

THÈSE

en vue de l'obtention du : **DOCTORAT**

Centre de Recherche : Sciences et Technologies

Structure de Recherche : Laboratoire de Spectroscopie, Modélisation Moléculaire, Matériaux,
Nanomatériaux, Eau et Environnement (LS3MN2E)

Discipline : Chimie

Spécialité : Sciences des matériaux

Présentée et Soutenue le : 09 / 11 / 2024

par :

Soraya LAKHLOUFI

***Evaluation du comportement électrochimique et caractérisation
des céramiques dentaires dans divers environnements : Cas de la
Zircone, de la Vitrocéramique, de l'Alumine et de la Feldspath***

Devant le JURY :

Pr. Mohammed EL MAHI	PES	ENSAM, Université Mohammed V de Rabat	Président
Pr. Youssef LGHAZI	MCH	ENS, Université Hassan II de Casablanca	Examineur/Rapporteur
Pr. Mohammed BENMESSAOUD	PES	EST, Université Mohammed V de Rabat	Examineur/Rapporteur
Pr. Abdelkader ZARROUK	MCH	FSR, Université Mohammed V de Rabat	Examineur/Rapporteur
Pr. Hamid NASRELLAH	MCH	ESEFJ, Université Chouaib Doukkali El Jadida	Examineur
Pr. Houda LABJAR	MC	FSTM, Université Hassan II de Casablanca	Invité
Pr. Souad ELHAJJAJI	PES	FSR, Université Mohammed V de Rabat	Co-Directeur de thèse
Pr. Najoua LABJAR	MCH	ENSAM, Université Mohammed V de Rabat	Directeur de thèse

Année Universitaire : 2023 - 24

Résumé

Cette étude évalue le comportement de dégradation et les réponses électrochimiques des céramiques dentaires, incluant zircone, vitrocéramique, alumine et feldspath, dans diverses conditions. Les matériaux ont été immergés dans une solution de Ringer à 37°C pendant 21 jours, puis analysés par diffraction des rayons X, microscopie électronique à balayage et méthodes électrochimiques. Les résultats montrent une dégradation marquée avec dissolution de composés ioniques et formation de dépôts en surface. Les effets des acides citrique et lactique à 37°C, ainsi que de l'acide acétique à 80°C pendant 168 heures, ont été évalués conformément à la norme ISO 6872. La salive artificielle de Fusayama à 37°C a servi de témoin. La zircone a montré une forte résistance à la corrosion, tandis que la vitrocéramique a subi une dégradation dans l'acide acétique à 80°C. L'alumine et le feldspath ont affiché une passivation efficace. Cette recherche souligne l'importance d'une évaluation approfondie des matériaux dentaires dans divers environnements pour améliorer leur durabilité et leur performance en dentisterie réparatrice.

Mots-clés : Céramiques dentaires, salive artificielle, milieux acides, Comportement électrochimique, Caractérisation.

Abstract

This study evaluates the degradation behavior and electrochemical responses of dental ceramics, including zirconia, dental glass-ceramics, alumina, and feldspar, under various conditions. The materials were immersed in Ringer's solution at 37°C for 21 days, and then analyzed using X-ray diffraction, scanning electron microscopy, and electrochemical methods. The results show marked degradation with dissolution of ionic compounds and the formation of surface deposits. The effects of citric and lactic acids at 37°C, as well as acetic acid at 80°C for 168 hours, were assessed according to ISO 6872. Fusayama artificial saliva at 37°C served as the control. Zirconia showed strong resistance to corrosion, while the dental glass-ceramics underwent degradation in acetic acid at 80°C. Alumina and feldspar exhibited effective passivation. This research highlights the importance of a thorough evaluation of dental materials in various environments to enhance their durability and performance in restorative dentistry.

Keywords: Dental ceramics, artificial saliva, acidic environments, electrochemical behavior, characterization

Dédicaces

À mes chers parents, Moulay Said et Aicha,

Votre amour et votre soutien indéfectibles ont été les piliers de ma réussite académique. Chaque étape de ce parcours a été illuminée par votre foi en moi et votre encouragement constant. Je vous suis infiniment reconnaissante pour les sacrifices que vous avez faits et pour la force que vous m'avez donnée. Que Dieu vous accorde santé et bonheur, et vous entoure de Sa bénédiction infinie.

À mes frères bien-aimés, Massine et Amine, et à ma chère sœur Mazilia,

Votre présence chaleureuse et vos encouragements inlassables ont été une source constante de motivation et de réconfort. Votre soutien inconditionnel a fait de ce voyage une aventure partagée et précieuse. Je vous remercie du fond du cœur pour votre amour et votre compréhension, qui ont été des moteurs puissants tout au long de ce chemin.

À mon cher Mohamed,

Dont le soutien inébranlable et la présence constante ont été ma source d'inspiration et de force tout au long de cette aventure académique. Avec toute ma gratitude

À mes amis et collègues de laboratoire,

Vous avez enrichi mon parcours avec des moments de joie, des débats stimulants et une camaraderie inestimable. Vos contributions et votre esprit d'équipe ont rendu cette expérience académique non seulement enrichissante mais aussi joyeuse. Merci pour les souvenirs inoubliables et votre soutien tout au long de cette aventure.

***À tous ceux qui m'ont offert leur sagesse, leur enseignement, et leurs encouragements,
ainsi qu'à tous mes professeurs,***

Votre influence a été essentielle dans mon développement académique et personnel. Merci pour chaque leçon, chaque conseil et chaque mot de motivation. Votre impact a façonné mon parcours et est profondément apprécié.

Remerciements

Je souhaite exprimer ma profonde reconnaissance et mon respect sincère envers toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ma thèse dans des conditions aussi favorables.

Je tiens à adresser des remerciements particuliers à mes directrices de thèse, dont le soutien a été indispensable à l'aboutissement de ce projet. Il est difficile de trouver des mots qui traduisent pleinement la gratitude et l'admiration que je ressens pour elles.

Je remercie tout particulièrement **Madame Najoua LABJAR**, Professeur Habilité à l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Rabat, pour son encadrement constant tout au long de cette thèse. Sa patience, son enthousiasme, sa disponibilité et ses compétences professionnelles ont été des atouts précieux.

Je suis également très reconnaissante envers **Madame Souad EL HAJJAJI**, Professeur de l'Enseignement Supérieur et Vice-Doyenne chargée de la Recherche et de la Coopération à la Faculté des Sciences de Rabat, pour son aide précieuse dans l'accomplissement de ce travail. Sa guidance avisée, son soutien indéfectible et ses encouragements m'ont été extrêmement précieux. Travailler avec vous a été un véritable privilège.

Je suis extrêmement reconnaissante envers **Monsieur Mohammed EL MAHI**, d'avoir accepté de présider le jury lors de cette soutenance.

Je tiens à exprimer mes remerciements à **Monsieur Youssef LGHAZI**, pour avoir consenti à examiner et évaluer ce travail en tant que rapporteuse de la présente thèse.

Mes remerciements s'adressent aussi à **Monsieur Mohammed BENMESSAOUD**, pour avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce travail en tant que rapporteur.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance envers **Monsieur Abdelkader ZARROUK**, pour sa participation au jury comme rapporteur.

Je souhaite également exprimer ma gratitude à **Monsieur Hamid NASRELLAH**, pour sa précieuse contribution en tant qu'examineur de cette thèse.

Je tiens également à exprimer mes remerciements sincères à **Madame Houda LABJAR**, pour avoir honoré ma soutenance en tant que membre du jury invité. Votre présence et votre expertise dans le domaine ont grandement enrichi la portée de ce travail.

Je vous suis profondément reconnaissante pour le temps que vous avez consacré, votre expertise et votre engagement envers ce projet. Vos évaluations approfondies et vos commentaires constructifs ont considérablement enrichi ma recherche et contribué à son amélioration.

Je saisis cette occasion pour remercier **Dr Abdelouahed DAHROUCH** du laboratoire National de la Gendarmerie Royale de Rabat pour son savoir-faire et pour toute l'aide qu'il a apporté.

Je tiens à exprimer mes remerciements les plus sincères à **Monsieur Lotfi El MOSTAPHA**, Directeur Adjoint chargé de la Recherche Scientifique et de la Coopération de l'ENSAM Rabat, pour ses conseils précieux et son soutien tout au long de ce travail.

Enfin, ne pouvant nommer individuellement tous ceux et celles qui ont contribué, de près ou de loin, à l'avancement de ce travail, je tiens à leur exprimer mes remerciements les plus sincères.

Soraya Lakhloufi

Résumé

La longévité et la performance des matériaux céramiques dentaires sont fortement influencées par leurs interactions avec les environnements buccaux, incluant l'exposition à diverses conditions salivaires et acides. Cette étude fournit une évaluation complète du comportement de dégradation et des réponses électrochimiques des céramiques dentaires, y compris les vitrocéramiques, la zircone, l'alumine et le feldspath, dans différentes conditions environnementales.

Initialement, l'étude a investigué les effets de la solution de Ringer, utilisée comme salive artificielle, sur ces céramiques à 37°C. Sur une période d'immersion de 21 jours, les matériaux ont été analysés par diffraction des rayons X (DRX), microscopie électronique à balayage couplée à la spectroscopie de dispersion d'énergie (MEB-EDX), et la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE). Les résultats ont révélé une dégradation substantielle des céramiques, caractérisée par la dissolution et la libération de composés ioniques. Notamment, la formation de dépôts en surface qui varie en fonction de la durée d'immersion, soulignant ainsi, la nature dépendante du temps de la dégradation des matériaux.

Ensuite, les effets des environnements acides ont été évalués à 37°C et dans des conditions de vieillissement accéléré à 80°C, conformément à la norme ISO. Les échantillons ont été immergés dans de l'acide citrique à 2%, de l'acide lactique à 2% et de l'acide acétique à 4% pendant 168 heures. La salive artificielle de Fusayama, à 37°C, a servi de milieu témoin. La performance électrochimique a été caractérisée en utilisant SIE et la polarisation cyclique, et complétée par des analyses MEB-EDX et DRX. La zircone a démontré une résistance considérable à la corrosion, en maintenant une couche d'oxyde stable et une densité de courant de corrosion faible. La vitrocéramique a montré une résilience dans la plupart des électrolytes mais était sujette à la dégradation dans l'acide acétique à 80°C. L'alumine et le feldspath ont montré une passivation efficace dans des conditions acides.

Les tests ont été réalisés à des températures de 37°C pour simuler les conditions buccales typiques à 80°C pour les essais de vieillissement accéléré, permettant ainsi d'évaluer l'effet de la température sur la dégradation des céramiques dentaires. Les résultats ont montré que la variation de la température influence significativement le taux de dégradation et les mécanismes de corrosion des céramiques dentaires.

Cette recherche intègre plusieurs techniques analytiques pour élucider les effets des environnements salivaires et acides sur la stabilité structurelle et électrochimique des céramiques dentaires. Les résultats soulignent l'importance du choix des matériaux et de leur surveillance dans le développement de restaurations dentaires durables, fournissant des insights précieux pour les recherches et applications futures en dentisterie réparatrice.

Mots clés : Céramiques dentaires, Zircone, Vitrocéramique, Alumine, Feldspath, Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE), Polarisation cyclique, Salive artificielle, Environnements acides.

Abstract

The longevity and performance of dental ceramic materials are significantly influenced by their interactions with oral environments, including exposure to various salivary and acidic conditions. This study provides a comprehensive evaluation of the degradation behavior and electrochemical responses of dental ceramics, including glass-ceramics, zirconia, alumina, and feldspar, under different environmental conditions.

Initially, the study investigated the effects of Ringer's solution, used as artificial saliva, on these ceramics at 37°C. Over an immersion period of 21 days, the materials were analyzed using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy coupled with energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM-EDX), and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). The results revealed substantial degradation of the ceramics, characterized by the dissolution and release of ionic compounds. Notably, the formation of surface deposits varied with immersion time, highlighting the time-dependent nature of material degradation.

Subsequently, the effects of acidic environments were evaluated at 37°C and under accelerated aging conditions at 80°C, in accordance with ISO standards. Samples were immersed in 2% citric acid, 2% lactic acid, and 4% acetic acid for 168 hours. Fusayama artificial saliva at 37°C served as the control medium. Electrochemical performance was characterized using EIS and cyclic polarization, complemented by SEM-EDX and XRD analyses. Zirconia demonstrated considerable corrosion resistance, maintaining a stable oxide layer and low corrosion current density. Glass-ceramics showed resilience in most electrolytes but were prone to degradation in acetic acid at 80°C. Alumina and feldspar exhibited effective passivation in acidic conditions.

Tests were conducted at temperatures of 37°C to simulate typical oral conditions and at 80°C for accelerated aging tests, allowing for the evaluation of the temperature's effect on dental ceramics' degradation. The results showed that temperature variation significantly influences the degradation rate and corrosion mechanisms of dental ceramics.

This research integrates several analytical techniques to elucidate the effects of salivary and acidic environments on the structural and electrochemical stability of dental ceramics. The findings underscore the importance of material selection and monitoring

in the development of durable dental restorations, providing valuable insights for future research and applications in restorative dentistry.

Keywords: Dental ceramics, Zirconia, Glass-ceramic, Alumina, Feldspar, Electrochemical impedance spectroscopy (EIS), Cyclic polarization, Artificial saliva, Acidic environments.

Liste des publications indexées Scopus

S. Lakhloufi, N. Labjar, H. Labjar, A. Dahrouch, and S. El Hajjaji, “Electrochemical responses and surface degradation analyses Alumina and Feldspar Dental Materials in Acidic Environments: A Comprehensive In Vitro Study,” *Open Ceram.*, p. 100643, 2024, doi: 10.1016/j.oceram.2024.100643.

S. Lakhloufi, S. El Hajjaji, N. Labjar, H. Labjar, and M. Serghini-idrissi, “Electrochemical behavior and degradation mechanism of lithium disilicate glass ceramics in acidic environment,” *Int J Appl Glas. Sci*, pp. 1–19, 2023, doi: 10.1111/ijag.16653.

S. Lakhloufi, N. Labjar, H. Labjar, M. S.- Idrissi, and S. El, “Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials Electrochemical behavior and surface stability of dental zirconia ceramics in acidic environments,” *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 150, no. September 2023, p. 106288, 2024, doi: 10.1016/j.jmbbm.2023.106288.

S. Lakhloufi, H. Labjar, Y. El Hamdouni, I. Bouhouche, N. Labjar, A. Dahrouch, M. Serghini-Idrissi, A. El Yamani, S. El Hajjaji, “Electrochemical Behavior and Surface Characterization of Two Dental Materials: Glass Ceramic and Zirconia in Artificial Saliva,” *J. Fail. Anal. Prev.*, vol. 20, no. 5, pp. 1771–1783, 2020, doi: 10.1007/s11668-020-00984-w.

S. Lakhloufi, H. Labjar, Y. El Hamdouni, I. Bouhouche, A. Dahrouch, M. Serghini-Idrissi, E.M. Lotfi, M. El Mahi, A. El Yamani, S. El Hajjaji, N. Labjar, “Electrochemical behavior and surface characterization of dental materials in artificial salivary,” *Mater. Today Proc.*, vol. 31, pp. S141–S148, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.06.483.

Liste des chapitres indexées Scopus

Lakhloufi Soraya, Labjar.N, Labjar.H, El Hajjaji.S , Chapter 3: Surface Modification Techniques for Corrosion Control in Biomedical Implants, Book :Biomedical Implant Corrosion Mitigation through Surface Engineering , RSC, 2024 :accepted

Lakhloufi Soraya, Labjar.N, Labjar.H, Serghini-Idrissi. M, El Hajjaji. S, Chapter 3: Latest Intelligent and Sustainable Materials for Dental Application, Book: Handbook of

Intelligent and Sustainable Dentistry: Towards Artificial Intelligence, Dentistry 4.0, Nature Inspired and Biomanufacturing, CRC Press, Taylor, and Francis ,2023, Accepted

Lakhloufi Soraya, Labjar Najoua, Labjar Houda, El Hajjaji Souad, Chapter 5: Sustainable and Innovative techniques for improving dental health: Towards effective behavior management, Book: Handbook of Intelligent and Sustainable Dentistry: Towards Artificial Intelligence, Dentistry 4.0, Nature Inspired and Biomanufacturing, CRC Press, Taylor, and Francis ,2023, Accepted

Liste des abréviations

AFM : microscope à force atomique

Al_2O_3 : alumine

CAD/CAM: conception assistée par ordinateur / fabrication assistée par ordinateur

C.E.E : Circuit électrique équivalent

CDT: Coefficient de dilatation thermique

CFAO : Conception Fabrication Assistée par Ordinateur,

DRX : Diffraction des rayons X

ESCA : Spectroscopie électronique en analyse chimique

EDX : Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie

SIE: Spectroscopie d'impédance électrochimique

FTIR : Spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier

HV: dureté de Vickers

HA : hydroxyapatite.

HCA : hydroxycarbonate apatite.

HfO_2 : Oxyde d'hafnium

ISO : Organisation internationale de normalisation

MEB: microscope électronique à balayage

MIC : Corrosion microbienne induite.

SA : Salive artificielle.

TEM : Microscope électronique en transmission.

Y-TZP: Zircone

3Y-TZP : Polycristal d'oxyde de zirconium d'yttria

Y_2O_3 : oxyde d'yttrium (III)

ZrO_2 : dioxyde de zirconium

Liste des figures

Figure I.1 Evolution historique des céramiques dentaires depuis leurs origines en Chine jusqu'aux technologies et matériaux modernes utilisés aujourd'hui.....	6
Figure I.2 Classification des types de restauration céramique [32].	8
Figure I.3. A : Composition des céramiques dentaires montrant les liaisons ioniques métal-oxygène. Ces liaisons, résultant du transfert d'électrons du métal à l'oxygène, forment des réseaux cristallins tridimensionnels. Bien que fortes, ces liaisons sont hautement directionnelles, rendant les céramiques cassantes et susceptibles de se fracturer en cas de déformation. B : Structure des céramiques dentaires illustrant la présence de zones amorphes et cristallines. Les zones amorphes, avec des interruptions dans les réseaux cristallins, sont transparentes. En revanche, les zones cristallines, avec une structure plus idéale, sont opaques. La proportion relative de ces phases influe sur les propriétés mécaniques et optiques des céramiques. C : Classification des céramiques dentaires en quatre catégories principales, basées sur leur composition et leur structure cristalline : -Céramiques feldspathiques ou vitreuses (en haut à gauche) : Principalement constituées de verre amorphe avec des zones de cristallisation appelées leucite. -Céramiques dominées par le verre (en haut à droite) : Principalement composées de verre, avec une proportion accrue de cristallisation. -Céramiques dominées par le cristal (en bas à gauche) : Prédominance de phase cristalline avec une variété de types de cristaux, mais avec une phase vitreuse présente. -Céramiques cristallines (en bas à droite) : Absence de phase vitreuse, les plus récentes et les plus résistantes parmi les céramiques dentaires [37]......	13
Figure I.4 La zircone se transforme en trois formes cristallines — monoclinique, tétragonale (également connue sous le nom de quadratique) et cubique — lors des processus de réchauffement et de refroidissement qui entraînent des changements allotropiques dans les cristaux de ZrO_2 [37].	14
Figure I.5. Mécanisme de renforcement par transformation dans la céramique Y-TZP sous l'effet d'une amorce de fissure [52].	15
Figure II.1: A : Fraiseuse de CFAO à 5 axes portant un disque de zircone prêt à préparer des pastilles en 3D ; B : Four pour le frittage des pastilles obtenues par la CFAO à une température de 1450 °C.....	53
Figure II.2: Pastilles en zircone pré-frittée.	53

Figure II.3 : les étapes d'élaboration des échantillons de vitrocéramique A et B mise en cylindre, C : mise en revêtement.	53
Figure II.4. Schéma de la cellule électrochimique avec bain-marie à température contrôlée (37°C et 80°C, selon la configuration expérimentale). La température a été vérifiée à l'aide d'un thermomètre. La cellule électrochimique était connectée à un système d'analyse de données. CE : Contre-électrode en platine, WE : Électrode de Travail (échantillons de céramique), RE : Électrode de Référence (électrode de calomel saturée, ECS).....	59
Figure III.1 : Diagrammes de Nyquist de la zircone obtenus après 0, 7, 14 et 21 jours d'immersion dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.....	63
Figure III.2 : Modèles de circuits électriques équivalents de la zircone à, A) : 0 jour, B) : à 7 jours, C) : à 14 jours, D) : à 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.....	64
Figure III.3 : Diagrammes de Nyquist obtenus de la vitrocéramique après 0, 7, 14 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.....	68
Figure III.4 : Modèles de circuits équivalents obtenus pour la vitrocéramique à : A) 0 jour, B) 7 jours, C) 14 jours, D) 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.	68
Figure III.5 : Diagrammes de Nyquist obtenus de l'Alumine après 0, 7, 14, 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37°C.....	71
Figure III.6 : Modèles de circuits équivalents électriques obtenus pour l'Alumine à, A) : 0 jour, B) : à 7 jours, C) : à 14 jours, D) : à 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.....	71
Figure III.7 : Diagrammes de Nyquist obtenus de Feldspath pendant 0, 7, 14, 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37°C.....	74
Figure III.8 : Modèles de circuits équivalents obtenus pour Feldspath à, A) : 0 jour, B) : à 7 jours, C) : à 14 jours, D) : à 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.....	74
Figure III.9 : a, b) Caractérisation MEB. c, d) Analyse EDX pour les échantillons en Zircone à 0 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer.	77
Figure III.10 : a, b) Caractérisation MEB, c, d) Analyse EDX pour les échantillons en vitrocéramique à 0 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer.	78
Figure III.11 : a, b) Caractérisation MEB, c, d) Analyse EDX pour les échantillons en Alumine à 0 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer.	79
Figure III.12 : a, b) Caractérisation MEB, c, d) Analyse EDX pour les échantillons en feldspath à 0 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer.....	81

Figure III.13 : Spectres DRX de la zircone à 0 jour (a) et 21 jours (b) d'immersion dans la SA de Ringer.	82
Figure III.14 : Spectres DRX de la vitrocéramique à 0 jour (a) et 21 jours (b) d'immersion dans la SA de Ringer.	84
Figure III.15 : Spectres DRX de la Feldspath à 0 jour (a) et à 21 jours (b) d'immersion dans la SA de Ringer.	85
Figure IV.1 Diagrammes de Nyquist de la zircone après 0,24,96,168 heures dans la SA de Fusayama, 2% d'acide Citrique, 2% d'acide Lactique à 37°C et 4% d'acide acétique à 80°C.	97
Figure IV.2 Circuits électriques équivalents proposés pour modéliser le comportement du processus de corrosion en réponse à l'immersion des céramiques dans différentes solutions et pour des durées variables. Circuit (A) : Réponse après immersion des céramiques (0, 24, 96 et 168 heures) dans la salive artificielle, l'acide citrique, l'acide lactique (0, 24, 96 heures) et l'acide acétique (0 heure). Circuit (B) : Évolution des caractéristiques après immersion des céramiques (168 heures) dans l'acide lactique et immersion (24, 96, 168 heures) dans l'acide acétique....	97
Figure IV.3. Diagrammes de Nyquist obtenus par SIE des échantillons de la vitrocéramique pendant l'immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique à 2%, l'acide lactique à 2% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 37°C, et dans l'acide acétique à 4% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 80°C.	102
Figure IV.4 Circuits électriques équivalents proposés pour modéliser le comportement de la vitrocéramique après l'immersion dans différentes solutions et pour des durées variées. Circuit (A et B) : CEE de la vitrocéramique dans la salive artificielle pendant 0, 24 et 96 heures (A) et 168 heures à 37°C (B). Circuit (C et D) : Réponse après immersion de la vitrocéramique dans l'acide citrique pendant 0 heure (C) et 24, 96 et 168 heures à 37°C (D). Circuit (E et F) : Réponse après immersion de la vitrocéramique dans l'acide lactique pendant 0 heure (E) et 24, 96 et 168 heures à 37°C (F). Circuit (G) : Réponse après immersion de la vitrocéramique dans l'acide acétique pendant 0, 24, 96 et 168 heures	103
Figure IV. 5 Les diagrammes de Nyquist obtenus par SIE des échantillons d'Alumine pendant l'immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique à 2%, l'acide lactique à 2% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 37°C, et dans l'acide acétique à 4% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 80°C.	109
Figure IV.6 Circuits électriques équivalents proposés pour modéliser le comportement de l'alumine dans différentes solutions et pour des durées variées. Circuit (A et B) : Réponse après immersion de l'alumine dans la salive artificielle pendant 0, 24 et 96 heures (A) et 168 heures	

à 37°C (B). Circuit (C et D) : Réponse après immersion de l'alumine dans l'acide citrique pendant 0 heure (C) et 24, 96 et 168 heures à 37°C (D). Circuit (E et F) : Réponse après immersion de l'alumine dans l'acide lactique pendant 0 et 24 heures (E) et 96 et 168 heures à 37°C (F). Circuit (G et H) : Réponse après immersion de l'alumine dans l'acide acétique pendant 0 et 24 heures (G) et 96 et 168 heures à 80°C (H). 110

Figure IV. 7 Diagrammes de Nyquist obtenus par SIE des échantillons de Feldspath pendant l'immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique à 2%, l'acide lactique à 2% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 37°C, et dans l'acide acétique à 4% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 80°C. 113

Figure IV.8 Circuits électriques équivalents proposés pour modéliser le comportement du feldspath dans différentes solutions et pour des durées variées. Salive artificielle de Fusayama : Circuit (A, B et C) : Réponse après immersion du feldspath pendant 0 heure (A), 24 heures (B), et 96 et 168 heures à 37°C (C). Acide citrique : Circuit (D et E) : Réponse après immersion du feldspath pendant 0 heure (D) et 24, 96 et 168 heures à 37°C (E). Acide lactique : Circuit (F et G) : Réponse après immersion du feldspath pendant 0 heure (F) et 96 et 168 heures à 37°C (G). Acide acétique : Circuit (H et I) : Réponse après immersion du feldspath pendant 0 et 24 heures (H) et 96 et 168 heures à 80°C (I). 114

Figure IV.9 Courbes de polarisation pour les échantillons de zircone : A) Dans la salive artificielle de Fusayama (pH = 6,8), B) Dans une solution de 2% d'acide citrique (pH = 2,4) et C) Dans une solution de 2% d'acide lactique (pH = 3,5) à 37°C, D) Dans une solution de 4% d'acide acétique (pH = 2,4) à 80°C. 117

Figure IV. 10 Courbes de polarisation pour les échantillons de la vitrocéramique : A) Dans la Salive Artificielle de Fusayama (pH = 6,8), B) Dans une solution d'acide citrique à 2 % (pH = 2,4) et C) Dans une solution d'acide lactique à 2 % (pH = 3,51) à 37°C, D) Dans une solution 4 % d'acide acétique (pH = 2,45) à 80°C 124

Figure IV.11. Courbes de polarisation cyclique des échantillons d'alumine sous diverses conditions : A) Dans la salive artificielle de Fusayama, B) Dans 2 % d'acide citrique, et C) Dans 2 % d'acide lactique à une température de 37°C. De plus, D) Dans 4 % acide acétique à à une température de 80°C, avec des durées d'immersion de 0h, 24h, 96h et 168 heures pour tous les milieux testés. 130

Figure IV.12 Courbes de polarisation cyclique pour les échantillons de feldspath dans diverses conditions : A) Dans la salive artificielle de Fusayama, B) Dans 2% d'acide citrique, et C) Dans 2% d'acide lactique à une température de 37°C. De plus, D) Dans 4% d'acide acétique à 80°C, avec des durées de 0h, 24h, 96h et 168 heures pour tous les milieux testés. 135

Figure IV. 13 Observations et analyse de la composition élémentaire ont été réalisées à l'aide d'un MEB/EDX: a) Zircane avant exposition, b) Zircane après 168 heures d'exposition dans la salive artificielle de Fusayama à 37°C, c) Zircane après 168 heures d'exposition dans l'acide citrique à 37°C, d) Zircane après 168 heures d'exposition dans l'acide lactique à 37°C, et e) Zircane après 168 heures d'exposition dans l'acide acétique à 80°C.	139
Figure IV. 14 Observations et analyse de la composition élémentaire MEB/EDX : a) Vitrocéramique avant exposition, b) Vitrocéramique après 168 heures d'exposition dans la salive artificielle de Fusayama à 37°C, c) Vitrocéramique après 168 heures d'exposition dans l'acide citrique à 37°C, d) Vitrocéramique après 168 heures d'exposition dans l'acide lactique à 37°C, et e) Vitrocéramique après 168 heures d'exposition dans l'acide acétique à 80°C.	143
Figure IV. 15 Observations et analyse de la composition élémentaire MEB/EDX: a) Alumine avant exposition, b) Alumine après 168 heures d'exposition dans la salive artificielle de Fusayama à 37°C, c) Alumine après 168 heures d'exposition dans l'acide citrique à 37°C, d) Alumine après 168 heures d'exposition dans l'acide lactique à 37°C, et e) Alumine après 168 heures d'exposition dans l'acide acétique à 80°C.	148
Figure IV. 16 Les observations et l'analyse de la composition élémentaire ont été réalisées à l'aide d'un MEB /EDX: a) Feldspath avant immersion , b) Feldspath après une exposition de 168 heures à la SA Fusayama à 37°C, c) Feldspath après une exposition de 168 heures à l'acide citrique à 37°C, d) Feldspath après une exposition de 168 heures à l'acide lactique à 37°C, et e) Spécimen de feldspath après une exposition de 168 heures à l'acide acétique à 80°C....	151
Figure IV. 17 DRX des échantillons de la Zircane , a) avant immersion, b), c), d) et e) après immersion pendant 168 heures correspondant aux groupes Salive Artificielle de Fusayama, acide citrique ,acide lactique et acide acétique	155
Figure IV. 18. DRX des échantillons de Vitrocéramique (a) avant immersion. (b, c, d, e) après immersion pendant 168 heures correspondant aux groupes Salive Artificielle Fusayama, Acide Citrique, Acide Lactique et Acide Acétique. Aucun changement dans les compositions cristallines n'a été observé. Le silicate de lithium était présenté comme le principal composé cristallin.....	158
Figure IV. 19 DRX des échantillons de Feldspath (a) avant immersion. (b, c, d, e) après immersion pendant 168 heures correspondant aux groupes Salive Artificielle Fusayama, Acide Citrique, Acide Lactique et Acide Acétique. Aucun changement dans les compositions cristallines n'a été observé. Le potassium aluminosilicate était présenté comme le principal composé cristallin.....	160

Liste des tableaux

Tableau I.1 Composition (wt % poids) des constituants de la céramique [37].	10
Tableau I.2 Composition minéralogique d'une céramique [37].	11
Tableau I.3 . Mesures de quelque paramètres mécaniques des différents systèmes Céramo-céramiques [52].	18
Tableau I.4. Rôle des joints de grains et des interfaces dans le comportement électrique des céramiques dentaires [79-80].	22
Tableau I.5. Impact des composants de la salive sur les céramiques dentaires [3].	25
Tableau I.6: Classification des céramiques dentaires pour les prothèses fixes selon les indications cliniques (BS ISO, 2008, BS ISO, 2015) [10],[148].	41
Tableau I.7: Les différents standards de tests de solubilité chimique avec divers paramètres[148-149].	44
Tableau I.8 : Modèles de salive artificielle utilisée dans des études biologiques [109].	46
Tableau II.1 : Composition chimique en pourcentage des disques en zircone (wt%).	51
Tableau II.2 : Composition standard d'IPS e max Press (wt%).	51
Tableau II.3 : Composition chimique des échantillons d'alumine en pourcentage (wt%).	52
Tableau II.4 : Composition chimique des échantillons de feldspath en pourcentage (wt%)..	52
Tableau II.5 : Composition de la salive artificielle en gramme par litre.	56
Tableau II.6 : Composition de la salive artificielle Fusayama en gramme par litre	57
Tableau II.7 : Composition et conditions des milieux acides.	57
Tableau III. 1: Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans un milieu salivaire en fonction du temps 7, 14 et 21 jours.	61
Tableau III.2 : Paramètres électrochimiques issus de l'étude par SIE de la zircone après son immersion pendant 0, 7,14 et 21 jours dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.	66
Tableau III.3 : Paramètres électrochimiques issus de l'étude par SIE de la Vitrocéramique après son immersion pendant 0, 7,14 et 21 jours dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.	69
Tableau III.4 : Paramètres électrochimiques issus de l'étude par SIE de l'Alumine après son immersion pendant 0, 7,14 et 21 jours dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.	72
Tableau III. 5 : Paramètres électrochimiques issus de l'étude par SIE de Feldspath après son immersion pendant 0, 7,14 et 21 jours dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.	75
Tableau IV.1: Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans la salive artificielle de Fusayama en fonction du temps 24, 96 et 168 heures à 37°C.	89

Tableau IV.2 : Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans 2% d'Acide Citrique en fonction du temps 24, 96 et 168 heures à 37°C.....	91
Tableau IV. 3 Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans 2% d'Acide Lactique en fonction du temps 24, 96 et 168 heures à 37°C.....	92
Tableau IV. 4 Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans 4% d'Acide Acétique en fonction du temps 24, 96 et 168 heures à 80°C.	94
Tableau IV.5 Paramètres électrochimiques de l'SIE pour les échantillons de zircone après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique pour différentes durées d'immersion.	98
Tableau IV.6 : Paramètres électrochimiques obtenus par SIE des échantillons de vitrocéramique après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique, l'acide acétique pour différentes durées d'immersion.....	104
Tableau IV. 7 Paramètres électrochimiques issus de la SIE pour les échantillons d'alumine après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique pour différentes durées d'immersion.	112
Tableau IV. 8 Paramètres électrochimiques issus de la SIE pour les échantillons de Feldspath après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique pour différents temps d'immersion.	116
Tableau IV.9 Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique de la zircone dans différentes solutions d'immersion à t=0 heure, t=24 heures, t=96 heures, t=168 heures (E _{corr} = Potentiel de corrosion, R _p = Résistance à la polarisation, I _{corr} = Courant de corrosion, V _{corr} = Taux de corrosion).	118
Tableau IV.10 Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique de la Vitrocéramique dans différentes solutions d'immersion à t=0 heure, t=24 heures, t=96 heures, t=168 heures (E _{corr} = Potentiel de corrosion, R _p = Résistance à la polarisation, I _{corr} = Courant de corrosion, V _{corr} = Taux de corrosion).....	127
Tableau IV.11 Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique pour l'Alumine dans différentes solutions d'immersion à t=0 heure, t=24 heures, t=96 heures, t=168 heures (E _{corr} = Potentiel de corrosion, R _p = Résistance à la polarisation, I _{corr} = Courant de corrosion, V _{corr} = Taux de corrosion.).....	132
Tableau IV.12 Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique pour le Feldspath dans différentes solutions d'immersion à t=0 heure, t=24 heures, t=96 heures, t=168 heures (E _{corr} = Potentiel de corrosion, R _p = Résistance à la polarisation, I _{corr} = Courant de corrosion, V _{corr} = Taux de corrosion).....	136

Sommaire

Dédicaces.....	I
Remerciements.....	II
Résumé.....	III
Abstract.....	IV
Liste des publications.....	V
Liste des abréviations	VI
Liste des figures	VII
Liste des tableaux	VIII
Sommaire	IX
Introduction générale.....	1
Chapitre I : Fondements théoriques et caractérisation des céramiques dentaires	
Introduction.....	3
I. Introduction à l'étude des céramiques dentaires	3
I.1. Importance des céramiques dans la dentisterie moderne	3
I.2. Évolution historique des matériaux céramiques en dentisterie	6
II. Classification et propriétés des céramiques dentaires	7
II.1. Types de céramiques dentaires	7
II.2. Classification des types de restauration céramique	8
II.2.1. Céramiques cristallines.....	9
II.2.2. Céramiques non-cristallines / amorphes	9
III. Composition chimique et structure cristalline des céramiques dentaires	10
III.1. Analyse de la composition	10
III.2. Propriétés moléculaires et liaisons ioniques	11
III.3. Visualisation des structures cristallines.....	12
IV. Propriétés mécaniques, physiques et chimiques des céramiques dentaires.....	15
IV.1 Propriétés mécaniques.....	15
IV.1.1. Module d'élasticité et résistance à la flexion.....	15
IV.1.1. Ténacité, Dureté et coefficient d'abrasion	16
IV.1.2. Résistance à la compression et facteurs influençant la résistance mécanique..	18
IV.2 Propriétés physiques (électriques, thermiques, optiques)	20

IV.2.1. Propriétés électriques.....	20
IV.2.2. Propriétés thermiques.....	20
IV.2.3. Propriétés optiques	20
IV.2.4. Propriétés physico-Chimiques	20
IV.3. Propriétés chimiques (biocompatibilité, réactivité)	21
IV.3.1 Biocompatibilité	21
IV.3.2 Réactivité.....	21
IV.4. Propriétés électrochimiques	21
V. Impact de la composition et microstructure sur les propriétés électriques des céramiques dentaires	22
VI. Interaction des céramiques dentaires avec le milieu oral.....	24
VI.1 Études sur les propriétés des céramiques dentaires et leur interaction avec le milieu oral.....	24
VI.2. Composition et rôle du complexe salivaire dans la dégradation des matériaux .	25
VI.2.1. Processus biochimiques et chimiques	25
VI.2.2. Dynamique du pH et capacité tampon de la salive	26
VI.2.3. Impact des ions hydroxyle	26
VII. Mécanismes de corrosion et de dégradation et de fatigue des céramiques dentaires.....	27
VII.1. Corrosion des céramiques dentaires.....	28
VII.2. Dégradation physique des céramiques dentaires.....	28
VII.3 Fatigue des céramiques dentaires	29
VIII. Influence du milieu oral : facteurs intrinsèques et extrinsèques	30
VIII.1. Facteurs intrinsèques.....	30
VIII.1.1. Température buccale	30
VIII.1.2. Débit et flux salivaire	30
VIII.1.3. Influence de la composition.....	31
VIII.1.4. Influence de l'état de surface	31
VIII.2. Facteurs extrinsèques	32
VIII.2.1. Influence de la salive.....	32
VIII.2.2. Influence du pH.....	32
IX. Techniques de caractérisation des céramiques dentaires.....	33
IX.1. Etude de l'état de surface et de microstructure	33
IX.1.1. Méthodes microscopiques.....	33

IX.1.1.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB/SEM).....	33
IX.1.1.2. Microscopie Electronique en Transmission (MET).....	35
IX.1.1.3. Microscopie à Force Atomique (AFM)	35
IX.1.2. Méthodes spectroscopiques	36
IX.1.2.1. Diffraction des rayons X (DRX).....	36
IX.1.2.2. Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (X-EDS)/EDS.....	38
IX.2. Méthodes électrochimiques	39
IX.2.1. Mesures du potentiel de corrosion (potentiel de circuit ouvert)	39
IX.2.2. Courbes de polarisation potentiodynamiques	39
IX.2.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).....	40
X. Normes ISO des tests in vitro des céramiques dentaires	41
ISO 6872 :2015 (Dentisterie - Matériaux céramiques) et ISO 9693 :2019 (DentisterieEssais de compatibilité pour les systèmes métallo-céramiques et céramo- céramiques).....	41
XI. Salive artificielle	45
XI.1 Différents types de la salive artificielle.....	46
XI.2 Salive artificielle et les études in vitro des matériaux dentaires	46
XII. Perspectives d'avenir dans le domaine des céramiques dentaires	47
XII.1. Nouveaux matériaux et techniques émergentes en dentisterie.....	47
XII.2. Défis et opportunités pour l'utilisation des céramiques dentaires dans le futur.....	48
Conclusion	48

Chapitre II: Méthodologie expérimentale

Introduction.....	50
I. Description des matériaux d'étude et des conditions expérimentales	50
I.1. Composition des céramiques utilisées	50
I.1.1. Zircone, Zenostar® T1 usinée (Wieland dental, Ivoclar Vivadent®)	50
I.1.2. IPS e. max Press (Ivoclar vivadent®).....	51
I.1.3. Alumine (VITA In-Ceram® AL for inLab®)	51
I.1.4. Feldspath Ceramco®3 (Dentsply Sirona)	52
I.2. Préparation des échantillons	52
I.2.1. Réalisation	52
I.2.2. Polissage	54

I.2.3. Nettoyage	54
I.2.4. Pesé de précision des échantillons	54
II. Etude gravimétrique	54
III. Paramètres environnementaux et temporels pour les tests in vitro	55
III.1. Milieu de dégradation.....	55
III.1.1. Salive artificielle.....	55
III.1.1.1. Salive artificielle de Ringer	55
III.1.1.2. Salive artificielle de Fusayama	56
III.1.2. Solutions acides	57
IV. Techniques d'analyse et de caractérisation utilisées.....	58
IV.1 Méthodes électrochimiques	58
IV.1.1. Etude électrochimique par spectroscopie d'impédance électrochimique et polarisation cyclique.....	58
IV.1.1.1 Principes de fonctionnement et configuration expérimentale.....	58
IV.2 Analyse morphologique et compositionnelle	60
IV.2.1. Microscope électronique à balayage couplé à EDX	60
IV.2.2. Diffraction des rayons X.....	60

Chapitre III : Comportement des céramiques dentaires dans la salive artificielle de Ringer

Introduction.....	61
I. Tests de gravimétrie dans la Solution de Ringer.....	61
II. Analyse électrochimique des céramiques dentaires dans la solution de Ringer	62
II.1. Spectroscopie d'Impédance électrochimique (SIE).....	62
II.1.1. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Zircone.....	62
II.1.2. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Vitrocéramique.....	67
II.1.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Alumine	70
II.1.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Feldspath	73
III. État de surface et de la microstructure des céramiques dentaires dans la solution de Ringer	76
III.1. Analyse de la surface par microscope électronique à balayage (MEB) couplé à l'EDX.....	76
III.1.1. MEB/EDX de la zircone	76
III.1.2. MEB/EDX de la vitrocéramique.....	77

III.1.3. MEB/EDX de l'alumine.....	78
III.1.4. MEB/EDX du feldspath.....	80
III.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	81
III.2.1. DRX de la zircone	81
III.2.2. DRX de la vitrocéramique	82
III.2.3. DRX de la feldspath.....	84
Conclusion	86

Chapitre IV: Comportement des céramiques dentaires dans les environnements acides.

