite du front de fissure. A l’image 407, la plus forte sensibilité est toujours localisée sur une zone large à droite du front de fissure mais avec une valeur variant entre $\pm 5 \mu\text{m}$ ($\pm 1 \text{ px}$). u_y^{FEM} est donc plus sensible à G_c à la fin de la fissuration qu’au début. De plus, une augmentation de G_c freine l’ouverture des adhérents car la sensibilité est positive sur ROI_{top} et négative sur ROI_{bot} .

L’évolution temporelle des zones de forte sensibilité à K_I (Figure 4.13) et à Δ_I° (Figure 4.14) est similaire. Ces deux paramètres sont donc fortement couplés. L’association de ce couplage aux bruits numériques des images fait que la matrice $[M^{\text{IDIC}}]$ est mal conditionnée. Ces problèmes de conditionnement ont probablement été à l’origine de la divergence de Δ_I° .

Le choix de fixer Δ_1^o pour identifier K_I et G_c était donc pertinent car il retire de l'identification le paramètre le moins sensible. Une autre possibilité pour résoudre les problèmes de conditionnement serait d'ajouter de l'information à l'identification. Les paramètres recherchés (K_I , Δ_1^o et G_c) sont extrêmement sensibles à la force [146]. Dans nos identifications, la force intervient seulement par le biais de la résolution du modèle numérique par les éléments finis. La force dépend donc de la raideur des adhérents dont la description présente probablement des erreurs (section 4.2.1). L'ajout d'une pénalisation par la force mesurée expérimentalement au problème de minimisation (Équation 4.1) faciliterait sans doute sa convergence.

Les informations ajoutées peuvent aussi prendre la forme de points matériels. Dans nos travaux, l'identification a seulement été réalisée sur les adhérents. Or, les points matériels les plus sensibles à K_I et Δ_1^o sont probablement ceux appartenant à la couche d'adhésif. L'ajout de ces points matériels dans la minimisation pourrait améliorer le conditionnement de la matrice $[M^{\text{IDIC}}]$.

Les zones de forte sensibilité à K_I (Figure 4.13) et à G_c (Figure 4.15) sont similaires à l'image 392. En revanche, la sensibilité à K_I est localisée au niveau du front de fissure à l'image 407 tandis que la sensibilité à G_c est sensible sur une zone large à droite du front de fissure. De plus, u_y^{FEM} est plus sensible à K_I qu'à G_c à l'image 392 et cette tendance s'inverse à l'instant 407. Ainsi, les zones et l'amplitude des sensibilités à ces deux paramètres sont distinguables. De ce fait, malgré le couplage entre K_I et G_c et le bruit numérique, la matrice $[M^{\text{IDIC}}]$ est bien conditionnée, ce qui permet leur identification par I-DIC (Tableau 4.2).

	K_I [N/mm ³]	G_c [J/m ²]
Cycle 3	11700	147
Cycle 4	11370	152
Cycle 5	11570	193

TABLEAU 4.2 – Paramètres identifiés par I-DIC pour les trois cycles étudiés.

Le Tableau 4.2 renseigne sur les K_I et les G_c identifiés par I-DIC pour les trois cycles étudiés. La variabilité faible de K_I (136 N/mm³) indique que la rigidité a bien été identifiée pour un Δ_1^o fixé à 2 μm . Pour G_c , les valeurs obtenus aux cycles 3 et 4 sont proches. En revanche, la valeur identifiée au cycle 5 est déraisonnablement élevée. L'étude des champs de résidu peut permettre d'identifier les causes de cette incohérence.

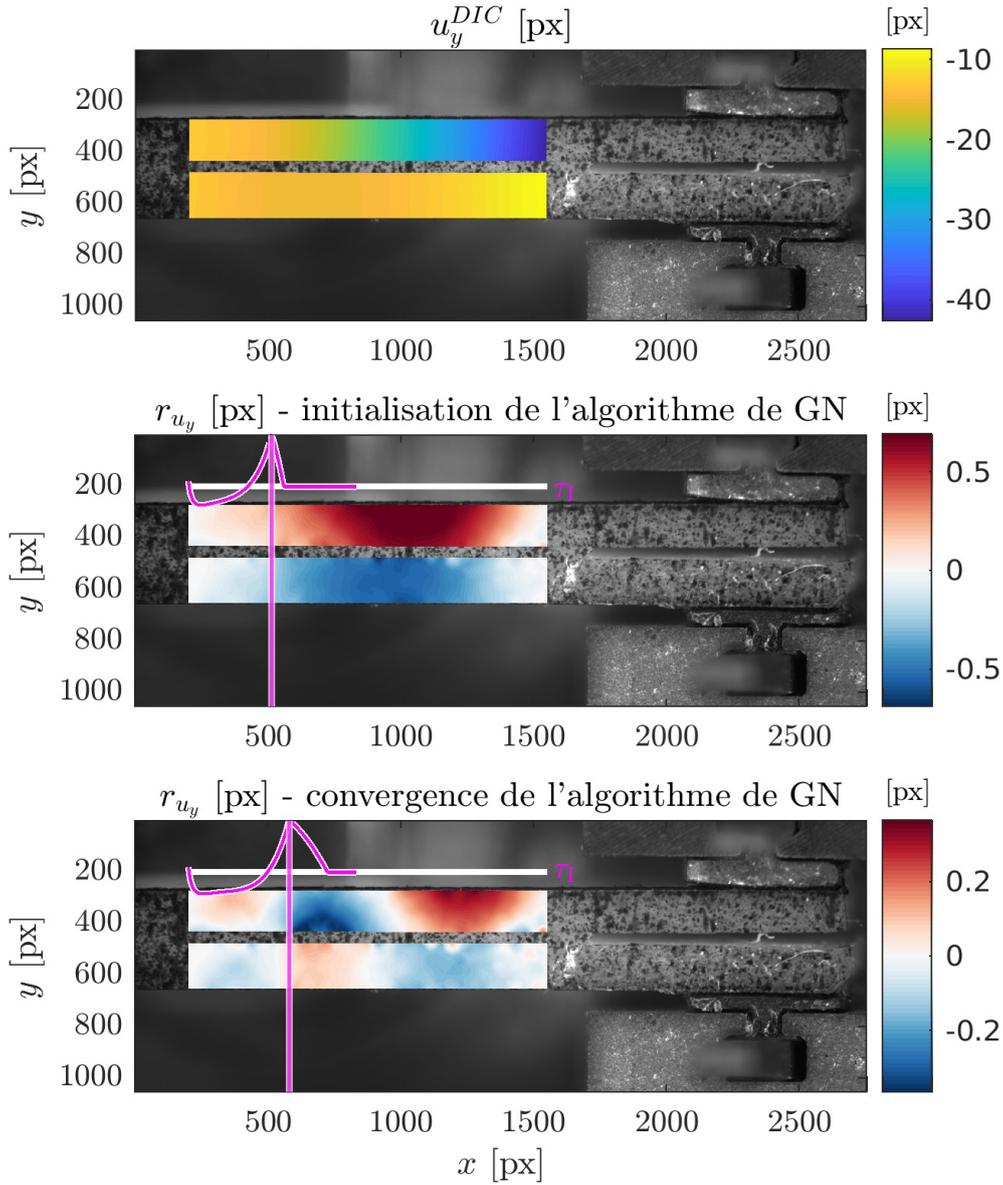


FIGURE 4.16 – Composante y de \vec{u}^{DIC} et de \vec{r}_u à l'initialisation et à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton pour l'image 407. L'évolution de τ_1 en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top} . Échelle : 1 px = 5 μ m.