Introduction.....	88
I. Tests de gravimétrie dans la Solution de La Salive Artificielle de Fusayama et les solutions acides.....	89
II. Analyse électrochimique des céramiques dentaires dans la solution de salive artificielle de Fusayama et solutions acides.....	95
II.1. Microscopie d'Impédance électrochimique (SIE)	95
II.1.1. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Zircon.....	96
II.1.2. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Vitrocéramiques	101
II.1.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Alumine	108
II.1.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Feldspath	113
II.2. Polarisation cyclique	117
II.2.1. Polarisation cyclique de la zircone.....	117
II.2.2. Polarisation cyclique de la vitrocéramique	123
II.2.3. Polarisation cyclique de l'alumine	129
II.2.4. Polarisation cyclique du feldspath	134
III. État de surface et de la microstructure des céramiques dentaires dans la salive artificielle de Fusayama et les solutions acides	138
III.1. Analyse de la surface par microscope électronique à balayage couplée à l' EDX	138
III.1.1. MEB/EDX de la zircone	138
III.1.2. MEB/EDX de la vitrocéramique.....	142
III.1.3. MEB/EDX de l'alumine.....	147
III.1.4. MEB/EDX du feldspath.....	150
III.2. Analyse par diffraction des rayons X.....	154

III.2.1. DRX de la zircone	154
III.2.2. DRX de la vitroc�ramique	157
III.2.3. DRX de la feldspath.....	160
Conclusion	162
Conclusion g�n�rale et Perspectives	163
R�f�rences Bibliographiques	165

Introduction générale

La dentisterie moderne repose largement sur l'utilisation de matériaux céramiques pour restaurer et reconstruire les structures dentaires en raison de leurs nombreux avantages. Le terme « céramique », dérivé du grec « kéramos » signifiant poterie ou « matière brûlée », évoque l'histoire ancienne de ce matériau. Son utilisation en tant que matériau dentaire débute au XVIII^e siècle, avec la création de la première couronne tout céramique par Land en 1886, connue sous le nom de couronne « jacket ». Bien que fragile et principalement utilisée pour les restaurations antérieures unitaires, elle a longtemps été la référence en dentisterie esthétique. Avec le progrès des techniques et des matériaux, des prothèses fixes en céramique intégrale, plus résistantes et polyvalentes, ont été développées.

Malgré ces avancées, des défis subsistent concernant la durabilité à long terme des céramiques dentaires. Elles sont soumises à des contraintes mécaniques et à des environnements corrosifs dans la cavité buccale. La biocompatibilité et l'interaction avec les tissus environnants sont également cruciales pour le succès des restaurations dentaires. Un aspect encore mal exploré affectant la longévité des restaurations céramo-céramiques est la fréquence des fractures tout au long de la zone de contact avec l'infrastructure.

L'objectif de cette thèse est d'approfondir l'étude du comportement électrochimique, de l'évaluation et de la caractérisation de quatre types de matériaux céramiques en interaction avec des milieux salivaires artificiels et des solutions acides simulant le milieu buccal. Cette recherche vise à comprendre l'influence de l'environnement sur les propriétés électrochimiques des céramiques dentaires ainsi que la réaction de ces matériaux aux conditions de stress et de dégradation. Pour cela, une gamme de techniques chimiques, électrochimiques et de caractérisation de surface a été utilisée. Ceci a pour but d'obtenir une compréhension approfondie des réponses des matériaux dans des environnements simulés.

La présente thèse est structurée de quatre chapitres. Le premier chapitre, intitulé "Fondements théoriques et caractérisation des céramiques dentaires", pose les bases en décrivant les classifications et les propriétés des céramiques dentaires, ainsi que leur interaction avec le milieu buccal. Il aborde également les normes ISO applicables aux tests in vitro des céramiques dentaires, en mettant particulièrement l'accent sur la norme ISO 6872, ladite norme définit les

conditions de vieillissement des matériaux dentaires en simulant leur immersion dans des environnements corrosifs pour une période allant jusqu'à 22 ans.

Le deuxième chapitre, "Méthodologie expérimentale", détaille les méthodes utilisées dans cette étude. Il couvre la sélection des échantillons, les conditions environnementales pour les tests in vitro, ainsi que les techniques d'analyse et de caractérisation employées pour évaluer les propriétés des céramiques dentaires.

Le troisième chapitre et le dernier, "Comportement des céramiques dentaires dans la solution de la Salive Artificielle de Ringer", présente les résultats des tests effectués à 37°C. Les matériaux ont été immergés dans une solution de salive artificielle de Ringer pendant 21 jours. Les analyses par diffraction des rayons X (DRX), microscopie électronique à balayage couplée à la spectroscopie de dispersion d'énergie (MEB-EDX), et spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) ont révélé des variations dans la dégradation des céramiques, avec des comportements distincts en termes de dissolution et de formation de dépôts superficiels.

Le quatrième chapitre, "Comportement des céramiques dentaires dans les environnements acides", traite des tests réalisés avec des solutions acides. Les céramiques ont été exposées pendant 168 heures à des solutions d'acide citrique à 2%, d'acide lactique à 2%, et d'acide acétique à 4%, à 37°C et 80°C pour l'acide acétique, conformément à la norme ISO 6872, qui simule un vieillissement équivalent à environ 22 ans d'immersion. Les tests électrochimiques, incluant SIE et polarisation cyclique, ont été complétés par des analyses MEB-EDX et DRX. La zircone a montré une résistance notable à la corrosion avec la formation d'une couche d'oxyde stable, tandis que la vitrocéramique a présenté une bonne résistance dans la plupart des électrolytes, mais une dégradation significative dans l'acide acétique. L'alumine et le feldspath ont montré des réponses équilibrées avec des formations potentielles de couches protectrices, bien que des variations élémentaires importantes aient été observées.

Cette recherche démontre l'importance des tests gravimétriques, électrochimiques, et d'analyse de surface permettant la compréhension du comportement des céramiques dentaires dans des environnements simulés. Les résultats montrent des différences dans la résistance à la dégradation des matériaux, influencées par leur composition et les conditions d'immersion.

Chapitre I : Fondements théoriques et caractérisation des céramiques dentaires

Introduction

Les céramiques dentaires ont longtemps été au cœur de la dentisterie moderne, offrant des solutions esthétiques et fonctionnelles pour restaurer et reconstruire les structures dentaires endommagées ou manquantes. Ce chapitre vise à explorer en profondeur les fondements théoriques et la caractérisation des céramiques dentaires, mettant en lumière leur importance, leur évolution historique et leurs propriétés fondamentales. En effet, la compréhension approfondie de ces aspects est essentielle pour une utilisation efficace et appropriée des céramiques dentaires dans la pratique clinique.

Nous commencerons par une introduction à l'étude des céramiques dentaires, en soulignant leur rôle crucial dans la dentisterie moderne et leur évolution au fil du temps. Ensuite, nous explorerons la classification et les propriétés des céramiques dentaires, en soulignant les divers types de céramiques utilisés, leur composition chimique, leur structure, ainsi que leurs propriétés mécaniques, physiques et chimiques. Nous examinerons également leur interaction avec le milieu oral, en analysant les mécanismes de corrosion et de fatigue, ainsi que les méthodes de caractérisation employées pour analyser ces matériaux dans des environnements expérimentaux reproduisant des conditions réelles.

Enfin, nous aborderons les perspectives d'avenir dans le domaine des céramiques dentaires, en discutant des nouveaux matériaux émergents, des défis et des opportunités pour leur utilisation future. Cette introduction fournira un aperçu complet du contenu abordé dans ce chapitre, jetant les bases pour une exploration approfondie des céramiques dentaires et de leur importance dans la pratique dentaire contemporaine.

I. Introduction à l'étude des céramiques dentaires

I.1. Importance des céramiques dans la dentisterie moderne

Les céramiques dentaires jouent un rôle crucial dans la dentisterie moderne en raison de leurs propriétés esthétiques, fonctionnelles et durables. Elles offrent des solutions de restauration dentaire hautement esthétiques, imitant fidèlement l'apparence naturelle des dents, tout en présentant une excellente biocompatibilité, minimisant ainsi les risques de réactions allergiques ou d'inconfort pour les patients. Dans le domaine de la dentisterie esthétique, les céramiques permettent des restaurations personnalisées qui s'harmonisent parfaitement avec les dents naturelles en termes de forme, de couleur et de translucidité [1]. De plus, les avancées technologiques ont conduit au développement de céramiques modernes présentant des propriétés mécaniques avantageuses, telles qu'une résistance élevée à la fracture et une bonne résilience, les rendant adaptées à des restaurations dentaires durables et fonctionnelles [2-3].

Les céramiques dentaires offrent une combinaison d'avantages significatifs en termes d'esthétique, de biocompatibilité et de durabilité, ce qui en fait des matériaux essentiels dans la pratique dentaire contemporaine. En ce qui concerne l'esthétique, les céramiques dentaires, telles que les facettes en céramique Emax, offrent un résultat naturel et sur-mesure, imitant de manière très proche l'apparence des dents naturelles. Elles permettent de corriger divers défauts esthétiques des dents, offrant un sourire parfait et harmonieux. De plus, ces céramiques présentent une grande précision colorimétrique, assurant un rendu esthétique très naturel. Sur le plan de la biocompatibilité, les céramiques dentaires sont recommandées en raison de leur excellente compatibilité avec les tissus buccaux, minimisant ainsi les risques de réactions allergiques ou d'inconfort pour les patients. Les facettes dentaires en céramique à base d'alumine, de zircone, de disilicate de lithium, de phosphate de calcium, d'hydroxyapatite, de phosphate tricalcique et de carbonate de calcium offrent des propriétés esthétiques, mécaniques et biologiques adaptées à la fabrication de facettes dentaires esthétiques, résistantes et durables [4-7].

En termes de durabilité, les céramiques dentaires modernes, comme les couronnes céramo-métalliques, sont reconnues pour leur solidité et leur résistance élevée à la fracture, les rendant adaptées pour supporter la mastication. Ces matériaux offrent une longue durée de vie, pouvant dépasser 15 ans voire plus de 30 ans, ce qui en fait des solutions dentaires durables et fiables. De plus, les céramiques à matrice résineuse présentent des propriétés mécaniques avantageuses, proches des tissus dentaires, offrant une résistance à la fracture favorable et une facilité de réparation en cas de besoin [8-10].

➤ Restaurations dentaires :

Les céramiques sont largement utilisées pour les restaurations dentaires esthétiques et fonctionnelles incluant les couronnes, les bridges, les inlays, les onlays et les facettes. Par exemple, la céramique IPS e.max® Press est un matériau de référence pour les restaurations esthétiques en raison de ses propriétés optiques exceptionnelles [11-13]. Ces restaurations céramo-céramiques offrent un biomimétisme élevé, une résistance mécanique à long terme et une biocompatibilité démontrée, les rendant idéales pour des restaurations indirectes de haute qualité.

➤ Implants :

Dans le domaine des implants dentaires, les implants en céramique, tels que la zircone, sont insérés dans l'os mandibulaire afin de substituer les racines des dents absentes. Ces implants

servent de support pour les couronnes, les bridges ou les prothèses dentaires. Les céramiques bio-inertes, comme la zircone, sont largement utilisées pour minimiser les réactions avec les tissus biologiques, offrant ainsi une excellente biocompatibilité qui favorise l'intégration des implants et des prothèses dans les tissus. Par ailleurs, les céramiques bioactives, telles que les phosphates de calcium et l'hydroxyapatite, sont spécifiquement conçues pour favoriser la réparation des tissus et l'adhésion osseuse, contribuant ainsi au succès des implants dentaires [14-18].

➤ Prothèses :

Les céramiques dentaires sont largement utilisées dans la fabrication de prothèses dentaires et osseuses, incluant les prothèses dentaires comme les dentiers complets ou partiels, ainsi que les prothèses implantaires. Ces prothèses sont conçues pour remplacer les dents manquantes et restaurer à la fois la fonction masticatoire et l'esthétique du sourire. Les céramiques dentaires bio-inertes, telles que la zircone stabilisée à l'yttrium (Y-TZP) et les vitrocéramiques à base de silicate de lithium (LS2), sont souvent choisies pour les prothèses orthopédiques et la restauration dentaire en raison de leur biocompatibilité et de leur résistance [19-20]. En outre, les céramiques dentaires biorésorbables, comme le phosphate tricalcique et le carbonate de calcium, se dégradent progressivement en étant remplacées par des tissus vivants, offrant ainsi des solutions innovantes pour les prothèses dentaires et osseuses [19].

La sélection minutieuse des matériaux céramiques en dentisterie est cruciale pour répondre aux besoins cliniques spécifiques et aux exigences des patients. Les avancées dans les céramiques dentaires ont permis d'éliminer les métaux, offrant ainsi des solutions biocompatibles et esthétiques. Il est essentiel de sélectionner le type de matériau céramique le plus approprié en fonction des propriétés esthétiques, optiques, de résistance mécanique et de précision d'adaptation requises pour la restauration souhaitée. Par exemple, les vitrocéramiques, renforcées à la leucite ou au silicate de lithium, présentent une résistance similaire à celle de la dent naturelle et conviennent parfaitement aux restaurations esthétiques et résistantes [21]. D'autre part, les céramiques polycristallines sont utilisées pour des indications spécifiques nécessitant une résistance mécanique supérieure. Le choix du matériau céramique doit être guidé par une évaluation approfondie des besoins du patient, de la localisation de la dent à restaurer, de la fonction masticatoire, de l'esthétique souhaitée et de la durabilité attendue [22]. Les céramiques présentent des caractéristiques variées en termes de composition chimique, de microstructure et de mode de fabrication, influençant directement leurs performances cliniques [23]. Par conséquent, une compréhension approfondie des propriétés des différents types de

céramiques est essentielle pour garantir le succès des restaurations dentaires et la satisfaction des patients.

I.2. Évolution historique des matériaux céramiques en dentisterie

L'évolution historique des matériaux céramiques en dentisterie jusqu'en 2024 a été caractérisée par d'importantes avancées visant à améliorer leurs propriétés mécaniques, esthétiques et biologiques. Depuis les années 1980, ces progrès ont facilité le développement de facettes, d'inlays, d'onlays, de couronnes et de bridges en céramique, offrant des solutions de restauration dentaire esthétiques et durables [24]. Les céramiques ont évolué pour fournir des restaurations de haute qualité qui imitent fidèlement l'apparence naturelle des dents tout en garantissant une biocompatibilité optimale (Figure I.1).

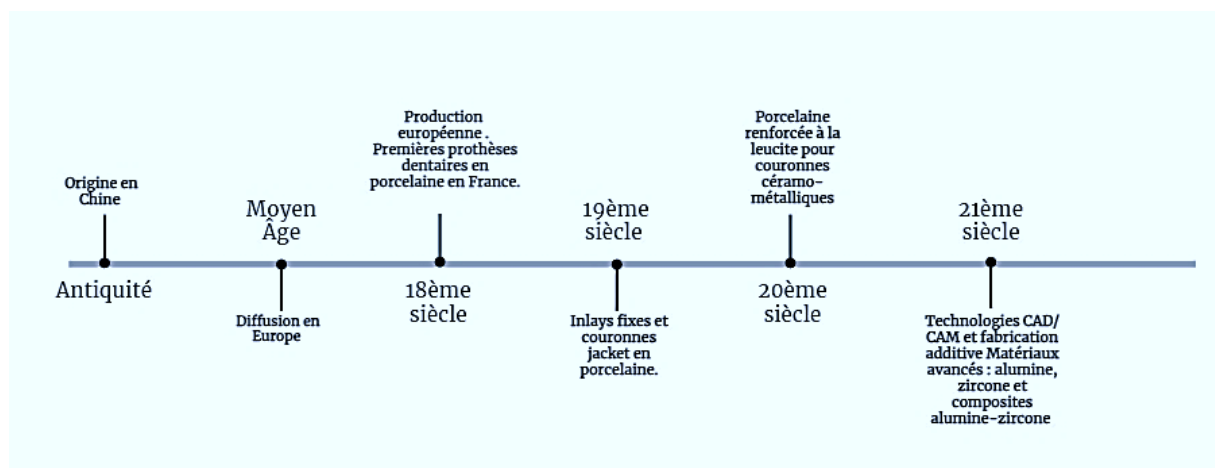


Figure I-1 Evolution historique des céramiques dentaires depuis leurs origines en Chine jusqu'aux technologies et matériaux modernes utilisés aujourd'hui.

L'utilisation de céramiques polycristallines représente un stade avancé dans l'amélioration des propriétés mécaniques des matériaux céramiques, permettant l'harmonisation de l'esthétique et de la résistance, éliminant ainsi le compromis entre ces deux aspects. Les restaurations céramiques sont devenues une alternative préférée pour diverses indications de restaurations indirectes, offrant un biomimétisme et une biocompatibilité éprouvée. L'évolution des techniques de collage a également joué un rôle essentiel en permettant des procédures moins invasives et une approche thérapeutique plus conservatrice [25]. Cette approche, connue sous le nom de dentisterie optimale, vise à préserver la pulpe dentaire chaque fois que possible, évitant ainsi une préparation périphérique inutile au départ. Ces avancées ont inauguré un changement de paradigme dans les pratiques cliniques, favorisant des restaurations dentaires plus esthétiques, résistantes et durables pour les patients.

De plus, la recherche scientifique et l'innovation technologique ont été des moteurs essentiels pour faire progresser le développement des matériaux céramiques en dentisterie. Grâce à des analyses quantitatives rigoureuses des propriétés des matériaux telles que la dureté, la résistance à la flexion et la ténacité à la rupture, les chercheurs ont acquis des connaissances inestimables sur les performances des restaurations céramiques [26-27]. Ces connaissances ont guidé la formulation de compositions céramiques adaptées pour répondre aux exigences rigoureuses des prothèses dentaires, trouvant un équilibre délicat entre les exigences esthétiques et la robustesse mécanique. De plus, les avancées dans les techniques de traitement, y compris le pressage isostatique à chaud (PIC) et la conception assistée par ordinateur (CAO), ont donné aux cliniciens et aux techniciens un contrôle sans précédent sur la conception et la fabrication des restaurations céramiques, garantissant une précision et une reproductibilité exceptionnelles [28-29]. Les observations empiriques issues d'études longitudinales évaluant les résultats cliniques, y compris les taux de survie des restaurations, l'intégrité marginale et la satisfaction des patients, soulignent en outre l'efficacité des matériaux céramiques modernes pour répondre aux normes exigeantes de la pratique dentaire contemporaine. L'évolution historique des matériaux céramiques en dentisterie témoigne d'une convergence entre la recherche scientifique et l'innovation technologique, qui a conduit au développement de prothèses dentaires sophistiquées [30]. Cette évolution, guidée par une approche multidisciplinaire intégrant la recherche, l'innovation et la validation clinique, a permis aux céramiques dentaires de fournir des solutions esthétiques, durables et biocompatibles pour diverses applications dentaires, entraînant ainsi une transformation de la pratique clinique et une amélioration des résultats pour les patients.

II. Classification et propriétés des céramiques dentaires

II.1. Types de céramiques dentaires

La classification des céramiques dentaires repose sur divers critères, notamment la composition chimique, la microstructure et les procédés de mise en forme. Ces céramiques sont regroupées en plusieurs familles, telles que les céramiques feldspathiques, alumineuses, vitrocéramiques et à base de zircone.

L'état actuel de la classification des céramiques dentaires comprend un nouveau système de classification pour tous les matériaux restaurateurs en céramique et similaires à la céramique, tel que proposé par Gracis et al. en 2015 [31]. Ce système catégorise les matériaux restaurateurs en céramique en trois familles principales : les céramiques à matrice de verre, les céramiques polycristallines et les céramiques à matrice de résine. Chaque famille est ensuite subdivisée en

sous-familles basées sur leur composition et leurs propriétés, facilitant l'intégration des nouveaux matériaux développés.

II.2. Classification des types de restauration céramique

Comme illustré dans la Figure I.2, la classification des céramiques dentaires repose également sur les types de restaurations, principalement en deux grandes catégories : le système céramo-métallique, où une structure métallique est recouverte de céramique, et les restaurations tout-céramique, qui utilisent des matériaux céramiques sans structure métallique sous-jacente. Les restaurations céramo-métalliques sont reconnues pour leur durabilité et leur résistance accrue, tandis que les restaurations tout-céramique offrent des avantages esthétiques supérieurs et une biocompatibilité élevée [32].

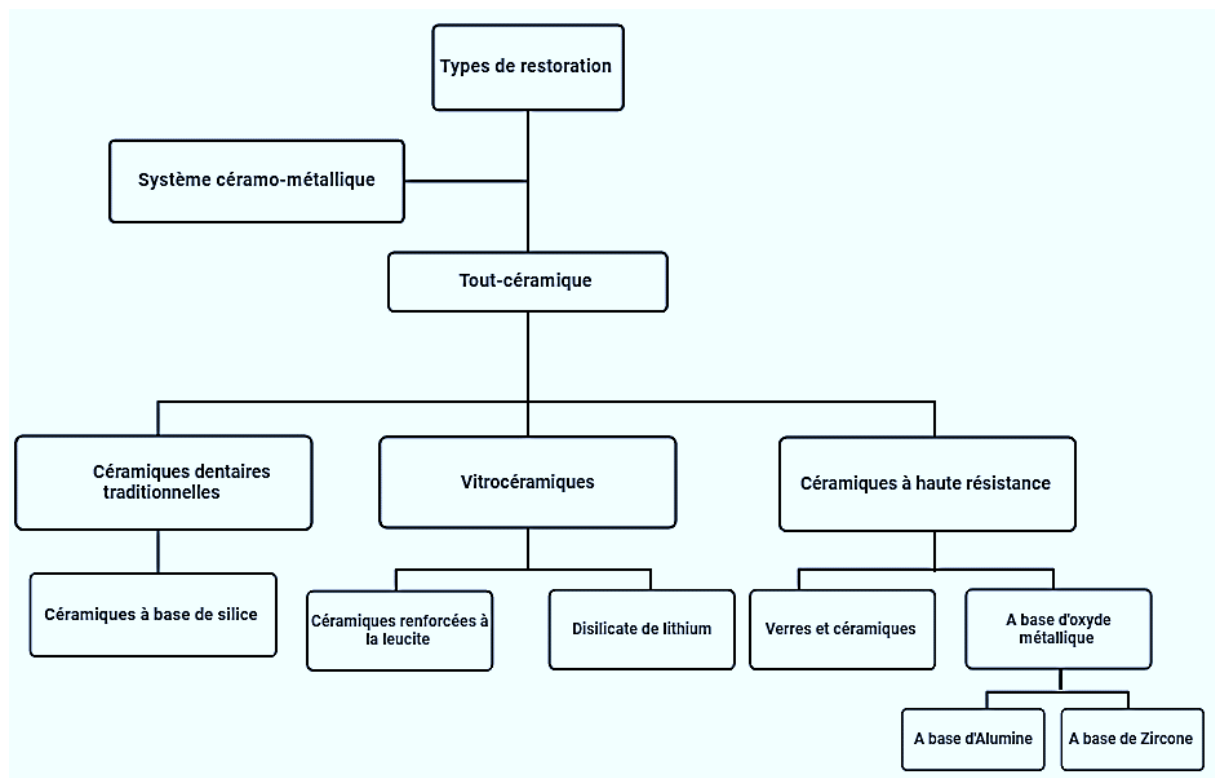


Figure I-2 Classification des types de restauration céramique [32].

Les premières céramiques utilisées en dentisterie étaient principalement de type feldspathique. Initialement, les céramiques vitreuses étaient fabriquées en incorporant mécaniquement des particules de charge cristalline au verre avant la cuisson. La méthode contemporaine de production de céramiques vitreuses implique la croissance des particules de charge à l'intérieur de l'objet en verre, comme c'est le cas pour le produit "IPS e.max" d'Ivoclar Vivadent [33-34].

Pour améliorer les propriétés mécaniques des céramiques vitreuses et leur esthétique, des particules telles que l'oxyde d'aluminium et la leucite ont été ajoutées. Ces céramiques, appelées

céramiques vitreuses remplies de particules, ont vu leurs propriétés mécaniques s'améliorer considérablement par rapport aux premières générations.

Les céramiques polycristallines, comme le Y-TZP, ont été conçues afin de satisfaire les exigences de résistance mécanique élevée. Dépourvues de phases vitreuses, elles sont structurées avec des arrangements atomiques réguliers qui confèrent des propriétés mécaniques comparables voire supérieures à celles des alliages métalliques [35].

La zircone stabilisée par l'yttrium (Y-TZP) est particulièrement populaire pour sa ténacité à la rupture, offrant une résistance exceptionnelle à la propagation des fissures, ce qui en fait un matériau de choix ces dernières années [36].

Une autre méthode de classification des céramiques dentaires est basée sur leur température de fusion, les répartissant en catégories selon leur utilisation spécifique dans les prothèses dentaires et les restaurations [37-38] :

- Haute fusion (1315°C-1370°C) : pour les dents artificielles dans les prothèses amovibles
- Fusion moyenne (1090°C-1290°C) : pour les Jackets cuits sur platine
- Basse fusion (870°C-1065°C) : pour l'émaillage des couronnes céramo-métalliques
- Ultra-basse fusion (<870°C) : pour les couronnes et ponts, parfois utilisés avec des alliages de titane en raison de leur faible expansion thermique.

Selon la nature et la quantité de phase cristalline, les céramiques dentaires peuvent être classées dans différents groupes, tels que le feldspath, le disilicate de lithium, l'alumine, le spinelle, et d'autres encore.

II.2.1. Céramiques cristallines

La plupart des matériaux céramiques ont une structure cristalline et sont plus fragiles que les métaux. La disposition des atomes dans la céramique cristalline était hautement ordonnée dans tout le matériau [39-40].

II.2.2. Céramiques non-cristallines / amorphes

Les céramiques non-cristallines, également appelées amorphes, ne présentent pas de structure cristalline régulière. Le traitement du verre est totalement différent de la préparation de la céramique cristalline et comporte plusieurs étapes. La céramique non cristalline, en tant que

verre, peut généralement être préparée à partir de matière fondue. Les verres ont été transformés pour obtenir la forme souhaitée, soit en les moulant à l'état fondu, soit en soufflant la viscosité de type caramel dans un moule [41].

III.Composition chimique et structure cristalline des céramiques dentaires

La structure et la composition chimique fondamentale des céramiques dentaires sont des aspects essentiels pour comprendre les propriétés physiques et mécaniques qui rendent ces matériaux adaptés aux applications dentaires [37].

III.1. Analyse de la composition

Le Tableau I.1 offre un aperçu détaillé de la composition en poids des principaux constituants des céramiques, révélant la présence significative d'argile, de feldspath et de quartz, dont les proportions sont essentielles pour déterminer les caractéristiques physiques et mécaniques des céramiques [37]. De même, le Tableau I.2 présente la composition minéralogique typique d'une céramique, soulignant la présence de ces mêmes éléments, ainsi que du fondant ou flux, avec leurs proportions et températures de fusion. Ces deux sources fournissent des informations cruciales sur la composition et la structure des céramiques dentaires, offrant ainsi une compréhension approfondie de leur comportement lors de la fusion et de la formation des phases cristallines et vitreuses.

Tableau I.1 Composition (wt % poids) des constituants de la céramique [37].

Composition	Argile	Feldspath	Quartz
SiO ₂	60-70	60-70	80-95
Al ₂ O ₃	25-30	10-20	0-1
Fe ₂ O ₃	1-5	0-3	0-1
K ₂ O	0-3	10-20	1-5
CaO	0-1	0-2	0-1
MgO	0-1	0-1	0-1
Na ₂ O	0-1	0-3	0-1
TiO ₂	0-3	0-1	0-1

Tableau I.2 Composition minéralogique d'une céramique [37].

Composition	Argile 5%	Quartz 15%	Fondant ou flux 80%
	Kaolin (phyllosilicate)		Feldspaths Feldspathoïdes
	$\text{Al}_2\text{O}_3, 2\text{SiO}_2, 3\text{H}_2\text{O}$	SiO_2	$\text{Na}_2\text{O}, \text{Al}_2\text{O}_3, 6\text{SiO}_2$ (albite) $\text{K}_2\text{O}, \text{Al}_2\text{O}_3, 6\text{SiO}_2$ (orthose) $\text{Na}_2\text{O}, \text{Al}_2\text{O}_3, 2\text{SiO}_2$ (nepheline) $4\text{SiO}_2, \text{Al}_2\text{O}_3, \text{K}_2\text{O}$ (leucite)
Température de fusion	1800°C	1700°C	1150-1300 °C
Propriétés	Réaction pyrotechnique avec le fondant	Liaison avec le fondant	
Phases	Phase cristalline		Phase vitreuse

III.2. Propriétés Moléculaires et liaisons ioniques

Au niveau atomique, les céramiques sont composées de liaisons ioniques métal-oxygène. Le silicium (Si), le zirconium (Zr) et l'aluminium (Al) sont des éléments métalliques courants présents dans les céramiques en combinaison avec l'oxygène [42]. Contrairement aux liaisons métalliques des alliages ou aux liaisons covalentes des polymères, les liaisons ioniques résultent du transfert complet d'électrons du métal à l'oxygène. Ces liaisons ioniques sont fortes et directionnelles, ce qui signifie qu'elles ne tolèrent pas la déformation. Cette intolérance à la déformation rend les céramiques cassantes. Une deuxième caractéristique distinctive des céramiques est que les liaisons ioniques métal-oxygène se produisent dans de vastes réseaux cristallins [43]. Ces réseaux cristallins ne sont cependant pas parfaits. La continuité du réseau cristallin peut être interrompue par la présence d'ions métalliques de sodium (Na) ou de potassium (K) qui ne peuvent pas se lier de manière cohérente avec le métal parent dans le réseau. Ces ions d'interruption sont appelés flux et ont plusieurs effets profonds sur les propriétés céramiques, notamment une résistance réduite, une température de fusion plus basse

et une plus grande transparence [44]. Lorsque le réseau cristallin est suffisamment perturbé, il est décrit comme amorphe ou vitreux. Les céramiques dentaires sont principalement composées d'éléments métalliques et non métalliques, notamment du silicium sous forme de silice ou de composés silicatés, du disilicate de lithium et de la zircone [46-47]. Elles peuvent également contenir divers autres éléments tels que le dioxyde de silicium (SiO_2), l'oxyde de lithium (Li_2O), le dioxyde de zirconium (ZrO_2), etc. La composition et la technologie de production des céramiques dentaires donnent des matériaux avec des propriétés telles qu'une résistance élevée à la flexion, une résistance à la rupture, une résistance à l'usure, une polissabilité améliorée et des propriétés optiques. En outre, elles peuvent contenir des éléments tels que l'oxyde de sodium (Na_2O), le trioxyde de bore (B_2O_3), l'oxyde de calcium (CaO) [47].

Le processus de fabrication des céramiques dentaires implique la création de structures en réseau dimensionnelles, où un réseau céramique de feldspath à fine structure est renforcé par un réseau polymère composé de polymère méthacrylate. Les performances des céramiques de verre synthétique sont affectées par divers facteurs, notamment la taille des cristaux, la répartition des cristaux, la correspondance de l'expansion/contraction thermique, les conditions de fabrication et les conditions environnementales buccales [48].

III.3. Visualisation des structures cristallines

La structure cristalline des céramiques dentaires est un facteur déterminant de leurs performances cliniques. Les réseaux cristallins offrent une certaine résistance mécanique, mais leur intégrité peut être altérée par la présence d'impuretés ou d'inclusions (Figure I.3). Ces défauts cristallins peuvent affecter la résistance à la fracture, la ténacité et la stabilité dimensionnelle du matériau céramique [2],[49]. Par conséquent, une compréhension approfondie de la composition chimique et de la structure cristalline des céramiques dentaires est essentielle pour concevoir des restaurations durables et esthétiques, capables de résister aux contraintes biomécaniques et environnementales de la cavité buccale.

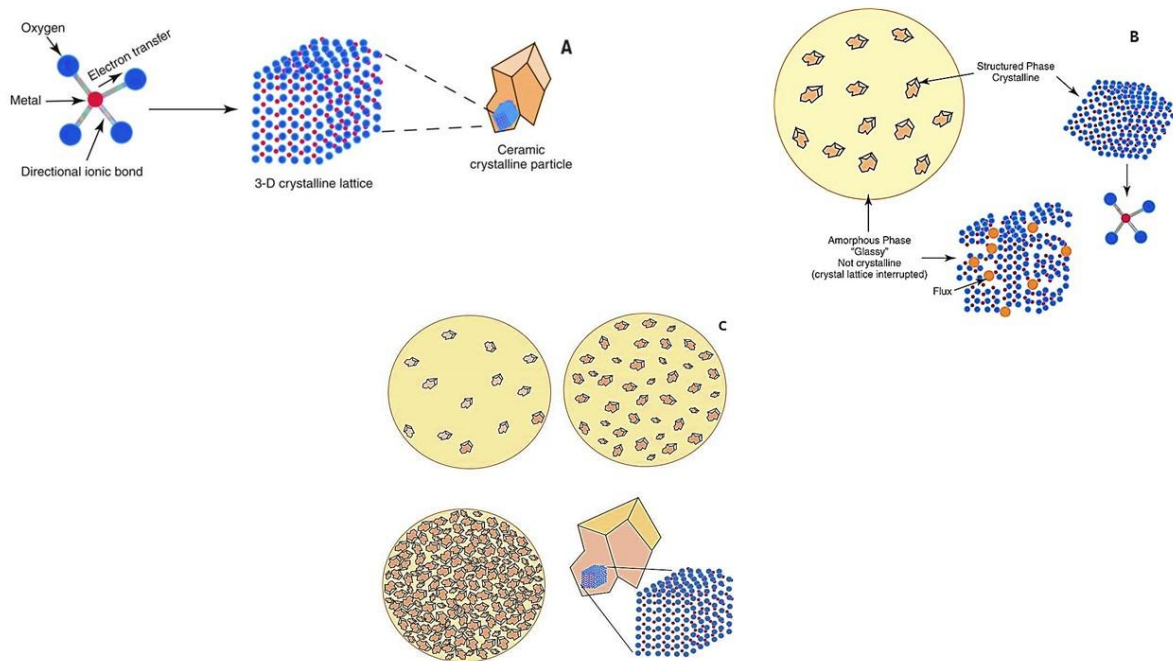


Figure I-3. A : Composition des céramiques dentaires montrant les liaisons ioniques métal-oxygène. Ces liaisons, résultant du transfert d'électrons du métal à l'oxygène, forment des réseaux cristallins tridimensionnels. Bien que fortes, ces liaisons sont hautement directionnelles, rendant les céramiques cassantes et susceptibles de se fracturer en cas de déformation. **B :** Structure des céramiques dentaires illustrant la présence de zones amorphes et cristallines. Les zones amorphes, avec des interruptions dans les réseaux cristallins, sont transparentes. En revanche, les zones cristallines, avec une structure plus idéale, sont opaques. La proportion relative de ces phases influe sur les propriétés mécaniques et optiques des céramiques. **C :** Classification des céramiques dentaires en quatre catégories principales, basées sur leur composition et leur structure cristalline : -Céramiques feldspathiques ou vitreuses (en haut à gauche) : Principalement constituées de verre amorphe avec des zones de cristallisation appelées leucite. -Céramiques dominées par le verre (en haut à droite) : Principalement composées de verre, avec une proportion accrue de cristallisation. - Céramiques dominées par le cristal (en bas à gauche) : Prédominance de phase cristalline avec une variété de types de cristaux, mais avec une phase vitreuse présente. -Céramiques cristallines (en bas à droite) : Absence de phase vitreuse, les plus récentes et les plus résistantes parmi les céramiques dentaires [37].

➤ Transformation des Céramiques Polycristallines : Deux phénomènes sont à noter par rapport à la structure des céramiques polycristallines (ex : Y-TZP) :

La transformation au moment de l'élévation de température de la structure monoclinique à la structure tétragonale se produit à 1170°C, alors qu'au moment du refroidissement, le passage de la structure tétragonale à la structure monoclinique se produit environ 100°C au-dessous de cette température (Figure I.4) [50-51].

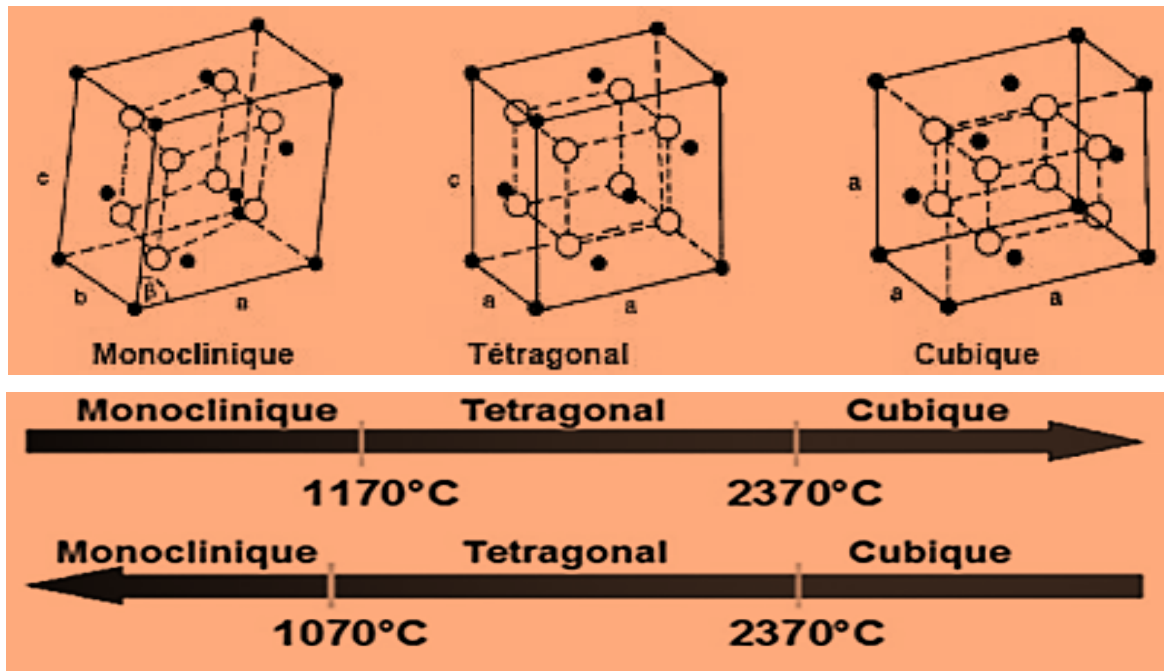


Figure I-4 La zircone se transforme en trois formes cristallines — monoclinique, tétragonale (également connue sous le nom de quadratique) et cubique — lors des processus de réchauffement et de refroidissement qui entraînent des changements allotropiques dans les cristaux de ZrO₂ [37].