La Figure 4.16 représente la composante y de \vec{u}^{DIC} et de \vec{r}_u pour la première itération et à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton à l'image 407. La déformée des deux ROIs est respectivement de 150 μ m (30 px) et de 25 μ m (5 px). De plus, les zones de résidus se sont réduites durant l'identification

avec un résidu maximal diminuant de $2.5 \mu\text{m}$ (0.5 px) à un peu plus de $1 \mu\text{m}$ (0.2 px). Les résidus à la convergence étant strictement inférieurs à la déformée des poutres, les paramètres obtenus décrivent de manière suffisante le comportement de la couche d'adhésif au cycle 4. Cependant le résidu non nul indique qu'une partie de la cinématique n'est pas captée par la modélisation.

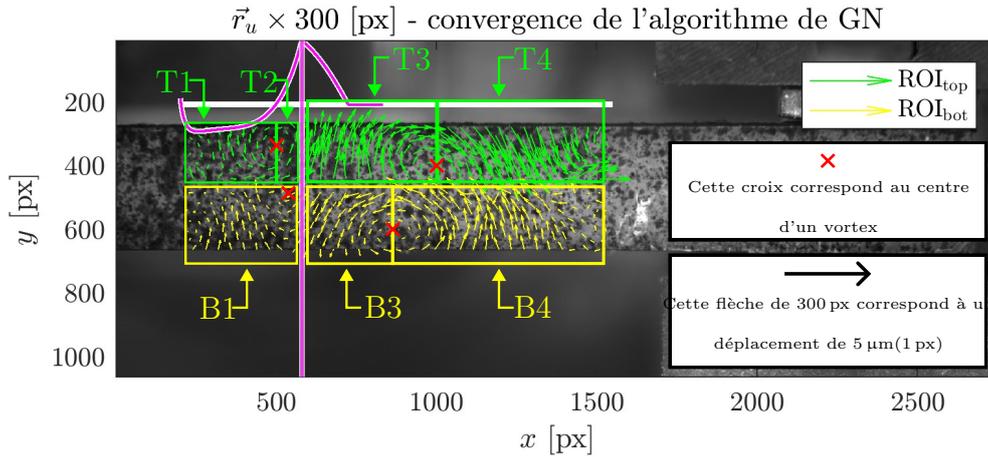


FIGURE 4.17 – \vec{r}_u grossis par un facteur 300 à l'image 407 pour la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton. L'évolution de τ_1 en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top} . Échelle : $1 \text{ px} = 5 \mu\text{m}$.

Dans le but d'alimenter la discussion sur l'origine du résidu non nul, l'amplitude du champ \vec{r}_u qui a été grossie par un facteur 300 est représentée à la Figure 4.17 pour la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton à l'image 407. Une flèche avec une norme de 1.5 mm (300 px) correspond à un déplacement de $5 \mu\text{m}$ (1 px). De plus, les flèches vertes et jaunes représentent respectivement les résidus sur ROI_{top} et ROI_{bot} et les croix rouges indiquent la position des centres des vortex de résidus.

La forme du champ de résidu est similaire à celui de la Figure 4.12 avec un manque d'ouverture au niveau du front de fissure et une compensation d'une déformation en cisaillement trop élevée dans le modèle numérique. Le comportement mécanique autour du front de fissure est principalement contrôlé par la TSL bilinéaire de la couche d'adhésif. Cette TSL n'a vraisemblablement pas la finesse nécessaire pour décrire le comportement complexe de la couche d'adhésif autour de la process zone. Une TSL exponentielle pourrait être une bonne alternative [147]. Dans une moindre mesure, les erreurs sur la raideur des adhérents sont aussi une source de résidus comme lors de l'identification du front de fissure.

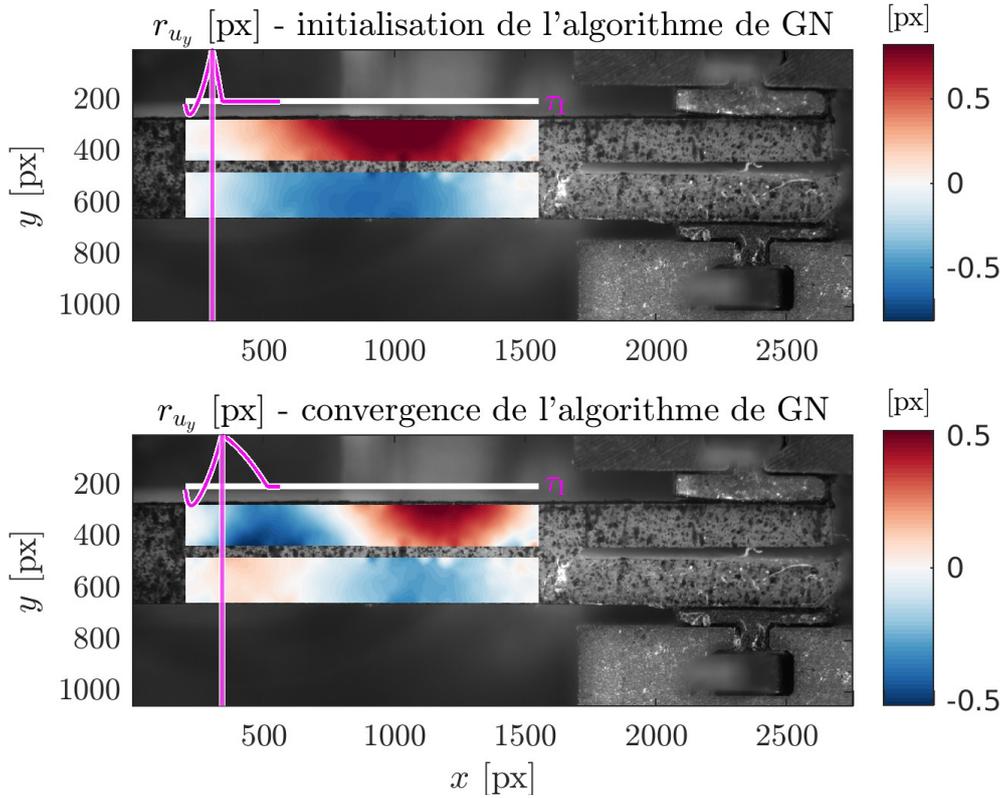


FIGURE 4.18 – Composante y de \vec{u}^{DIC} et de \vec{r}_u à l'initialisation et à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton pour la dernière image de l'identification du cycle 5. L'évolution de τ_1 en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top} . Échelle : $1 \text{ px} = 5 \mu\text{m}$.

A présent, dans le but d'identifier les causes possibles au CERR équivalent anormalement élevé au cycle 5, la composante y de \vec{r}_u est représentée à la Figure 4.18 pour la dernière image de l'identification à l'initialisation et à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton. Au-dessus des champs de résidu ont été tracés en magenta l'évolution de τ_1 en fonction de x et la position du front de fissure.

La forme des champs de résidu est similaire à ceux du cycle 4 (Figure 4.16). En revanche, l'apparence de l'évolution de τ_1 est différente. Pour le cycle 4, sa forme est conforme à celle attendue avec une zone rompue, une zone endommagée, une zone élastique et une zone comprimée. La zone comprimée assure l'équilibre statique avec la traction maintenant la cohésion de la couche d'adhésif. Pour le cycle 5, la zone de compression est quasi inexistante. La proximité du front de fissure avec les conditions limites imposées sur [HI] et

[JA] (Figure 4.4) empêche probablement le développement de la process zone. Une solution à ce problème serait d'agrandir les ROIs vers la gauche.

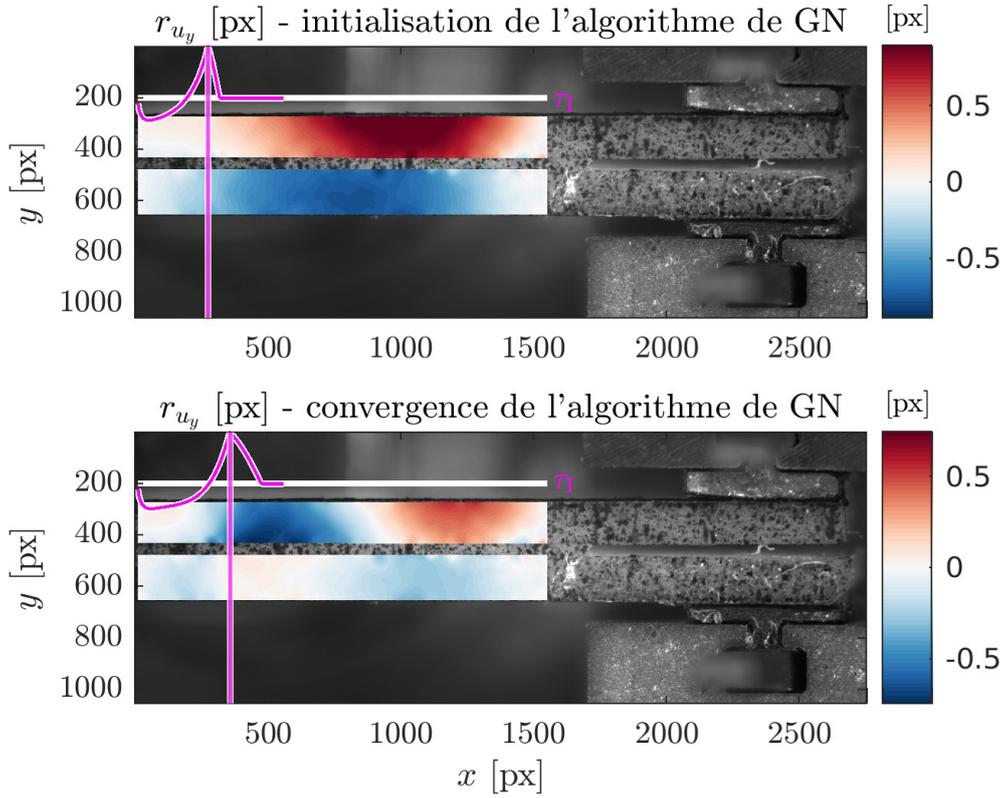


FIGURE 4.19 – Composante y de \vec{r}_u à l'initialisation et à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton pour la dernière image de l'identification du cycle 5 avec les ROIs élargies. L'évolution de τ_I en fonction de x et la position du front de fissure sont tracées au dessus des ROI_{top} . Échelle : 1 px = 5 μm .

La Figure 4.19 représente la composante y de \vec{r}_u à l'initialisation et à la convergence de l'algorithme de Gauss-Newton pour la dernière image de l'identification pour le cycle 5 avec les ROIs élargies. La forme des champs de résidus et de l'évolution de τ_I sont similaires à ceux du cycle 4 (Figure 4.16). Les conditions limites doivent donc bien être éloignées du front de fissure pour laisser la process zone se développer.

	K_I [N/mm ³]	G_c [J/m ²]
Cycle 3	11700	147
Cycle 4	11370	152
Cycle 5	14388	150

TABLEAU 4.3 – Paramètres identifiés par I-DIC pour les trois cycles. Les paramètres des cycles 3 et 4 ont été identifiés sur les ROIs de la Figure 4.4 et ceux du cycle 5 sur les ROIs élargis (Figure 4.19)

Le Tableau 4.3 présente les mêmes résultats que le Tableau 4.2 mis à part que les paramètres renseignés au cycle 5 sont ceux identifiés sur les ROIs élargis. Durant cette identification, la sensibilité du problème à K_I est faible et explique la valeur anormalement élevée obtenue. En revanche, le problème reste sensible à G_c et converge à 150 J/m². Cette valeur a été vérifiée en réalisant une identification avec G_c comme seul paramètre dont le résultat vaut bien 150 J/m². La moyenne (\pm écart-type) du CERR équivalent durant l'essai B_8 est de 150 ± 2.5 J/m². Finalement, comme pour le cycle 4, la modélisation décrit bien le comportement macroscopique de l'éprouvette mais manque de finesse pour capter l'influence des phénomènes se déroulant autour du front de fissure.

G_c [J/m ²]	Méthode des aires	I-DIC
Cycle 3	175	147
Cycle 4	158	152
Cycle 5	140	150

TABLEAU 4.4 – CERR équivalent obtenu par la méthode des aires et par l'I-DIC pour les trois cycles étudiés.

Les CERRs équivalents évalués par I-DIC et par la méthode des aires décrivent tous deux le rapport de l'énergie dissipée durant la propagation de fissure sur la surface créée. Les résultats obtenus par ces deux méthodes peuvent donc être comparés. Le Tableau 4.4 renseigne sur les CERRs équivalents évalués par ces deux méthodes. Les différences entre les deux sont respectivement de 28 J/m², 6 J/m² et 10 J/m² pour les cycles 3, 4 et 5. Mis à part pour le cycle 3, les résultats sont relativement proches. L'écart élevé au cycle 3 s'explique par le non respect de l'hypothèse qui dit que l'énergie dissipée autrement que par fissuration est négligeable. En effet, un déplacement résiduel important est observé durant la décharge de la courbe ($P-q$) du cycle 3 (Figure 4.7). Ce déplacement résiduel est probablement lié à la fermeture des micro-porosités dans la process zone ; le frottement entre les lèvres des fissures ; ou encore les possibles particules ou la rugosité empêchant le retour à l'état initial. Une grande partie

de l'énergie totale dissipée est donc due à ce déplacement résiduel. Dans la méthode des aires, cette énergie totale est directement utilisée pour évaluer le CERR équivalent. Ainsi, l'adhérence est surestimée. En revanche, ces énergies parasites ne sont pas captées par l'I-DIC étant donné que l'identification est réalisée sur les images où la fissure se propage. Cette méthode est donc plus fiable pour identifier le CERR équivalent d'une couche d'adhésif.

4.3 Bilan et perspectives

Dans cette étude, une démarche a été proposée pour calibrer une TSL bilinéaire décrivant le comportement des couches d'adhésif dentaires par I-DIC. La calibration a été réalisée sur l'un des essais MMMB où la sollicitation est en mode-mixte I/II et pour l'ensemble de ses cycles avec une propagation de fissure stable et une déformée suffisamment importante, pour que les champs de déplacement soient sensibles aux paramètres recherchés. Les résultats expérimentaux ayant montré que l'influence du ratio de mixité I/II sur l'adhérence est négligeable, les paramètres définissant la TSL étudiée sont : la rigidité en mode I K_I , la séparation limite en mode I Δ_I^o et le taux de restitution d'énergie critique équivalent G_c .

Avant d'identifier ces paramètres, la longueur initiale de fissure a_0 a été identifiée par I-DIC pour chaque cycle. Ensuite, les paramètres $\{K_I, \Delta_I^o, G_c\}$ ont été recherchés sur les images prises durant la propagation de fissure. L'I-DIC a ainsi été réalisée aux moments où les champs de déplacement étaient les plus sensibles aux paramètres recherchés tout en minimisant la captation des énergies dissipées autrement que par propagation de fissure. Les G_c obtenus présentent une dispersion inférieure à ceux estimés par la méthode des aires (chapitre 3). Deux conclusions peuvent être tirées de ces résultats. La première conclusion est que, pour l'essai étudié, l'I-DIC est une méthode plus fiable que la méthode des aires pour estimer le CERR équivalent. La seconde conclusion est que la dispersion observée au chapitre 3 provient du non respect partiel des hypothèses nécessaires à l'application de la méthode des aires. La généralisation de cette méthode à l'ensemble des essais MMMB réalisés permettrait de quantifier la part de la dispersion dont l'origine est la sensibilité de l'adhérence aux protocoles de collage.