Après le frittage des céramiques, le refroidissement entraîne un changement dans la structure cristalline, accompagné d'une expansion de 3 à 4 %. Cette expansion génère des contraintes importantes au sein du matériau, pouvant mener à sa fracture. Au fur et à mesure que la fissure progresse, la contrainte exercée par la matrice cubique sur les particules tétragonale diminue. (Figure I.5). Cette réduction entraîne la conversion des particules tétragonale en particules monocliniques, accompagnée d'une expansion dimensionnelle. Le champ de contraintes généré par cette expansion s'oppose à celui qui favorise la propagation des fissures. En conséquence, la ténacité du matériau augmente, ce qui aide à freiner la propagation des fissures et améliore la résistance à la fracture du matériau [52-54].

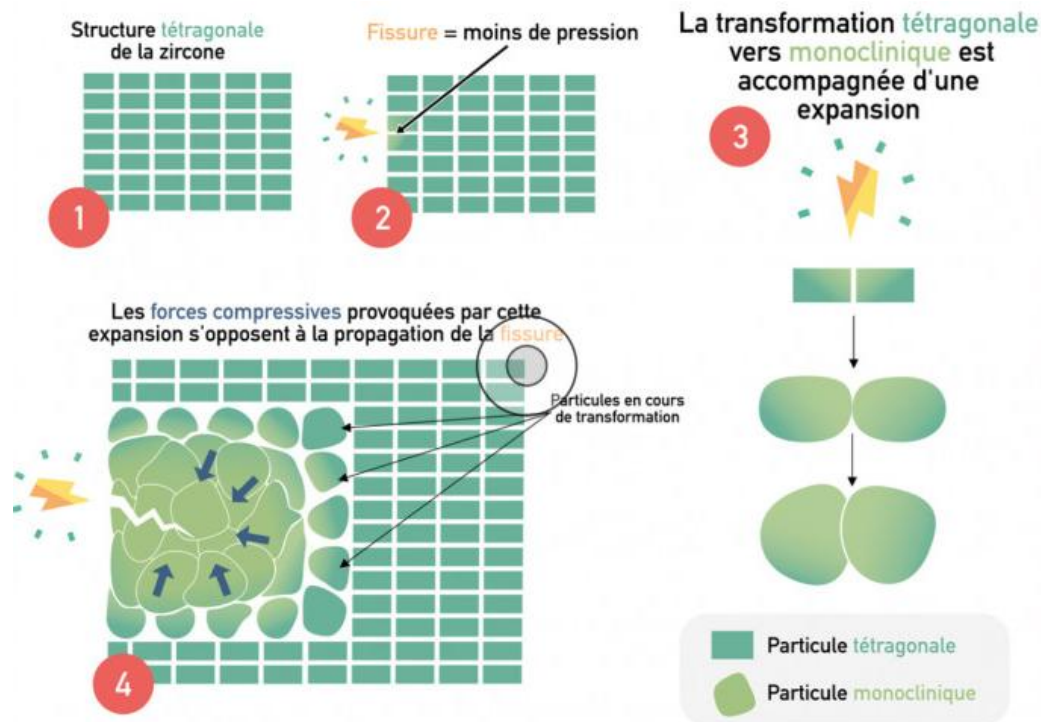


Figure I-5. Mécanisme de renforcement par transformation dans la céramique Y-TZP sous l'effet d'une amorce de fissure [52].

IV. Propriétés mécaniques, physiques et chimiques des céramiques dentaires

IV.1 Propriétés mécaniques

Les progrès récents dans les propriétés mécaniques des céramiques dentaires ont montré une progression significative, avec un accroissement par un facteur de dix de la résistance à la flexion et de la ténacité à la fracture au cours des dernières décennies. Ces développements ont conduit à l'émergence de nouvelles générations de matériaux tout-céramique offrant des performances mécaniques améliorées, fournissant aux cliniciens une gamme plus large d'options de matériaux et de techniques de fabrication pour les restaurations en céramique [55].

IV.1.1. Module d'élasticité et résistance à la flexion

✚ *Module d'élasticité (GPa) ou module de Young*

Le module d'élasticité est un paramètre de mesure crucial qui permet d'évaluer la rigidité d'un matériau. Plus ce module est élevé, plus la résistance du matériau à la déformation augmente. Pour les céramiques vitreuses, ce module se situe généralement entre 60 et 70 GPa, tandis que pour l'émail humain, il varie de 70 à 90 GPa. À température ambiante, sous contrainte, les céramiques ont tendance à se fracturer brutalement, ce qui caractérise leur nature de rupture fragile sans déformation plastique [56].

Les céramiques d'infrastructure, telles que celles à base de zircone, affichent un module d'élasticité nettement supérieur à celui de l'émail (82,5 GPa) et de la dentine (18,5 GPa). Par exemple, le module d'élasticité de l'In Ceram YZ à base de zircone atteint 265 GPa. À l'opposé, les céramiques cosmétiques, telles que le Vitadur et l'Empress, présentent un module d'élasticité plus proche de celui de l'émail, respectivement de 70 GPa et 69 GPa [42].

Quant aux céramiques hybrides, comme le Vita Enamic et le Lava Ultimate, elles possèdent des modules d'élasticité similaires à ceux des dents naturelles, conférant ainsi un comportement biomimétique. Un module d'élasticité élevé confère aux céramiques d'infrastructure les propriétés mécaniques nécessaires pour résister durablement aux contraintes occlusales [42], [56-58].

Résistance à la flexion (MPa)

La résistance à la flexion, mesurée en mégapascals (MPa), représente un défi pour les céramiques en raison des diverses méthodes existantes pour évaluer cette propriété. Les tests de flexion trois points et de flexion bi-axiale, normalisés pour les applications dentaires selon la norme ISO 6872 :2015, sont couramment utilisés. La présence de défauts importants introduits durant le processus de fabrication peut significativement diminuer la contrainte à la rupture de ces matériaux [59- 60].

Le matériau Y-TZP se distingue par une excellente résistance à la flexion et à la propagation des fissures, ce qui est lié à une transformation de sa structure cristalline sous contrainte. L'In Ceram YZ, une variante de la zircone, affiche la résistance à la flexion la plus élevée, suivie de près par l'Empress, l'In-Ceram Alumina, et l'IPS e-max CAD, comme illustré dans le tableau I.3 et la figure I.6 [61]. Les céramiques hybrides, telles que le Vita Enamic et le Lava Ultimate, offrent des propriétés mécaniques supérieures et un comportement biomimétique, avec une résistance et un module élastique similaires à ceux des dents naturelles. Le disilicate de lithium, utilisé dans des produits comme l'IPS e-max Press, a fait l'objet d'études portant sur sa résistance à l'usure et son interaction avec l'émail opposé, ce qui confirme son utilité dans les restaurations monolithiques [60],[62].

IV.1.1. Ténacité, Dureté et coefficient d'abrasion

Ténacité (MPa/m^{1/2})

La ténacité désigne la capacité d'un matériau à empêcher la propagation des fissures; lorsque le matériau atteint sa taille critique, il finit par se rompre, cela s'oppose à la fragilité, elle s'exprime

en $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ou en $\text{MPa}/\text{m}^{1/2}$ pour les céramiques entre 0,7 à $10 \text{ MPa}/\text{m}^{1/2}$, mais pour les autres matériaux elle peut atteindre jusqu'à $100 \text{ MPa}/\text{m}^{1/2}$ pour les aciers [44] ,[59] . La tenacité avec le module de rupture (Resistance à la flexion) des céramiques dentaires montrent que les matériaux optimisés pour une tenacité élevée tendent également à afficher un module de rupture supérieur, ce qui traduit une meilleure performance globale du matériau sous contraintes. En traçant une courbe qui relie ces deux paramètres, on observe généralement une corrélation positive, indiquant que l'amélioration de la tenacité contribue à augmenter le module de rupture (Figure I.6) .

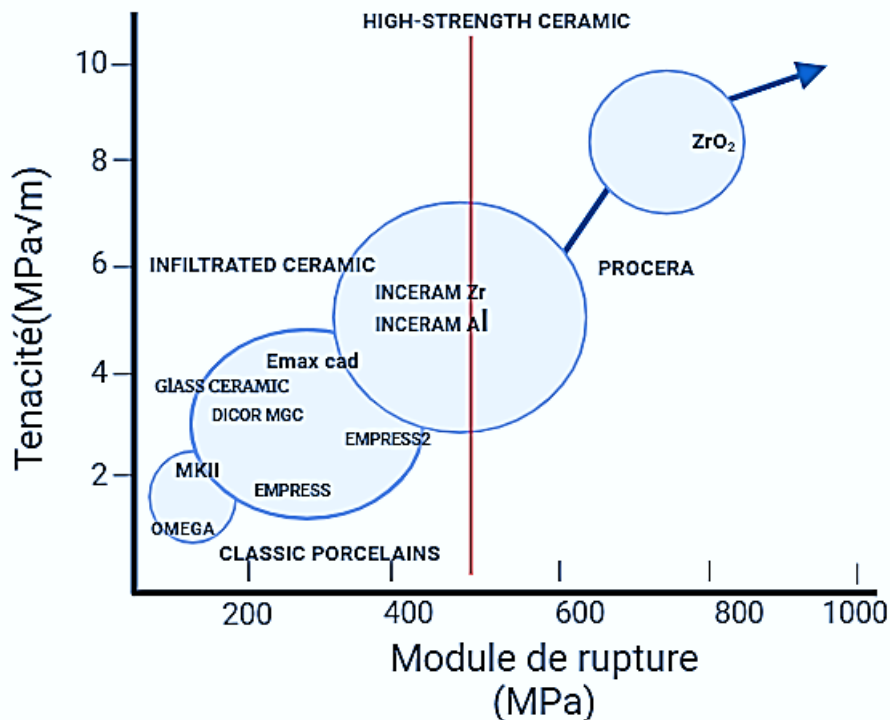


Figure I.6. la corrélation entre la tenacité ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$) et le module de rupture ou la Resistance à la flexion (MPa) de divers types de céramiques dentaires [44].

Cette relation est cruciale pour la création de nouvelles céramiques dentaires nécessitant à la fois une résistance à la fracture et capacité à supporter des charges élevées, assurant ainsi, la sécurité et l'efficacité des restaurations dentaires [63].

Tableau I.3 . Mesures de quelque paramètres mécaniques des différents systèmes Céramo-céramiques [52].

Matériaux	Composition	Flexion Module rupture (MPa)	ou de Ténacité MPa m ^½
Céramique feldspathique	Silice	90	1,6
Empress 2	+disilicate de lithium	350	1,6
In Céram [®] Alumina	Al ₂ O ₃ +infiltration	500	4,5
In Céram [®] Zirconia	Al ₂ O ₃ /ZrO ₂ + infiltration	700	6,2
Procera [®] Zirconia	Al ₂ O ₃ haute densité	700	4,5
Y-TZP HIP ou non	ZrO ₂ Y ₂ O ₃ 3 mol%	1100	9,5

Dureté et coefficient d'abrasion

La dureté mesure la capacité d'un matériau à résister à la déformation et est généralement exprimée en HVN (Hardness Vickers) ou en GPa. Plus la valeur de dureté est élevée, plus la céramique est abrasive pour l'antagoniste. Ainsi, la dureté des céramiques est légèrement supérieure à celle de l'émail, avec des valeurs de 380 à 460 VHN pour les céramiques contre 340 VHN pour l'émail [64 -65].

Le pouvoir abrasif d'une céramique est déterminé par l'état de sa surface et l'uniformité de sa microstructure. Les irrégularités présentes à la surface peuvent en effet agir comme des éléments abrasifs contre la surface en contact [53] ,[59].

IV.1.2. Résistance à la compression et facteurs influençant la résistance mécanique

Bien que les céramiques puissent avoir une faible résistance à la flexion, elles se caractérisent par une grande résistance à la compression. En effet, leur résistance en compression est

comparable ou supérieure à celle de l'émail, atteignant 350 à 500 MPa. Pour les céramiques à base d'alumine, cette résistance peut atteindre jusqu'à 1000 MPa [48],[64],[66-67].

Facteurs influençant la résistance mécanique :

La résistance mécanique des matériaux, y compris celle des céramiques utilisées en dentisterie, est affectée par plusieurs facteurs clés qui interagissent de manière complexe pour déterminer la durabilité et la performance sous contrainte. Cette résistance mécanique des céramiques en rapport avec le nombre et la taille des défauts résultant du processus de mise en œuvre, de la cuisson, du glaçage, on distingue :

- **Taux de porosité :** La porosité des céramiques dentaires peut être réduite au minimum en utilisant un compactage par vibration (mécanique ou ultrasonore) pendant la mise en forme de la pâte crue. Cela contribue à accroître la résistance par rapport à une céramique non compactée. De plus, la cuisson sous vide peut réduire le taux de porosité de 4 % à 0,1 %. [65],[67].
- **Température et cycle de cuisson :** L'augmentation de la température et de la durée de cuisson peut améliorer et augmenter la résistance des céramiques. Cependant, au-delà d'un certain seuil ou en cas de répétition des cycles de cuisson, une diminution de la résistance peut être observée en raison de la dissolution des cristaux dans la matrice vitreuse [1] ,[2] .
- **Contraintes internes :** Les contraintes internes proviennent des différences de coefficient de dilatation thermique (CDT) entre les diverses phases présentes (cristalline et vitreuse) ou entre le matériau cosmétique et l'infrastructure.
- **Microstructure :** La résistance s'accroît avec la proportion de phase cristalline et le nombre d'interfaces entre le verre et les cristaux, ce qui implique que la dispersion de la phase cristalline joue un rôle important.
- **Etat de surface :** Le glaçage thermique améliore les propriétés mécaniques des céramiques en comblant les pores et en réparant les fissures. Cependant, la glaçure, ayant un coefficient de dilatation thermique (CDT) inférieur à celui de la céramique sous-jacente, exerce une compression sur la surface lors du refroidissement. En raison de sa composition chimique, elle est également sujette à la dissolution et à l'usure par abrasion dans l'environnement buccal [66-68].

IV.2 Propriétés physiques (électriques, thermiques, optiques)

IV.2.1. Propriétés électriques

Les céramiques dentaires fonctionnent comme des isolants électriques, ce qui signifie qu'elles ne permettent pas le déplacement des charges électriques. Le déplacement des charges électriques dans les céramiques ne peut se faire que par diffusion ionique [59].

IV.2.2. Propriétés thermiques

Les céramiques présentent des propriétés thermiques remarquables, agissant comme des isolants grâce à leur faible conductivité thermique de $0,01 \text{ J/s/cm}^2 (\text{°C/cm})$, ce qui protège le complexe pulpo-dentinaire et les matériaux d'assemblage grâce à leur inertie thermique. Elles possèdent également des coefficients de dilatation thermique (CDT) qui varient généralement entre 1 et 15 ppm/°C, ce coefficient peut être ajusté pour différentes applications en modifiant la teneur en K_2O du verre. La température de frittage (TF) des céramiques varie considérablement, allant de 650°C pour les céramiques feldspathiques à 1400°C pour la zircone frittée industriellement [59]. Un CDT élevé signifie que le matériau aura tendance à se dilater pendant la cuisson et à se contracter lors du refroidissement. Il est donc essentiel que le CDT de la céramique d'infrastructure soit proche de celui de la céramique de recouvrement pour éviter des incompatibilités thermiques.

IV.2.3. Propriétés optiques

L'impression visuelle résulte de nombreux facteurs : surface, différentes couches, couleur et spectre de la lumière incident qui peut être partiellement transmis, absorbé, réfléchi ou réfracté sous une couleur et une orientation différente, cela en fonction de la composition, de la nature chimique, de la taille des charges cristallines et des pigments repartis dans la phase vitreuse. A ces caractéristiques de base s'ajoutent les effets de fluorescence, d'opalescence, de brillance et de translucidité [68- 69].

IV.2.4. Propriétés physico-Chimiques

Les céramiques dentaires sont réputées pour leur faible solubilité, ce qui contribue à leur stabilité et à leur durabilité dans la cavité buccale. Cependant, elles peuvent être sensibles à certains acides forts. Par exemple, elles peuvent se dissoudre dans l'acide fluorhydrique (HF), avec un taux de dissolution pouvant atteindre jusqu'à 100 mg/cm^2 par jour, selon la concentration et la température de l'acide. Les céramiques peuvent également réagir avec des

bases fortes, mais elles restent généralement peu réactives et subissent très peu de réactions chimiques sous des conditions normales [65].

À titre d'exemple spécifique, la solubilité chimique du matériau IPS e.max® Press est de $40 \pm 10 \mu\text{g}/\text{cm}^2$, ce qui reste largement en dessous de la limite réglementaire fixée à $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ [57]. Les céramiques à base de zircone se distinguent particulièrement par leur haute stabilité chimique, avec une solubilité en milieu acide inférieure à $20 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ [70]. Ces caractéristiques soulignent l'importance des céramiques dentaires comme choix durable et stable pour les applications en prothèse dentaire, où il est essentiel de garantir une résistance élevée à la corrosion chimique et à la dissolution pour préserver l'intégrité et l'hygiène des restaurations dentaires sur le long terme [71].

IV.3. Propriétés chimiques (biocompatibilité, réactivité)

IV.3.1 Biocompatibilité

Les céramiques dentaires sont des matériaux biocompatibles, ce qui signifie qu'ils interagissent favorablement avec les tissus biologiques sans provoquer de réactions nocives. Elles sont utilisées pour remplacer ou réparer des dents endommagées, en restaurant leur fonction naturelle et leur esthétique. Leur inertie chimique évite toute réaction allergique ou intolérance, faisant des céramiques un choix préféré pour les couronnes, les bridges, les facettes et les implants dentaires [75 - 77].

IV.3.2 Réactivité

Les céramiques dentaires sont caractérisées par leur inertie chimique, ce qui signifie qu'elles ne réagissent pas chimiquement avec les tissus environnants ni ne se dégradent dans le temps [78]. Elles sont également résistantes à l'usure et maintiennent leur intégrité sous l'effet de la mastication ou de l'abrasion. De plus, ces matériaux résistent bien aux variations de température et ne subissent pas de dilatation ou de contraction significatives sous l'effet de la chaleur ou du froid. Cette inertie chimique et cette stabilité confèrent aux céramiques dentaires une fiabilité à long terme pour les applications dentaires [77].

IV.4. Propriétés électrochimiques

Les céramiques dentaires, grâce à leur remarquable stabilité électrochimique, sont particulièrement adaptées à des applications médicales où la prévention de la corrosion est essentielle. Leur nature bio-inerte empêche toute participation à des réactions électrochimiques et assure une résistance efficace à la corrosion dans divers environnements [72-73]. Cette inertie, à la fois chimique, électrique et thermique, fait des céramiques un choix idéal pour les

isolateurs dans les applications à haute tension, empêchant ainsi toute corrosion électrochimique qui pourrait autrement compromettre leur fonctionnement. En outre, la biocompatibilité des céramiques dentaires limite les interactions négatives avec le corps humain, ce qui est essentiel dans le domaine médical pour éviter les réactions de rejet ou les inflammations[74]. Bien que ces matériaux soient cassants et se rompent de manière fragile sans déformation significative, cette caractéristique contribue également à leur stabilité électrochimique, renforçant ainsi leur rôle dans des applications médicales longue durée, telles que les implants dentaires et les prothèses.

V. Impact de la composition et microstructure sur les propriétés électriques des céramiques dentaires

La microstructure et la composition des céramiques dentaires ont un impact significatif sur leurs propriétés électriques. Des facteurs tels que l'agencement des cristaux, la taille des grains, la porosité et la présence de dopants contribuent tous au comportement électrique des matériaux. Une microstructure bien contrôlée, avec des grains plus petits et plus uniformes, améliore la conductivité électrique en créant davantage de joints de grains, qui fonctionnent comme des conduits pour le courant électrique. L'examen des caractéristiques électriques des céramiques dentaires nécessite une considération attentive de l'importance des joints de grains et des interfaces. Ces éléments jouent un rôle pivot dans l'influence et l'amélioration des propriétés électriques de ces céramiques. Les joints de grains sont les régions qui séparent les grains cristallins individuels au sein d'un matériau, tandis que les interfaces font référence aux limites entre différentes phases ou matériaux. Les joints de grains et les interfaces peuvent influencer de manière significative la conductivité électrique et les propriétés de transport ionique des céramiques dentaires (tableau I.4).

Tableau I.4. Rôle des joints de grains et des interfaces dans le comportement électrique des céramiques dentaires [79-80].

Aspect	Rôle des joints de grains	Rôle des interfaces
Conductivité électrique	Peut entraver le flux d'électrons et d'ions, conduisant à une résistance accrue et une conductivité réduite	Des barrières d'énergie supplémentaires, des défauts et des réactions chimiques peuvent affecter le flux d'électrons et d'ions
Conduction ionique	Sous certaines conditions, les joints de grains peuvent faciliter	

	une migration ionique plus rapide, améliorant la conductivité ionique	Les interfaces peuvent introduire des barrières d'énergie et affecter le transport ionique
Résistivité électrique	Les joints de grains contribuent à la résistivité électrique globale, affectée par l'épaisseur, la densité et la composition	Les interfaces peuvent augmenter la résistance en raison des propriétés interfaciales
Ingénierie des interfaces	Les techniques d'ingénierie des joints de grains peuvent réduire la densité et optimiser les propriétés	La conception et la modification des interfaces peuvent améliorer le comportement électrique
Implications de biocompatibilité	L'ingénierie des joints de grains devrait considérer la biocompatibilité pour assurer la compatibilité avec l'environnement oral	Les modifications des interfaces ne devraient pas compromettre la biocompatibilité

La composition, incluant les éléments et les dopants, joue également un rôle essentiel dans la détermination des propriétés électriques [81-82]. Les dopants conducteurs améliorent la conductivité électrique en introduisant des porteurs de charge supplémentaires. De plus, la composition affecte d'autres propriétés électriques telles que la constante diélectrique, la perte diélectrique et la réponse piézoélectrique. Différentes compositions présentent des niveaux variés de polarisation électrique, de résistivité et de comportement capacitif, les rendant adaptées à des applications dentaires spécifiques. Il convient de souligner que les méthodes de traitement, telles que les conditions de frittage, les méthodes de dopage et les formulations de précurseurs, peuvent modifier la microstructure ainsi que la composition des céramiques dentaires, permettant d'adapter les propriétés électriques pour répondre à des exigences dentaires spécifiques. Comprendre comment la composition et la microstructure des céramiques dentaires affectent leurs propriétés électriques est crucial pour l'avancement de matériaux avec une performance électrique améliorée [83-85].

VI. Interaction des céramiques dentaires avec le milieu oral

VI.1 Études sur les propriétés des céramiques dentaires et leur interaction avec le milieu oral

Les recherches récentes sur les interactions entre les céramiques dentaires et l'environnement oral ont mis en lumière des dynamiques complexes qui sont essentielles pour comprendre la performance clinique de ces matériaux. L'exposition constante à un milieu aqueux, caractéristique de la cavité buccale, peut déclencher des phénomènes physico-chimiques tels que la dissolution et les changements de phase, qui ont un impact significatif sur les matériaux céramiques, notamment la zircone [86-87].

La dissolution des céramiques dentaires dans l'environnement oral est un processus par lequel les ions constitutifs du matériau céramique sont progressivement libérés dans la salive suite à une interaction chimique avec les composants de la salive. Ce phénomène peut être exacerbé par l'acidité occasionnelle de l'environnement oral, notamment après la consommation d'aliments acides ou de boissons, ou en présence de bactéries produisant des acides. L'impact de la dissolution est critique car elle peut réduire la résistance mécanique de la céramique, compromettant ainsi la durabilité de la restauration dentaire [87].

Les changements de phase font référence à la transformation structurelle des matériaux céramiques sous l'influence des conditions environnementales dans la bouche. Par exemple, la zircone stabilisée à l'yttrium (YSZ) peut subir une transition de phase de la zircone tétragonale à la zircone monoclinique sous l'effet de l'eau et de la température, un processus connu sous le nom de vieillissement hydrothermal. Cette transition est souvent accompagnée d'un gonflement volumique, générant des contraintes internes susceptibles d'induire des microfissures et, par conséquent, d'affaiblir la structure du matériau [88].

En plus des réactions chimiques, les charges masticatoires régulières imposent un stress mécanique répété sur les céramiques dentaires. Ce stress mécanique peut accélérer les processus de dégradation mentionnés précédemment et induire une fatigue mécanique du matériau. La fatigue mécanique se manifeste par la formation et la propagation de fissures sous l'effet de charges cycliques, pouvant éventuellement conduire à la fracture de la restauration [86],[89].

Pour évaluer l'ampleur de ces phénomènes et leurs implications pour la longévité des restaurations en céramique, des études détaillées utilisant des simulations de l'environnement oral ainsi que des tests mécaniques et chimiques sont essentielles. Ces études permettent non seulement de caractériser les réponses matérielles mais aussi d'optimiser les compositions des céramiques pour améliorer leur résistance à ces défis environnementaux. Ainsi, une

compréhension approfondie de ces interactions complexes est cruciale pour le développement de matériaux céramiques dentaires plus résilients et performants.

VI.2. Composition et rôle du complexe salivaire dans la dégradation des matériaux

La composition complexe de la salive joue un rôle crucial dans l'environnement de la santé bucco-dentaire, impactant notamment la longévité et l'intégrité des céramiques dentaires (tableau I.5). Ce fluide est un mélange complexe d'eau, d'enzymes, d'ions et de protéines, chacun contribuant à la fois aux fonctions protectrices de la santé buccale et aux processus de dégradation potentiels affectant les matériaux dentaires.

Tableau I.5. Impact des composants de la salive sur les céramiques dentaires [3].

Composant de la salive	Mécanisme d'interaction	Impact sur les céramiques dentaires
Enzymes (Amylase, Lysozyme)	Dégradation biochimique, modulation du biofilm	Érosion de surface, usure accrue, adhésion bactérienne
pH & Agents tampons	Réactions acido-basiques, tamponnage	Érosion des phases vitreuses, affaiblissement structurel
Calcium	Échange ionique, dépôt de surface	Changements dans les propriétés mécaniques, durcissement potentiel
Phosphate	Liaison chimique, dépôt	Stabilisation ou dégradation selon les conditions
Fluorure	Formation de couches protectrices	Augmentation de la résistance aux attaques acides, piquage possible
Ions hydroxyle	Dissolution du réseau, restructuration	Affaiblissement des réseaux de silice, fragilité accrue

VI.2.1. Processus biochimiques et chimiques

➤ Action enzymatique :

La salive renferme des enzymes comme l'amylase, la lipase et la lysozyme, principalement impliquées dans la digestion des résidus alimentaires dans la bouche [90]. Cependant, ces

enzymes peuvent également interagir avec les céramiques dentaires de manière non intentionnelle :

- ✓ L'amylase peut adhérer aux surfaces céramiques, attirant les amidons qui, lorsqu'ils sont décomposés, peuvent former des acides ou d'autres sous-produits pouvant affaiblir la surface de la céramique [90].
 - ✓ Le lysozyme, bien qu'il soit moins directement impliqué dans la dégradation des matériaux, peut influencer la colonisation bactérienne sur les céramiques et affecter la formation de biofilms, ce qui peut à son tour affecter l'intégrité du matériel par les sous-produits acides [90].
- Composition ionique et effets :

Les ions présents dans la salive, tels que le calcium, le phosphate et le fluorure, interagissent de manière dynamique avec les céramiques dentaires :

- ✓ Calcium et Phosphate : Ces ions peuvent participer à des processus de reminéralisation bénéfiques pour l'émail naturel mais peuvent avoir des interactions complexes avec les matériaux céramiques. Ils peuvent former des dépôts sur les surfaces céramiques qui modifient la rugosité de surface et peuvent potentiellement affecter les caractéristiques d'usure [90].
- ✓ Fluorure : Cet ion forme une couche de fluorapatite qui est moins soluble dans des conditions acides, protégeant ainsi la céramique [91]. Cependant, des concentrations élevées de fluor peuvent également conduire à des piqûres de surface et à des changements de phase dans certains types de céramiques dentaires, notamment celles contenant de la silice [92].

VI.2.2. Dynamique du pH et capacité tampon de la salive

La salive agit comme un tampon naturel, maintenant un pH généralement entre 6,7 et 7,4. Cependant, l'ingestion fréquente d'aliments et de boissons acides peut temporairement abaisser le pH de l'environnement buccal, augmentant le risque de dégradation hydrolytique des céramiques contenant du verre [93]. La capacité tampon de la salive peut en partie réduire ces effets dans une certaine mesure, mais les défis acides répétés peuvent submerger cette capacité, conduisant à une dégradation cumulative [90],[94].

VI.2.3. Impact des ions hydroxyle

Les ions hydroxyle dans la salive peuvent influencer le réseau de silice dans les céramiques dentaires contenant du verre, potentiellement conduisant à la dissolution ou à la restructuration du réseau, ce qui affaiblit le matériau (Figure I.7), (Tableau I.5)[83].

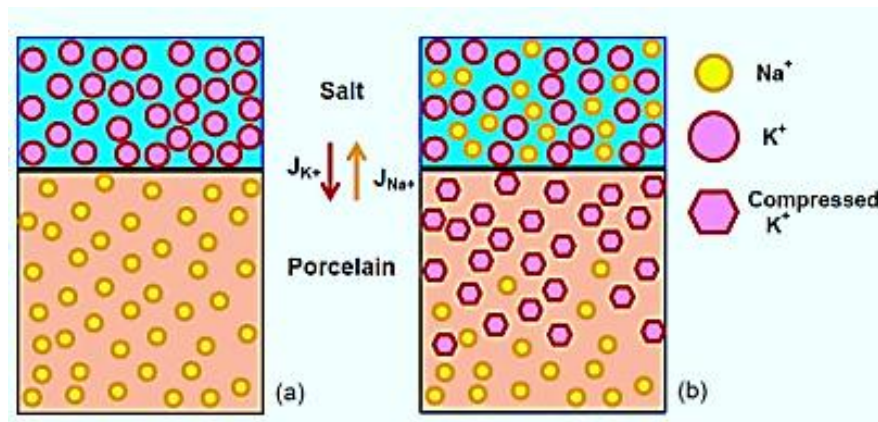


Figure I.7 Schéma de l'échange d'ions dans le verre aluminosilicate contenant du sodium[4]. Cette figure illustre le processus d'échange d'ions dans la porcelaine vitreuse dentaire, avant (a) et après (b) le traitement. Le diagramme décrit le traitement impliquant un verre aluminosilicate contenant du sodium immergé dans un bain fondu de sel KNO_3 à une température située entre le point de fusion du sel et la température de transition vitreuse (T_g) du verre. Le processus facilite un échange d'ions où les ions Na^+ diffusent hors du verre vers le bain de sel, tandis que les ions K^+ du bain de sel diffusent simultanément dans le verre. Cet échange d'ions est caractérisé par des flux d'ions opposés et couplés ($J_{\text{Na}^+} = J_{\text{K}^+}$) égaux, nécessaires pour maintenir la neutralité électrique pendant le processus. Le résultat est une structure de verre modifiée avec des propriétés améliorées en raison de l'incorporation des ions K^+ plus grands qui remplacent les ions Na^+ plus petits, conduisant généralement à une durabilité accrue et à une résistance renforcée aux contraintes environnementales dans les applications dentaires [95].

VII. Mécanismes de corrosion et de dégradation et de fatigue des céramiques dentaires

Les céramiques dentaires sont réputées pour leur esthétique et leur durabilité. Toutefois, leur intégrité à long terme dans l'environnement oral hostile est soumise à diverses formes de corrosion, de dégradation physique et de fatigue. Comprendre ces mécanismes est essentiel pour optimiser les matériaux et techniques utilisés en dentisterie prothétique et pour améliorer la longévité des restaurations dentaires [96-97].

VII.1. Corrosion des céramiques dentaires

La corrosion des céramiques dentaires se réfère principalement à la détérioration chimique causée par des réactions avec les composants de la salive et d'autres substances chimiques présentes dans la bouche. Cette corrosion peut être accélérée par l'acidité de la salive, la présence de fluorures et d'autres ions réactifs. Les céramiques dentaires, en particulier celles contenant des phases vitreuses, sont vulnérables à la dissolution dans des conditions acides. Les ions tels que l'hydrogène (H^+) peuvent attaquer les liaisons siloxane (Si-O-Si) du réseau vitreux, entraînant une déstructuration et une perte de masse [98]. Des recherches sur la résistance des vitrocéramiques de type IPS e. max[®] ont révélé les impacts de l'exposition à des milieux acides et alcalins sur leur taux de corrosion. Il a été observé que le taux de corrosion de ces céramiques augmente suite à une telle exposition. Plus précisément, les surfaces exposées ont montré des signes évidents de corrosion, avec l'apparition de petites cavités discrètes dans le verre résiduel, indiquant une attaque corrosive [98].

La corrosion peut réduire la résistance mécanique des céramiques, altérer leur aspect esthétique par des changements de surface et créer des microporosités qui favorisent l'adhérence bactérienne et la formation de biofilms. Des études sur la corrosion de la zircone (3Y-TZP) dans l'acide acétique à un pH de 2,4 ont révélé des taux de corrosion qui augmentent avec la température : $0,18 \pm 0,03 \mu\text{m/an}$ à 37°C , $0,34 \pm 0,02 \mu\text{m/an}$ à 60°C , et $0,90 \pm 0,38 \mu\text{m/an}$ à 80°C [99]. Ces recherches ont également montré que la lixiviation des ions yttrium influence le taux de corrosion, les températures plus élevées entraînant une augmentation de la corrosion. Toutefois, la lixiviation des ions yttrium est généralement minime et insuffisante pour provoquer une transformation de phase pendant les tests de vieillissement. La diffusion des espèces issues de l'eau dans des milieux aqueux à des températures supérieures à 60°C est un facteur clé qui accélère la transformation de phase des céramiques en zircone, soulignant l'importance de contrôler ces conditions lors de l'utilisation de ces matériaux dans des applications dentaires [99].

VII.2. Dégradation physique des céramiques dentaires

Les céramiques dentaires subissent une dégradation physique principalement sous forme d'usure due aux contacts répétés avec des antagonistes dentaires ou des particules alimentaires abrasives [100]. L'usure des céramiques peut se manifester par l'abrasion, l'érosion et l'attrition, qui réduisent progressivement l'épaisseur du matériau et peuvent exposer des couches internes moins résistantes[101-102]. Outre la diminution de la fonctionnalité, l'usure excessive peut compromettre l'esthétique de la restauration dentaire et augmenter le risque de fracture sous des

charges masticatoires [103-104]. La dégradation des céramiques dentaires résulte à la fois de réactions chimiques et de contraintes mécaniques. Par exemple, il a été observé que la zircone stabilisée à l'yttrium (Y-TZP) subit une dégradation dans les environnements aqueux, résultant de réactions chimiques telles que la transformation de phase de la forme tétragonale à la forme monoclinique. Cette dégradation peut également être affectée par des contraintes mécaniques, notamment la compression et la torsion. Les tests mécaniques ont révélé que la résistance à la flexion des échantillons de zircone augmentait après une dégradation hydrothermale, ce qui peut être expliqué par des changements de rugosité de surface et des transformations de phase [105].

VII.3 Fatigue des céramiques dentaires

La fatigue des céramiques dentaires comprend divers mécanismes contribuant à la dégradation progressive du matériau sous l'effet de charges répétitives. Cette fatigue est caractérisée principalement par l'initiation et la propagation de microfissures, qui peuvent s'accumuler progressivement avec le temps, menant finalement à une défaillance catastrophique du matériau [97]. Deux principaux processus sont impliqués :

- Fatigue chimique : Inclut le 'slow crack growth' assisté chimiquement, où la présence d'eau dans la cavité buccale peut accélérer la croissance des fissures en facilitant des réactions chimiques au niveau des microfissures [40],[106].
- Fatigue mécanique : Comprend des phénomènes tels que le pompage hydraulique et la friction interne au niveau des parois des microfissures. Ces mécanismes sont exacerbés par des défauts de surface ou internes, qui servent de concentrateurs de contraintes sous l'effet de charges cycliques [97].

La résistance à la fatigue des céramiques est également largement influencée par les environnements humides et les contraintes présentes dans la cavité buccale, ainsi que par les propriétés du matériau, la conception de la restauration et les conditions occlusales de l'individu. Ces facteurs jouent un rôle crucial dans la capacité du matériau à supporter des contraintes répétées sans rupture. Une étude récente a évalué la résistance à la fatigue de couronnes en céramique feldspathique après différents traitements à l'acide fluorhydrique [107]. Les résultats de cette étude montrent une baisse notable de la résistance à la fatigue de la céramique feldspathique après des cycles répétés de chargement. Cela souligne la nécessité des traitements de surface et des environnements chimiques dans l'évaluation de la durabilité des restaurations dentaires en céramique [107].

VIII. Influence du milieu oral : facteurs intrinsèques et extrinsèques

Le milieu oral est un environnement dynamique et complexe qui joue un rôle crucial dans la performance et la longévité des matériaux dentaires, y compris les céramiques. Cette complexité est due à la variété des facteurs intrinsèques et extrinsèques qui interagissent continuellement avec les matériaux utilisés dans les restaurations dentaires. Comprendre ces interactions est fondamental pour optimiser la conception des matériaux, améliorer les techniques de traitement et anticiper les échecs potentiels des restaurations [106].

VIII.1. Facteurs intrinsèques

Les facteurs intrinsèques sont des éléments qui sont inhérents à l'organisme ou à l'environnement interne de la bouche. Ils ne dépendent pas directement de l'environnement extérieur ou d'interventions externes mais sont plutôt le résultat des conditions physiologiques normales ou pathologiques de l'individu.

VIII.1.1. Température buccale

La température intrabuccale varie dans une fourchette de 2°C, la température sublinguale moyenne s'avère de $36,6 \pm 0,4^{\circ}\text{C}$ (éventail de $35,7^{\circ}\text{C}$ à $37,6^{\circ}\text{C}$), alors que la température sous-gingivale moyenne se situe à $34,7 \pm 0,6^{\circ}\text{C}$ (éventail de $33,4$ à $36,1^{\circ}\text{C}$) [108-109]. Les acides acétique, formique, lactique, propionique et butyrique peuvent provoquer une élévation de la température sous-gingivale après la mastication d'aliments gras et sucrés. Cette élévation, estimée à $1,3^{\circ}\text{C} \pm 0,8^{\circ}\text{C}$, apparaît après 5 minutes et se stabilise à environ $+1^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ pendant une heure.

VIII.1.2. Débit et flux salivaire

Le volume de sécrétion salivaire varie considérablement, allant de 0,5 à 1,5 litres par jour, avec une moyenne d'environ 0,75 litre. Il est influencé par plusieurs facteurs, tels que le niveau d'hydratation, la posture du corps, l'exposition à la lumière, les stimulations précédentes, les rythmes circadiens et circannuels, la taille des glandes salivaires, ainsi que les médicaments ou substances consommés [108], [110-111]

De nombreux facteurs influencent le débit salivaire et sa composition, avec des variations significatives entre les individus et même chez une même personne en fonction des circonstances. Ces facteurs incluent l'hydratation, la posture, le tabagisme, les cycles circadiens et annuels, la prise de médicaments, les stimulations régulières, l'activité physique, la consommation d'alcool, les affections systémiques, l'alimentation, le jeûne, la nausée, ainsi que l'âge et le sexe [5], [107-108].

VIII.1.3. Influence de la composition

Les défauts présents dans la structure cristalline représentent des points d'attaque privilégiés pour les processus de corrosion électrochimique. Ainsi, les dislocations, fissures et autres imperfections jouent un rôle clé dans la susceptibilité à la corrosion. De plus, les effets des traitements mécaniques tels que le polissage, l'usinage, ou l'activation de crochets ont une influence notable sur le développement de la corrosion [65-66].

Les caractéristiques mécaniques et la résistance à la corrosion peuvent être considérablement altérées pendant le processus de cuisson des céramiques. Diverses recherches ont mis en évidence une réduction de la dureté ou de la résistance des alliages non précieux après un cycle de cuisson céramique [65],[114].

VIII.1.4. Influence de l'état de surface

Les propriétés biologiques fondamentales des céramiques découlent principalement de leur état de surface et de la qualité du glaçage appliqué. Ce dernier joue un rôle crucial en réduisant l'accumulation des résidus buccaux et de la plaque bactérienne, tout en facilitant le nettoyage. La structure et la texture du matériau, qu'il s'agisse de macroporosités ou de microporosités, influencent directement l'adhérence de la plaque. Par conséquent, après les étapes de compactage et de frittage, le glaçage final est essentiel pour combler les éventuelles porosités résiduelles présentes à la surface des céramiques [65-66].

Les problèmes de biocompatibilité liés à un état de surface imparfait ne sont pas intrinsèquement dus à la céramique, mais plutôt à une application incorrecte des techniques de polissage. En outre, il est essentiel d'effectuer un polissage minutieux des surfaces prothétiques après toute retouche afin de garantir une bonne biocompatibilité [44],[60].

La qualité de la surface joue un rôle clé dans l'apparition de réactions toxiques, allergiques, ou d'irritations mécaniques. Des recherches ont révélé que les céramiques à base de disilicate de lithium ne sont pas totalement inertes sur le plan biologique. Elles peuvent réduire l'activité mitochondriale de 50 % à 70 %. Toutefois, ce risque biologique initial tend à diminuer avec le temps. Les chercheurs suggèrent que cette réaction pourrait être liée à la libération progressive de certains éléments présents dans la composition du matériau [73],[115]

Il est essentiel de noter que lorsqu'un polissage minutieux est réalisé sur les prothèses fabriquées à partir de disilicate de lithium, le risque de réactions cellulaires devient insignifiant. En revanche, pour les autres types de céramiques, la cytotoxicité ne semble pas être influencée par l'état de surface. Par conséquent, même après plusieurs années d'utilisation en milieu buccal,

une surface qui n'est pas parfaitement polie ne présente pas de risque notable en termes de cytotoxicité [116-117]..

VIII.2.Facteurs extrinsèques

L'environnement buccal crée des conditions propices à la corrosion, qui est principalement de nature électrochimique, avec la salive agissant comme un électrolyte. Les fluctuations de température (aliments chauds ou froids), les variations de pH et les changements de composition contribuent à ce processus.

VIII.2.1. Influence de la salive

La salive, une sécrétion complexe, joue un rôle crucial dans l'environnement buccal. Plusieurs facteurs peuvent affecter ses propriétés, tels que la nature des aliments, des boissons ou des médicaments consommés, les variations de température à l'intérieur de la bouche, les différences d'aération dans diverses zones, les changements dans la composition de la salive, ainsi que la quantité de plaque dentaire acidogène ou de tartre présent [109],[118] .

Les recherches menées par Ricard et Robert ont révélé que la salive pouvait avoir un rôle important sur la dégradation de certaines céramiques. Cette dégradation se traduit par une altération de l'état de surface entraînant un relargage ionique , les molécules d'eau diffusent à l'intérieur de la céramique et réagissent avec les atomes d'oxygène pour former des ions hydroxyles qui diffusent à l'extérieur du matériau avec des ions alcalins afin de maintenir la neutralité électrique [64], [66].

VIII.2.2. Influence du pH

Les variations de pH constituent également un facteur important dans les risques de corrosion endobuccale. Le pH de la salive humaine est compris entre 6,2 et 7,6. Au moment des repas, le pH de la salive diminue. Le pouvoir tampon de la salive assure la régulation du pH dans la cavité buccale et peut affecter directement la longévité des restaurations [65],[108],[119].

Des études de recherche ont montré que le pH du milieu peut avoir un impact significatif sur la durabilité chimique des céramiques dentaires. L'exposition à des niveaux de pH acides peut entraîner des modifications de la rugosité de surface des matériaux dentaires esthétiques, affectant leur résistance et leur taux d'usure [120]. Des études ont comparé les effets du pH acide sur divers matériaux dentaires restauratifs CAD-CAM, tels que la céramique de verre de leucite, la zircone, la céramique à matrice de résine, la céramique de verre de disilicate de lithium et la porcelaine feldspathique, démontrant des différences dans les changements de

rugosité de surface en fonction de la composition du matériel et du temps d'exposition [91],[120]. La corrosion chimique des céramiques dentaires se produit par la diffusion de molécules d'eau et la formation d'ions hydroxyle, la composition du matériau céramique, le niveau de pH, le temps d'exposition et la température du milieu corrosif jouant tous un rôle crucial dans la détermination de la durabilité du matériel. Ces découvertes mettent en avant la nécessité de considérer les niveaux de pH dans la maintenance et la longévité des céramiques dentaires en pratique clinique [120].

IX. Techniques de caractérisation des céramiques dentaires

IX.1. Etude de l'état de surface et de microstructure

IX.1.1. Méthodes microscopiques

IX.1.1.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB/SEM)

La microscopie électronique à balayage (MEB) permet d'obtenir des images détaillées de la surface de divers matériaux solides, couvrant une gamme d'échelles de grossissement, allant de l'équivalent d'une loupe (x10) jusqu'à celle du microscope électronique en transmission (x500.000 ou plus) [121-122]. Ces images se distinguent par leur représentation précise du relief et leur grande profondeur de champ. Cet examen micrographique permet de mettre en évidence l'état de surface d'un matériau avant et après immersion en solution.

Quelques études sur les matériaux utilisés en milieu buccal s'appuyant sur la MEB comme examinateur de morphologie de la corrosion :

- El-Bediwi et al. , ont étudié l'effet de la SA sur la microstructure ,la structure moléculaire ,la dureté et la rugosité de surface des matériaux dentaires ,la microstructure de verre ionomère ,porcelaine et zircone été évaluée par M.E.B (Figure I.8) [123].

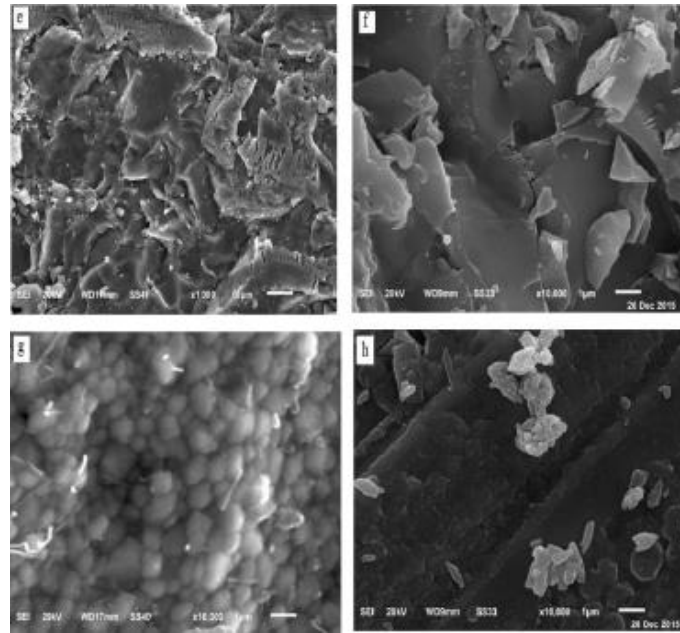


Figure I.8. Etat de surface sur M.E.B : e) Porcelaine avant vieillissement f) Porcelaine après vieillissement pendant un mois g) Zircone avant vieillissement h) Zircone après vieillissement pendant un mois [123].

- Boonlert kukiattrakoon, et al. ,ont évalué la rugosité de surface des céramiques dentaires après immersion dans des agents acides et les caractéristiques des échantillons ont été étudiées par M.E.B(Figure I.9) [124].

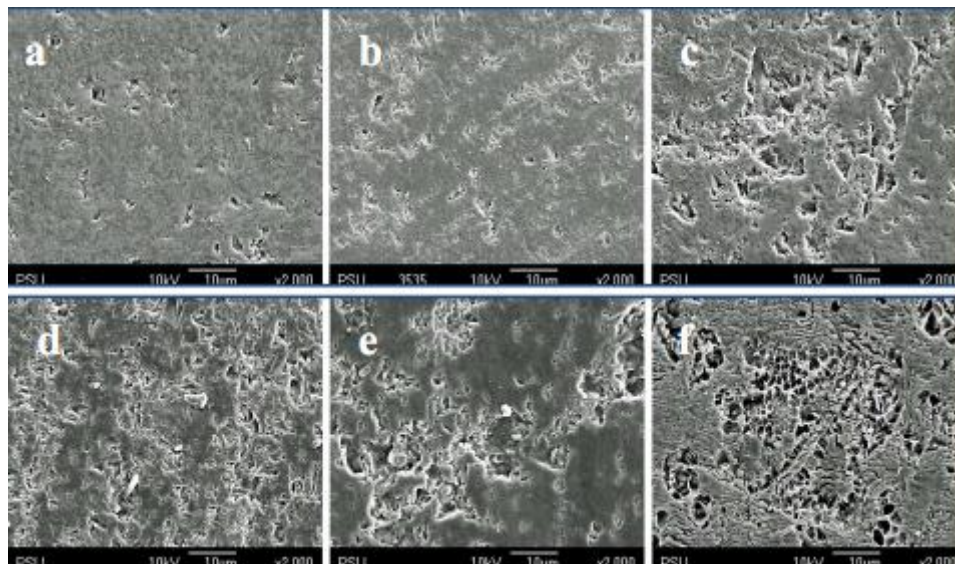


Figure I.9. Etat de surface au microscope électronique à balayage de VITA VMK95 (a) avant immersion et après immersion dans (b) l'eau distillée, (c) une solution tampon de citrate,

(d) du jus de mangue verte, (e) du jus d'ananas et (f) 4% d'acétique acide pendant 168 heures.

Grossissement d'origine $\times 2000$ [124].

IX.1.1.2. Microscopie Electronique en Transmission (MET)

La microscopie électronique en transmission est une méthode complémentaire qui utilise un faisceau d'électrons pour imager les échantillons. Elle offre une résolution d'image exceptionnelle et permet de caractériser diverses phases cristallographiques ainsi que leurs orientations par des expériences de diffraction. En outre, la MET peut produire des cartographies élémentaires à l'aide de la spectroscopie de dispersion d'énergie (EDS) et fournir des images mettant en évidence le contraste élémentaire grâce au mode de champ sombre.

Par exemple l'étude faite par Valentina Aina, et al, sur la réaction de Bioglass[®] 45S5 à petits grains dans la SA pour former une couche d'hydroxyapatite (HA) et / ou d'hydroxycarbonate apatite (HCA) son objectif était de comparer les résultats obtenus en solution tamponnée (TRIS), d'où les données texturales et morphologiques obtenues par les mesures TEM-EDS [125].

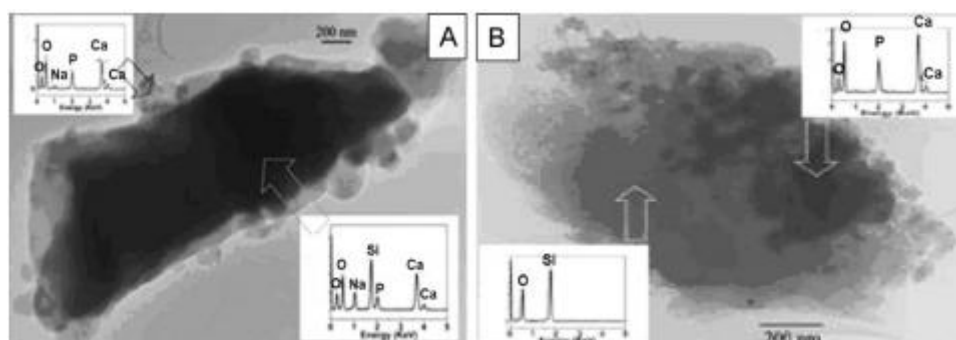


Figure I.10. Les images TEM du ‘‘H glass’’ ont réagi dans la SA pendant 1 heure (section A) et 1 semaine (section B). Les spectres EDS dans les encarts indiquent la composition des particules indiquées par des flèches sur les images. (D’après Valentina Aina et al.) [125].

IX.1.1.3. Microscopie à Force Atomique (AFM)

La microscopie à force atomique (AFM) permet de capturer des images de surfaces avec une résolution atomique ou proche de celle-ci, offrant ainsi une vue détaillée de la topographie des échantillons. Cette technique est capable de mesurer la rugosité de surface à l'échelle de l'angström. Outre l'imagerie des surfaces, l'AFM fournit également des données quantitatives sur les dimensions des structures, telles que les hauteurs des marches et d'autres mesures de taille [126-127].

D'après El-Bediwi et al., l'AFM a été employée pour déterminer les paramètres de rugosité de la zircone (Figure I.11) [123].

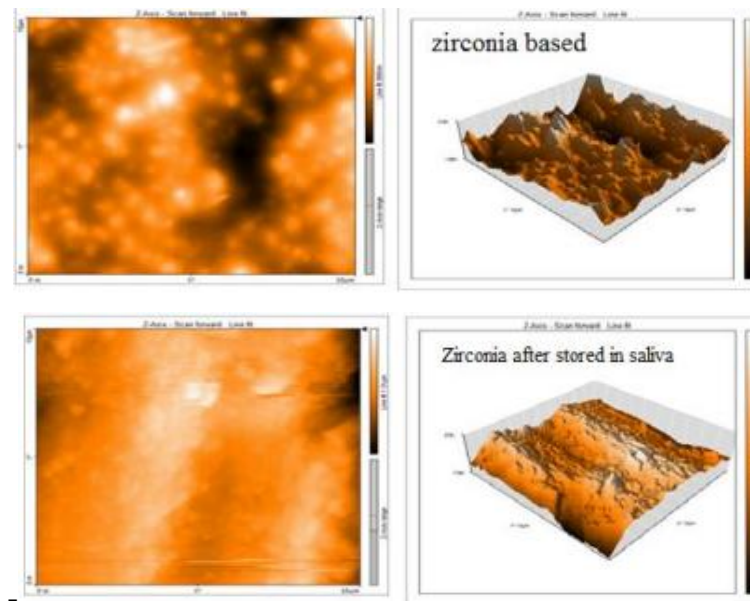


Figure I. 11. Etat de surface obtenue par AFM de zircone avant et après conservation dans la SA [123].

IX.1.2. Méthodes spectroscopiques

IX.1.2.1. Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode non destructive qui permet de déterminer les phases cristallines d'un échantillon. Elle offre des données sur les caractéristiques physiques des cristaux, telles que leur taille et leur orientation, tout en fournissant des indications sur la pureté de l'échantillon.

Selon une étude de caractérisation des matériaux utilisées en prothèse dentaire [128], dans le but de l'analyse par DRX de la céramique dentaire dont le résultat est illustré ci-dessous (Figure I.12) :

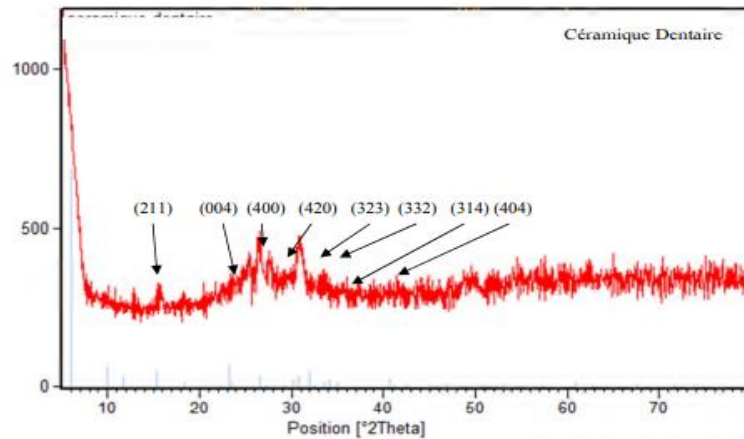


Figure I.12. Diffractogramme DRX de la céramique dentaire [128].

L'analyse DRX a révélé que la céramique dentaire est composée exclusivement de leucite synthétique (KAlSi_2O_6), une phase inorganique avec une structure tétragonale. Les raies de diffraction, observées entre 9° et 70° , confirment cette composition. Les principales raies, correspondant aux plans cristallins de la leucite, indiquent une bonne qualité cristalline et des cristallites de taille nanométrique. Aucune phase secondaire n'a été détectée, validant la pureté de la leucite [10].

- El-Bediwi AB, Ebrahim RH, et Sarhan A, ont utilisé DRX avant et après immersion dans la SA (Figure I.13) :

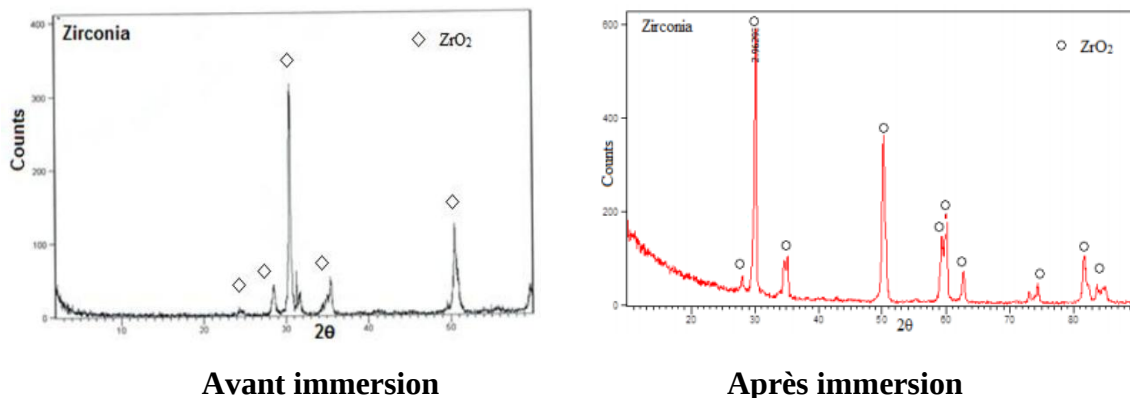


Figure I.13. DRX d'une céramique de zircone avant et après l'immersion dans la SA [64].

Les résultats obtenus montrent que l'analyse de la diffraction des rayons X de la zircone avant immersion dans la SA a montré qu'elle était constituée de ZrO_2 monoclinique avec différents plans (hkl), intensités (cristallinité), largeurs (taille des cristaux) et orientations (2θ). Après un vieillissement d'un mois dans la salive, la matrice de zircone contient à la fois des phases

monoclinique et tétragonale de ZrO_2 , avec une modification de la ligne de base qui influence les propriétés de surface [64].

IX.1.2.2. Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (X-EDS)/EDS

La spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (X-EDS) est une technique analytique de surface qui implique l'excitation d'électrons dans une coquille interne d'un échantillon par un faisceau d'électrons. Ce processus entraîne l'éjection d'un électron et la création d'un trou dans la structure électronique de l'élément. Cette méthode est souvent utilisée en combinaison avec la microscopie électronique à balayage (MEB) ou la microscopie électronique en transmission (TEM) [129-130].

Valentina Aina et al. ont analysé Les données obtenues après la réaction de Bioglass® 45S5 à petits grains dans la SA avec de la microscopie électronique à balayage couplée à une EDX (Oxford INCA) Oxford avec un détecteur Pentafet Si (Li) (Figure I.14) [125].

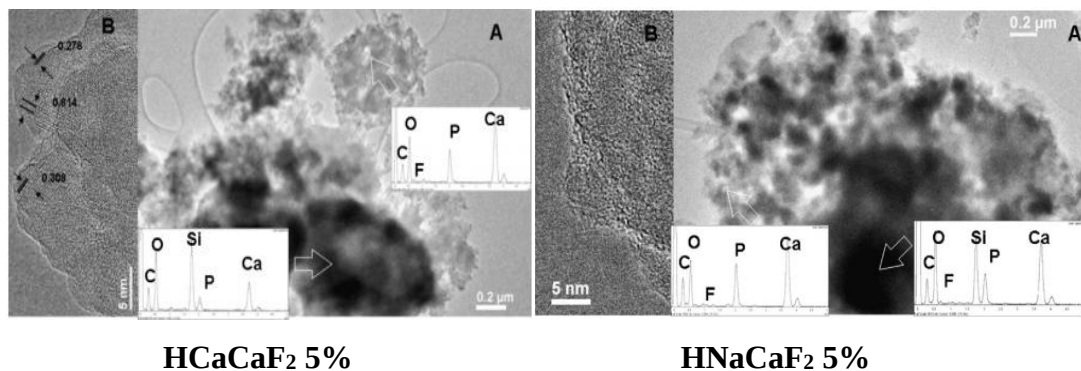


Figure I.14. Images TEM des échantillons HCaCaF₂ 5% et HNaCaF₂ 5% après une semaine, de réaction dans la salive artificielle (AS). Section A : Images à faible grossissement avec spectres EDS en encadré indiquant la composition des particules signalées par les flèches. Section B : Images haute résolution montrant la structure ordonnée de la phase de phosphate de calcium pour HCaCaF₂ et la structure amorphe pour HNaCaF₂ [125].

Les observations TEM en haute résolution (voir Fig. I.14, section B) confirment les données EDS et révèlent que la phase de phosphate de calcium (CaP) dans l'échantillon HCaCaF₂ 5% est constituée de nanocristaux d'hydroxyapatite (HA) de 3 à 10 nm, identifiés par les franges de réseau compatibles avec celles de la structure HA. En particulier, les espacements de 0,278, 0,308 et 0,814 nm correspondent aux plans (112), (120) et (010) de l'hydroxyapatite (carte

JCPDS no. 09-0432). En revanche, pour l'échantillon HNaCaF₂ 5% après une semaine de réaction, des agrégats de protéines et de phosphate de calcium se forment à la surface du bioverre. Cependant, bien que la teneur en fluor dans la phase CaP soit similaire (2–2,5%), la structure du matériau est amorphe, comme le montrent clairement l'image HR (Figure I.14, section B) et les rapports Ca/P plus faibles mesurés par EDS (entre 1,25 et 1,4), caractéristiques d'une phase amorphe de CaP [64], [125], [131-133].

IX.2. Méthodes électrochimiques

La corrosion est un processus électrochimique de réactions d'oxydation et de réduction. Lorsque la corrosion se produit, les électrons sont libérés par le matériau (oxydation) et acquis par les éléments (réduction) de la solution corrosive, elle peut être mesurée et contrôlée électroniquement.

Des méthodes expérimentales électrochimiques contrôlées peuvent être utilisées pour caractériser les propriétés et la résistance des matériaux à la corrosion et leurs composants en combinaison avec diverses solutions électrolytiques telles que la SA. Les caractéristiques de ce système sont propres à chaque système matériau / solution [134-135]. Des techniques électrochimiques peuvent être utilisées pour clarifier certains problèmes difficiles dans le domaine des biomatériaux [136-137]. Alors, la fiabilité des résultats obtenus dépend largement des conditions expérimentales sous lesquelles les matériaux dentaires sont évalués, ce qui doit être pris en compte lors de l'interprétation des résultats.

IX.2.1. Mesures du potentiel de corrosion (potentiel de circuit ouvert)

Le potentiomètre est une technique qui permet de suivre l'évolution du potentiel de corrosion (ou potentiel d'abandon, E_{corr}) au fil du temps. Il mesure la tension d'un métal ou d'un alliage métallique par rapport à une électrode de référence lorsqu'aucun courant ne circule vers ou depuis l'échantillon. Les courbes représentant le potentiel en fonction du temps fournissent des informations sur les changements de la surface de l'échantillon en fonction de la durée d'immersion dans le milieu [138-140].

IX.2.2. Courbes de polarisation potentiodynamiques

Appelés aussi courbes de polarisation globale, ou courbes intensité-potentiel :

Bien que les conditions thermodynamiques fournissent des informations utiles, elles ne suffisent pas à caractériser entièrement un phénomène de corrosion. Les réactions électrochimiques, qui impliquent des charges électriques, nécessitent l'analyse des vitesses de

réaction, ce qui peut être réalisé en traçant des courbes d'intensité en fonction du potentiel. Pour obtenir ces courbes, on utilise un système à trois électrodes : un potentiostat impose un potentiel spécifique entre l'électrode de travail et l'électrode de référence, ce qui engendre un courant mesuré entre l'électrode de travail et une contre-électrode [138], [141-143].

IX.2.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) est une technique avancée employée pour évaluer les propriétés électrochimiques des matériaux. Elle est une technique non destructive et s'applique dans des conditions d'équilibre, telles que le potentiel de corrosion libre ou le potentiel de circuit ouvert. Cette méthode est particulièrement sensible aux variations mineures dans le système, permettant ainsi une caractérisation précise des matériaux et des systèmes électrochimiques, même dans des milieux peu conducteurs [134],[144].

Les systèmes biologiques sont des milieux de corrosion spécifiques qui nécessitent plusieurs considérations expérimentales pour obtenir des données significatives à partir de mesures SIE [133], [145-146] :

- Les propriétés des biomatériaux et des environnements biologiques peuvent fortement changer en fonction des conditions électrochimiques. La sélection de très basses fréquences dans le balayage d'impédance nécessite des temps d'expérimentation plus longs et peut entraîner des modifications de la surface de l'électrode, modifiant ainsi les conditions d'état stationnaire nécessaires à des mesures d'impédance adéquates.
- L'adsorption de composés organiques à la surface des électrodes peut affecter la réponse d'impédance. C'est-à-dire que l'adsorption de protéines à l'électrode de référence peut provoquer des erreurs dans les mesures de potentiel.
- Les solutions biologiques sont très susceptibles d'être contaminées par des agents externes (tels que des acides et des ions métalliques). Pour cette raison, il est important que le nettoyage de l'instrumentation s'effectue avant les tests expérimentaux. De plus, l'utilisation de matériel stérilisé est recommandée lorsque des résultats précis sont souhaitables.

L'analyse des résultats d'impédance permet la caractérisation et la quantification de différents processus électrochimiques et chimiques intervenant à la surface du biomatériau. Il est possible de mesurer la quantité de protéines adsorbées à la surface et d'évaluer les paramètres thermodynamiques et cinétiques du processus en analysant les valeurs de la résistance de transfert de charge à l'aide de mesures d'impédance [143],[147].

X. Normes ISO des tests in vitro des céramiques dentaires

ISO 6872 :2015 (Dentisterie - Matériaux céramiques) et ISO 9693 :2019 (Dentisterie - Essais de compatibilité pour les systèmes métallo-céramiques et céramo-céramiques)

La norme ISO 6872 couvre diverses méthodes d'essai pour évaluer les céramiques dentaires, définissant les procédures de traitement, les propriétés, les exigences, et les méthodes d'essai. Ces évaluations incluent la radioactivité, la résistance à la flexion, le coefficient d'expansion thermique linéaire, la température de transition vitreuse, et la solubilité chimique. Bien que les restaurations en céramique soient soumises à des conditions complexes, les méthodes d'essai de l'ISO sont généralement réalisées de manière isolée pour garantir des résultats fiables (tableau I.6) [10],[148].

La norme ISO 9693 définit les exigences et les procédures d'évaluation pour évaluer la compatibilité des matériaux utilisés dans les restaurations dentaires métallo-céramiques et céramo-céramiques. Elle vise à évaluer la compatibilité thermomécanique entre la céramique de revêtement et le substrat métallique ou céramique, en soumettant la structure composite à des essais rigoureux. Les exigences concernent la biocompatibilité, la dilatation thermique, la résistance au décollement/fissuration, et la résistance au choc thermique. Des méthodes d'essai spécifiques sont définies pour vérifier la conformité des matériaux métalliques et céramiques lorsqu'ils sont utilisés ensemble dans les restaurations dentaires [149].

Tableau I.6: Classification des céramiques dentaires pour les prothèses fixes selon les indications cliniques (BS ISO, 2008, BS ISO, 2015) [10],[148].

Classe	Indications Cliniques Recommandées	Résistance à la	Solubilité
		Flexion	Chimique
		Minimale	Maximale
		(Moyenne) MPa	µg/cm ²

1	a) Céramique monolithique pour prothèses unitaires antérieures, facettes, inlays, ou onlays cimentés adhésivement. b) Céramique pour le revêtement d'une armature métallique ou d'une sous-structure en céramique.	50	<100
2	a) Céramique monolithique pour prothèses unitaires antérieures ou postérieures cimentées adhésivement. b) Sous-structure en céramique partiellement ou entièrement couverte pour prothèses unitaires antérieures ou postérieures cimentées adhésivement.	100	<2000
3	a) Céramique monolithique pour prothèses unitaires antérieures ou postérieures et pour prothèses de trois unités n'impliquant pas de restauration molaire, cimentées adhésivement ou non. b) Sous-structure partiellement ou entièrement couverte pour unité unique antérieure ou postérieure n'impliquant pas de restauration molaire, cimentées adhésivement ou non.	300	<2000
4	a) Céramique monolithique pour prothèses de trois unités impliquant une restauration molaire. b) Sous-structure partiellement ou entièrement couverte pour prothèses de trois unités impliquant une restauration molaire.	500	<2000

5	Céramique monolithique pour prothèses	800	<100
	impliquant une sous-structure partiellement ou entièrement couverte pour quatre unités ou plus, ou sous-structure entièrement couverte pour prothèses impliquant quatre unités ou plus.		

En parallèle à ces avancées dans les normes ISO pour évaluer la durabilité des céramiques dentaires, des recherches sont en cours pour améliorer la représentativité des tests in vitro en simulant plus fidèlement les conditions buccales réelles. Bien que les tests standardisés, tels que ceux définis par l'ISO 6872, fournissent des indications précieuses sur la résistance chimique des matériaux, il est reconnu qu'ils ne reproduisent pas entièrement la complexité de l'environnement oral. Par conséquent, l'utilisation de solutions simulées de salive artificielle gagne en popularité pour compléter ces tests standardisés. Comme le montre le tableau I.7, qui répertorie différents standards de tests de solubilité chimique avec leurs paramètres, les essais varient en fonction des normes et des conditions de test. Ce tableau inclut des normes telles que ASTM C724-91 et ASTM C650-04, qui utilisent des acides citriques et chlorhydriques pour des évaluations visuelles, et l'ISO 6872, qui mesure la perte de masse des céramiques dentaires en utilisant de l'acide acétique à 80°C. Ces informations permettent de mieux comprendre la résistance chimique des matériaux dans des conditions contrôlées, mais soulignent également la nécessité de méthodes supplémentaires pour refléter plus fidèlement les conditions buccales [10], [148-149].

Tableau I.7: Les différents standards de tests de solubilité chimique avec divers paramètres [148-149].

Norme	Objet de Test	Géométrie de l'Objet	Réactif	Méthode de Mesure	Durée/Température
ASTM C724-91: 2010	Décorations sur céramiques verre architectural	Non déterminé	10 % acide citrique, 3.7 % acide chlorhydrique (par masse)	Évaluation visuelle	15 minutes à $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$
ASTM C650-04: 2014	Carreau de céramique	de 50 x 50 mm ² (émaillé ou non)	10 % acide chlorhydrique, 10 % hydroxyde de potassium (par volume)	Évaluation visuelle ou test au crayon	24 h à $110 \pm 5^{\circ}\text{C}$
ASTM C735-04: 2014	Décoration sur céramique contenant verre retournables	Représentatif du lot selon C224	10% acide chlorhydrique (par volume)	Comparaison visuelle	20 minutes à $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$
ISO 4049: 2009	Matériaux restaurateurs à base de polymère	Disques de 15.0 ± 0.1 mm de diamètre et 1.0 ± 0.1 mm d'épaisseur	Eau (pH 7.1)	Perte de masse ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)	7 jours à $37 \pm 1^{\circ}\text{C}$
BS 5612: 1978	Porcelaine dentaire pour couronnes	Échantillon de 10 g provenant du "pool" de poudre	4 % acide acétique (par masse)	Perte de masse ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)	16 h

BS 6748: 1986	Céramique, verrerie, vitrocéramique, et émail vitreux	Verrerie volumétrique de classe B ou mieux, précision comme spécifié dans BS 700, BS 846 ou BS 1792	4 % acide acétique (par volume)	La nature de l'article testé, la surface ou le volume de l'article, et la quantité de plomb et/ou de cadmium	24 ± 0.5 h à 22 ± 2°C
+A1:2011					
ISO 6872: (1984 - 1995 - 2008 - 2015)	Céramiques dentaires	Surface totale 30 cm ²	4 % acide acétique (par volume)	Perte de masse (µg/cm ²)	16 h à 80 ± 3°C

Les normes ISO 6872 et ISO 9693 décrivent un test consistant à immerger l'échantillon pendant 16 heures dans une solution d'acide acétique à 4% , avec la perte de masse comme paramètre retenu. Cette perte varie selon les céramiques. Les céramiques, même non polies, adsorbent toujours moins de plaque que d'autres matériaux, les rendant plus stables et résistantes à la corrosion [50],[59],[64,65],[150].

XI. Salive artificielle

La salive constitue du point de vue biochimique un milieu très complexe présentant des variations d'un individu à l'autre en fonction du débit salivaire, de la stimulation et de l'heure du prélèvement [64-65]. La salive artificielle est similaire à la salive naturelle en termes de caractéristiques physiques et de composition chimique mais il est impossible de dupliquer exactement les propriétés de la salive naturelle en raison de sa nature incohérente et instable cette instabilité rend également la salive naturelle elle-même inappropriée pour l'utilisation dans des études in vitro standardisées, la mise au point d'une SA est donc essentielle pour des expériences justifiées et contrôlées [65],[108-109].

XI.1 Différents types de la salive artificielle

En raison des avancées technologiques, et de l'intérêt simultané pour les matériaux dentaires, conduisant à des recherches scientifiques intensives, de nombreux types de salive artificielle ont été développés au cours des années précédentes (tableau I.8) [65, 66] ,[108]. Une analyse approfondie de la composition de la salive artificielle a été réalisée par Gala et al., qui décrivaient et évaluaient de manière exhaustive soixante formules de substitution [109].

Tableau I.8 : Modèles de salive artificielle utilisée dans des études biologiques [109].

Salive artificielle	Composition
DIN 13927	0,1 M acide lactique, 0,1 M NaCl, sol. Aqueuse distillée (pH=2,3)
CEN/ISO	0,7 g/l NaCl, 0,26 g/l Na ₂ HPO ₄ , 0,33 g/l KSCN, 0,2 g/l K ₂ HPO ₄ , 1,5 g/l NaHCO ₃ , 1,2 g/l KCl sol. Aqueuse distillée
Tani et Zucchi	0,7 g/l NaCl, 0,2 g/l K ₂ HPO ₄ , 0,26 g/l Na ₂ HPO ₄ , 0,33 g/l KSCN, 1,5 g/l NaHCO ₃ , 1,2 g/l KCl, 0,13 g/l urée. Sol. Aqueuse distillée
Goehlich et al.	1,5 g/l KCl, 1,5 g/l NaHCO ₃ , 0,5 g/l Na ₂ HPO ₄ *2H ₂ O, 0,5 g/l KSCN, 0,9 g/l, acide lactique, sol. Aqueuse distillée, pH=5.
Solution de Ringer	8,6 g/l NaCl, 0,3 g/l KCL, 0,33 g/l CaCl ₂ *2H ₂ O sol. Aqueuse distillée
Fusayama	0,4 g/l NaCl, 0,4 g/l KCl, 0,795 g/l CaCl ₂ *2H ₂ O, 0,69 g/l Na ₂ HPO ₄ *2H ₂ O, 0,005 g/l Na ₂ S *9H ₂ O, 1g/l urée, sol. Aqueuse distillée

XI.2 Salive artificielle et les études in vitro des matériaux dentaires

En raison du profil de l'expérience (par exemple médicale, dentaire, analytique, toxicologique), la composition du fluide physiologique artificiel doit être déterminée. Cela est dû à la multitude d'interactions entre les composants du fluide biologique et le matériau. Ceci est particulièrement important dans la recherche sur les matériaux dentaires, Par conséquent, de nombreuses recherches ont été orientées vers l'élaboration de répliques aussi complets que possible de la salive humaine (tableau I.8).

Les recherches de substitution visent à déterminer cette composition sur la base des résultats des analyses. En raison de l'effet de tant de variables sur la composition salivaire, il est impossible de créer un modèle unique de salive artificielle qui soit universellement applicable. Le type de substitut utilisé est crucial dans la phase de préparation de l'étude, car des variations dans sa composition peuvent entraîner des résultats différents in vitro et in vivo.

Par conséquent de nombreuses variantes de la salive artificielle ont été développées au cours des études afin de simuler d'éventuelles variations de la composition et des conditions de la cavité buccale [151],[152].

Une analyse des données de recherche (2015 - 2024) indique que de nombreuses formulations de salive artificielle ont été utilisées par les chercheurs, variant en fonction de l'expérience médicale réalisée. Ces études portaient principalement sur l'évaluation des propriétés des matériaux composites [153], et des alliages métalliques utilisés en dentisterie ainsi que des céramiques dentaires [138]. Ces dernières années, la salive artificielle a été utilisée dans des études d'impact du blanchiment au laser de l'émail. Les chercheurs ont également tenté d'évaluer la durée de la présence de certaines substances dans l'environnement buccal pouvant affecter le traitement de la xérostomie, ainsi qu'une prolongation de la durée d'activité du médicament dans la bouche, ce qui a pour effet de supprimer la plupart des médicaments rapidement [109],[151],[154].

XII. Perspectives d'avenir dans le domaine des céramiques dentaires

Les récentes avancées dans les méthodes de test et les normes de qualité des céramiques dentaires soulignent l'importance croissante de ces matériaux. À mesure que de nouveaux matériaux émergent et que les techniques de fabrication évoluent, il est essentiel d'examiner les perspectives d'avenir dans ce domaine crucial de la dentisterie.

XII.1. Nouveaux matériaux et techniques émergentes en dentisterie

Les recherches continuent de se concentrer sur le développement de nouveaux matériaux céramiques qui offrent une combinaison optimale de résistance, d'esthétique et de polyvalence clinique. Des avancées notables ont été accomplies dans divers domaines :

Matériaux avancés : Les céramiques pressées, injectées et produites par coulée ont émergé comme des options de choix grâce à l'application de technologies de pointe. En outre, les céramiques à base de leucite, d'alumine, de spinelle et de zircone offrent de nouvelles perspectives thérapeutiques, des propriétés mécaniques améliorées et une meilleure intégration biologique.

Techniques de fabrication : Les procédés automatisés pour la fabrication des restaurations prothétiques, ainsi que les avancées dans la qualité des matériaux, ouvrent de nouvelles perspectives dans le domaine de la Conception et Fabrication Assistées par Ordinateur (CFAO). Ces avancées permettent une fabrication plus précise et rapide des restaurations céramiques, offrant ainsi un meilleur ajustement et une meilleure durabilité.