La TSL calibrée améliorera la description du comportement mécanique de la couche d'adhésif dans les modèles numériques visant à simuler la mécanique de l'assemblage dentaire prothétique. En effet, les simulations numériques seraient alors capables de prédire de manière réaliste la fissuration d'une couche d'adhésif au sein d'une RDI soumise à un chargement statique. En revanche, étant donné les difficultés d'identification des paramètres K_I et Δ_I^o , la description du comportement mécanique en front de fissure est insuffisante pour

prédire de manière fiable l'amorçage de la fissure. Une solution possible à ce problème serait de calibrer une TSL plus sophistiquée (comme une TSL exponentielle) décrivant de manière fine l'endommagement en front de fissure.

Conclusion

Les Restaurations Dentaires Indirectes (RDI) sont des restaurations courantes et relativement peu invasives. Le nombre d'échecs de ces restaurations reste élevé malgré les progrès réalisés sur les matériaux et les protocoles de collage [4]. Ce qui amène les praticiens à pratiquer des soins de plus en plus invasifs. L'amélioration de la durée de vie des RDI représente donc un enjeu sociétal important.

Bien que les sollicitations mécaniques soient une des principales causes d'échecs des restaurations [80, 81, 82], aucun dimensionnement mécanique n'est, à ce jour, réalisé durant la phase de conception des prothèses. Partant de ce constat, Shindo *et al.* ont montré qu'une modélisation mécanique, permettant d'optimiser les assemblages prothétiques, pouvait être insérée dans la chaîne numérique de la conception prothétique [5, 6]. L'une des limitations de la modélisation proposée est la prise en compte du comportement mécanique de la couche d'adhésif qui est une partie sensible de l'assemblage souvent sujette à des ruptures. En effet, cette couche est toujours considérée parfaite alors que l'existence de défauts en son sein a été montrée dans de nombreux travaux [86, 83, 84]. Ainsi, pour améliorer la fiabilité des optimisations mécaniques de RDI, il est primordial que la modélisation de cette couche prenne en compte les défauts ou leur influence sur le comportement mécanique. Le but de mes travaux de thèse a été d'améliorer les connaissances sur les défauts et le comportement mécanique de la couche d'adhésif.

La première partie de mes travaux (présentée au chapitre 2) a été consacrée à l'étude géométrique de la couche d'adhésif et de ses défauts. Un protocole expérimental a été développé pour visualiser et caractériser la structure in-

terne d'assemblages dentaires modèles par microtomographie aux rayons X. Le volume, la répartition et la forme des défauts ont été analysés à partir des images 3D reconstruites à l'aide d'une méthode de segmentation adaptée au problème. Un protocole a été proposé pour classer les défauts en deux catégories : les défauts encapsulés se trouvant au sein du volume de colle et des défauts aux interfaces possédant au moins une surface contiguë avec l'environnement extérieur ou un adhérent. Les défauts encapsulés proviennent probablement de l'encapsulation d'air durant la polymérisation. Pour les défauts aux interfaces, leurs origines sont vraisemblablement l'encapsulation d'air, la contraction volumique et la mouillabilité des adhérents. La localisation aux interfaces et la forme elliptique des défauts aux interfaces font qu'ils peuvent menacer l'intégrité des RDIs. Une partie des défauts encapsulés avaient, quant à eux, une forme elliptique pouvant induire des concentrations de contraintes élevées. **La prise en compte des défauts ou de leur impact sur le comportement mécanique des couches d'adhésif dans les modélisations numériques de RDIs est donc primordiale.**

La deuxième partie de mes travaux (présentée au chapitre 3) a ainsi été consacrée à l'étude du comportement mécanique d'une couche d'adhésif avec le dispositif original *Miniature Mixed Mode Bending* (MMMB) sous trois ratios de mixité I/II différents. Un protocole a été mis en place pour réaliser des éprouvettes pré-fissurées type double cantilever beam avec une couche d'adhésif contenant des défauts. L'adhérence de l'interface faible de la couche étudiée a été estimée avec la méthode des aires et la mesure de l'accroissement de la fissure nécessaire pour appliquer cette méthode a été réalisée par corrélation d'images numériques. L'interface faible de cette couche d'adhésif est l'interface colle / prothèse. L'influence du ratio de mixité I/II sur l'adhérence de cette interface est masquée par la dispersion des résultats. **Ainsi, une caractérisation en mode I du comportement mécanique de la couche d'adhésif en mode I suffirait en première approximation.** Ce constat confirme les résultats des essais *Brazil-nut-sandwich* [123, 121, 124] réalisés sur d'autres couches d'adhésif et indique que les modélisations du comportement des couches d'adhésif n'ont pas besoin de considérer, dans un premier temps, l'influence du ratio de mixité I/II. De plus, l'analyse des incertitudes a montré que la fidélité de la méthode était assurée lorsque la propagation de fissure était suffisante en regard de son incertitude. Ainsi, la dispersion du CERR équivalent provient des mécanismes autres que la fissuration dissipant de l'énergie (dites « parasite ») et de la sensibilité de l'adhérence aux protocoles de collage.

Finalement, la troisième partie de mes travaux (présentée au chapitre 4) a été consacrée à la calibration d'une loi homogénéisée type TSL bilinéaire pour décrire le comportement mécanique de la couche d'adhésif étudiée. Les paramètres de cette loi sont la rigidité K_I , la séparation critique Δ_I^o et le CERR

équivalent G_c . Ils ont été identifiés par corrélation d'images numériques intégrée depuis un essai MMB. L'identification ayant été réalisée sur les images prises durant la propagation de fissure, la captation des énergies parasites y est faible. Le G_c évalué par I-DIC présente donc une dispersion inférieure à celui estimé par la méthode des aires. En revanche, l'identification des paramètres décrivant l'initialisation de l'endommagement (K_I et Δ_I^o) est délicate. Ainsi, la TSL calibrée décrit bien la propagation de fissure mais pas son initialisation. **L'utilisation de cette loi d'endommagement dans les modélisations numériques – comme l'outil d'optimisation géométrique développée par K. Shindo – permettra d'améliorer leur représentativité pour la configuration de RDIs étudiées.**

Les travaux réalisés dans cette thèse ont été mis en place pour un seul couple colle / biomatériaux dentaires. Une perspective directe de ce travail est de généraliser cette étude à d'autres configurations dans le but d'avoir une meilleure compréhension des différents matériaux présents sur le marché des biomatériaux dentaires et à terme une optimisation de leur utilisation. En effet, le protocole de caractérisation des défauts du chapitre 2 pourra servir à identifier les matériaux et les protocoles de collage minimisant la présence de défauts. Les travaux des chapitres 3 et 4 présentent des méthodes pour estimer le CERR équivalent durant un essai avec propagation de fissure stable. L'adhérence évaluée pourra être utilisée pour comparer différentes configurations de RDIs.

Maintenant que les outils pour caractériser la couche d'adhésif ont été développés, il sera essentiel de travailler sur les autres aspects influant sur la durabilité des RDIs. Voici une liste non exhaustive de facteurs qui pourraient être considérés dans la modélisation numérique patient spécifique : le chargement complexe durant la mastication, le comportement en fatigue des RDIs, les sollicitations thermiques, les sollicitations chimiques, les sollicitations bactériologiques, le comportement des ligaments présents entre la préparation dentaire et la mâchoire, etc. Cependant, l'impact de chaque facteur sur la durabilité n'est pas équivalent. Certains sont plus critiques que d'autres. Il me semble que le point prioritaire est la prise en compte du comportement en fatigue qui permettrait de modéliser l'endommagement lié à la mastication.

Bibliographie

- [1] S. L. JAMES et al. “Global, regional, and national incidence, prevalence, and years lived with disability for 354 diseases and injuries for 195 countries and territories, 1990–2017 : a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2017”. In : *The Lancet* 392.10159 (2018), p. 1789-1858 (cf. p. 9).
- [2] L. GONZALEZ et al. *Les dépenses de santé en 2017. Résultats des comptes de la santé (édition 2018)*. 2018 (cf. p. 9).
- [3] S. ABDULRAHMAN et al. “Evaluation of the clinical success of four different types of lithium disilicate ceramic restorations : a retrospective study”. In : *BMC Oral Health* 21.1 (2021), p. 1-8 (cf. p. 9, 83).
- [4] I. SAILER et al. “All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I : Single crowns (SCs)”. In : *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 31.6 (2015), p. 603-623 (cf. p. 9, 26, 115).
- [5] K. SHINDO. “Analyse mécanique et optimisation géométrique de la dent restaurée par méthode indirecte”. Thèse de doct. 2019 (cf. p. 10, 15, 16, 27, 29, 32, 45, 83, 115).
- [6] K. SHINDO et al. “A prototype cae tool for mechanical optimization of dental cad/cam process for all-ceramic restoration”. In : *Computer-Aided Design and Applications* 19.3 (2022), p. 426-448 (cf. p. 10, 28, 45, 83, 115).

- [7] J. R. MILLER et al. “A three-year clinical trial using a glass ionomer cement for the bonding of orthodontic brackets”. In : *The Angle Orthodontist* 66.4 (1996), p. 309-312 (cf. p. 10, 20).
- [8] L. I. NOREVALL et al. “A clinical evaluation of a glass ionomer cement as an orthodontic bonding adhesive compared with an acrylic resin”. In : *European Journal of Orthodontics* 18.4 (1996), p. 373-384 (cf. p. 10, 20).
- [9] Z. ZHANG et al. “Effects of design parameters on fracture resistance of glass simulated dental crowns”. In : *Dental Materials* 32.3 (2016), p. 373-384 (cf. p. 10).
- [10] S. MIURA et al. “Effect of finish line design on stress distribution in bilayer and monolithic zirconia crowns : a three-dimensional finite element analysis study”. In : *European Journal of Oral Sciences* 126.2 (2018), p. 159-165 (cf. p. 10).
- [11] Yutao JIAN et al. “Influence of veneer pore defects on fracture behavior of bilayered lithium disilicate glass-ceramic crowns”. In : *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 35.4 (2019), e83-e95 (cf. p. 10).
- [12] Y. LIU et al. “The effect of adhesive failure and defects on the stress distribution in all-ceramic crowns”. In : *Journal of Dentistry* 75 (2018), p. 74 -83 (cf. p. 10).
- [13] B. LIU et al. “The Effects of Adhesive Type and Thickness on Stress Distribution in Molars Restored with All-Ceramic Crowns”. In : *Journal of Prosthodontics* 20.1 (2011), p. 35-44 (cf. p. 10).
- [14] E. VENNAT. “Dentine et dent restaurée : structures, microstructures et mécanique”. Habilitation à diriger des recherches. Université Paris Saclay, 2021 (cf. p. 14, 56).
- [15] INSTITUT NATIONAL DE RECHERCHE ET DE SÉCURITÉ. *Guide pratique de ventilation n° 16*. 2016 (cf. p. 14).
- [16] I. SUSIC et al. “The application of CAD / CAM technology in Dentistry”. In : *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering* 200.1 (2017), p. 012020 (cf. p. 14).
- [17] L. TAPIE. “Contribution à la conception et fabrication par ordinateur de pièces de formes complexes : de l’usinage de pièces mécaniques aux dispositifs biomédicaux”. Habilitation à diriger des recherches. Université paris 13, 2019 (cf. p. 14, 16).
- [18] I. DENRY et al. “Ceramics for Dental Applications : A Review”. In : *Materials* 3.1 (2010), p. 351-368 (cf. p. 14).
- [19] T. MIYAZAKI et al. “A review of dental CAD/CAM : current status and future perspectives from 20 years of experience”. In : *Dental Materials Journal* 28.1 (2009), p. 44-56 (cf. p. 15).

- [20] G. DAVIDOWITZ et al. "The Use of CAD/CAM in Dentistry". In : *Dental Clinics of North America*. Technological Advances in Dentistry and Oral Surgery 55.3 (2011), p. 559-570 (cf. p. 15).
- [21] R. DAHER et al. "Efficiency of 3D-printed composite resin restorations compared with subtractive materials : Evaluation of fatigue behavior, cost, and time of production". In : *The Journal of Prosthetic Dentistry* (2022) (cf. p. 15).
- [22] Helmut KNOSP et al. "Gold in Dentistry : Alloys, Uses and Performance". In : *Gold Bulletin* 36 (2003), p. 93-102 (cf. p. 15).
- [23] H. W. ROBERTS et al. "Metal-Ceramic Alloys in Dentistry : A Review". In : *Journal of Prosthodontics* 18.2 (2009), p. 188-194 (cf. p. 16, 17).
- [24] J. C. WATAHA et al. "Casting alloys". In : *Dental Clinics of North America* 48.2 (2004), p. 499-512 (cf. p. 17).
- [25] Ira B. LAMSTER et al. "Rapid Loss of Alveolar Bone Associated with Nonprecious Alloy Crowns in Two Patients with Nickel Hypersensitivity". In : *Journal of Periodontology* 58.7 (1987), p. 486-492 (cf. p. 17, 26).
- [26] Y. UCAR et al. "Mechanical properties, fracture surface characterization, and microstructural analysis of six noble dental casting alloys". In : *The Journal of Prosthetic Dentistry* 105.6 (2011), p. 394-402 (cf. p. 17).
- [27] H. F. MORRIS. "Properties of cobalt-chromium metal ceramic alloys after heat treatment". In : *The Journal of Prosthetic Dentistry* 63.4 (1990), p. 426-433 (cf. p. 17).
- [28] A. WARRETH et al. "All-ceramic restorations : A review of the literature". In : *The Saudi Dental Journal* 32.8 (2020), p. 365-372 (cf. p. 17, 26).
- [29] B. A. RIOS et al. "Mechanical and optical properties of feldspathic ceramics and lithium disilicate : literature review". In : 2020 (cf. p. 17, 26).
- [30] G. HELVEY. "A history of dental ceramics". In : *Compendium* 31.4 (2010), p. 310-1 (cf. p. 17).
- [31] E. MCLAREN et al. "Feldspathic veneers : What are their indications ?" In : *Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, N.J. : 1995)* 32 (2011), p. 44-9 (cf. p. 17).
- [32] I. L. DEANY. "Recent advances in ceramics for dentistry". In : *Critical Reviews in Oral Biology and Medicine : An Official Publication of the American Association of Oral Biologists* 7.2 (1996), p. 134-143 (cf. p. 17).
- [33] "Chapter 11 - Restorative Materials : Ceramics". In : *Craig's Restorative Dental Materials (Fourteenth Edition)*. Sous la dir. de R.