XII.2. Défis et opportunités pour l'utilisation des céramiques dentaires dans le futur

Malgré les progrès réalisés, des défis subsistent et doivent être abordés pour garantir l'efficacité et la durabilité des céramiques dentaires dans la pratique clinique :

- **Amélioration de la résistance mécanique** : Bien que les céramiques dentaires présentent d'excellentes propriétés esthétiques et biologiques, leur résistance mécanique reste un domaine à améliorer. Des recherches continues sont nécessaires pour développer des céramiques plus résistantes, capables de résister aux contraintes de l'environnement buccal.
- **Évaluation à long terme** : Des études cliniques à long terme sont nécessaires pour évaluer le comportement des céramiques dentaires dans la bouche sur une période prolongée. Cela permettra de mieux comprendre leur durabilité, leur résistance à l'usure et leur capacité à maintenir leur esthétique au fil du temps.

Ainsi, les céramiques dentaires continuent de jouer un rôle essentiel dans la pratique dentaire moderne, offrant des solutions esthétiques et fonctionnelles de haute qualité. Avec des recherches continues et des innovations technologiques, ces matériaux sont destinés à occuper une place de plus en plus significative dans le domaine de la dentisterie, offrant ainsi de nouvelles opportunités pour améliorer la santé bucco-dentaire des patients.

Conclusion

En conclusion, notre étude souligne l'importance cruciale de l'évaluation *in vitro* des céramiques dentaires, en mettant particulièrement en lumière leur durabilité chimique. Les céramiques dentaires évoluent constamment dans leurs propriétés pour répondre aux exigences croissantes des industries de fabrication de matériaux dentaires et des normalisations, notamment en termes de résistance mécanique, de biocompatibilité et de stabilité chimique. Dans ce contexte, les tests *in vitro* jouent un rôle essentiel en permettant une évaluation approfondie et précise de ces propriétés, offrant ainsi des informations cruciales pour le développement de céramiques dentaires plus stables, même en contact avec un milieu simulé corrosif. L'intégration des propriétés électrochimiques dans l'évaluation *in vitro* est particulièrement importante, car elle offre une méthode sophistiquée pour analyser le comportement électrochimique des céramiques dentaires. Cela permet de mieux comprendre leur réactivité chimique et leur résistance à la corrosion dans des environnements simulés. En examinant les réponses électrochimiques des céramiques dentaires exposées à des solutions acides ou à la salive artificielle, nous pouvons identifier les matériaux les plus résistants et les mieux adaptés pour des applications spécifiques.

En intégrant ces tests in vitro, incluant les propriétés électrochimiques, dans le processus de développement et de normalisation des matériaux céramiques, les industries de fabrication de matériaux dentaires peuvent produire des céramiques plus stables et durables, répondant ainsi aux exigences rigoureuses des normes en vigueur. En fin de compte, ces évaluations in vitro contribuent à améliorer la qualité et la fiabilité des matériaux dentaires, offrant ainsi aux patients des solutions de restauration plus durables et esthétiques.

Chapitre II : Méthodologie expérimentale

Introduction

Ce chapitre est dédié à l'exposition des méthodes expérimentales électrochimiques et d'analyse employées dans le cadre de cette étude.

Son objectif premier est de donner une vue d'ensemble des approches méthodologiques employées pour explorer les caractéristiques électrochimiques des matériaux étudiés. Nous débuterons par une présentation détaillée des matériaux sélectionnés ainsi que des conditions environnementales et temporelles spécifiques adoptées pour les tests *in vitro*. Cette phase permettra d'établir un cadre expérimental rigoureux garantissant la fiabilité et la reproductibilité des résultats obtenus. Ensuite, nous explorerons en profondeur la pertinence et l'applicabilité des techniques électrochimiques dans le contexte de notre recherche. Nous mettrons en lumière les principes de fonctionnement et les configurations expérimentales des méthodes électrochimiques, soulignant leur importance dans la compréhension des processus électrochimiques impliqués. Par la suite, nous aborderons les techniques d'analyse chimique et de caractérisation de surface employées, en mettant en évidence leur complémentarité et leur contribution à l'interprétation des résultats électrochimiques.

En somme, ce chapitre offre une vue d'ensemble approfondie des méthodes expérimentales employées, démontrant ainsi leur pertinence et leur utilité pour la caractérisation approfondie des matériaux étudiés dans le contexte de cette recherche.

I. Description des matériaux d'étude et des conditions expérimentales

I.1. Composition des céramiques utilisées

I.1.1. Zircone, Zenostar® T1 usinée (Wieland dental, Ivoclar Vivadent®)

Les zircons se présentent sous la forme de disques partiellement frittés, stabilisés avec des concentrations d'yttria variant entre 4,5 et 6,0 mol%. Elles sont spécifiquement conçues pour être utilisées avec la technique CAD/CAM. La composition de ce matériau est détaillée dans le Tableau II.1. Les disques sont disponibles en versions pré-ombrée et non ombrée. Une fois frittés à pleine densité, ils forment une céramique polycristalline à base d'oxyde, principalement composée d'une phase tétragonale d'oxyde de zirconium, qui constitue le composant principal [155].

Tableau II.1 : Composition chimique en pourcentage des disques en zircone (wt%).

Composition	ZrO ₂	Y ₂ O ₃	HfO ₂	Al ₂ O ₃ +Oxydes
Pourcentage en wt%	≥99,0%	≥4,5 - ≤6,0%	≤5,0%	≤1.0%

I.1.2. IPS e. max Press (Ivoclar vivadent®)

IPS e.max Press est une vitrocéramique à base de disilicate de lithium, conçue pour la technique de pressage. Le processus de fabrication industriel permet d'obtenir des lingotins d'une homogénéité parfaite et de divers degrés d'opacité. Ce matériau présente une résistance de 470 MPa (valeur moyenne typique). L'ajustement des éléments obtenus après pressage dans les fours Ivoclar Vivadent est remarquable [156]. Le Tableau II.2 présente la composition dudit matériau.

Tableau II.2 : Composition standard d'IPS e max Press (wt%).

Composition	SiO ₂	Li ₂ O	ZnO ₂	K ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	La ₂ O ₃	pigments
Pourcentage en wt%	57- 80%	11-19%	0-8%	0- 13%	0-5%	0-5%	0- 11%	0,1- 6%	0-8%

I.1.3. Alumine (VITA In-Ceram® AL for inLab®)

VITA In-Ceram® AL est une alumine pré-fritée, colorable. L'oxyde d'aluminium (Al₂O₃) est un oxyde céramique avec de nombreuses propriétés fascinantes, telles que sa translucidité en cas de parois minces et sa mise en couleur brillante, ainsi que sa biocompatibilité exceptionnelle. L'oxyde d'aluminium présente la plus grande résistance à l'hydrolyse de tous les matériaux céramiques, offrant donc une durabilité considérablement accrue [157]. Le Tableau II.3 regroupe les données relatives à la composition de l'alumine.

Tableau II.3 : Composition chimique des échantillons d'alumine en pourcentage (wt%).

Composition	Al ₂ O ₃	SiO ₂	MgO	Fe ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O ₃
Pourcentage en wt%	99,8%	≤0,08%	≤0,05-0,1	≤0,03	≤0,05	≤0,08

I.1.4. Feldspath Ceramco®3 (Dentsply Sirona)

Ceramco®3 est une porcelaine feldspathique contenant des pigments organiques mélangés à la poudre. Cette formule riche en potassium est beaucoup plus stable que le feldspath à faible teneur en potassium, qui doit être 'cuit' avec d'autres minéraux avant de pouvoir être utilisée. Cette stabilité permet un meilleur contrôle individuel (Tableau II.4).

Tableau II.4 : Composition chimique des échantillons de feldspath en pourcentage (wt%)

Composition	K ₂ O, Al ₂ O ₃ ,4SiO ₂ (Leucite)+2SiO ₂ (Silica)	Poudres d'oxydes
Pourcentage en wt%	75-85%	25-15 %

I.2. Préparation des échantillons

I.2.1. Réalisation

Les échantillons ont été préparés en suivant scrupuleusement les instructions et recommandations du fabricant.

✚ **Les échantillons en zircone :** Les disques en zircone sont obtenus par l'emploi de la conception et de la fabrication assistées par ordinateur, ce qui permet de concevoir et de produire des pièces sous forme de pastilles qui seront ensuite assemblées pour le frittage dans un four à une température de 1450 °C pendant 6 heures. La Figure II.1 présente le dispositif utilisé pour l'élaboration des disques de zircone, et la forme des disques pré-frittés obtenus est présentée dans la Figure II.2.



Figure II.1: A : Fraiseuse de CFAO à 5 axes portant un disque de zircone prêt à préparer des pastilles en 3D ; B : Four pour le frittage des pastilles obtenues par la CFAO à une température de 1450 °C.



Figure II.2: Pastilles en zircone pré-frittée.

- ✚ **Les échantillons en vitrocéramique :** Les pastilles en vitrocéramique ont été effectuées en suivant les spécifications et recommandations du fabricant, les étapes de sa fabrication sont présentées dans la Figure II.3.

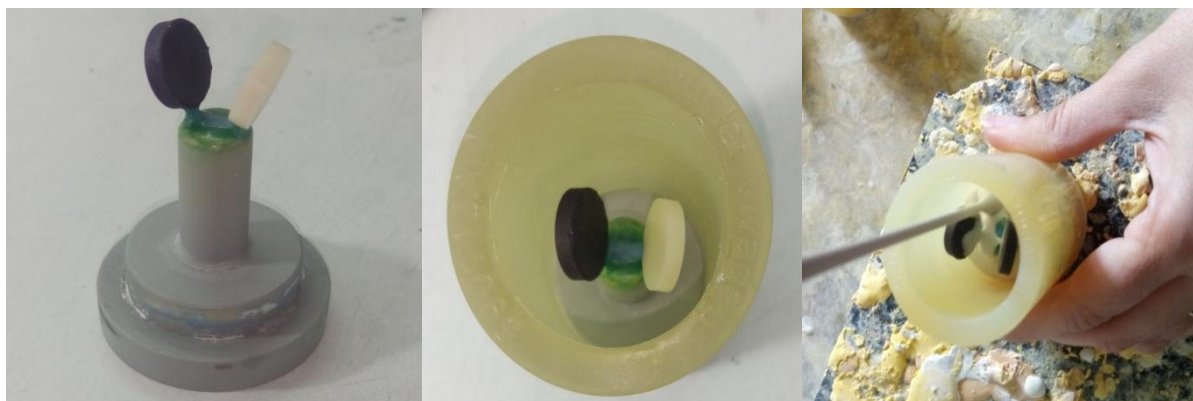


Figure II.3 : les étapes d'élaboration des échantillons de vitrocéramique A et B mise en cylindre, C : mise en revêtement.

- ✚ **Les échantillons en Alumine et Feldspath :** Le montage s'effectue de manière traditionnelle par revêtement pour les échantillons en alumine et feldspath en suivant les

spécifications et les recommandations du fabricant dans le cadre du laboratoire. Cela est effectué à l'aide d'un moule en silicone conçue spécifiquement pour ces échantillons.

I.2.2. Polissage

Seize pièces échantillons de chaque type ont été polis à l'aide de papier abrasif au carbure de silicium, avec des granulométries décroissantes (120, 400, 800, 1200), monté sur un disque rotatif fonctionnant à une vitesse constante.

I.2.3. Nettoyage

Les échantillons ont été nettoyés en les plongeant dans un bain d'éthanol et d'eau, avec traitement par ultrasons pendant 10 minutes. Ils ont ensuite été rincés à l'eau distillée et séchés sous un jet d'air chaud.

I.2.4. Pesé de précision des échantillons

Pour évaluer leur éventuelle perte de masse, tous les échantillons sont pesés à l'aide d'une balance de haute précision avant leur immersion dans les deux différents types de salive, et les milieux acides.

II. Etude gravimétrique

L'étude gravimétrique permettra d'évaluer la perte ou le gain de masse de nos échantillons après leur immersion dans les solutions salivaires et les solutions acides, en fonction du temps. Pour ce faire, le protocole expérimental suivant a été suivi :

1. Polissage de l'échantillon avec du papier abrasif sous eau, suivi d'un rinçage et d'un séchage à l'air chaud.
2. Pesée de l'échantillon avant immersion.
3. Nettoyage sous ultrason pendant 10 minutes dans un mélange d'éthanol/eau distillé, suivi d'un rinçage avec de l'eau distillé et d'un séchage.
4. Immersion de l'échantillon dans 150 mL de solution d'étude. Les béchers sont placés dans un bain d'eau thermostaté réglé à 37 °C pour les milieux salivaires, l'acide citrique et l'acide lactique, et à 80 °C pour l'acide acétique, conformément à la norme ISO 6872. Le choix de la température de 37 °C est basé sur la température moyenne du corps humain.
5. Pour la solution de Ringer, l'immersion a été réalisée pendant 7, 14 et 21 jours à une température de 37 °C, avec retrait successif des échantillons. Pour la solution de salive artificielle de Fusayama et les solutions acides (citrique et lactique) à 37 °C, ainsi que l'acide acétique à 80 °C, l'immersion a été effectuée pendant 24, 96 et 168

heures. Cette approche, une version modifiée de la norme ISO 6872, a été mise en œuvre en raison de sa pertinence pour la recherche sur les céramiques dentaires (méthode modifiée de l'ISO 6872 [149], [158 ,159]). Notamment, la décision de prolonger la durée d'immersion à 168 heures est motivée par l'étude de De Rijk et al. (1985), soutenue par F. Aldamaty et al. (2021), qui a démontré qu'une immersion dans de la salive artificielle à 22 °C pendant 22 ans serait nécessaire pour produire un niveau de dissolution équivalent à une exposition à 4 % d'acide acétique à 80 °C pendant 168 heures.

6. Pesée de l'échantillon après immersion.

III. Paramètres environnementaux et temporels pour les tests in vitro

III.1. Milieu de dégradation

III.1.1.Salive artificielle

III.1.1.1. Salive artificielle de Ringer

La dégradation des céramiques a été étudiée en les immergeant pendant 7, 14 et 21 jours dans des béchers en verre contenant une solution de salive artificielle de Ringer préparée au laboratoire. Cette solution, dont la composition est détaillée dans le tableau II.5, a été préparée à raison d'un litre à un pH de 7,3. Tous les réactifs utilisés étaient de qualité analytique. Immerger les échantillons dans la solution de salive artificielle de Ringer pendant des périodes prolongées permet d'évaluer leur stabilité et leur dégradation sur le long terme, en simulant leur interaction continue avec un environnement chimique similaire à celui de la cavité buccale. La solution de Ringer est particulièrement utile pour simuler l'environnement physiologique de la cavité buccale grâce à sa composition ionique équilibrée, comprenant des ions sodium, potassium, calcium, et chlorure, qui reproduisent fidèlement les conditions naturelles. Cette méthode permet une évaluation précise de la résistance des céramiques à la dégradation chimique sur des périodes prolongées, fournissant des données essentielles pour la compréhension de leur comportement à long terme en milieu buccal. De plus, la solution de Ringer est considérée comme un milieu non corrosif, ce qui permet de mieux comprendre la stabilité intrinsèque des matériaux céramiques sans l'influence de conditions acides ou agressives [156-157].

La solution choisie est la salive artificielle, également appelée solution de Ringer, dont la composition est la suivante (Tableau II.5) :

Tableau II.5 : Composition de la salive artificielle en gramme par litre.

Composant	NaCl	KCl	CaCl ₂ , H ₂ O	NaHCO ₃
Concentration g/l	9	0,4	0,2	0,2

Dans une fiole jaugée de 500 mL nous plaçons :

- 4,5 g de NaCl, pureté de 99,8%.
- 0,2 g de KCl, SOLVAPUR[®] pureté de 99,5%.
- 0,1 g CaCl₂, pro analysi MERCK[®] pureté de 99,5%.
- 0,1 g NaHCO₃, SOLVAPUR[®] pureté de 99,5%.

Ensuite, nous ajoutons de l'eau distillée pour obtenir un volume total de 500 mL de solution, en pesant les composants à l'aide d'une balance de précision.

III.1.1.2. Salive artificielle de Fusayama

La salive artificielle de Fusayama a été utilisée pour des périodes d'immersion plus courtes (24, 96 et 168 heures) dans des béchers en verre contenant une solution de salive artificielle préparée au laboratoire. La composition de cette solution est détaillée dans le tableau II.6. Un litre de la solution a été préparé avec un pH de 6,82. Tous les réactifs utilisés étaient de qualité analytique, Cette solution est formulée pour imiter plus fidèlement la composition chimique de la salive humaine réelle, incluant des ions et des composés organiques similaires. Cette approche permet de simuler les conditions buccales de manière plus précise, offrant ainsi des résultats plus pertinents cliniquement. De plus, les normes ISO recommandent l'utilisation de solutions spécifiques pour les tests de matériaux dentaires, et Fusayama répond à ces exigences. En testant les effets immédiats et à court terme de l'exposition à cette solution, les chercheurs peuvent mieux comprendre les premières réactions des céramiques dans la cavité buccale, complétant ainsi les tests à plus long terme réalisés avec d'autres solutions comme Ringer.

Tableau II.6 : Composition de la salive artificielle Fusayama en gramme par litre

Composant	NaCl	KCl	Na ₂ HPO ₄	NaHCO ₃	KSCN	CH ₄ ON ₂ (Urée)
Concentration g/l	7	1,2	0,26	1,5	0,33	1,3

Dans une fiole jaugée de 500 mL nous plaçons :

3,5 g NaCl , pureté de 99,8%.

0,6 g KCl, SOLVAPUR[®] , pureté de 99,5%.

0,13 g Na₂HPO₄, Eisen-Golden laboratoires , pureté de 98,0%

0,75 g NaHCO₃, SOLVAPUR[®] pureté de 99,5%.

0,165 g KSCN, Sigma-Aldrich, Fluka[®] pureté de 98,0%.

0.65g CH₄ON₂ (urea) , Nanoshel[®] pureté de 99,9%

III.1.2.Solutions acides

Pour les solutions acides, toutes ayant une pureté de 99 %, elles ont été diluées à 2 % (20 g/1000 mL) pour l'acide citrique et l'acide lactique, et à 4 % (40 g/1000 mL) pour l'acide acétique. Les valeurs de pH de tous les milieux d'immersion ont été mesurées avant l'insertion des échantillons à l'aide d'un pH-mètre. Tous les réactifs utilisés étaient de qualité analytique (Tableau II.7).

Tableau II.7 : Composition et conditions des milieux acides.

Solution	Composition (g/l)	pH(21.5°C)	Conditions	Température d'Immersion
2% Acide citrique	C ₆ H ₈ O ₇	2,03	Statique	37°C
2% Acide Lactique	C ₃ H ₆ O ₃	3,51	Statique	37°C
4% Acide Acétique	CH ₃ COOH	2,45	Statique	80°C

IV. Techniques d'analyse et de caractérisation utilisées

IV.1 Méthodes électrochimiques

IV.1.1. Etude électrochimique par spectroscopie d'impédance électrochimique et polarisation Cyclique

IV.1.1.1 Principes de fonctionnement et configuration expérimentale

Les mesures électrochimiques ont été effectuées à l'aide d'un dispositif expérimental comportant une cellule d'électrolyse alimentée par un potentiostat BioLogic modèle SP-150, interfacé avec un ordinateur destiné à l'acquisition et au traitement des résultats. Le programme utilisé est le logiciel « EcLab ». La cellule électrochimique comporte trois électrodes : la contre-électrode en platine, l'électrode de travail (échantillon de la céramique) et l'électrode de référence Ag/AgCl (calomel saturé ECS), toutes immergées dans les milieux d'étude (solution de Ringer, Fusayama, acide citrique, acide lactique, acide acétique) [10]. L'homogénéisation de la solution électrolytique est maintenue à l'aide d'un barreau aimanté et d'un agitateur à vitesse variable. Cette agitation magnétique empêche l'accumulation de produits corrosifs à la surface de l'échantillon et assure une bonne convection de l'électrolyte.

Test de la spectroscopie d'impédance électrochimique

Les tests SIE ont été réalisés avec une amplitude de 70 mV [160]. La gamme de fréquences utilisées variait selon l'environnement d'analyse pour optimiser la pertinence des mesures. Cette variation permet d'adapter les tests aux propriétés électrochimiques spécifiques de chaque solution, maximisant ainsi la qualité des données recueillies :

- Pour certains milieux, comme la solution de Ringer, la gamme de fréquences allait de 100 kHz à 0,01 Hz, afin de bien capturer les processus électrochimiques pertinents.
- Pour d'autres milieux, comme la solution de Fusayama et les acides (citrique, lactique, acétique), une gamme de 1 kHz à 200 Hz était utilisée pour observer des phénomènes spécifiques à ces solutions.

Les tests ont été effectués à différents moments pour évaluer les variations des propriétés électrochimiques au fil du temps :

- **Solution de SA Ringer** : Tests réalisés à 0 jour (avant immersion), puis tous les 7 jours jusqu'à la fin de la période d'immersion de 21 jours.

- **Solution de SA de Fusayama et acides** : Tests réalisés à 0 heure (avant immersion), puis après 24 heures, 96 heures, et jusqu'à la fin de la période d'immersion de 168 heures.

L'analyse des résultats est effectuée à l'aide de représentations des circuits électriques équivalents (C.E.E). Le montage expérimental est représenté à la Figure II.4. Cette technique permet de modéliser et d'analyser les comportements électrochimiques observés en fonction des différents milieux d'étude. En ajustant les gammes de fréquences aux spécificités des solutions, on peut obtenir une compréhension plus précise et détaillée des mécanismes de dégradation et de stabilité des céramiques [138], [158-159].

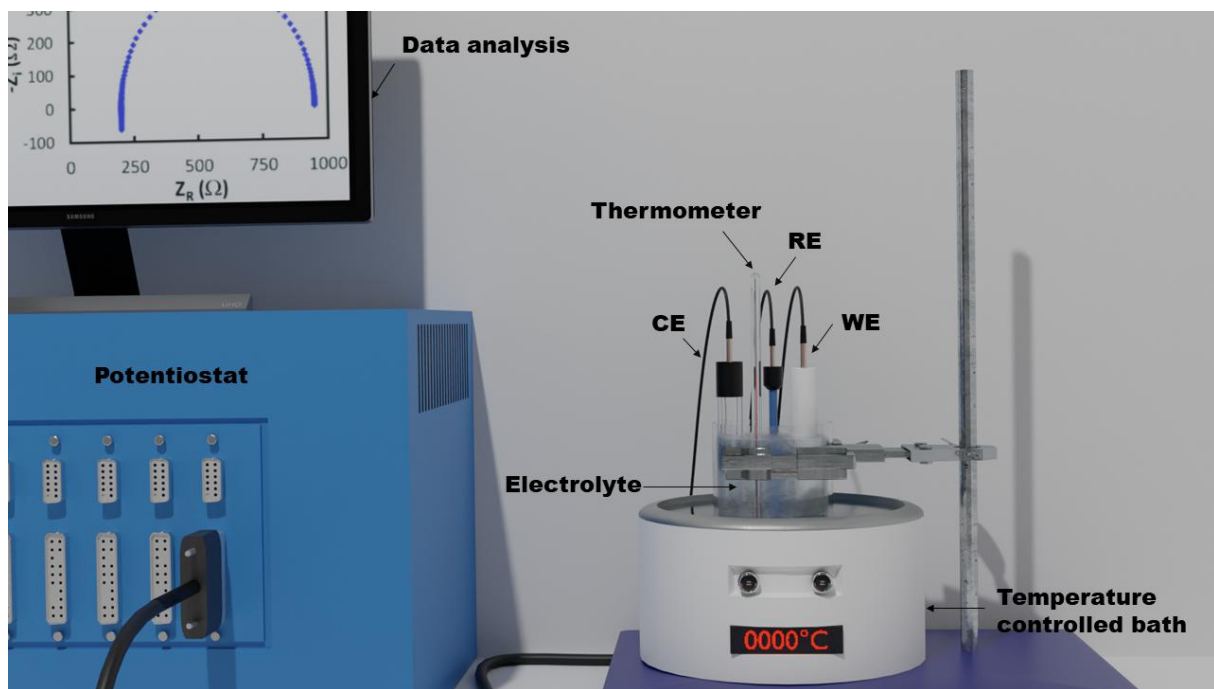


Figure II.4. Schéma de la cellule électrochimique avec bain-marie à température contrôlée (37°C et 80°C, selon la configuration expérimentale). La température a été vérifiée à l'aide d'un thermomètre. La cellule électrochimique était connectée à un système d'analyse de données. CE : Contre-électrode en platine, WE : Électrode de Travail (échantillons de céramique), RE : Électrode de Référence (électrode de calomel saturée, ECS).

✚ Test par Polarisation cyclique

Les tests de polarisation cyclique ont été réalisés exclusivement sur les échantillons immergés dans la salive artificielle de Fusayama et les solutions acides. Cette sélection s'explique par le fait que ces milieux sont plus agressifs et représentatifs des conditions corrosives réelles auxquelles les céramiques peuvent être exposées, contrairement à la solution de Ringer, qui est

moins corrosive. L'objectif était de compléter les résultats obtenus par SIE et d'offrir une évaluation approfondie de la résistance à la corrosion des céramiques dans ces environnements spécifiques. Ces tests permettent d'examiner en profondeur les comportements anodiques et cathodiques des matériaux, fournissant ainsi une vue plus approfondie des mécanismes de corrosion.

Les tests de polarisation cyclique ont été conduits sur une plage de potentiel comprise entre -10 V et 10 V par rapport à Ag/AgCl, en partant du potentiel de corrosion, avec une vitesse de balayage de 0,5 mV/s. Les tests ont été effectués avant le début de la procédure d'immersion (à temps 0), puis répétés à 24 heures, 96 heures et 168 heures d'immersion.

IV.2 Analyse morphologique et compositionnelle

IV.2.1. Microscope électronique à balayage couplé à EDX

Les échantillons de céramique ont été examinés à l'Institut de Criminalistique de la Gendarmerie Royale (Rabat) en utilisant un microscope électronique à balayage environnemental FEI-Quanta 650. Les échantillons étaient montés sur un support adhésif en carbone et placés dans la chambre du microscope sans traitement de métallisation préalable. Les observations ont été réalisées avec un détecteur d'électrons rétrodiffusés, dans un environnement sous vide de $7,4 \times 10^{-4}$ Pascal, à une tension d'accélération de 15 kV. L'analyse élémentaire a été effectuée avec un détecteur à dispersion d'énergie (EDS) de type EDAX.

IV.2.2. Diffraction des rayons X

Les échantillons de céramique ont été soumis à une analyse de diffraction des rayons X (DRX) pour étudier la structure cristalline, les phases et l'orientation. Cela a impliqué l'utilisation de motifs de DRX résultant de l'interaction des rayons X avec la structure du réseau cristallin du matériau. L'analyse DRX a été répétée sur les échantillons de céramique après immersion pour identifier les changements dans la structure cristalline ou la formation potentielle de nouvelles phases, les comparaisons avec les motifs DRX initiaux révélant des altérations ou des transformations de phases dans le matériau céramique. Ces techniques ont permis un examen complet de la morphologie de surface des échantillons, de leur composition élémentaire, de leur structure cristalline et des transformations de phases avant et après immersion dans des valeurs de pH différentes. De plus, l'analyse DRX a permis de suivre les changements dans la structure cristalline tout au long de l'expérience.

Chapitre III : Comportement des céramiques dentaires dans la salive artificielle de Ringer

Introduction

Dans ce chapitre, nous adoptons une approche méthodique pour analyser le comportement de quatre types de céramiques dentaires (zircone, vitrocéramique, alumine et feldspath) lorsqu'elles sont immergées dans la solution de Ringer, un milieu neutre simulant des conditions physiologiques. Nous utilisons diverses techniques électrochimiques, telles que la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE), pour évaluer la réponse électrochimique de ces céramiques avant et après différentes périodes d'immersion.

Une analyse approfondie de l'état de surface et de la microstructure des céramiques sera également effectuée en appliquant des méthodes de microscopie électronique et de diffraction des rayons X. Ces analyses permettront de caractériser les phénomènes interfaciaux et d'identifier les processus de dégradation potentiels au niveau de l'interface céramique/solution.

I. Tests de gravimétrie dans la Solution de Ringer

Afin d'évaluer l'effet du milieu salivaire sur les 4 matériaux étudiés, nous avons dans un premier temps effectué une étude gravimétrique avant et après immersion de nos échantillons dans une solution de Ringer à 37°C, cette étude a été faite en fonction de la durée d'immersion 7,14 ,21 jours, le tableau III.1 présente l'ensemble des résultats obtenus.

Tableau III. 1: Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans un milieu salivaire en fonction du temps 7, 14 et 21 jours

	Echantillon N°1		Echantillon N°2		Echantillon N°3	
	Masse en g 0j	Masse en g PP à (7j)	Masse en g 0j	Masse en g PP à (14j)	Masse en g 0j	Masse en g PP à (21j)
Vitrocéramique	1,643	1,643	1,816	1,817	1,713	1,715
Feldspath	1,419	1,419	1,757	1,757	1,300	1,298
Zircone	4,106	4,106	3,795	3,794	3,440	3,435
Alumine	1,056	1,056	0,957	0,957	0,823	0,820

L'analyse des résultats a révélé que :

- Entre 0 et 7 jours d'immersion dans la salive artificielle à 37°C, les 4 céramiques n'ont connu aucune modification de masse
- Entre 0 et 14 jours, les échantillons du Feldspath et de l'Alumine n'ont connu aucune modification de masse, la vitrocéramique a connu un gain léger de masse et la zircone a connu une légère baisse de masse.
- Entre 0 et 21 jours, les échantillons de la Feldspath, Zircone, Alumine ont connu une légère baisse de masse (2 mg, 5 mg, 3 mg) respectivement, l'échantillon de la vitrocéramique a connu un gain de masse de l'ordre 2 mg.

Les résultats indiquent que le comportement des quatre matériaux dans le milieu salivaire varie en fonction de la nature du matériau et de la durée d'immersion.

La méthode gravimétrique, bien qu'offrant une approche relativement simple et ne nécessitant pas d'équipement complexe, ne permet pas d'explorer en détail les mécanismes impliqués lors de l'immersion de ces matériaux dans la salive artificielle.

II. Analyse électrochimique des céramiques dentaires dans la solution de Ringer

II.1. Spectroscopie d'Impédance électrochimique (SIE)

Les données recueillies lors des mesures SIE ont été utilisées pour déterminer les composantes de l'impédance. Le choix de cette technique pour l'évaluation de l'effet de la salive en fonction du temps sur nos 4 céramiques est basé sur des références bibliographiques [138], [158-159].

En électrochimie, l'interprétation des résultats obtenus par SIE se fait via l'utilisation de la modélisation de l'interface matériau/milieu en utilisant un circuit électrique équivalent. Ceci permet aux électrochimistes de modéliser les phénomènes interfaciaux et de mieux comprendre les différents processus électrochimiques qui peuvent avoir lieu au niveau d'une interface.

Notre étude a été effectuée sur les 4 types de céramiques dentaires avant et après immersion (7, 14, 21 jours) dans la salive artificielle à 37°C. Dans ce qui suit, nous allons présenter au fur et à mesure les résultats obtenus, ainsi leurs interprétations. (Les essais ont été répétés trois fois).

II.1.1. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Zircone

La figure III.1 présente les résultats obtenus par SIE de la zircone avant et après (7, 14 et 21 jours) d'immersion dans la salive artificielle de Ringer. Les diagrammes de Nyquist obtenus

montrent que nous sommes en présence de plusieurs phénomènes interfaciaux (diffusion, adsorption, etc.). Nous remarquons également presque le même comportement de conductivité ionique selon des références bibliographiques, ce qui peut être attribué à une résistance au vieillissement. La même tendance a été remarquée pour l'ensemble des échantillons en fonction du temps d'immersion. Fei Zhang et al. ont étudié la corrélation directe entre la sensibilité au vieillissement hydrothermal et la conductivité ionique de la zircone dopée à l'yttrium [167].

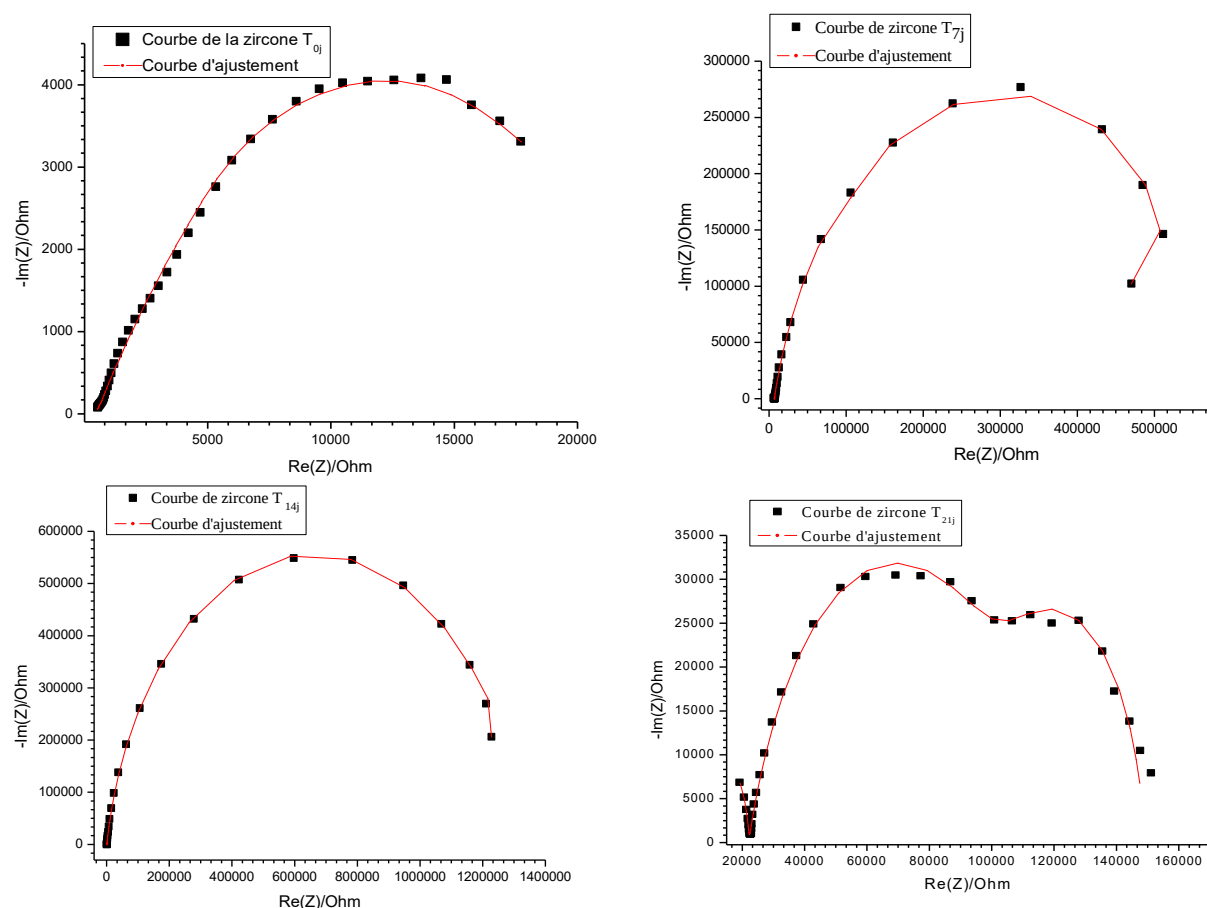


Figure III.1 : Diagrammes de Nyquist de la zircone obtenus après 0, 7, 14 et 21 jours d'immersion dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.

La résistance de transfert de charge de ce matériau R à 0 jour était d'environ 24 000 ohms. Les spectres SIE de 7, 14 et 21 jours montrent des modèles de désintégration de la zircone avec l'apparition de transfert de charge lié à la formation d'une couche d'oxyde à comportements capacitifs (hautes fréquences) et à un comportement résistif entre la masse du matériau et ces derniers. Nous observons sur les courbes de Nyquist une instabilité électrochimique due à la formation d'oxydes [138],[160]. La détérioration maximale de cet échantillon a été observée à 14 jours d'immersion. Il s'est ensuite rétabli aux 21 jours et a atteint une importante résistance de transfert de charge de l'ordre de 158 268 ohms. La présence d'une région capacitive dans cet

échantillon à 21 jours entre 100 kHz et 10 mHz devient évidente et elle est liée à l'implication de la majeure partie de la zircone sous l'action de la solution salivaire. Le comportement résistif observé dans cet échantillon à 7 jours d'immersion s'inscrit dans un cycle de protection et de détérioration de l'échantillon dû à la formation, à la dissolution d'oxyde et à la pénétration d'espèces électrolytiques agressives au niveau de la surface du matériau. Les modèles proposés dans la figure III.2 consistent en un élément représentant la résistance de la salive artificielle de Ringer (R_1) utilisé en série avec un circuit CPE_1-R_1 , qui représente l'interface électrolyte/surface de la zircone pour les échantillons après 7, 14 et 21 jours d'immersion dans la solution artificielle de salive de Ringer. L'oxydation de la zircone est un produit de l'échange d'ions entre l'électrolyte et le substrat.

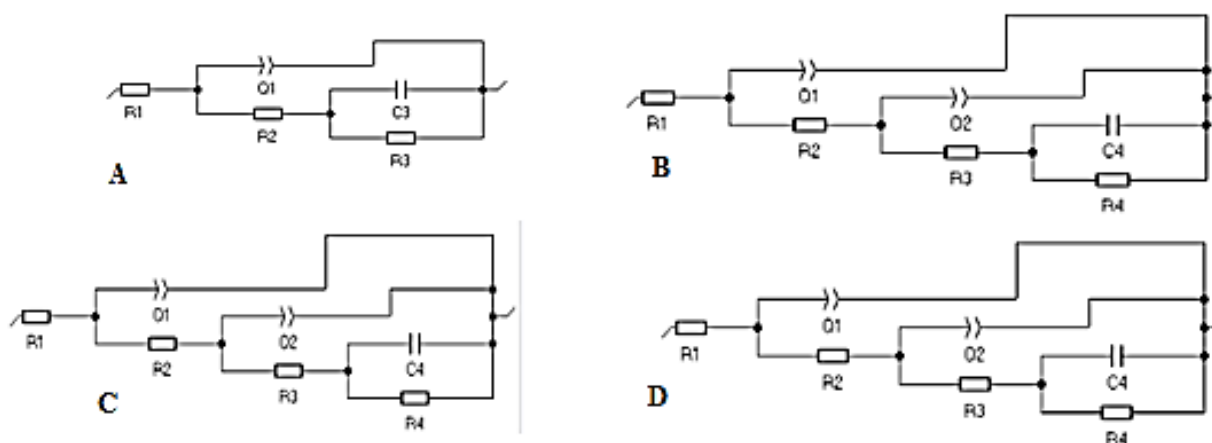


Figure III.2 : Modèles de circuits électriques équivalents de la zircone à, A) : 0 jour, B) : à 7 jours, C) : à 14 jours, D) : à 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.

Les valeurs des CPE_1-P ne varient pas (entre le 7e et le 21e jour) de manière significative en fonction du temps, cela signifie que la dégradation de la céramique pourrait être due à une augmentation de la porosité due à la rupture ou à la dissolution des éléments anioniques ou cationiques contenus dans la zircone dopée à l'yttrium.

Nous remarquons également que les valeurs des constantes de phases CPE_1-P sont réduites lors de l'immersion, ce qui est lié à la formation de défauts et de pores à la surface des échantillons. Les valeurs des constantes de phases CPE_2-P n'ont pas connu de modification importante ; ce constat est valable pour les échantillons après 7 et 14 jours d'immersion. Après 14 jours d'immersion, les valeurs des capacités CPE_4-R_4 atteignent une valeur maximale. Cette valeur maximale a été remarquée après 21 jours d'immersion. D'une manière générale, l'interprétation

des résultats obtenus indique que la zircone peut connaître une dégradation de son état de surface, ceci peut être dû à la formation d'un oxyde poreux au niveau de cette surface. Ce même constat a également été confirmé par D.E. Remonti et al. et L. Maniguet et al. [138],[160]. Ces travaux ont indiqué la présence de vides anioniques dans la structure de la zircone dopée à l'yttrium.