- SAKAGUCHI et al. Philadelphia : Elsevier, 2019, p. 209-227 (cf. p. 17).
- [34] S. J. SAINT-JEAN. "Chapter 12 - Dental Glasses and Glass-ceramics". In : *Advanced Ceramics for Dentistry*. Sous la dir. de James Zhi-jian SHEN et al. Oxford : Butterworth-Heinemann, 2014, p. 255-277 (cf. p. 17).
- [35] L. CERRONI. "6 - Ceramics for dentistry : Commercial devices and their clinical analysis". In : *Advances in Ceramic Biomaterials*. Sous la dir. de Paola PALMERO et al. Woodhead Publishing, 2017, p. 181-248 (cf. p. 18).
- [36] L. NISTOR et al. "Zirconia Use in Dentistry - Manufacturing and Properties". In : *Current Health Sciences Journal* 45.1 (2019), p. 28-35 (cf. p. 18).
- [37] A. COLDEA et al. "In-vitro strength degradation of dental ceramics and novel PICN material by sharp indentation". In : *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 26 (2013), p. 34-42 (cf. p. 18).
- [38] A. ALBERO et al. "Comparative characterization of a novel cad-cam polymer-infiltrated-ceramic-network". In : *Journal of Clinical and Experimental Dentistry* 7.4 (2015), e495-500 (cf. p. 18).
- [39] J. C. FACENDA et al. "A literature review on the new polymer-infiltrated ceramic-network material (PICN)". In : *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* 30.4 (2018), p. 281-286 (cf. p. 18).
- [40] R. ARGYROU et al. "Edge chipping resistance and flexural strength of polymer infiltrated ceramic network and resin nanoceramic restorative materials". In : *The Journal of Prosthetic Dentistry* 116.3 (2016), p. 397-403 (cf. p. 18, 92).
- [41] C URAL et al. "Light transmittance and surface roughness of a feldspathic ceramic CAD-CAM material as a function of different surface treatments". In : *BMC Oral Health* 17 (2016), p. 1-7 (cf. p. 19).
- [42] L. FU et al. "Glass-Ceramics in Dentistry : A Review". In : *Materials* 13.5 (2020), p. 1049 (cf. p. 19).
- [43] M. F. R. P. ALVES et al. "Microstructural Characteristics of 3Y-TZP Ceramics and Their Effects on the Flexural Strength". In : *Ceramics* 5.4 (2022), p. 798-813 (cf. p. 19).
- [44] A. D. BONA et al. "Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material". In : *Dental Materials* 30.5 (2014), p. 564-569 (cf. p. 19).
- [45] X. ZHOU et al. "Development and status of resin composite as dental restorative materials". In : *Journal of Applied Polymer Science* 136.44 (2019), p. 48180 (cf. p. 19).

- [46] T. M. HAMDY. “Polymerization shrinkage in contemporary resin-based dental composites : A Review Article”. In : *Egyptian Journal of Chemistry* 64.6 (2021), p. 3087-3092 (cf. p. 19).
- [47] A. D. WILSON et al. “The glass-ionomer cement, a new translucent dental filling material”. In : *Journal of Applied Chemistry and Biotechnology* 21.11 (1971), p. 313-313 (cf. p. 20).
- [48] J.-J. LASFARGUES. “Ciments verres ionomères et matériaux hybrides”. In : *Odontologie* (1998) (cf. p. 20).
- [49] C. GEBHARD. “Les ciments verres ionomères en odontologie conservatrice : données actuelles”. Thèse de doct. 2016 (cf. p. 20).
- [50] N. ILIE et al. “Mechanical Behavior of Glass Ionomer Cements as a Function of Loading Condition and Mixing Procedure”. In : *Dental Materials Journal* 26.4 (2007), p. 526-533 (cf. p. 21).
- [51] N. ILIE et al. “Investigations on mechanical behaviour of dental composites”. In : *Clinical Oral Investigations* 13.4 (2009), p. 427-438 (cf. p. 21).
- [52] N. ILIE et al. “Macro-, micro- and nano-mechanical investigations on silorane and methacrylate-based composites”. In : *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 25.6 (2009), p. 810-819 (cf. p. 21).
- [53] J. L. FERRACANE. “Resin composite—state of the art”. In : *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 27.1 (2011), p. 29-38 (cf. p. 21, 47).
- [54] J. W. NICHOLSON et al. “Enhancing the Mechanical Properties of Glass-Ionomer Dental Cements : A Review”. In : *Materials* 13.11 (2020), p. 2510 (cf. p. 21).
- [55] S. R. SCHRICKER. “9 - Composite resin polymerization and relevant parameters”. In : *Orthodontic Applications of Biomaterials*. Sous la dir. de Theodore ELIADES et al. Woodhead Publishing, 2017, p. 153-170 (cf. p. 21).
- [56] S. BERGER et al. “Characterization of water sorption, solubility and filler particles of light-cured composite resins”. In : *Brazilian dental journal* 20 (2009), p. 314-8 (cf. p. 22).
- [57] J. E. EASTOE. “Organic Matrix of Tooth Enamel”. In : *Nature* 87.5 (1960), p. 503-509 (cf. p. 21).
- [58] A. J. GWINNETT. “Structure and composition of enamel”. In : *Operative Dentistry* Suppl 5 (1992), p. 10-17 (cf. p. 22).
- [59] L. H HE et al. “Understanding the mechanical behaviour of human enamel from its structural and compositional characteristics”. In : *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 1.1 (2008), p. 18-29 (cf. p. 22, 23).

- [60] L. M. SIMMONS et al. “Distribution of enamel crystallite orientation through an entire tooth crown studied using synchrotron X-ray diffraction”. In : *European Journal of Oral Sciences* 119 Suppl 1 (2011), p. 19-24 (cf. p. 22).
- [61] D. F. G. POOLE et al. “The arrangement of crystallites in enamel prisms”. In : *Archives of Oral Biology* 5.1 (1961), 14-IN5 (cf. p. 22).
- [62] S. LEES et al. “Anisotropy in hard dental tissues”. In : *Journal of Biomechanics* 5.6 (1972), p. 557-566 (cf. p. 22).
- [63] E. VENNAT. “Étude expérimentale et numérique de l’infiltration de la dentine déminéralisée en surface par des résines composites”. These de doctorat. Châtenay-Malabry, Ecole centrale de Paris, 2009 (cf. p. 23, 24, 26).
- [64] M. FEHRENBACH et al. *Illustrated Dental Embryology, Histology, and Anatomy*. 4th edition. 2015 (cf. p. 24).
- [65] C. ARSON et al. “An alternative to periodic homogenization for dentin elastic stiffness”. In : *Journal of Mechanics in Medicine and Biology* 20.2 (2020), p. 1950081 (cf. p. 24).
- [66] G. W. MARSHALL et al. “The dentin substrate : structure and properties related to bonding”. In : *Journal of Dentistry* 25.6 (1997), p. 441-458 (cf. p. 24).
- [67] J. L. CUY et al. “Nanoindentation mapping of the mechanical properties of human molar tooth enamel”. In : *Archives of Oral Biology* 47.4 (2002), p. 281-291 (cf. p. 24).
- [68] Y.-R. ZHANG et al. “Review of research on the mechanical properties of the human tooth”. In : *International Journal of Oral Science* 6.2 (2014), p. 61-69 (cf. p. 24).
- [69] E. MAHONEY et al. “The hardness and modulus of elasticity of primary molar teeth : an ultra-micro-indentation study”. In : *Journal of Dentistry* 28.8 (2000), p. 589-594 (cf. p. 24).
- [70] L. ANGKER et al. “Micro-mechanical characterisation of the properties of primary tooth dentine”. In : *Journal of Dentistry* 31.4 (2003), p. 261-267 (cf. p. 24).
- [71] Y. L. CHAN et al. “Nano-scale structure and mechanical properties of the human dentine–enamel junction”. In : *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. Special Issue on Natural Materials / Papers from the Third International Conference on the Mechanics of Biomaterials and Tissues 4.5 (2011), p. 785-795 (cf. p. 24).
- [72] D. BAJAJ et al. “On the R-curve behavior of human tooth enamel”. In : *Biomaterials* 30.23 (2009), p. 4037-4046 (cf. p. 24).