Tableau III.1 : Paramètres électrochimiques issus de l'étude par SIE de la zircone après son immersion pendant 0, 7,14 et 21 jours dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.

Temps d'immersion	R₁ (Ohm)	CPE₁-R₁ (F.cm⁻²)	CPE₁-P	R₂ (Ohm)	CPE₂-R₂ (F.cm⁻²)	CPE₂-P	CPE₃-R₃ (F.cm⁻²)	R₃ (Ohm)	CPE₄-R₄ (F.cm⁻²)	R₄ (Ohm)
0 jour	476,5	55,31x10 ⁻⁶	0,407 7	28 381	-----	-----	28,95x10 ⁻⁶	-4 364	-----	-----
7 jours	6 815	1,587x10 ⁻⁶	0,881 1	657 754	30,66x10 ⁻⁶	1	-----	-96 529	-74,55x10 ⁻⁶	0,2519x10 ⁹
14 jours	554,8	1,241x10 ⁻⁶	0,889 5	1,318x10 ⁻⁶	29,32x10 ⁻⁹	0,3692	-----	117,9	0,2034x10 ⁻⁶	160,6
21 jours	21 194	1,093x10 ⁻⁶	0,722 9	-12 819	1,157x10 ⁻⁶	0,03271	-----	130 237	25,38x10 ⁻⁶	4050

II.1.2. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Vitrocéramique

La figure III.3 présente les résultats obtenus par SIE de la vitrocéramique après 0, 7, 14 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C. Les paramètres électrochimiques obtenus sont présentés au niveau du tableau III.3. Après l'analyse des résultats obtenus par l'utilisation de modèles de circuits équivalents (figure III.4), nous remarquons une variation très significative au niveau des résistances de transfert de charge pour la vitrocéramique après 0, 7, 14 et 21 jours d'immersion dans la salive artificielle, avec des valeurs de 12 043 ohms, 589 693,5 ohms, 399 784 ohms et 11 867,35 ohms respectivement (tableau III.3).

La figure III.4.A représente le modèle de circuit électrique équivalent adapté au diagramme de Nyquist de la vitrocéramique après 0 jour d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C. Ce circuit comporte plusieurs résistances placées en série. Les modèles des CEE proposés pour les 7, 14 et 21 jours d'immersion de la vitrocéramique dans la SA de Ringer nous laissent déduire que les valeurs de CPE3-P ne varient pas de manière significative (tableau III.3). Cela peut signifier que la vitrocéramique a connu une dissolution dans le milieu salivaire. Ce même constat a été rapporté par D.N. Boccaccini et al. et C. Castiglia et al., montrant que les céramiques à base de disilicate de lithium ne sont pas entièrement biologiquement inertes. Cela peut être attribué principalement à une augmentation de leur porosité [7],[168].

Il est à signaler également que nous obtenons des valeurs de résistances négatives, ce qui s'explique par la formation d'une couche de passivation instable au niveau de la surface de la vitrocéramique. Cette couche est la conséquence de la décomposition de l'un des composants de la vitrocéramique sous forme d'oxyde [1],[100-103].

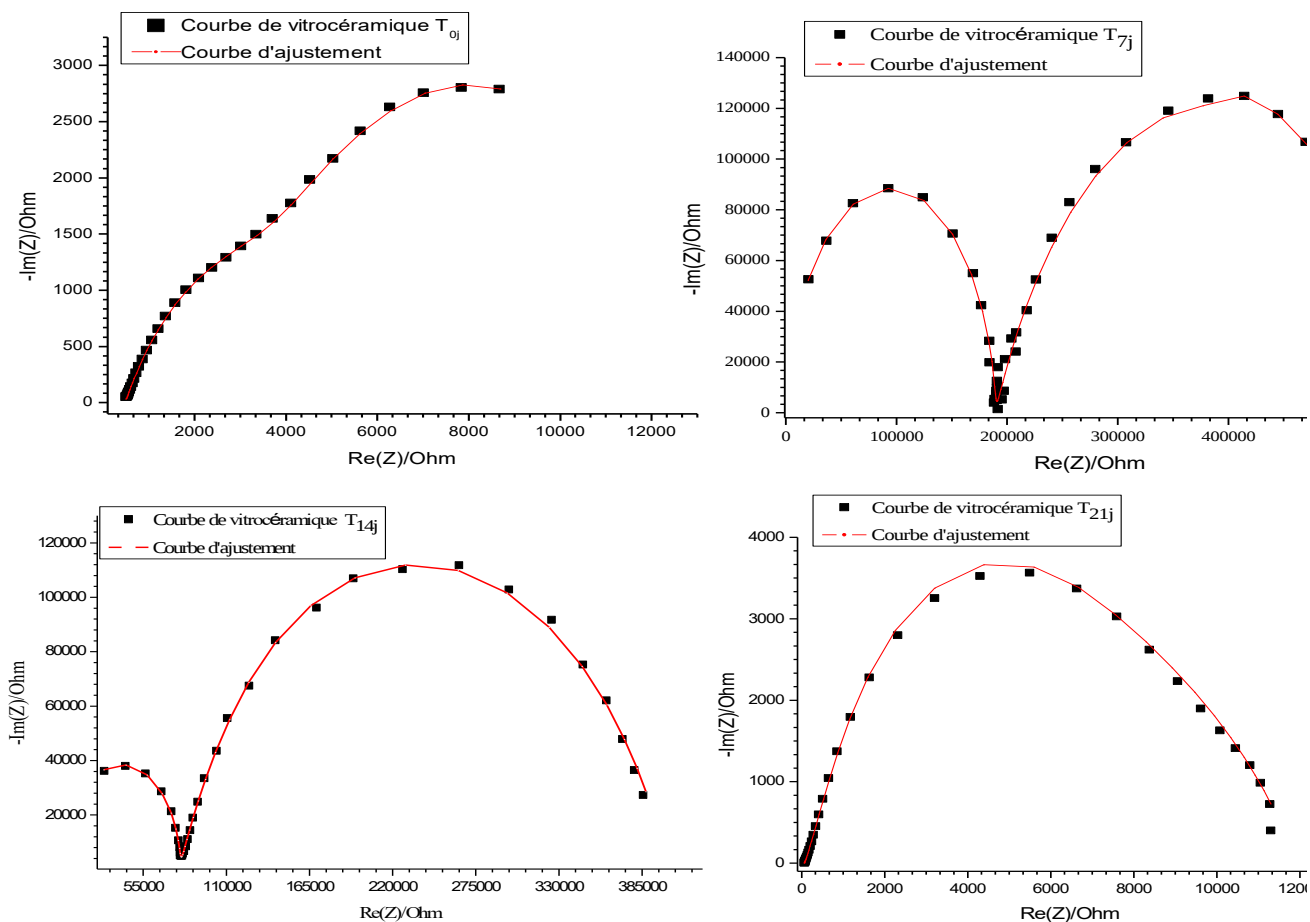


Figure III.3 : Diagrammes de Nyquist obtenus de la vitrocéramique après 0, 7, 14 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.

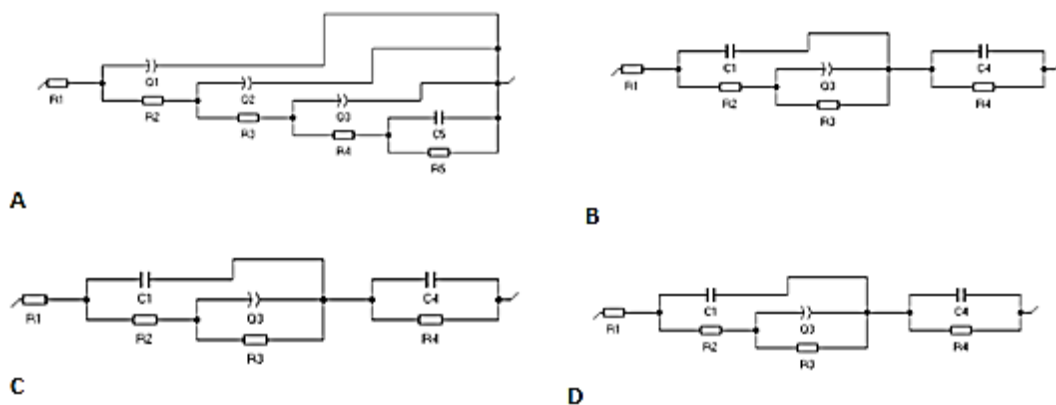


Figure III.4 : Modèles de circuits équivalents obtenus pour la vitrocéramique à : A) 0 jour, B) 7 jours, C) 14 jours, D) 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.

Tableau III.2 : Paramètres électrochimiques issus de l'étude par SIE de la Vitrocéramique après son immersion pendant 0, 7,14 et 21 jours dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.

Temps d'immersion	R₁ (Ohm)	CPE₁-R₁ (F.cm⁻²)	C₁ (F)	CPE₁- P	R₂ (Ohm)	CPE₂-R₂ (F.cm⁻²)	CPE₂- P	R₃ (Ohm)	CPE₃-R₃ (F.cm⁻²)	CPE₃-P	C₄ (F)	R₄ (Ohm)	C₅ (F)	R₅ (Ohm)
0 jour	477	18,51x10 ⁻⁶	-----	0,548 6	-40 062	-0,233 7x10 ⁻⁶	0	45023	73,31x10 ⁻⁶	0,733 3	-----	19 110	-1,703x10 ⁻⁶	-12 028
7 jours	3 639	-----	41,95x10 ⁻¹²	-----	183 897	-----	-----	405 427	2,762x10 ⁻⁶	0,685 1	-0,794 9x10 ⁻⁶	369,5	-----	-----
14 jours	2 418	-----	42,15x10 ⁻¹²	-----	76 939	-----	-----	328 499	0,421x10 ⁻⁶	0,7534	3,896x10 ⁻⁶	-5 654	-----	-----
21 jours	65,03	-----	0,6176x10 ⁻⁶	-----	24,35	-----	-----	7 877	84,06x10 ⁻⁶	0,5921	33,98x10 ⁻⁶	3 966	-----	-----

II.1.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Alumine

La figure III.5 regroupe les résultats obtenus pour l'alumine après son immersion pendant 0, 7, 14, 21 jours dans la SA de Ringer à 37°C. Les C.E.E. relatives à ces diagrammes sont regroupés dans la Figure III.6. Le tableau III.4 présente les paramètres électrochimiques issus de l'ajustement des diagrammes de Nyquist obtenus pour l'alumine après immersion dans la SA pendant 0, 7, 14 et 21 jours. Les résultats obtenus montrent ce qui suit :

- À 0 jour, le circuit E.E. comporte une R_1 (Résistance de la solution) avec une CPE_1-R_1 représentative de l'interface électrolyte/surface d'alumine.
- Au 7 jours d'immersion, nous obtenons deux demi-cercles de tailles différentes, indiquant un phénomène de diffusion [104].
- Au 14ème jour, nous observons l'apparition d'un seul demi-cercle, ce qui peut indiquer la formation d'une couche à la surface du matériau. D'après M. Cardenas et al.,[172], l'alumine a un point isoélectrique proche de celui de l'émail dentaire, ce qui rend ce matériau intéressant pour l'adsorption de la salive.
- Au 21ème jour, nous remarquons l'apparition de deux boucles, ce qui indique, selon Daniel Krews ki et al. et M. Cárdenas et al. [104],[92] , la rupture du film formé à la surface de l'alumine.

L'ensemble des résultats obtenus indique que nous sommes en présence de la combinaison de plusieurs phénomènes :

- ✓ Diffusion-adsorption : formation d'une couche [104].
- ✓ Désorption : rupture de la couche formée à la surface de l'alumine [104].

Il nous a été difficile d'interpréter les résultats regroupés dans le tableau III.4, car les C.E.E. sont complexes.

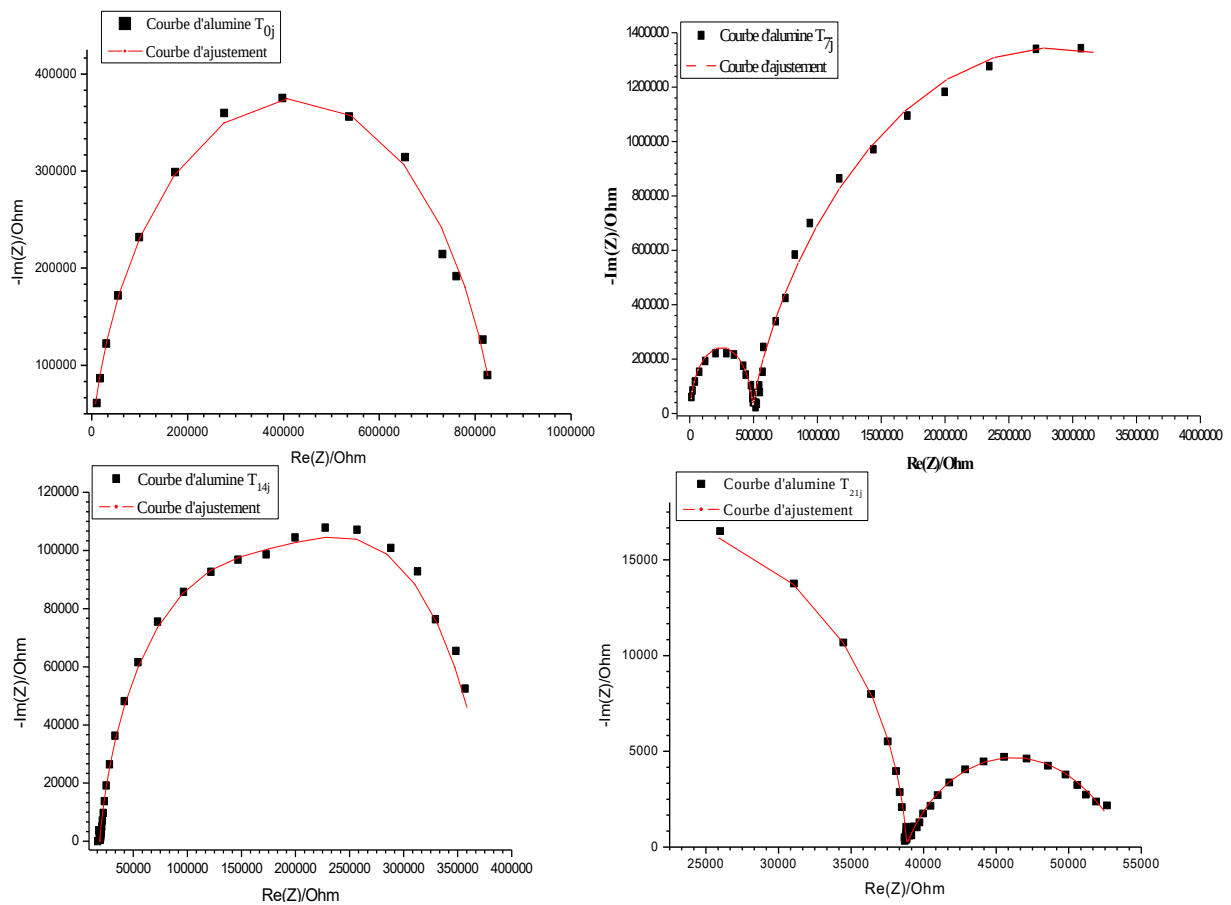


Figure III.5 : Diagrammes de Nyquist obtenus de l'Alumine après 0, 7, 14, 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37°C

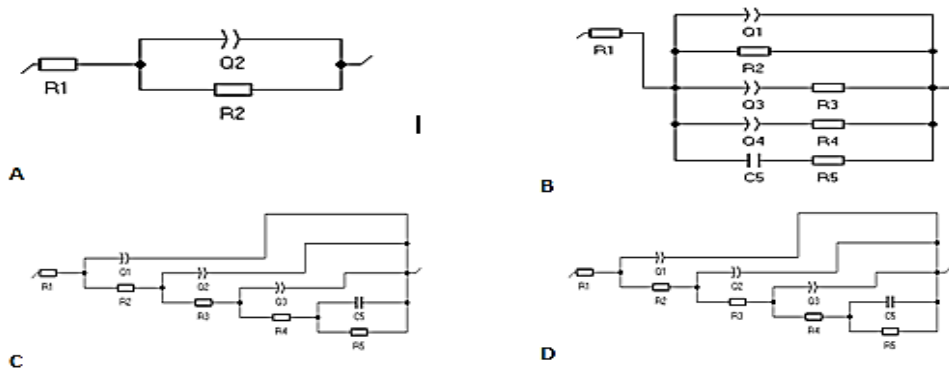


Figure III.6 : Modèles de circuits équivalents électriques obtenus pour l'Alumine à, A) : 0 jour, B) : à 7 jours, C) : à 14 jours, D) : à 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.

Tableau III.3 : Paramètres électrochimiques issus de l'étude par SIE de l'Alumine après son immersion pendant 0, 7,14 et 21 jours dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.

Temps d'immersion	CPE ₁ -R ₁ (F.cm ⁻²)	CPE ₁ -P	R ₁ (Ohm)	CPE ₂ -R ₂ (F.cm ⁻²)	CPE ₂ - P	R ₂ (Ohm)	CPE ₃ -R ₃ (F.cm ⁻²)	CPE ₃ - P	R ₃ (Ohm)	CPE ₄ -R ₄ (F.cm ⁻²)	CPE ₄ - P	R ₄ (Ohm)	CPE ₅ -R ₅ (F.cm ⁻²)	R ₅ (Ohm)
0 jour	----	----	100	78,51x10 ⁻¹²	0,94	842239	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----
7 jours	62,61x10 ⁻¹²	0,96	1 136	-----	-----	6,543x10 ⁶	0,209 2x10 ⁻⁶	0,54	941659	4,716x10 ⁻⁹	0,23	167 896	25,41x10 ⁻⁹	1,254x10 ⁶
14 jours	1,205x10 ⁻⁶	0,85	18 830	4,491x10 ⁻⁹	0,96	31 083	4,292x10 ⁻⁶	0,07	108890	-----	-----	149 722	4,332x10 ⁻⁶	758566
21 jours	73,87x10 ⁻¹²	0,97	3 685	-3,074x10 ⁻⁹	0,23	17 279	29,14x10 ⁻⁶	0,65	17723	-----	-----	16 122	0,01204	78 906

II.1.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Feldspath

Les diagrammes de Nyquist obtenus après immersion du feldspath en fonction du temps (0, 7, 14 et 21 jours) dans la salive artificielle à 37°C sont regroupés dans la figure III.7. Pour interpréter ces diagrammes, nous avons utilisé les CEE représentés dans la figure III.8. Les paramètres électrochimiques issus de cette modélisation sont regroupés dans le tableau III.5. Selon la figure III.7 nous remarquons que :

- La durée d'immersion a impacté de manière significative le comportement du feldspath en solution salivaire.
- Le diagramme de Nyquist du feldspath à 0 jour d'immersion comporte deux demi-cercles, indiquant clairement un phénomène de diffusion.
- Aux 7, 14, 21 jours, les allures des diagrammes de Nyquist ont complètement changé, tendant plus vers l'apparition d'une seule boucle capacitive, indiquant ainsi la formation d'une couche de protection à la surface du feldspath.

Selon des références bibliographiques [105-107] le feldspath peut connaître, dans un milieu salivaire, une dissolution, ce qui favorise la formation de cristaux à sa surface. Il s'agit d'une couche désorganisée produite lors de la dissolution du feldspath.

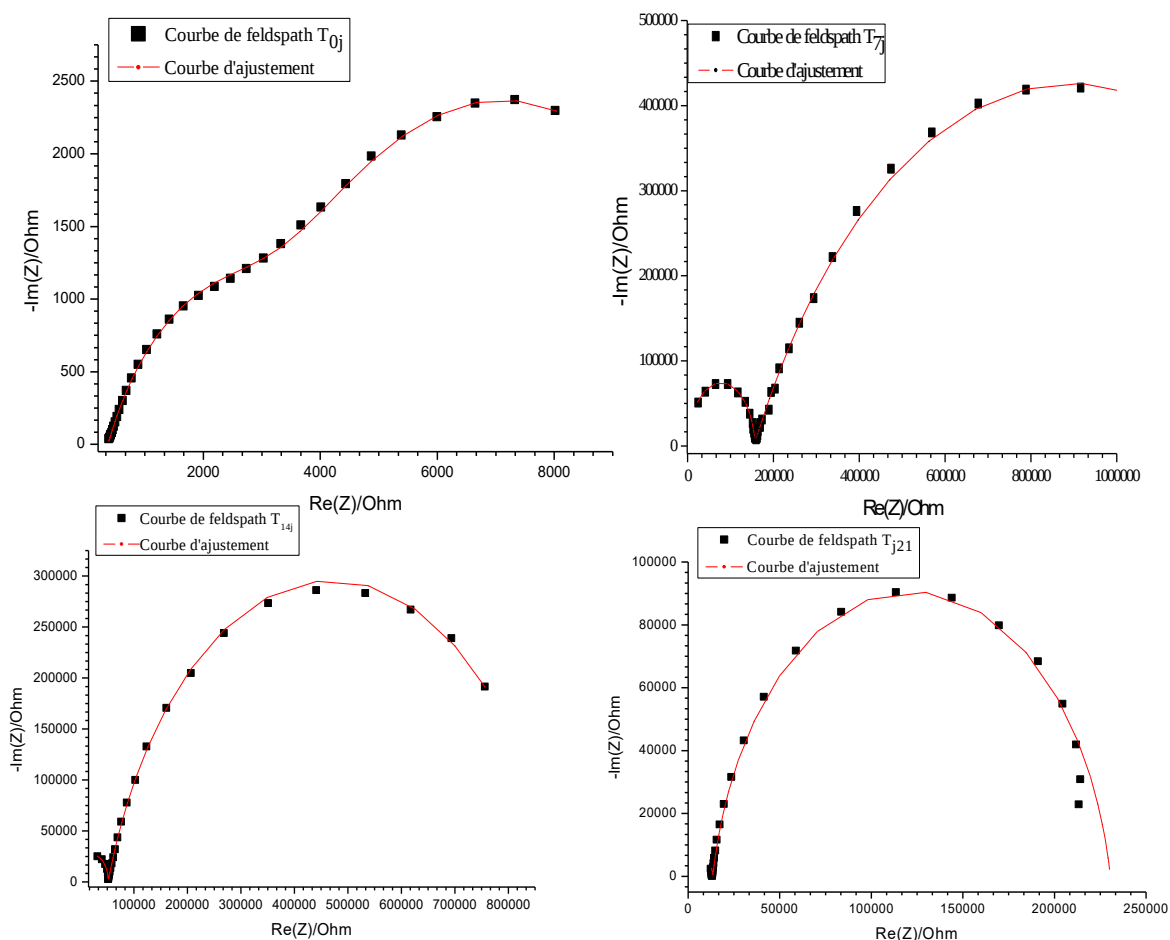


Figure III.7 : Diagrammes de Nyquist obtenus de Feldspath pendant 0, 7, 14, 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37°C.

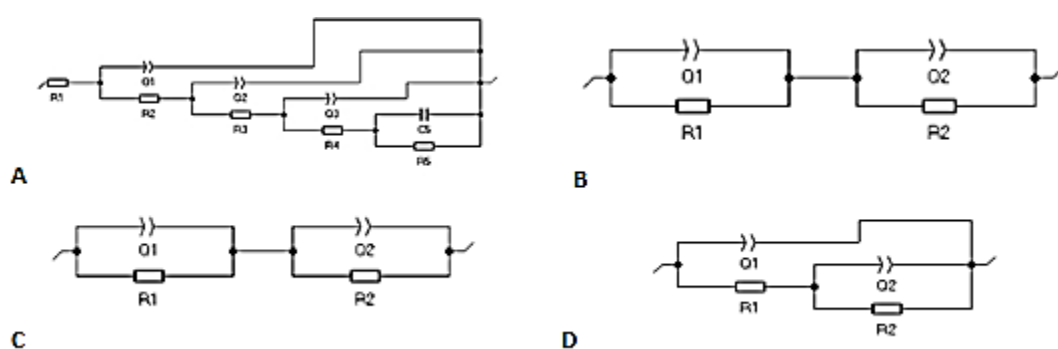


Figure III.8 : Modèles de circuits équivalents obtenus pour Feldspath à, A) : 0 jour, B) : à 7 jours, C) : à 14 jours, D) : à 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37 °C.

Tableau III. 4 : Paramètres électrochimiques issus de l'étude par SIE de Feldspath après son immersion pendant 0, 7,14 et 21 jours dans la salive artificielle de Ringer à 37°C.

Temps d'immersion	R1 (Ohm)	CPE1-R1 (F.cm⁻²)	CPE1-P	R2 (Ohm)	CPE2-R2 (F.cm⁻²)	CPE2-P	R3 (Ohm)	CPE3-R3 (F.cm⁻²)	CPE3-P	R4 (Ohm)	C5 (F)	R5 (Ohm)
0 jour	368	12,35x10 ⁻⁶	0,608 3	3 850	89,59x10 ⁻⁶	0,616 1	5 873	2,335x10 ⁻⁶	0,460 8	-6 857	3,847x10 ⁻⁶	8 407
7 jours	1x10 ³	10x10 ⁻⁶	0,8	100	1x10 ⁻⁶	0,7	---	----	----	----	----	----
14 jours	837 076	0,283 7x10 ⁻⁶	0,783 2	51 575	36,17x10 ⁻¹²	1	----	-----	-----	----	-----	----
21 jours	13 500	77,8x10 ⁻¹²	0,939	216 999	0,531x10 ⁻⁶	0 ,886	----	----	-----	----	----	----

III. État de surface et de la microstructure des céramiques dentaires dans la solution de Ringer

III.1. Analyse de la surface par microscope électronique à balayage (MEB) couplé à l'EDX

Le MEB est utilisé ici pour l'observation de la topographie des échantillons. L'analyse élémentaire a été réalisée en utilisant un système d'analyse dispersive en énergie (EDX) couplé au microscope électronique à balayage (MEB). Les observations ont concerné les quatre échantillons de céramiques dentaires : zircone, vitrocéramique, feldspath et alumine, avant et après 21 jours d'immersion dans la salive artificielle (pH = 7,3) à 37°C. Les résultats obtenus sont regroupés dans les figures III.9, III.10, III.11 et III.12. D'une manière générale, l'analyse des images obtenues par MEB a révélé une différence notable dans l'état de surface des échantillons après 21 jours d'immersion.

III.1.1.MEB/EDX de la zircone

La figure III.9. a et b présente la morphologie de la surface de la zircone à 0 et 21 jours d'immersion dans la salive artificielle. Après 21 jours d'immersion, nous remarquons l'apparition de plusieurs taches, ce qui implique que cette surface a connu une modification pouvant être attribuée à l'effet de son immersion dans la SA de Ringer.

L'analyse EDX (Figure III.9. d) montre la présence de calcium après 21 jours d'immersion. Comme mentionné précédemment, la présence de calcium à la surface de cet échantillon est due soit à son immersion dans le milieu salivaire (forte teneur en calcium) [160], soit à l'utilisation d'oxyde de calcium au cours du traitement thermique de la zircone pour stabiliser et maintenir la structure tétragonale à la température ambiante. Après 21 jours d'immersion, une dissolution et une déposition de ce dernier ont été observées à la surface de l'échantillon [109,110],[179].

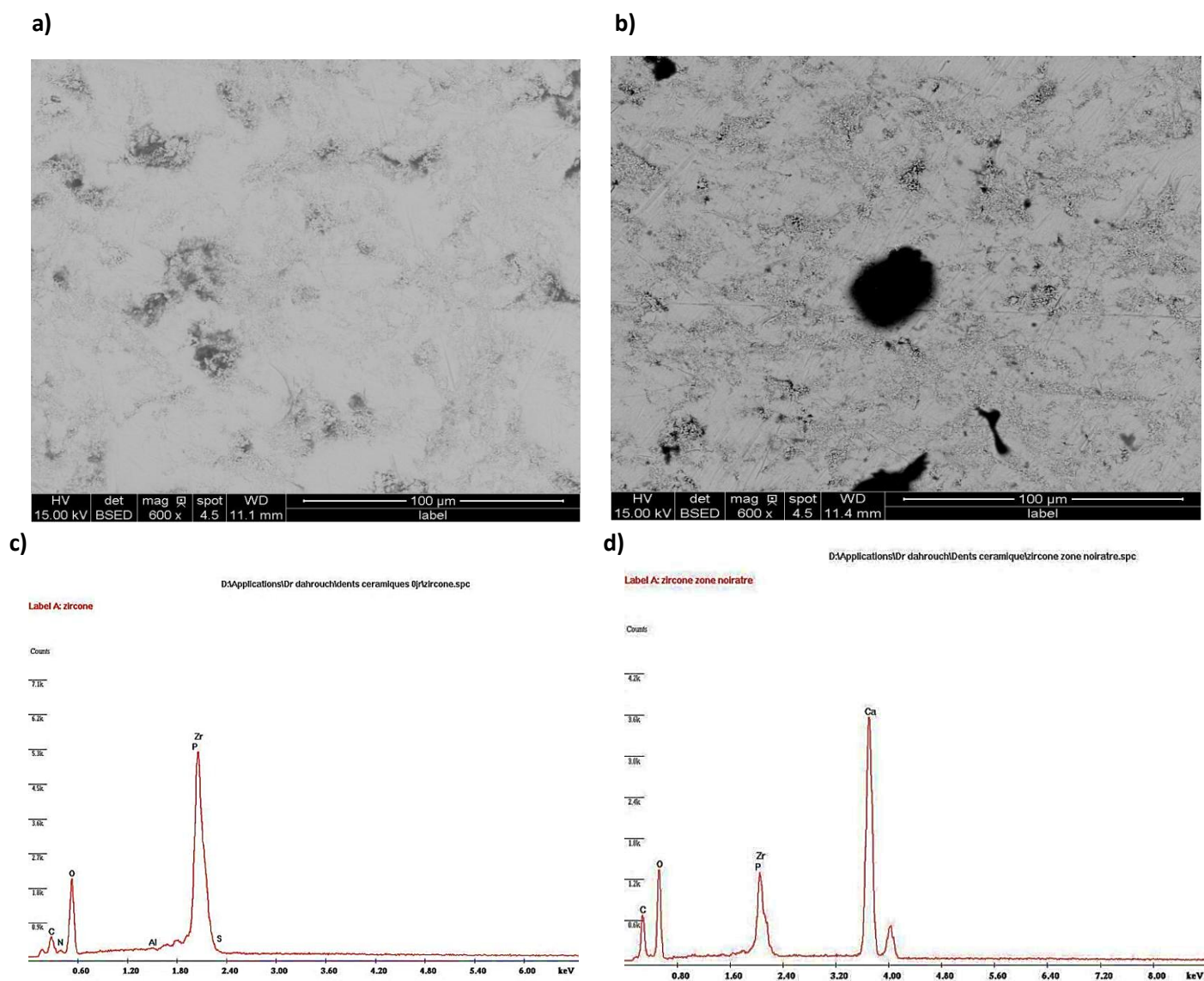


Figure III.9 : a, b) Caractérisation MEB. c, d) Analyse EDX pour les échantillons en Zircone à 0 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer.

III.1.2.MEB/EDX de la vitrocéramique

La figure III.10 regroupe les résultats obtenus par MEB/EDX de la vitrocéramique avant et après 21 jours d'immersion dans le milieu salivaire. De manière approximative, nous ne notons pas de modification de l'état de surface. Celle-ci devient plus sombre après 21 jours d'immersion, ce qui peut être dû à la formation d'une couche à la surface de notre échantillon. L'analyse EDX montre une légère augmentation du pourcentage de calcium à la surface après 21 jours d'immersion. D'après V. Aina et al.[125], des analyses ICP-OES de la SA effectuées avant et après l'immersion montrent qu'en augmentant le temps de contact de la vitrocéramique avec le milieu salivaire une augmentation des concentrations d'ions Ca^{2+} . Ces ions faisant partie

de la composition de la SA peuvent expliquer la présence d'un dépôt d'une mince couche d'oxyde de calcium à la surface [125].

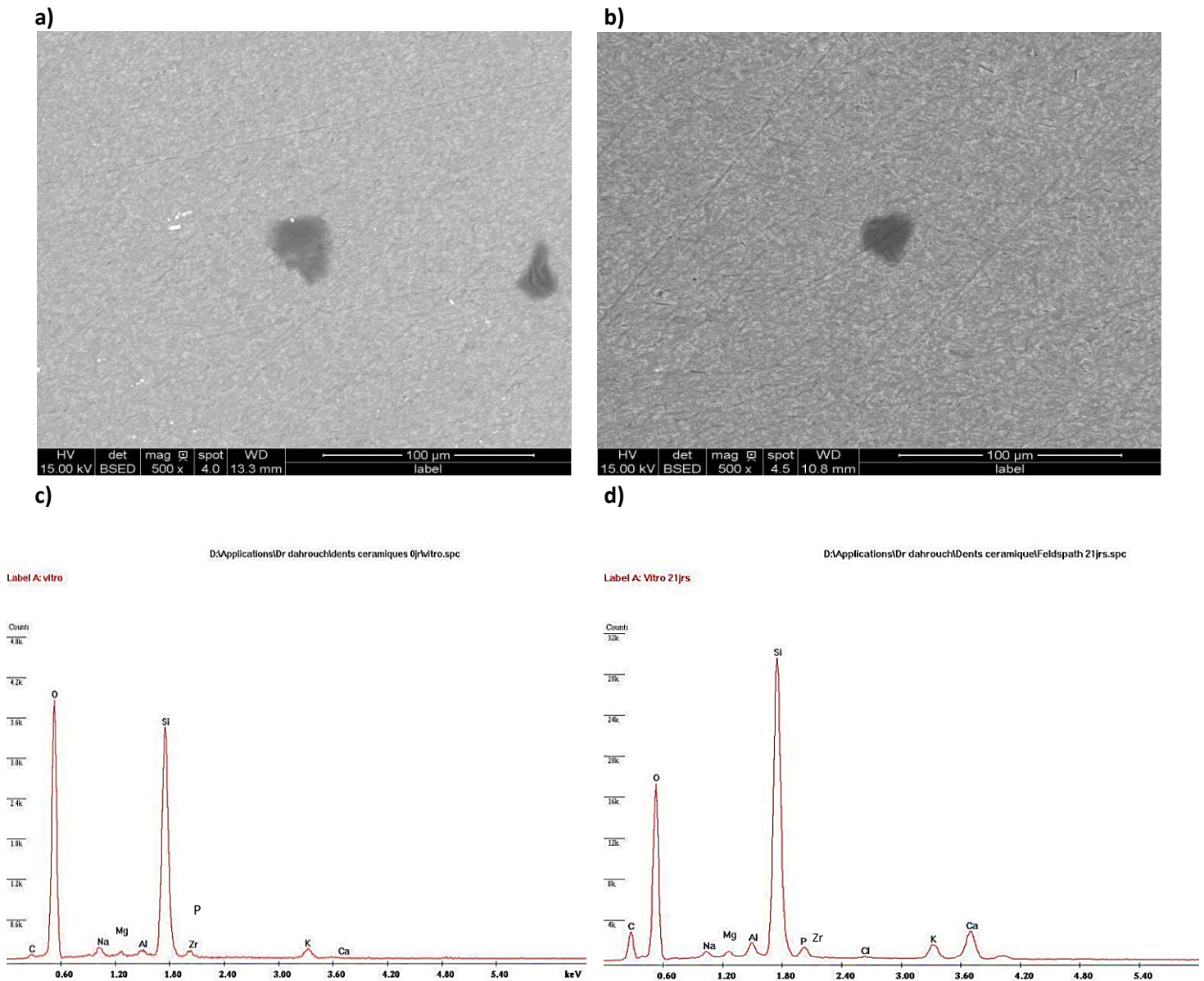


Figure III.10 : a, b) Caractérisation MEB, c, d) Analyse EDX pour les échantillons en vitrocéramique à 0 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer.

III.1.3.MEB/EDX de l'alumine

Selon l'analyse MEB/EDX après 21 jours d'immersion, nous constatons qu'il y a eu la formation d'une couche de passivation sur l'alumine, protectrice contre la dégradation (figures III.11, b et d). La figure III.11 regroupe les résultats obtenus pour l'alumine à 0 et 21 jours de son immersion dans la SA à 37°C. À 0 jour d'immersion, la surface de l'alumine est homogène,

et l'analyse EDX montre la présence abondante d'oxygène, de silicium et d'aluminium à cette surface.

Après 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer à 37°C, nous remarquons (figure III.11, b) une surface hétérogène avec la déposition de certaines particules. Nous notons alors la présence d'un dépôt à la surface avec une augmentation des pics relatifs aux pourcentages de Si, O, Al, P, et Na.

Selon des références bibliographiques, cela peut être dû à la composition de l'alumine et à la formation d'un film salivaire dispersé à la surface de l'alumine, jouant un rôle protecteur contre sa dégradation après 21 jours d'immersion dans le milieu étudié [77],[109].

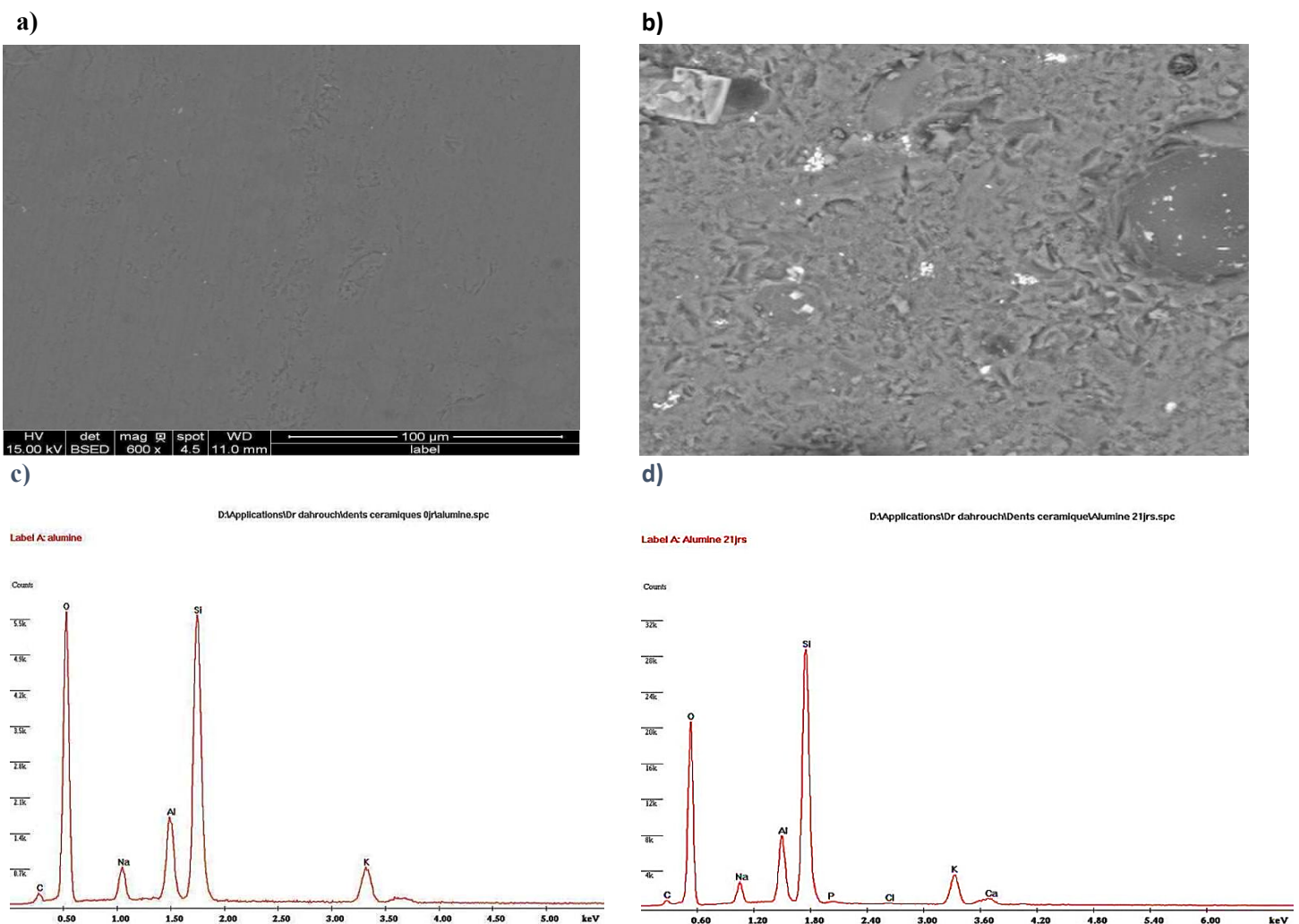


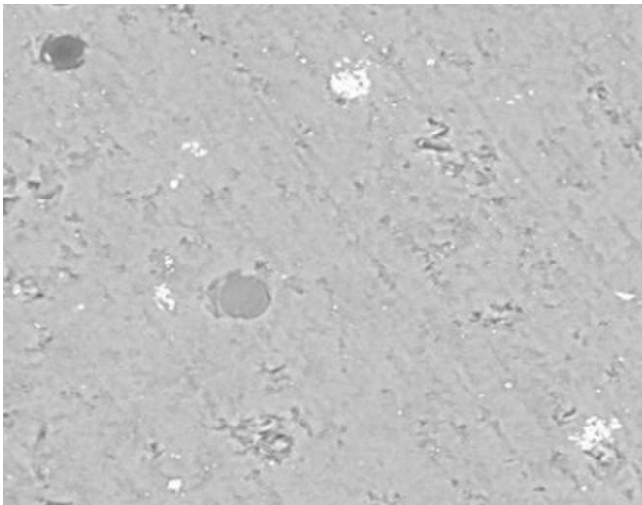
Figure III.11 : a, b) Caractérisation MEB, c, d) Analyse EDX pour les échantillons en Alumine à 0 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer.