- [73] J. YAN et al. “Fractography and fracture toughness of human dentin”. In : *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 2.5 (2009), p. 478-484 (cf. p. 24).
- [74] N. IWAMOTO et al. “Fracture toughness of human dentin”. In : *Journal of Biomedical Materials Research. Part A* 66.3 (2003), p. 507-512 (cf. p. 24).
- [75] V. FOUQUET et al. “Design optimization of a functionally graded overlay using FEA”. In : *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering* 23 (sup1 2020), S110-S112 (cf. p. 24).
- [76] J. P. MATINLINNA et al. “Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning”. In : *Journal of Oral Rehabilitation* 34.8 (2007), p. 622-630 (cf. p. 25).
- [77] R. RAMAKRISHNAIAH et al. “The Effect of Hydrofluoric Acid Etching Duration on the Surface Micromorphology, Roughness, and Wettability of Dental Ceramics”. In : *International Journal of Molecular Sciences* 17.6 (2016), p. 822 (cf. p. 25).
- [78] Z. ZHAO et al. “Adhesion of Teeth”. In : *Frontiers in Materials* 7 (2021), p. 615225 (cf. p. 25).
- [79] S. R. ARMSTRONG et al. “Effect of hybrid layer on fracture toughness of adhesively bonded dentin-resin composite joint”. In : *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 14.2 (1998), p. 91-98 (cf. p. 26, 51).
- [80] J. B. QUINN et al. “Fractographic analyses of three ceramic whole crown restoration failures”. In : *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 21.10 (2005), p. 920-929 (cf. p. 27, 115).
- [81] M. ØILO et al. “Fractographic analyses of all-ceramic crowns : a study of 27 clinically fractured crowns”. In : *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 29.6 (2013), e78-84 (cf. p. 27, 115).
- [82] M. ØILO et al. “Fractographic features of glass-ceramic and zirconia-based dental restorations fractured during clinical function”. In : *European Journal of Oral Sciences* 122.3 (2014), p. 238-244 (cf. p. 27, 115).
- [83] M. A. MALKOÇ et al. “Micro-CT Detection and Characterization of Porosity in Luting Cements”. In : *Journal of Prosthodontics* 24.7 (2015), p. 553-561 (cf. p. 28, 30, 39, 115).
- [84] R. DAUTI et al. “Micro-CT evaluation of marginal and internal fit of cemented polymer infiltrated ceramic network material crowns manufactured after conventional and digital impressions”. In :

- Journal of Prosthodontic Research* 63.1 (2019), p. 40-46 (cf. p. 28, 30, 115).
- [85] L. TAPIE et al. "Adaptation Measurement of CAD/CAM Dental Crowns with X-Ray Micro-CT : Metrological Chain Standardization and 3D Gap Size Distribution". In : *Advances in Materials Science and Engineering* 2016 (2016), p. 7963928 (cf. p. 29, 31, 35, 36, 42).
- [86] L. G. MAY et al. "Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns : Multi-physics FEA modeling and monotonic testing". In : *Dental Materials* 28.8 (2012), e99-e109 (cf. p. 29, 42, 115).
- [87] T. SORNSUWAN et al. "The effect of margin thickness, degree of convergence and bonding interlayer on the marginal failure of glass-simulated all-ceramic crowns". In : *Acta Biomaterialia. Advanced Functional Polymers for Medicine* 8.12 (2012), p. 4426-4437 (cf. p. 29).
- [88] P. H. CORAZZA et al. "Influence of convergence angle of tooth preparation on the fracture resistance of Y-TZP-based all-ceramic restorations". In : *Dental Materials* 29.3 (2013), p. 339-347 (cf. p. 29).
- [89] B. P. FLANNERY et al. "Three-Dimensional X-ray Microtomography". In : *Science (New York, N.Y.)* 237.4821 (1987), p. 1439-1444 (cf. p. 30).
- [90] S. FOREST et al. *Mécanique des Milieux Continus*. 2020 (cf. p. 30).
- [91] J. J. KRUZIC et al. "Fatigue of mineralized tissues : Cortical bone and dentin". In : *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 1.1 (2008), p. 3-17 (cf. p. 31, 56).
- [92] R. SARIKAYA et al. "Probing the mineralized tissue-adhesive interface for tensile nature and bond strength". In : *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 120 (2021), p. 104563 (cf. p. 31, 56).
- [93] KERR CORPORATION. *Maxcem Elite™ Self-etch/Self-adhesive Resin Cement - Instructions for use*. 2021 (cf. p. 31).
- [94] Dawid KOT et al. "Current Stage of the Investigation of the Composition of Oxygen Precipitates in Czochralski Silicon Wafers". In : *ECS Journal of Solid State Science and Technology* 6 (2017), N17-N24 (cf. p. 35).
- [95] C. A. CARRERA et al. "The use of micro-CT with image segmentation to quantify leakage in dental restorations". In : *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 31.4 (2015), p. 382-390 (cf. p. 42).

- [96] L. J. S. ALMEIDA JUNIOR et al. “Polymerization Shrinkage of Bulk Fill Composites and its Correlation with Bond Strength”. In : *Brazilian Dental Journal* 29 (2018), p. 261-267 (cf. p. 42).
- [97] M. GALLO et al. “Polymerization shrinkage of resin-based composites for dental restorations : A digital volume correlation study”. In : *Dental Materials* 35.11 (2019), p. 1654-1664 (cf. p. 42).
- [98] A. D. MILUTINOVIĆ-NIKOLIĆ et al. “Porosity of different dental luting cements”. In : *Dental Materials* 23.6 (2007), p. 674-678 (cf. p. 43).
- [99] A. ABDULLAH et al. “An Overview of Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing (CAD/CAM) in Restorative Dentistry”. In : 7 (2018), p. 1-10 (cf. p. 45).
- [100] Murthy KOLLURI et al. “An improved miniature mixed-mode delamination setup for in situ microscopic interface failure analyses”. In : *Journal of Physics D Applied Physics* 44 (2011) (cf. p. 45, 54).
- [101] L. F. M. SILVA et al., éd. *Handbook of Adhesion Technology*. Berlin Heidelberg : Springer-Verlag, 2011 (cf. p. 46, 47).
- [102] J. DE MUNCK et al. “Fracture toughness versus micro-tensile bond strength testing of adhesive–dentin interfaces”. In : *Dental Materials* 29.6 (2013), p. 635-644 (cf. p. 46, 51).
- [103] S. R. ARMSTRONG et al. “Adhesion to tooth structure : A critical review of “micro” bond strength test methods”. In : *Dental Materials* 26.2 (2010), e50-e62 (cf. p. 46).
- [104] H. SANO et al. “The microtensile bond strength test : Its historical background and application to bond testing”. In : *Japanese Dental Science Review* 56.1 (2020), p. 24-31 (cf. p. 47).
- [105] K. CANTEKIN. “Evaluation of shear bond strength of two resin-based composites and glass ionomer cement to pure tricalcium silicate-based cement”. In : *Journal of Applied Oral Science* 22 (2014), p. 302-306 (cf. p. 47).
- [106] M. K. BUDZIK et al. “Testing mechanical performance of adhesively bonded composite joints in engineering applications : an overview”. In : *The Journal of Adhesion* 98.14 (2022), p. 2133-2209 (cf. p. 47).
- [107] Alexandre JOUAN et al. “A critical comparison of shear tests for adhesive joints”. In : *International Journal of Adhesion and Adhesives* 84 (2018), p. 63-79 (cf. p. 47).
- [108] J. LEMAITRE et al. *Mécanique des matériaux solides - 3e éd.* Dunod, 2020. 597 p. (cf. p. 48, 49).
- [109] P. CAMANHO. “Numerical Simulation of Mixed-mode Progressive Delamination in Composite Materials”. In : *Journal of Composite Materials* 37.16 (2003), p. 1415-1437 (cf. p. 50).