III.1.4.MEB/EDX du feldspath

La figure III.12 regroupe les résultats obtenus de la caractérisation MEB/EDX de la Feldspath dans le milieu salivaire de Ringer à 0 et à 21 jours d'immersion, nous observons des tâches blanches et grises à la surface de l'échantillon de feldspath, ces tâches étant de plus en plus importantes après 21 jours d'immersion. La surface devient plus hétérogène après 21 jours d'immersion avec la présence de dépôt. L'analyse élémentaire montre la présence abondante d'oxygène, de silicium et de carbone à 0 jour à la surface. Après 21 jours d'immersion, nous remarquons une augmentation des pourcentages de silicium, de calcium et de potassium.

L'analyse EDX de la figure III (12, d) montre une augmentation dans des pics relatifs au silicium, calcium et potassium, cela peut être expliquée par une diffusion, une dissolution et une déposition soit de l'un des composants de la SA ou d'oxyde SiO_2 qui joue le rôle de couche protectrice induisant sa passivité [180].

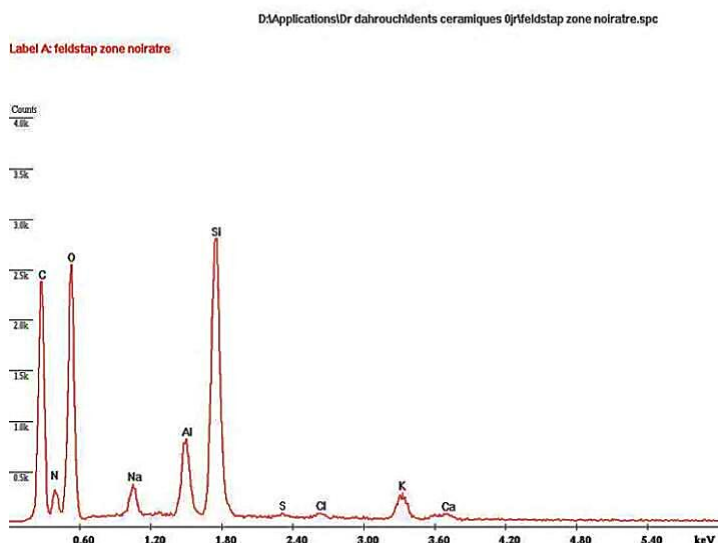
a)



b)



c)



d)

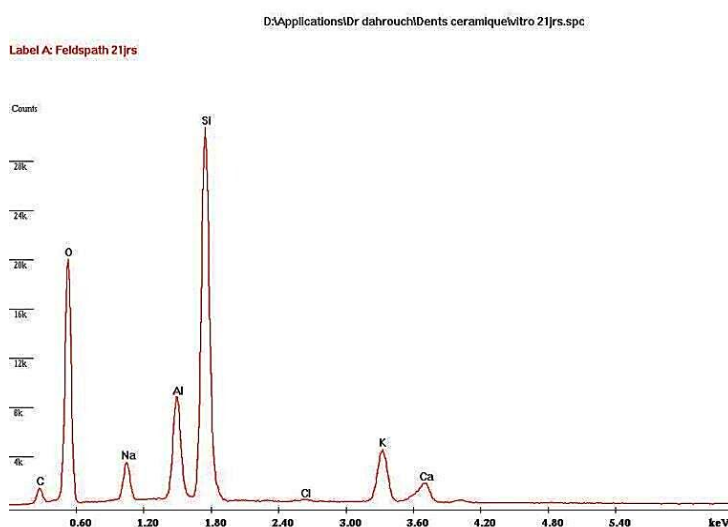


Figure III. 12 : a, b) Caractérisation par MEB, c, d) Analyse EDX pour les échantillons en feldspath à 0 et 21 jours d'immersion dans la SA de Ringer.

III.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

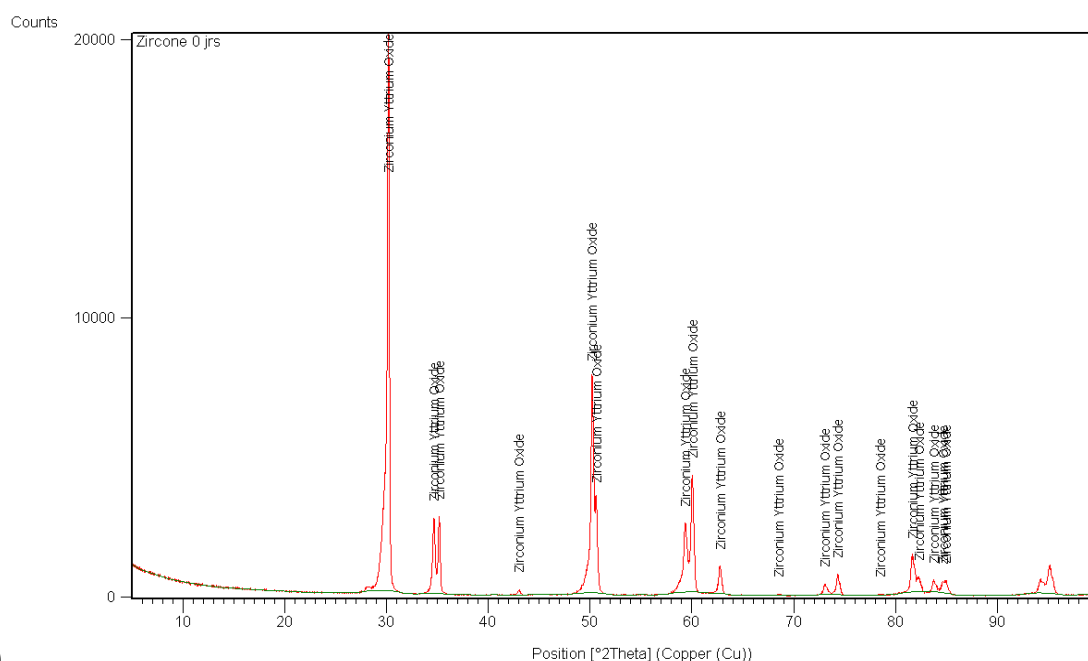
Nous avons examiné les quatre types de céramiques en utilisant la diffraction des rayons X (DRX), à la fois avant et après une immersion dans la salive artificielle de Ringer. Cette analyse visait à identifier les phases présentes dès le début et après 21 jours. Les figures (III.13, III.14, et III.15) illustrent les résultats de la DRX des céramiques dentaires étudiées.

III.2.1. DRX de la zircone

Selon la figure (III.13, a), l'analyse DRX de la zircone avant immersion dans la salive artificielle (SA) révèle la présence des phases d'un composé inorganique qui est l'oxyde de zirconium yttrium $((\text{ZrO}_2)_{0.972} (\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.028})_{0.973}$, ou zircone 3Y-TZP, de structure cristalline tétragonale. À 0 jour d'immersion, les raies observés entre 30° et 96° sont tous assignés à ceux de la zircone (oxyde de zirconium yttrium) $((\text{ZrO}_2)_{0.972} (\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.028})_{0.973}$. Aucune phase secondaire correspondant à une structure cristalline différente n'a été détectée.

À 21 jours d'immersion, les spectres DRX obtenus sont présentés dans la figure (III.13, b). L'intensité des raies est approximativement la même avant et après immersion. L'analyse DRX de la céramique après immersion dans la SA à 37°C montre la présence de phases cristallines de la zircone.

a)



b)

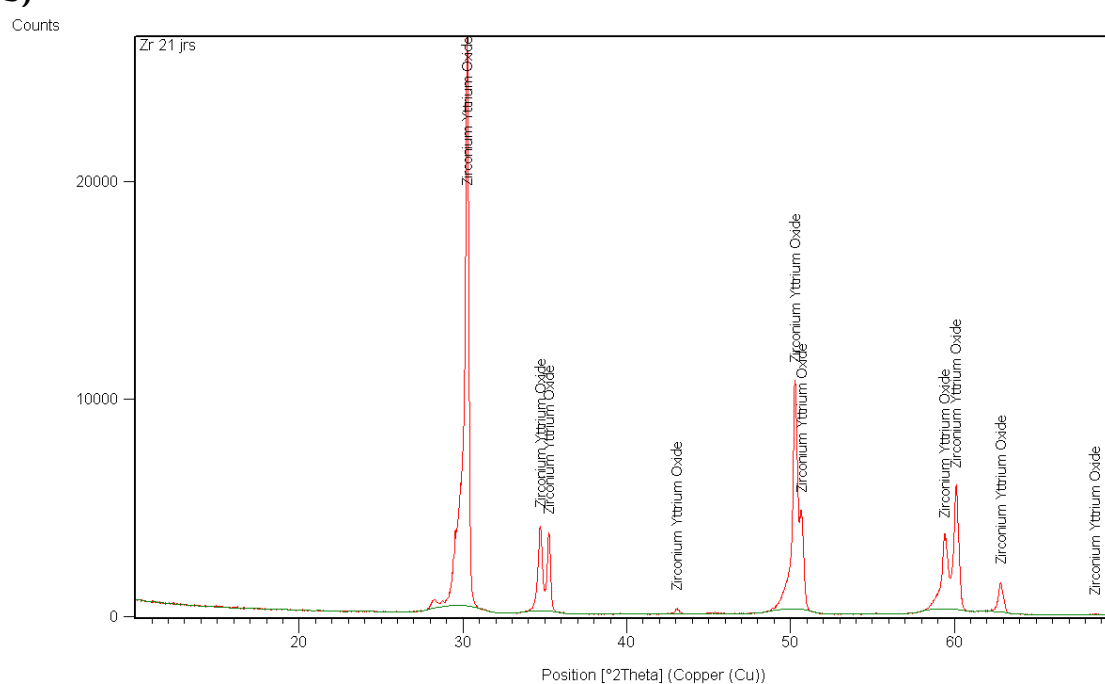


Figure III.13 : Spectres DRX de la zircone à 0 jour (a) et 21 jours (b) d'immersion dans la SA de Ringer.

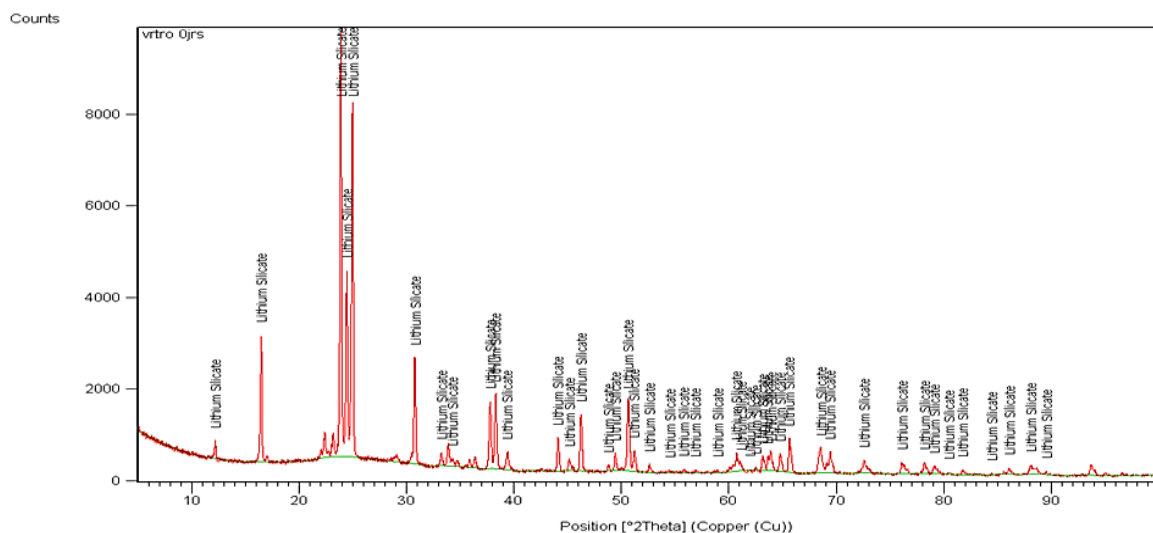
III.2.2.DRX de la vitrocéramique

Selon la figure (III.14, a), à 0 jour d'immersion, l'analyse DRX de la vitrocéramique dans la SA a montré la présence des phases d'un composé inorganique qui est le silicate de lithium ($\text{Li}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)$), ou la vitrocéramique, de structure cristalline orthorhombique. Les raies observées entre 12° et 90° sont tous assignés à ceux de la vitrocéramique (silicate de lithium) $\text{Li}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)$.

L'intensité élevée des raies indique des informations sur la structure cristalline de cette céramique, tandis que l'élargissement des raies révèle que les cristallites sont de taille nanométrique [181]. Après immersion, aucune phase secondaire correspondant à un autre élément n'a été détectée. Les résultats de l'analyse DRX confirment que la céramique dentaire est une vitrocéramique $\text{Li}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)$.

Les spectres DRX obtenus à 21 jours d'immersion sont présentés dans la figure (III.14, b). L'intensité de certaine raie augmente de 8000 à plus de 20000 après 21 jours, ce qui indique une augmentation de la cristallisation [182]. L'analyse DRX de la céramique après immersion dans la SA de Ringer à 37°C pendant 21 jours est présentée dans la figure (III.14, b). L'intensité des raies est approximativement la même avant et après immersion, ce qui indique que nous sommes en présence d'une phase cristalline de vitrocéramique.

(a)



(b)

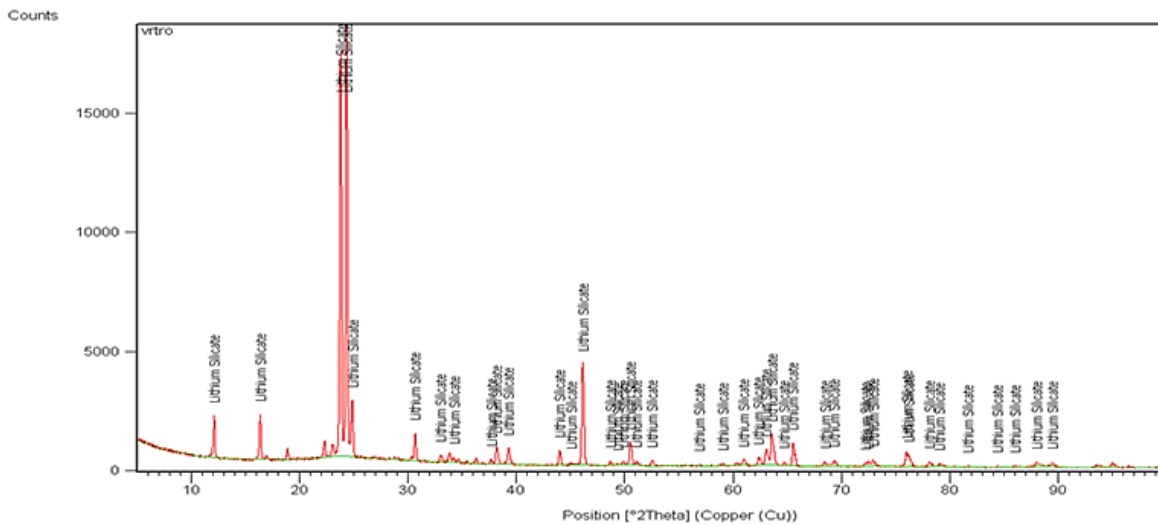


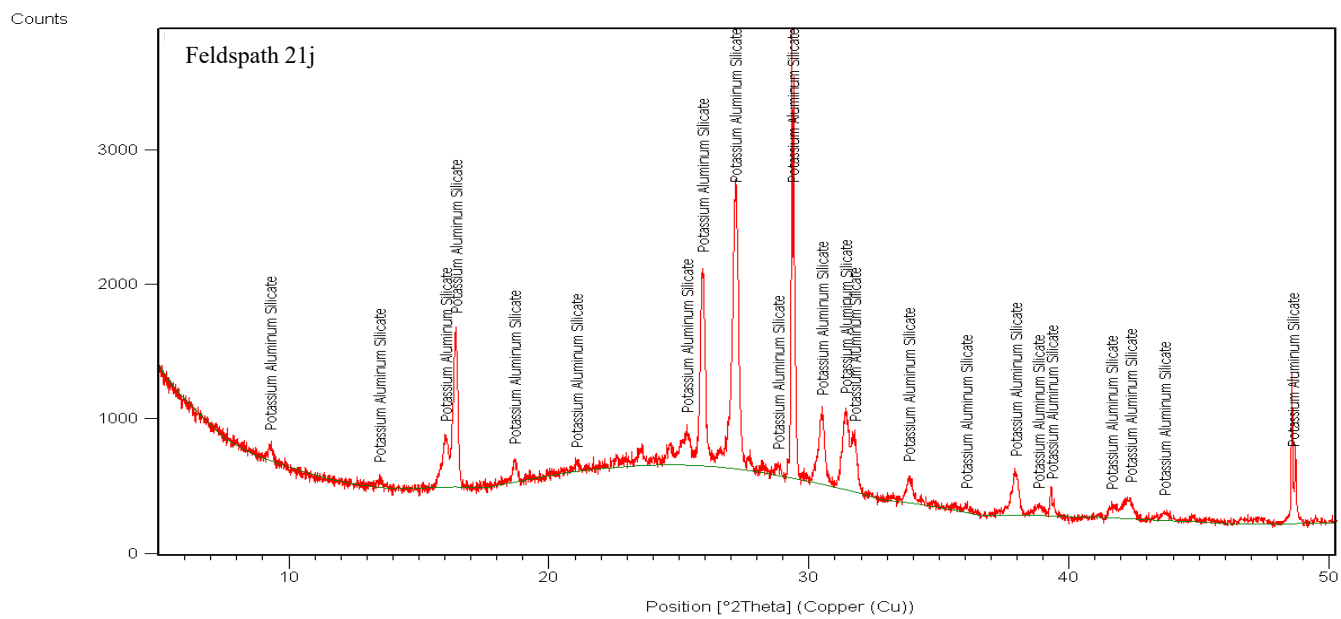
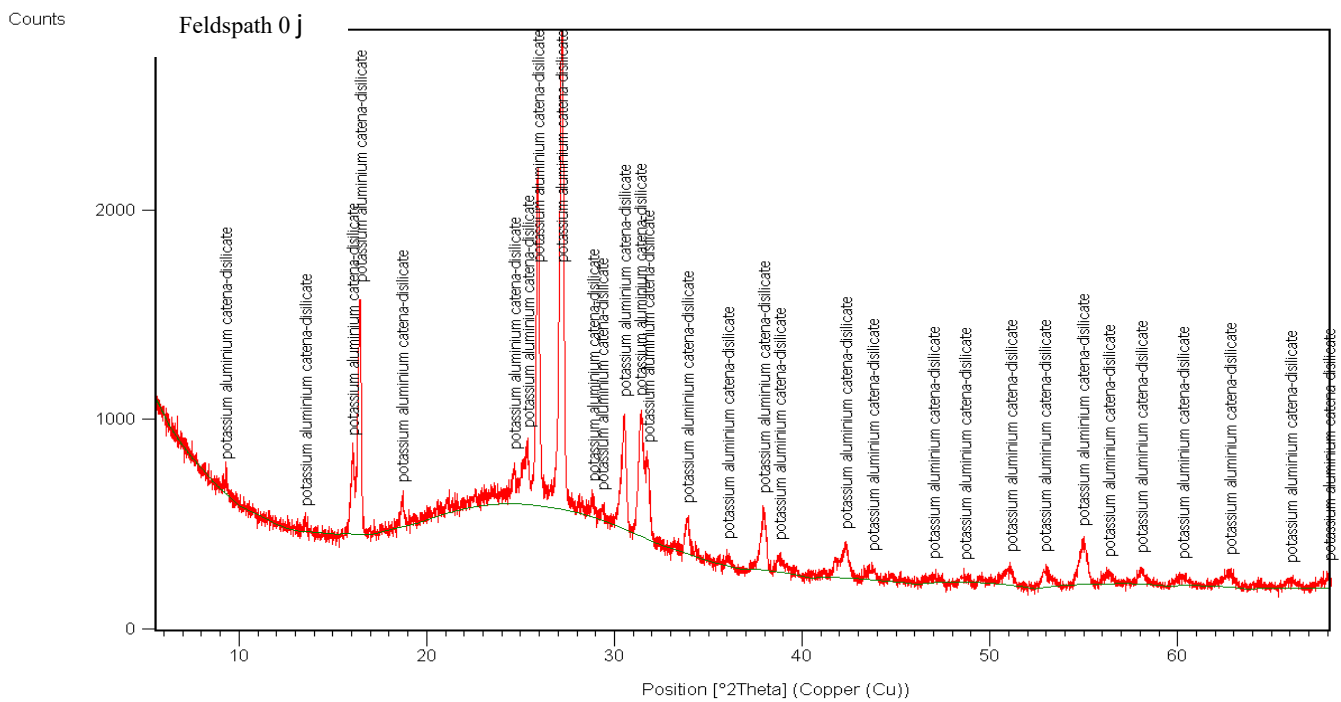
Figure III.14 : Spectres DRX de la vitrocéramique à 0 jour (a) et 21 jours (b) d’immersion dans la SA de Ringer.

III.2.3.DRX de la feldspath

Selon la figure (III.15, a), à 0 jour d’immersion, l’analyse DRX du feldspath dans la SA a montré la présence d’une seule phase la leucite synthétique (silicate de potassium et d'aluminium) (KAlSi_2O_6), ou feldspath. Aucune seconde phase due à une autre composition n’a été observée sur les spectres. Les résultats d’analyse DRX indiquent que la céramique dentaire est de type feldspathique (KAlSi_2O_6), de structure cristalline tétragonale.

Après 21 jours d’immersion, le spectre DRX obtenu pour le feldspath est représenté dans la figure (III.15, b). L’intensité des raies est approximativement le même avant et après immersion. L’analyse DRX de la céramique après immersion révèle également la présence d’une seule phase cristalline, le KAlSi_2O_6 .

a)



b)

Figure III.15 : Spectres DRX de Feldspath à 0 jour (a) et à 21 jours (b) d’immersion dans la SA de Ringer.

L'examen global des résultats obtenus par DRX montre que :

- Les structures cristallines restent pratiquement les mêmes avant et après immersion dans la SA.
- Aucune nouvelle structure cristalline n'est apparue après 21 jours d'immersion.

La salive artificielle n'a aucun effet sur les structures cristallines de nos quatre céramiques, ce qui démontre leur bonne résistance à l'effet du milieu. L'analyse de l'alumine par DRX avant et après immersion dans la SA n'était pas possible puisqu'il s'agit d'une structure amorphe.

Conclusion

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à évaluer et comparer le comportement électrochimique, les caractéristiques de surface et la microstructure de la zircone, de la vitrocéramique, de l'alumine et du feldspath en fonction du temps d'immersion (0, 7, 14 et 21 jours) à 37°C dans une solution de salive artificielle de Ringer (pH neutre). L'objectif principal était de caractériser et d'identifier le comportement électrochimique de ces céramiques dentaires et d'évaluer l'influence de la salive sur leur comportement, leur état de surface et leur microstructure.

D'après les résultats obtenus, nous pouvons conclure que :

Étude gravimétrique après immersion dans la SA de Ringer :

- Le comportement des quatre matériaux dans le milieu salivaire est différent.
- Après 21 jours d'immersion, le feldspath, la zircone et l'alumine subissent une légère baisse de masse, tandis que la vitrocéramique présente un gain de masse.

Étude en fonction du temps par SIE :

- La zircone subit une altération par formation d'oxyde poreux et la présence de vides anioniques dans la structure 3Y-TZP au niveau de sa surface, ce constat a été également confirmé par d'autres études [56],[92].
- La vitrocéramique montre une variation dans les courbes SIE, pouvant être due à une augmentation de sa porosité et à la formation d'une couche de passivation résultant de la décomposition de l'un de ses composants.
- L'alumine est affectée par des phénomènes tels que la diffusion, l'adsorption et la désorption à sa surface.

- Pour le feldspath, la durée d'immersion a un effet significatif sur le comportement électrochimique, avec l'apparition possible d'un phénomène de diffusion et la formation d'une couche protectrice à la surface du feldspath.

Observation à la microscopie électronique à balayage couplé à l'EDX :

Après 21 jours d'immersion, une différence significative est observée au niveau de la surface de chaque matériau céramique.

- Pour la zircone, l'analyse montre la présence de calcium à la surface de l'échantillon, probablement due à son immersion dans la SA, ou à une dissolution et déposition d'oxyde de calcium présent dans la composition de la zircone utilisée pour stabiliser sa structure [177], [109-110].
- Pour la vitrocéramique, la différence de l'état de surface après 21 jours d'immersion est attribuée à son immersion dans la SA, contenant une forte concentration en ions Ca^{2+} , entraîne le dépôt et la formation d'une couche mince d'oxyde de calcium à la surface [125].
- Après 21 jours d'immersion, le feldspath présente une augmentation des raies de silicium, de calcium et de potassium, probablement due à une diffusion, une dissolution et un dépôt de l'un des composants ou d'oxyde de SiO_2 , jouant ainsi le rôle d'une couche protectrice induisant la passivité [178].
- Pour l'alumine, une surface hétérogène avec déposition de particules est observée après 21 jours d'immersion, ainsi qu'une augmentation de SiO, Al, P et Na. Ceci peut être expliqué par la formation d'un film salivaire dispersé à la surface, jouant un rôle protecteur [75],[109].

Caractérisation DRX des quatre types de céramiques dentaires :

- Les spectres obtenus après immersion n'ont montré aucune seconde phase liée à l'apparition d'une autre composition.
- L'analyse DRX de l'alumine n'a pas été possible en raison de sa structure amorphe.

Chapitre IV : Comportement des céramiques dentaires dans les environnements acides.

Introduction

L'étude précédente a porté sur l'évaluation des céramiques dentaires dans une solution de salive artificielle de Ringer, fournissant une base de référence essentielle pour comprendre leur comportement dans des conditions orales neutres. Pour compléter cette analyse et fournir une évaluation plus exhaustive, ce chapitre se concentre sur l'étude du comportement des 4 céramiques dans des environnements acides. Cette approche méthodologique progressive nous permet de comparer les performances des céramiques dentaires sous des conditions plus sévères, reflétant ainsi une gamme plus étendue de défis cliniques réels.

Les échantillons ont été divisés en quatre groupes distincts, chacun immergé dans une solution spécifique :

1. Salive artificielle de Fusayama (AS) : Utilisée comme groupe témoin, les échantillons ont été immergés dans une solution de salive artificielle neutre à 37°C avec un pH de 6,8.
2. Acide citrique (CA) : Immersion dans une solution à 2% d'acide citrique (pH 2,0 à 37°C), choisie pour sa présence courante dans les fruits acides et sa pertinence pour diagnostiquer des conditions comme le reflux gastro-œsophagien.
3. Acide lactique (LA) : Immersion dans une solution à 2% d'acide lactique (pH 3,5 à 37°C), sélectionnée en raison de sa production par des micro-organismes en réponse à la présence de sucre dans l'environnement oral, simulant ainsi les conditions buccales réelles.
4. Acide acétique (AA) : Immersion dans une solution à 4% d'acide acétique (pH 2,4 à 80°C), conformément aux exigences de la norme ISO 6872 pour les tests in vitro.

Afin d'assurer la pertinence des résultats pour une performance clinique à long terme, nous avons décidé de prolonger l'immersion à 168 heures, correspondant à environ 22 ans de performance clinique d'une restauration céramique. Chaque groupe a été maintenu individuellement dans un bain thermostatique de laboratoire pour la durée spécifiée.

L'évaluation de la dégradation des échantillons de céramiques a été réalisée en mesurant les changements de leur morphologie de surface, de leur microstructure et de leurs propriétés électrochimiques après immersion dans les différentes solutions, la salive artificielle servant de

groupe témoin. Cette étude vise à déterminer si les environnements acides ont une influence significative sur le comportement des céramiques dentaires en fonction du temps d'immersion, à une température de 37°C et à un pH neutre ou acide.

En adoptant une version modifiée de la norme ISO 6872, notre objectif est de fournir des données robustes et pertinentes pour la recherche sur les céramiques dentaires, en identifiant le comportement et les effets des environnements acides sur la dégradation de surface et les propriétés microstructurales des matériaux étudiés.

I. Tests de gravimétrie dans la Solution de La Salive Artificielle de Fusayama et les solutions acides

Afin d'évaluer l'impact de la Salive Artificielle de Fusayama, considérée comme un milieu de contrôle, ainsi que des milieux acides sur les quatre matériaux étudiés, nous avons d'abord réalisé une étude gravimétrique avant et après l'immersion de nos échantillons dans une solution de type Fusayama à 37°C pendant des périodes courtes. Cette étude a été menée sur des durées d'immersion de 24, 96 et 168 heures, et les résultats obtenus sont répertoriés dans les tableaux IV.1, IV.2, IV.3 et IV.4.

Les résultats obtenus, présentés dans le tableau IV.1, indiquent la masse des échantillons en grammes, à différents temps d'immersion dans la salive artificielle de Fusayama.

Tableau IV.1: Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans la salive artificielle de Fusayama en fonction du temps 24, 96 et 168 heures à 37°C.

	Echantillon N°1		Echantillon N°2		Echantillon N°3	
	Masse en g 0 heure	Masse en g PP à (24 heures)	Masse en g 0 heure	Masse en g PP à (96 heures)	Masse en g 0 heure	Masse en g PP à (168 heures)
Vitrocéramique	1,554	1,554	1,725	1,725	1,620	1,621
Feldspath	1,237	1,237	1,568	1,568	1,469	1,468
Zircone	3,096	3,096	4,115	4,115	4,100	4,101
Alumine	1,033	1,033	1,00	1,00	0,750	0,748

L'analyse des résultats obtenus nous a permis de remarquer qu' :

➤ **Entre 0 et 24 heures d'immersion dans la salive artificielle à 37°C:**

- ✓ Les échantillons de **vitrocéramique, feldspath, zircone, et alumine** n'ont connu aucune modification de masse. Les masses restent identiques avant et après 24 heures, indiquant une stabilité initiale de ces matériaux dans ce milieu.

➤ **Entre 0 et 96 heures d'immersion :**

- ✓ Les échantillons de **vitrocéramique, feldspath, et zircone** n'ont connu aucune modification de masse significative, avec des variations négligeables.
- ✓ L'**alumine** a maintenu sa masse stable entre 0 et 96 heures, sans aucune modification mesurable.

➤ **Entre 0 et 168 heures d'immersion :**

- ✓ Les échantillons de **vitrocéramique et zircone** ont montré un très léger gain de masse (1 mg).
- ✓ Les échantillons de **feldspath et alumine** ont connu une légère baisse de masse, avec des pertes respectives de 1 mg et 2 mg.

Les résultats obtenus montrent que le comportement des 4 matériaux dans le milieu salivaire reste stable à court terme (24 heures) et qu'ils subissent des variations minimales, dépendant de la nature du matériau. Les variations observées sont extrêmement faibles et peuvent être attribuées à des interactions d'interface mineures ou à des variations expérimentales.

Les résultats obtenus pour la mesure gravimétrique des quatre types de céramiques après immersion dans une solution d'acide citrique à 2 % sont présentés dans le Tableau IV.2. Ce tableau répertorie les masses des échantillons en grammes, avant immersion et après des périodes d'immersion de 24, 96 et 168 heures à 37°C.

Tableau IV.2 : Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans 2% d'Acide Citrique en fonction du temps 24, 96 et 168 heures à 37°C.

	Echantillon N°1		Echantillon N°2		Echantillon N°3	
	Masse en g 0 heure	Masse en g PP à (24 heures)	Masse en g 0 heure	Masse en g PP à (96 heures)	Masse en g 0 heure	Masse en g PP à (168 heures)
Vitrocéramique	1,600	1,600	1,720	1,721	1,610	1,593
Feldspath	1,250	1,250	1,560	1,559	1,470	1,468
Zircone	3,150	3,150	4,100	4,101	4,200	4,202
Alumine	1,020	1,021	1,005	0,998	0,800	0,797

L'analyse des résultats obtenus nous a permis de remarquer qu' :

➤ **Entre 0 et 24 heures d'immersion dans une solution de 2% d'acide citrique à 37°C:**

- ✓ Les échantillons de **vitrocéramique, feldspath, et zircone** n'ont connu aucune modification de masse significative. Les masses restent pratiquement identiques avant et après 24 heures.
- ✓ L'**alumine** a montré un très léger gain de masse (1 mg).

➤ **Entre 0 et 96 heures d'immersion :**

- ✓ Les échantillons de **feldspath et de zircone** n'ont connu aucune modification de masse significative, avec des variations de seulement 1 mg pour chaque matériau.
- ✓ La **vitrocéramique** a connu un léger gain de masse (1 mg).
- ✓ L'**alumine** a montré une légère perte de masse (7 mg) pour le deuxième échantillon, alors que le premier échantillon a montré un très léger gain (1 mg).

➤ **Entre 0 et 168 heures d'immersion :**

- ✓ Les échantillons de **vitrocéramique et feldspath** ont montré une légère perte de masse respectivement de 17 mg et 2 mg.

- ✓ La **zircon**e a connu un léger gain de masse (2 mg).
- ✓ L'**alumine** a montré une perte de masse plus significative, avec une baisse de 3 mg pour le premier échantillon et 3 mg pour le deuxième échantillon.

Les résultats obtenus montrent que le comportement des 4 matériaux dans une solution de 2% d'acide citrique à 37°C diffère en fonction de la nature du matériau et de la durée d'immersion. Ces observations révèlent que, bien que les matériaux céramiques présentent une bonne stabilité dans l'acide citrique, de légères variations de masse peuvent survenir en raison de réactions d'interface mineures. L'alumine, en particulier, semble être plus susceptible aux pertes de masse après une immersion prolongée.

Le Tableau IV.3 présente les résultats de la mesure gravimétrique des quatre types de céramiques avant et après immersion dans une solution d'acide lactique à 2 %, à différents temps d'immersion (24, 96 et 168 heures) à 37°C. Les masses des échantillons sont indiquées en grammes,

Tableau IV. 3 Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans 2% d'Acide Lactique en fonction du temps 24, 96 et 168 heures à 37°C.

	Echantillon N°1		Echantillon N°2		Echantillon N°3	
	Masse en g	Masse en g	Masse en g	Masse en g	Masse en g	Masse en g
	0 heure	PP à (24 heures)	0 heure	PP à (96 heures)	0 heure	PP à (168 heures)
Vitrocéramique	1,605	1,605	1,715	1,697	1,605	1,589
Feldspath	1,245	1,232	1,555	1,508	1,465	1,390
Zircon	3,945	3,945	4,095	4,095	4,100	4,101
Alumine	1,015	1,014	1,010	0,998	1,795	1,741

L'analyse des résultats obtenus nous a permis de remarquer qu' :

- **Entre 0 et 24 heures d'immersion dans l'acide lactique à 2% à 37°C :**

- ✓ Les échantillons de **vitrocéramique, feldspath, zircone, et alumine** n'ont connu aucune modification de masse significative. Les masses restent stables pendant cette période d'immersion.
- **Entre 0 et 96 heures d'immersion :**
 - ✓ Les échantillons de **vitrocéramique** ont maintenu leur masse stable avec une légère variation négligeable.
 - ✓ Les échantillons de **feldspath** ont montré une légère baisse de masse, avec une perte de masse allant jusqu'à 13 mg dans le cas de l'échantillon N°2.
 - ✓ Les échantillons de **zircone** et **alumine** ont également maintenu leur masse stable, avec des variations minimales.
- **Entre 0 et 168 heures d'immersion :**
 - ✓ Les échantillons de **vitrocéramique** ont montré une légère baisse de masse, avec des pertes allant jusqu'à 16 mg.
 - ✓ Les échantillons de **feldspath** ont connu des pertes de masse supplémentaires, allant jusqu'à 45 mg, indiquant une tendance à la dissolution plus marquée dans l'acide lactique.
 - ✓ Les échantillons de **zircone** ont maintenu leur masse stable, avec des variations minimales.
 - ✓ L'échantillon d'**alumine** a montré une baisse significative de masse, avec une perte allant jusqu'à 54 mg, liée à une certaine réactivité de l'alumine à l'acide lactique éventuellement.

Les résultats obtenus montrent que le comportement des 4 matériaux dans l'acide lactique à 2% reste variable et dépendent du temps d'immersion, avec des variations plus prononcées et observées pour le feldspath et l'alumine. Ces variations peuvent être attribuées à des réactions chimiques spécifiques entre les céramiques et l'acide lactique, qui peuvent influencer la stabilité et la masse des échantillons au fil du temps. Une analyse plus approfondie des mécanismes de réaction serait nécessaire pour mieux comprendre les variations observées.

Le tableau IV.4 présente les résultats des mesures gravimétriques pour quatre types de céramiques (vitrocéramique, feldspath, zircone et alumine) avant et après immersion dans une

solution de 4% d'acide acétique. Les échantillons ont été évalués à des intervalles de 24, 96 et 168 heures à 80°C.

Tableau IV. 4 Mesure gravimétrique des 4 types de céramiques avant et après immersion dans 4% d'Acide Acétique en fonction du temps 24, 96 et 168 heures à 80°C.

	Echantillon N°1		Echantillon N°2		Echantillon N°3	
	Masse en g 0 heure	Masse en g PP à (24 heures)	Masse en g 0 heure	Masse en g PP à (96 heures)	Masse en g 0 heure	Masse en g PP à (168 heures)
Vitrocéramique	1,633	1,634	1,896	1,877	1,703	1,617
Feldspath	1,255	1,256	1,565	1,502	1,475	1,402
Zircone	3,655	3,655	4,109	4,109	4,216	4,194
Alumine	1,025	1,023	1,060	1,028	1,750	1,627

L'analyse des résultats obtenus nous a permis de remarquer qu' :

➤ **Entre 0 et 24 heures d'immersion dans l'acide acétique à 4% à 80°C :**

- ✓ Les échantillons de **vitrocéramique, feldspath, zircone, et alumine** n'ont connu aucune modification de masse significative. Les masses restent relativement stables pendant cette période d'immersion.