- [110] A. P. RUYBALID et al. “Mixed-mode cohesive zone parameters from integrated digital image correlation on micrographs only”. In : *International Journal of Solids and Structures* 156-157 (2019), p. 179-193 (cf. p. 50).
- [111] H. AI et al. “Effect of the adhesive layer thickness on the fracture toughness of dental adhesive resins”. In : *Dental Materials Journal* 19.2 (2000), p. 153-163 (cf. p. 51).
- [112] F. J. P. CHAVES et al. “Fracture Mechanics Tests in Adhesively Bonded Joints : A Literature Review”. In : *The Journal of Adhesion* 90.12 (2014), p. 955-992 (cf. p. 51).
- [113] J. C. DING et al. “Determination of mode I interlaminar fracture toughness of composite by a wedge-insert double cantilever beam and the nonlinear J integral”. In : *Composites Science and Technology* 206 (2021), p. 108674 (cf. p. 51).
- [114] M. TOPARLI et al. “Fracture toughness determination of composite resin and dentin/composite resin adhesive interfaces by laboratory testing and finite element models”. In : *Dental Materials : Official Publication of the Academy of Dental Materials* 14.4 (1998), p. 287-293 (cf. p. 51).
- [115] P. PONGPRUEKSA et al. “Dentin Bonding Testing Using a Mini-interfacial Fracture Toughness Approach”. In : *Journal of Dental Research* 95.3 (2016), p. 327-333 (cf. p. 51).
- [116] V.-T. TRUONG et al. “Fatigue crack propagation in posterior dental composites and prediction of clinical wear”. In : *Journal of Applied Biomaterials* 1.1 (1990), p. 21-30 (cf. p. 51).
- [117] J. A. DE SOUZA et al. “Fracture resistance curves and toughening mechanisms in polymer based dental composites”. In : *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 4.4 (2011), p. 558-571 (cf. p. 51).
- [118] H. CHAI et al. “On the interfacial fracture resistance of resin-bonded zirconia and glass-infiltrated graded zirconia”. In : *Dental Materials* 31.11 (2015), p. 1304-1311 (cf. p. 51).
- [119] H. CHAI et al. “Miniature specimens for fracture toughness evaluation of dental resin composites”. In : *Dental Materials* 35.2 (2019), p. 283-291 (cf. p. 51).
- [120] J. G. WILLIAMS. “On the calculation of energy release rates for cracked laminates”. In : *International Journal of Fracture* 36.2 (1988), p. 101-119 (cf. p. 51, 52).
- [121] R. M. MELO et al. “Interfacial fracture of dentin adhesively bonded to quartz-fiber reinforced composite”. In : *Materials Science and Engineering : C. Sixth Symposium on Biological Materials Science*, 139th Annual Meeting & Exhibition of The Minerals,

- Metals & Materials Society 31.4 (2011), p. 770-774 (cf. p. 52, 53, 81, 116).
- [122] S. BENAZZI et al. “Dynamic Modelling of Tooth Deformation Using Occlusal Kinematics and Finite Element Analysis”. In : *PLOS ONE* 11.3 (2016), e0152663 (cf. p. 52).
- [123] N. RAHBAR et al. “Mixed mode fracture of dental interfaces”. In : *Materials Science and Engineering : A* 488.1 (2008), p. 381-388 (cf. p. 52, 81, 116).
- [124] D. MANAN et al. “Design Equations for Mixed-Mode Fracture of Dental Ceramic-cement Interfaces Using the Brazil-nut-sandwich Test”. In : *Journal of Engineering Materials and Technology* (2021), p. 1-33 (cf. p. 52, 53, 81, 116).
- [125] C. ATKINSON et al. “Combined mode fracture via the cracked Brazilian disk test”. In : *International Journal of Fracture* 18.4 (1982), p. 279-291 (cf. p. 52).
- [126] E. ARMANIOS et al. “Refinements to the Mixed-Mode Bending Test for Delamination Toughness”. In : *Journal of Composites Technology and Research* 25.4 (2003), p. 11949 (cf. p. 53).
- [127] J. H. CREWS et al. *A mixed-mode bending apparatus for delamination testing*. NAS 1.15 :100662. 1988 (cf. p. 53).
- [128] J. M. WHITNEY et al. “A Double Cantilever Beam Test for Characterizing Mode I Delamination of Composite Materials”. In : *Journal of Reinforced Plastics and Composites* 1.4 (1982), p. 297-313 (cf. p. 54, 61, 62).
- [129] KERR CORPORATION. *Nexus™ Third Generation Universal Resin Cement - Instructions for use*. 2022 (cf. p. 58).
- [130] B. BRADEN. “The Surveyor’s Area Formula”. In : *The College Mathematics Journal* (2018) (cf. p. 63).
- [131] N. LIMODIN et al. “Crack closure and stress intensity factor measurements in nodular graphite cast iron using three-dimensional correlation of laboratory X-ray microtomography images”. In : *Acta Materialia* 57.14 (2009), p. 4090-4101 (cf. p. 64).
- [132] H LECLERC et al. “Correli 3.0”. In : *Iddn. fr* 1.0 (2015) (cf. p. 64, 87).
- [133] G. JÄNICKE et al. “Debonding analysis via digital volume correlation during in-situ pull-out tests on fractal fibers”. In : *Composites Part C : Open Access* 9 (2022), p. 100302 (cf. p. 65, 67).
- [134] H. H. KU. “Notes on the Use of Propagation of Error Formulas”. In : 2010 (cf. p. 66).
- [135] V. F. SCIUTI et al. “On the benefits of correcting brightness and contrast in global digital image correlation : Monitoring cracks

- during curing and drying of a refractory castable”. In : *Optics and Lasers in Engineering* 136 (2021), p. 106316 (cf. p. 67).
- [136] H. LI et al. “Fracture simulation of restored teeth using a continuum damage mechanics failure model”. In : *Dental Materials* 27.7 (2011), e125-e133 (cf. p. 84).
- [137] R. MASOUDI NEJAD et al. “Fracture behavior of restored teeth and cavity shape optimization : Numerical and experimental investigation”. In : *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 124 (2021), p. 104829 (cf. p. 84).
- [138] A KARIMZADEH et al. “Damage characterization of dental nano-composite adhesive in orthodontic treatment applications”. In : *International Journal of Damage Mechanics* 31.9 (2022), p. 1299-1319 (cf. p. 84).
- [139] B. BLAYSAT et al. “Interface debonding characterization by image correlation integrated with Double Cantilever Beam kinematics”. In : *International Journal of Solids and Structures*. Special Issue Computational and Experimental Mechanics of Advanced Materials A workshop held at King Abdullah University of Science and Technology Jeddah, Kingdom of Saudi Arabia July 1-3, 2013 55 (2015), p. 79-91 (cf. p. 84, 103).
- [140] H. LI et al. “Analysis of crack growth and crack-tip plasticity in ductile materials using cohesive zone models”. In : *International Journal of Plasticity* 19.6 (2003), p. 849-882 (cf. p. 86).
- [141] F. HILD et al. “Digital Image Correlation : From Displacement Measurement to Identification of Elastic Properties - A Review”. In : *Strain* 42.2 (2006), p. 69-80 (cf. p. 87, 88).
- [142] J. NEGGERS et al. “Simultaneous Full-Field Multi-Experiment Identification”. In : *Mechanics of Materials* 133 (2019), p. 71-84 (cf. p. 87).
- [143] J. RÉTHORÉ. “A fully integrated noise robust strategy for the identification of constitutive laws from digital images”. In : *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 84.6 (2010), p. 631-660 (cf. p. 88).
- [144] H. MEI et al. “Initiation and propagation of interfacial delamination in integrated thin-film structures”. In : *2010 12th IEEE Intersociety Conference on Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems*. 2010 12th IEEE Intersociety Conference on Thermal and Thermomechanical Phenomena in Electronic Systems. 2010, p. 1-8 (cf. p. 89).
- [145] B-J CHOI et al. “Uniaxial/biaxial flexure strengths and elastic properties of resin-composite block materials for CAD/CAM”. In : *Dental Materials* 35.2 (2019), p. 389-401 (cf. p. 92).

- [146] R. VARGAS et al. “Cohesive properties of refractory castable at 600° C : Effect of sintering and testing temperature”. In : *Journal of the European Ceramic Society* 42 (2022) (cf. p. 107).
- [147] A. P. RUYBALID et al. “Full-field identification of mixed-mode adhesion properties in a flexible, multi-layer microelectronic material system”. In : *Engineering Fracture Mechanics* 226 (2020), p. 106879 (cf. p. 109).