➤ **Entre 0 et 96 heures d'immersion :**

- ✓ Les échantillons de **vitrocéramique** ont montré une légère baisse de masse, avec des pertes allant jusqu'à 19 mg.
- ✓ Les échantillons de **feldspath** ont également montré une légère baisse de masse, avec des pertes allant jusqu'à 48 mg, indiquant une certaine solubilité dans l'acide acétique.
- ✓ Les échantillons de **zircone** ont maintenu leur masse stable, avec des variations minimales.
- ✓ L'échantillon d'**alumine** a montré une légère baisse de masse, avec des pertes allant jusqu'à 33 mg.

➤ **Entre 0 et 168 heures d'immersion :**

- ✓ Les échantillons de **vitrocéramique** ont maintenu leur tendance de la baisse de masse, avec des pertes supplémentaires allant jusqu'à 116 mg.
- ✓ Les échantillons de **feldspath** ont montré une baisse de masse plus prononcée, avec des pertes allant jusqu'à 142 mg, soulignant sa réactivité à l'acide acétique.
- ✓ Les échantillons de **zircone** ont montré une légère augmentation de masse, avec des gains allant jusqu'à 39 mg, indiquant une possible adsorption de composés de l'acide acétique.
- ✓ L'échantillon d'**alumine** a montré une importante perte de masse, allant jusqu'à 123 mg, mettant en évidence sa réactivité à l'acide acétique.

Les résultats obtenus montrent que le comportement des 4 matériaux dans l'acide acétique à 4% reste variable en fonction du temps d'immersion, avec des variations significatives observées pour le feldspath, l'alumine et la vitrocéramique. Ces variations peuvent être attribuées à des réactions chimiques spécifiques entre les céramiques et l'acide acétique, qui peuvent influencer la stabilité et la masse des échantillons au fil du temps [179].

II. Analyse électrochimique des céramiques dentaires dans la solution de salive artificielle de Fusayama et solutions acides

La série d'évaluations électrochimiques comprenait deux tests principaux : la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) et les mesures de polarisation cyclique. Les essais ont été répétés trois fois, chacun se déroulant à quatre intervalles de temps distincts : 0 heure, 24 heures, 96 heures et 168 heures. Pour reproduire avec précision l'environnement physiologique de la cavité buccale, la solution a été maintenue à 37°C pour les évaluations impliquant la salive artificielle de Fusayama (Fusayama AS), utilisée comme témoin. Les céramiques dentaires ont également été évaluées dans divers environnements acides, incluant une solution d'acide citrique à 2% (pH 2.0 à 37°C), une solution d'acide lactique à 2% (pH 3.5 à 37°C) et une solution d'acide acétique à 4% (pH 2.4 à 80°C). Ces tests permettent de comparer l'impact des différents milieux sur le comportement électrochimique des matériaux céramiques étudiés.

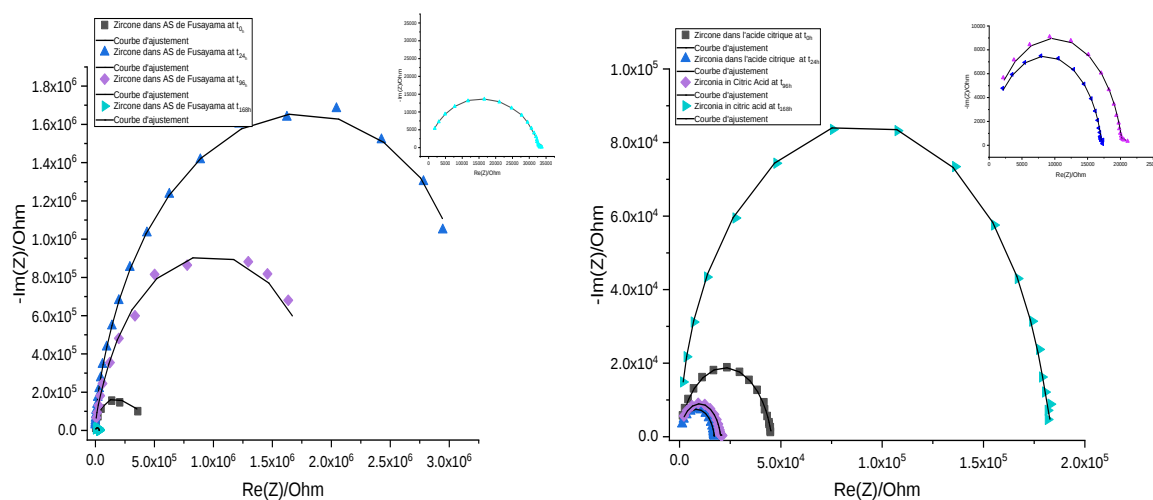
II.1. Microscopie d'Impédance électrochimique (SIE)

Sur les figures suivantes, nous présentons les résultats des tests d'impédance électrochimique (diagrammes de Nyquist (Figures IV.1 ,IV.3 ,IV.5 et IV.7) ,les circuits électriques équivalents (Figures IV.2,IV.4 ,IV.6 etIV.8) et les paramètres électrochimiques (Tableaux

IV.5 ,IV.6 ,IV.7 ,IV.8)) effectués sur les quatre types de céramiques dentaires après des durées d'immersion de 24, 96 et 168 heures dans la salive artificielle de Fusayama, 2% d'Acide Citrique, 2% d'Acide Lactique à 37°C et dans 4% d'Acide Acétique à 80°C.

II.1.1. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Zircone

La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) a été réalisée pour examiner le comportement de la résistance des échantillons de zircone avant et après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique à 2 %, l'acide lactique à 2 % à 37 °C et l'acide acétique à 4 % à 80 °C. Les résultats de l'SIE sont présentés à travers des diagrammes de Nyquist dans la Figure IV.1. Les diagrammes de Nyquist suggèrent la présence de divers phénomènes interfaciaux, y compris la diffusion et l'adsorption. Des valeurs de R_{ct} de plus en plus élevées indiquent la formation d'un film d'oxyde protecteur sur les échantillons. Il est intéressant de noter que, dans toutes les solutions d'immersion, les échantillons de zircone présentent des formes de réponse similaires, caractérisées par des demi-cercles couvrant presque tout le spectre de fréquences.



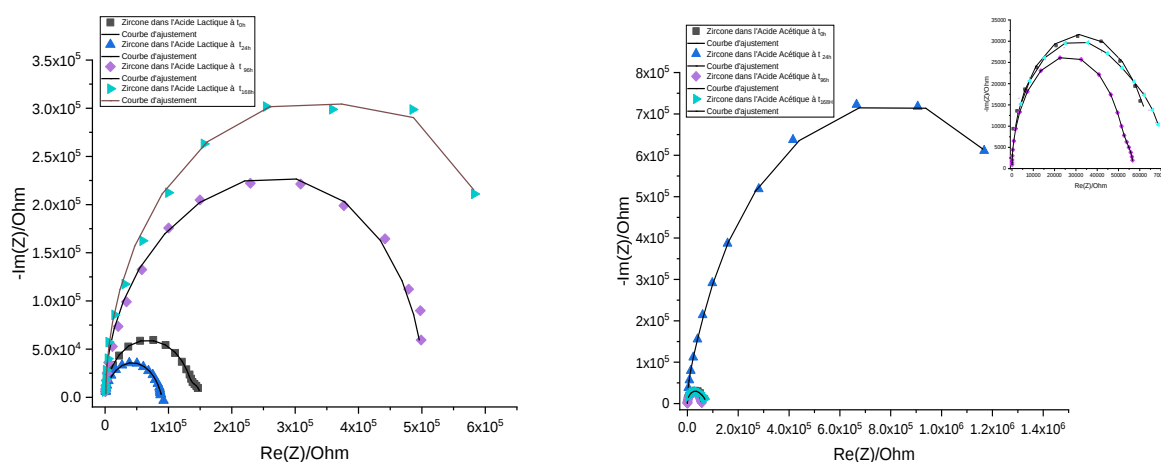


Figure IV. 1 Diagrammes de Nyquist de la zircone après 0, 24, 96, 168 heures dans la SA de Fusayama, 2% d'acide Citrique, 2% d'acide Lactique à 37°C et 4% d'acide acétique à 80°C.

Les données obtenues par SIE (Spectroscopie d'Impédance Electrochimique) ont été modélisées à l'aide d'un modèle de circuit équivalent électrique (CEE) (figure IV.2) [102].

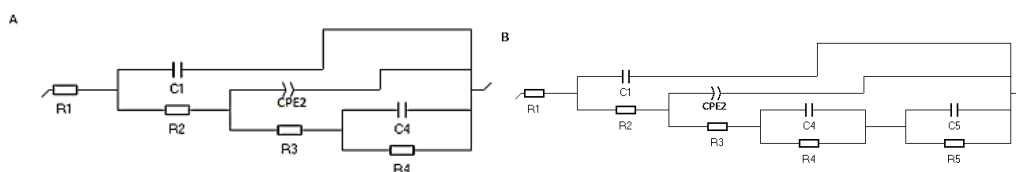


Figure IV. 2 Circuits électriques équivalents proposés pour modéliser le comportement du processus de corrosion en réponse à l'immersion des céramiques dans différentes solutions et pour des durées variables. Circuit (A) : Réponse après immersion des céramiques (0, 24, 96 et 168 heures) dans la salive artificielle, l'acide citrique, l'acide lactique (0, 24, 96 heures) et l'acide acétique (0 heure). Circuit (B) : Évolution des caractéristiques après immersion des céramiques (168 heures) dans l'acide lactique et immersion (24, 96, 168 heures) dans l'acide acétique.

Impact des éléments de la constante de phase sur la résistance de la zircone

Le modèle CEE (Figure IV.2) se compose d'une combinaison de résistances, de condensateurs et d'éléments de constante de phase (CPE) qui représentent différents aspects du comportement électrochimique spécifique à la zircone. Les paramètres obtenus sont présentés dans le tableau IV.5.

Tableau IV.5 Paramètres électrochimiques de l'SIE pour les échantillons de zircone après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique pour différentes durées d'immersion.

	Immersion time (heures)	T (°C)	R ₁	C ₁ (F)	R ₂ (Ohm)	CPE ₂ -R ₂ (F.cm ⁻²)	CPE2-P	R ₃ (Ohm)	R ₄ (Ohm)	C ₄ (F)	R ₅ (Ohm)	C ₅ (F)
SA de Fusayama	0	37	64,2 x10 ⁻³⁰	69,59x10 ⁻¹²	216530	45,65x10 ⁻¹²	1	93486	25656	5,788x10 ⁻¹²	----	---
	24	37	3,204x10 ⁻¹⁷⁴	55,99x10 ⁻¹²	1,68x10 ⁶	48,42x10 ⁻¹²	0,9839	1,737x10 ⁶	6 086	68,94x10 ⁻²⁹⁷	----	----
	96	37	92,44 x10 ⁻¹²	52,34x10 ⁻¹²	610925	31,46x10 ⁻¹²	1	994395	298 131	0,158 3x10 ⁻⁹	----	----
	168	37	80,85	46,35x10 ⁻¹²	2165	2,194x10 ⁻⁹	0,6739	2165	413,6	0,407x10 ⁻³³	----	-----
Acide citrique	0	37	50,8 x10 ⁻¹²	25,13x10 ⁻¹²	4.185x10 ⁻¹⁸	0,4793 x10 ⁻³	0,82	45380	0,4195 x10 ³⁹	0,4478 x10 ⁻⁶	----	----
	24	37	0,2774	52,74 x10 ⁻¹²	6504	1,437x10 ⁻⁹	0,7583	10672	1,285x10 ¹²	2,412 x10 ⁻⁶	----	-----
	96	37	104,7	50,87x10 ⁻¹²	10852	6,285x10 ⁻⁹	0,6562	9397	0,6446x10 ⁻⁶	746,7	----	-----
	168	37	366,1	0,1553 x10 ⁻³	14817	24,66 x10 ⁻⁹	0,2927	158791	12924	1,537 x10 ⁻⁹	----	-----
Acide lactique	0	37	1429	64,12x10 ⁻¹²	110514	6,688x10 ⁻⁶	0,1531	166	0,4519x10 ⁻⁹	123083	----	-----
	24	37	45,92x10 ⁻⁹	45,75x10 ⁻¹²	15 970	2,237x10 ⁻⁹	0,669 1	73 699	7,857	34,64x10 ⁻²⁴	1,657x10 ¹²	0,563 7x10 ⁻⁶
	96	37	128,5	67,59x10 ⁻¹²	3 557	5,075x10 ⁻⁹	0,4451	544868	0,2523x10 ⁻¹²	57,29x10 ⁻⁷²	-----	-----
	168	37	47,13	57,47x10 ⁻¹²	436 372	0,140 3x10 ⁻⁹	0,963 4	66900	12,6	1,824x10 ⁻¹⁵	151 801	5.961x10 ⁻²¹
Acide acétique	0	80	4,951x10 ⁻⁵⁴	81,1x10 ⁻¹²	8,3x10 ⁻⁵⁴	1,9x10 ⁻²¹	0,253 1	62758	3 303	4,395x10 ⁻⁹	-----	-----
	24	80	329,7	60,92x10 ⁻¹²	450 577	5,863x10 ⁻⁹	03,732	6 642	9 422	0,1333x10 ⁻¹⁵	1,213x10 ⁶	40,12x10 ⁻¹²
	96	80	1432	0,2445x10 ⁻⁹	33 768	29,33x10 ⁻⁶	0,04629	451,8	258 525	3,378x10 ⁻¹²	39,8x10 ⁻⁹	6 698
	168	80	65,59x10 ⁻⁹	98,19x10 ⁻¹²	59 487	1,722x10 ⁻³⁶	0,998 9	9953	12 173	2,528x10 ⁻⁹	0,038 94	7,653x10 ⁻¹⁵

En utilisant les paramètres déduits du circuit électrique équivalent, une compréhension du comportement électrochimique se produisant à la jonction électrode-électrolyte peut être acquise en ajustant les données SIE [103]. Le modèle CEE a fourni des informations sur les processus sous-jacents, avec R_1 reflétant la résistance du milieu électrolytique, C_1 dénotant la capacité de la double couche et R_2 représentant la résistance de polarisation associée à l'émergence des oxydes amorphes [179]. Les composants séquentiels, à savoir CPE_2 - R_2 , R_3 , R_4 , et C_4/C_5 , délimitaient l'interface, la résistance de surface, le transport ionique et les mécanismes capacitifs. La variation des valeurs de CPE-P parmi les électrolytes a fourni des informations cruciales sur le comportement du système.

Comportement électrochimique de la zircone dans divers électrolytes

Selon le tableau IV.5, les valeurs initiales des résistances du matériau à 0 jours étaient les suivantes : dans la salive artificielle de Fusayama, environ 335 672 Ω ; dans l'acide citrique, $4,195 \times 10^{38}$ Ω ; dans l'acide lactique, 110 680 Ω ; et dans l'acide acétique, 66 061 Ω . Les spectres d'impédance obtenus à 24, 96 et 168 h ont révélé des modèles distincts de dégradation de la zircone. Ces modèles coïncidaient avec l'émergence de relaxations liées à la création d'oxydes amorphes. Ces oxydes se sont formés en raison de la dissolution et de la précipitation subséquente des oxydes à la surface de la zircone. Ce phénomène a été observé simultanément avec un comportement capacitif (à hautes fréquences) et un comportement résistif entre le volume du matériau et ces oxydes [183]. Ce comportement était particulièrement prononcé lors de l'immersion dans l'acide lactique (à 24 et 168 h) et dans l'acide acétique (à 24, 96 et 168 h).

Dans la salive artificielle de Fusayama, la réduction du CPE_2 -P de 1 à 0,6 indiquait une diminution du comportement idéal, suggérant des changements dans la formation de la double couche d'oxyde. L'acide citrique a montré une modification significative des caractéristiques capacitives (CPE_2 -P passant de 1 à 0,2), ce qui indique des altérations importantes des interactions de surface, potentiellement liées à la formation de défauts et de pores. Dans l'acide lactique, la transition du CPE_2 -P de 0,1 à 0,9 a impliqué une transformation notable du comportement capacitif, probablement due à des fluctuations des états de surface et des processus d'adsorption. Enfin, l'acide acétique a montré une transition du CPE_2 -P de 0,2 à 0,99, suggérant des réactions interfaciales, possiblement attribuées à des lacunes en oxygène, qui améliorent l'uniformité du transfert de charge et la conductivité ionique à l'interface zircone-électrolyte [184]. Ces changements impliquent des distorsions structurelles et des interactions

entre les lacunes en oxygène et les cations dopants, entraînant des influences complexes sur les propriétés électriques [185-187].

Stabilité et formation d'oxyde protecteur

Des fluctuations mineures de la capacité de la double couche parmi différents électrolytes. La stabilité de la capacité de la double couche tout au long de la période d'immersion suggère une stabilité dans la distribution de charge interfaciale et les propriétés électriques de l'interface électrode-électrolyte. Cette stabilité est attribuée à la formation d'un oxyde protecteur résultant de la dissolution et de la précipitation des oxydes du milieu électrolytique et de la surface de la zircone. Cet oxyde agit comme une barrière, empêchant d'autres réactions ou interactions avec l'électrolyte et maintenant la stabilité des céramiques dentaires en zircone [188].

L'apparition de demi-cercles dans les mesures de spectroscopie d'impédance électrochimique indique divers phénomènes électrochimiques à l'interface où les céramiques dentaires en zircone rencontrent l'électrolyte sur la surface de l'électrode. Dans la section haute fréquence du diagramme de Nyquist, la présence d'un demi-cercle correspond au mécanisme de transfert de charge, lié à la résistance de polarisation. L'augmentation du diamètre du demi-cercle suggère une résistance de polarisation élevée, indiquant des réactions de transfert de charge entravées. Cette entrave peut résulter de la formation d'un film passif ou de l'adsorption de substances inhibant le processus de transfert d'électrons [189-192]. L'analyse des variations des caractéristiques de la spectroscopie d'impédance électrochimique dans le Tableau IV.5 et leur corrélation avec l'apparition de demi-cercles dans les diagrammes de Nyquist permet une compréhension approfondie du comportement électrochimique et des phénomènes se produisant à l'interface des céramiques dentaires en zircone et de l'électrolyte. Dans les échantillons de la zircone, la présence de lacunes anioniques résulte de l'intégration de l'yttria. Cette intégration d'yttria sert à améliorer la stabilité de la structure tétragonale, entraînant des améliorations notables de la résistance à la dégradation hydrolytique. De plus, les attributs protecteurs contre la dégradation sont affectés par l'émergence d'oxydes amorphes, dont l'existence est révélée dans les spectres d'impédance [18], [192-193].

Les formes de réponse cohérentes dans diverses solutions suggèrent un comportement électrochimique uniforme, tandis que les variations des caractéristiques capacitatives et des paramètres d'impédance offrent une compréhension nuancée des interactions du matériau avec les différents électrolytes. La stabilité de la capacité de la double couche et la formation d'une couche d'oxyde protectrice contribuent à la stabilité globale et à la résistance contre la

dégradation observée dans les céramiques dentaires en zircone. Ces résultats sont en accord avec la littérature existante sur les performances électrochimiques des céramiques en zircone et contribuent à une compréhension plus profonde de leur comportement dans des environnements oraux simulés [194].

II.1.2. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Vitrocéramiques

La figure IV.3 présente les diagrammes de Nyquist des échantillons de vitrocéramique IPS e.max Press immergés dans diverses solutions (salive artificielle Fusayama, acide citrique à 2%, acide lactique à 2% à 37 °C et acide acétique à 4% à 80 °C) à différents intervalles de temps. Ces graphiques montrent la réponse en impédance du système, offrant des informations sur le comportement électrochimique de la vitrocéramique sous différentes conditions d'immersion. Pour analyser les courbes obtenues lors du test SIE, un modèle de circuit électrique équivalent (CEE) a été utilisé (Figure IV.4). Ce modèle comporte des résistances, des condensateurs et des éléments de phase constante (CPE), chacun correspondant à des aspects spécifiques du comportement électrochimique du matériau. L'application du l'CEE vise à représenter les phénomènes électrochimiques complexes se produisant à la frontière entre les échantillons de la vitrocéramique à base de disilicate de lithium e. max Press et l'environnement buccal simulé tels que la dissolution, la diffusion, le transport des porteurs de charge, les réactions chimiques et les mécanismes de dégradation.

Les paramètres électrochimiques issus de la modélisation des diagrammes de Nyquist par les CEE présentés dans le tableau IV.6 sont définis comme suit : R_1 désigne la résistance de la solution, C_1 représente une capacité de double couche, R_2 correspond à la résistance de polarisation, également connue sous le nom de résistance de transfert de charge (R_{ct}). Q_3 désigne les CPE (CPE_3-R_3), et R_3 représente une autre résistance de polarisation. De plus, ce circuit comprend une autre capacité de double couche, C_4 , qui fonctionne en parallèle avec l'élément de résistance de transfert de charge R_4 . Les diagrammes de Nyquist affichent des demi-cercles capacitifs déprimés dans les régions de haute et basse fréquence.

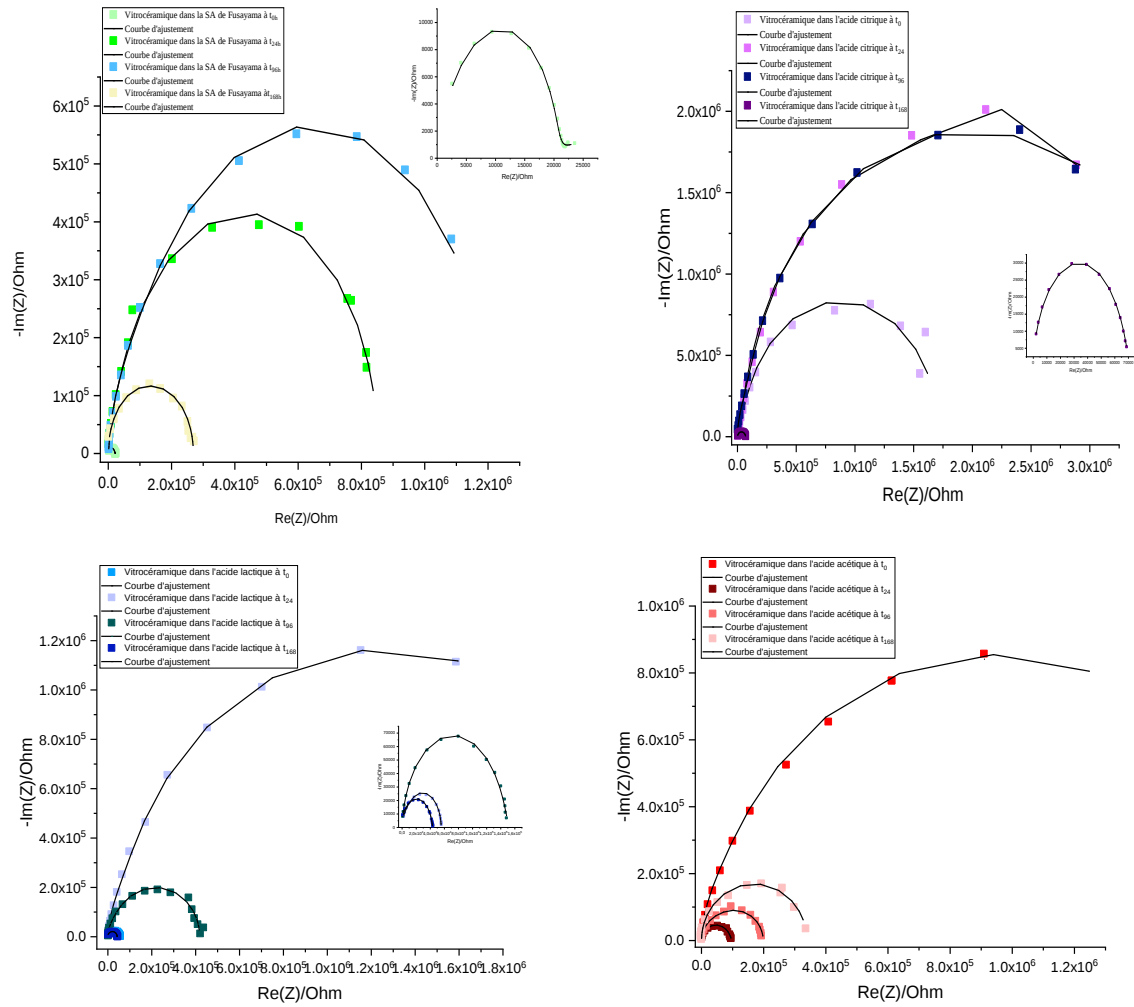


Figure IV. 3. Diagrammes de Nyquist obtenus par SIE des échantillons de la vitrocéramique pendant l'immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique à 2%, l'acide lactique à 2% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 37°C, et dans l'acide acétique à 4% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 80°C.

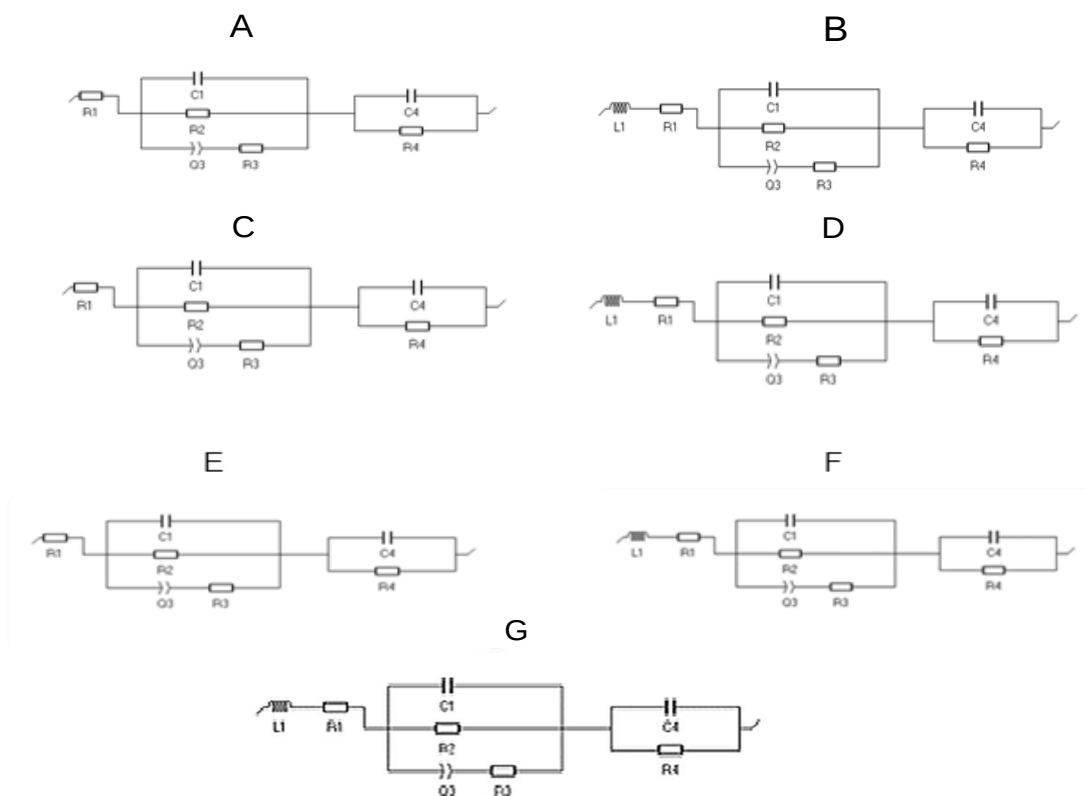


Figure IV. 4 Circuits électriques équivalents proposés pour modéliser le comportement de la vitrocéramique après l'immersion dans différentes solutions et pour des durées variées. Circuit (A et B) : CEE de la vitrocéramique dans la salive artificielle pendant 0, 24 et 96 heures (A) et 168 heures à 37°C (B). Circuit (C et D) : Réponse après immersion de la vitrocéramique dans l'acide citrique pendant 0 heure (C) et 24, 96 et 168 heures à 37°C (D). Circuit (E et F) : Réponse après immersion de la vitrocéramique dans l'acide lactique pendant 0 heure (E) et 24, 96 et 168 heures à 37°C (F). Circuit (G) : Réponse après immersion de la vitrocéramique dans l'acide acétique pendant 0, 24, 96 et 168 heures

Tableau IV.6 : Paramètres électrochimiques obtenus par SIE des échantillons de vitrocéramique après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique, l'acide acétique pour différentes durées d'immersion.

Milieu d'immersion	Temps d'imme- rsion	L ₁ (H)	R ₁ (Ohm)	C ₁ (F)	R ₂ (Ohm)	R ₃ (Ohm)	CPE ₃ -R ₃ (F.cm ⁻²)	CPE ₃ - P	R ₄ (Ohm)	C ₄ (F)
SA de Fusayama	0	-----	8,26x10 ⁻³³	80,68x10 ⁻¹²	162 372	48,86x10 ⁻¹⁸	74,1x10 ⁻⁶	0,109 1	17 020	79,55x10 ⁻¹²
	24	-----	18,31	43,27x10 ⁻¹²	7 926	-0,612 2	94,47x10 ⁻⁹	0,528 1	14 441	88,06x10 ⁻¹²
	96	-----	-109,5	46,05x10 ⁻¹²	114 079	6 456	0,155 8x10 ⁻⁹	0,929	1,097x10 ⁶	85,07x10 ⁻¹²
	168	0,785 2x10 ⁻³	2,901x10 ⁻¹²	0,246 3x10 ⁻⁹	122 450	1,375x10 ³⁶	0,236 2x10 ⁻²¹	0,163 2	146 445	68,66x10 ⁻¹²
Acide Citrique	0	-----	25,24x10 ⁻¹²	45,93x10 ⁻¹²	1,66x10 ⁶	13 196	35,02x10 ⁻¹²	1	54 470	0,153 3x10 ⁻⁹
	24	6,278x10 ⁻⁴⁸	68,05x10 ⁻⁹	48,25x10 ⁻¹²	4,23x10 ⁶	24116	87,52x10 ⁻¹²	0,8936	36260	0,2646 x10 ⁻⁹
	96	44,7x10 ⁻³⁶	7,393x10 ⁻¹²	76,35x10 ⁻¹²	3,768x10 ⁶	3,768x10 ⁶	13,85x10 ⁻⁴⁸	0,6654	98 953	0,166 2x10 ⁻⁹
	168	29,26x10 ⁻²⁷	9,899x10 ⁻⁴⁸	48,01x10 ⁻¹²	70593	37572	0,7131x10 ⁻⁹	0,7064	45,19x10 ⁻¹²	10,17x10 ⁻¹²⁶
Acide Lactique	0	-----	1,973x10 ⁻¹⁷¹	77,27x10 ⁻¹²	51993	553967	29x10 ⁻¹²	0,861 2	5 560	0,157 6x10 ⁻⁹
	24	0,129 1x10 ⁻¹⁸	3,404x10 ⁻¹²	49,98x10 ⁻¹²	2,385x10 ⁶	22 936	48,72x10 ⁻¹²	0,957 9	76 008	0,200 1x10 ⁻⁹

	96	18,63x10 ⁻²⁴	78,01	0,1866x10 ⁻⁹	26667	8,175x10 ⁻¹²	0,2175 x10 ⁻²⁴	5,566x10 ⁻³	391634	83,91x10 ⁻¹²
	168	12,43x10 ⁻¹⁷¹	2.176x10 ⁻¹²⁶	79,62x10 ⁻¹²	52 536	68,41x10 ⁻⁷²	9,213x10 ⁻¹⁵⁶	0,6557	20,22x10 ⁻⁹	0,156x10 ⁻¹⁶²
Acide	0	1,975x10 ⁻³	1,311x10 ⁻⁹	39,35x10 ⁻⁵⁷	1,781x10 ⁶	96,38x10 ⁻³³	18,59x10 ⁻¹⁵⁹	0,968 6	0,233	0,260 6x10 ⁻⁹
Acétique	24	0,2087x10 ⁻³	0,9784x10 ⁻¹²	12,66x10 ⁻⁹	4 215	1,127x10 ⁻²¹	1,186x10 ⁻³	0,402 7	91 592	75,05x10 ⁻¹²
	96	38,8x10 ⁻³⁰	4,214x10 ⁻¹²	0,142 1x10 ⁻⁹	145 182	0,670 8x10 ⁻³	2,007x10 ⁻³⁶	0,999	52 993	0,134 6x10 ⁻⁹
	168	2,065x10 ⁻³	22,06x10 ⁻¹⁵	0,903 2x10 ⁻⁹	84 795	1,256x10 ⁻²¹	1,231x10 ⁻¹⁵	28,69x10 ⁻⁶	270 236	91,29x10 ⁻¹²

Processus de dissolution des oxydes dans les vitrocéramiques

Les résultats expérimentaux suggèrent que Si^{2+} , Al^{3+} , Zr^{2+} et Mg^{2+} jouent un rôle significatif dans le processus de dissolution des oxydes, particulièrement aux sites avec des imperfections de film ou sur une surface sans film. L'oxyde subit une oxydation électrochimique pour produire des espèces intermédiaires, qui réagissent ensuite avec l'environnement pour produire des ions H^+ ou OH^- . Lorsque SiO_2 se dissout dans des solutions acides ou basiques, il libère des ions Si (Si^+) dans la solution. De même, Al_2O_3 , ZrO_2 et MgO peuvent également se dissoudre, entraînant la libération d'ions Al^{3+} , Zr^{2+} et Mg^{2+} , respectivement.

Dans le diagramme de Nyquist, le locus à basse fréquence présente un modèle spécifique pouvant être caractérisé comme un circuit RC parallèle. La valeur de R_4 , qui est un composant résistif dans le modèle de circuit équivalent, fournit une mesure de la résistance de transfert de charge associée à la réaction chimique qui se produit lors de la dissolution de l'oxyde.

Phénomènes interfaciaux et comportement électrochimique

En se basant sur les paramètres obtenus à partir des résultats de le SIE et des modèles de circuit électrique équivalent (CEE) pour les échantillons de Vitrocéramique dans divers milieux corrosifs et la salive artificielle, plusieurs interprétations peuvent être faites. Les diagrammes de Nyquist obtenus indiquent la présence de plusieurs phénomènes interfaciaux. L'apparition de demi-cercles déprimés indique une déviation par rapport au comportement pur du condensateur et de la résistance en raison de la formation d'une couche d'oxyde passive.

Ce type d'irrégularité survient généralement en raison de la composition non homogène du matériau étudié, qui comprend divers composants tels que des pigments et des additifs comme le SnO_2 apparu à la surface du matériau après immersion. Le matériau comprend également des ajouts tels que Al_2O_3 et ZrO_2 pour le renforcement de la stabilité chimique et de la résistance mécanique, ainsi que du silicate de lithium et du disilicate de lithium intégré dans la matrice vitreuse.

De plus, la présence de La_2O_5 et de P_2O_5 peuvent réagir avec les milieux acides pour former successivement l'hydroxyde de lanthane et l'acide phosphorique, ce qui peut entraîner la formation de défauts de surface ou de microfissures dans le matériau. La présence de ces oxydes peut rendre le matériau susceptible à la dégradation dans des environnements aqueux et acides.

Impact des solutions acides et de la salive artificielle

Les figures IV.3 et IV.4 présentent les diagrammes de Nyquist et les CEE. Nous montrons des différences notables dans les résistances de transfert de charge des échantillons de vitrocéramique après exposition à la salive artificielle, à l'acide citrique à 2% et à l'acide lactique à 2% à 37 °C pendant 0, 24, 96 et 168 heures, ainsi qu'à l'acide acétique à 4% à 80 °C.

Les échantillons de vitrocéramique immergés dans différentes solutions ont montré des comportements variés en termes de résistance au transfert de charge (R_{ct}) au fil du temps. Dans la solution neutre de salive artificielle de Fusayama (pH 6,8 à 37°C), la R_{ct} a augmenté progressivement, suggérant un effet positif de cette solution sur la résistance des échantillons au transfert de charge. Un comportement similaire a été observé dans la solution d'acide lactique à 2% (pH 3,5 à 37°C), où la R_{ct} a également augmenté avec le temps, atteignant un maximum à 168 heures, indiquant un renforcement de la résistance au transfert de charge. Cependant, dans la solution d'acide citrique à 2% (pH 2,0 à 37°C), bien que la R_{ct} ait initialement augmenté, elle a chuté de manière significative après 96 heures et a continué de diminuer à 168 heures. Cela montre que, contrairement aux solutions précédentes, l'acide citrique a un effet négatif sur la résistance des échantillons au transfert de charge.

Enfin, pour l'immersion dans une solution d'acide acétique à 4% (pH 2,4 à 80°C), le R_{ct} a diminué significativement après 24 heures et a continué de diminuer à 96 et 168 heures. Cela indique que l'acide acétique peut avoir un impact négatif sur la résistance de la vitrocéramique au transfert de charge.

Les résultats de cette investigation indiquent que la nature de la solution et la durée de l'immersion ont un impact sur la résistance des échantillons de vitrocéramique au transfert de charge. Les solutions neutres comme la salive artificielle peuvent avoir un effet positif, tandis que les solutions acides comme l'acide citrique et l'acide acétique peuvent avoir un impact négatif.

Impact de l'acide lactique et de la température sur la stabilité chimique et la résistance au transfert de charge des vitrocéramiques

L'impact de l'acide lactique sur la résistance de transfert de charge électrique des échantillons de vitrocéramique pourrait être bénéfique. Nous déduisons que dans les scénarios où le pH est plus bas, les solutions acides contiendront probablement plus d'ions H^+ , ce qui pourrait conduire à la création d'une couche d'oxyde à la surface des échantillons de vitrocéramique. La présence

de cette couche d'oxyde pourrait influencer la résistance du transfert de charge (R_{ct}) de la vitrocéramique, provoquant soit une augmentation, soit une diminution de sa valeur. De même, les changements de température peuvent également affecter l'ionisation et la dissociation des solutions acides, ce qui pourrait à son tour affecter à R_{ct} de la céramique dentaire.

Lorsqu'un matériau est immergé dans une solution à une température plus élevée en fonction du temps, les réactions chimiques qui se produisent entre le matériau et la solution peut s'accélérées. En conséquence, des altérations peuvent survenir dans les caractéristiques de surface du matériau, telles que des variations de l'épaisseur de la couche d'oxyde ou l'abondance des porteurs de charge. Les diagrammes de Nyquist ont révélé des motifs complexes indiquant la présence de divers processus et mécanismes liés à un phénomène sous-jacent commun de diffusion ionique dans les grains et les interfaces intergranulaires du matériau de l'électrode.

Les mesures SIE montrent que les échantillons de la Vitrocéramique présentent une résistance élevée à la diffusion ionique, ce qui indique que le matériau a une bonne stabilité chimique dans les électrolytes utilisés. La diffusion ionique fait référence au mouvement des ions (particules chargées) à travers le matériau. Dans un matériau d'électrode, ce mouvement peut se produire à travers les grains du matériau et les interfaces entre les grains. À mesure que les ions se déplacent à travers le matériau, ils peuvent rencontrer une résistance due à des interactions avec les atomes du matériau ou en raison de la présence de défauts et d'impuretés dans le matériau.

Cette recherche démontre que la salive artificielle, l'acide citrique et l'acide lactique peuvent influencer la stabilité chimique de la Vitrocéramique, avec des résultats différents en fonction des conditions spécifiques d'immersion.

II.1.3. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Alumine

La figure IV.5 présente les diagrammes de Nyquist relatifs à l'immersion de l'alumine au fil du temps dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide lactique, l'acide citrique à 37°C, et dans l'acide acétique à 80°C. Chaque diagramme de Nyquist est accompagné du circuit électrique équivalent (CEE) représenté dans la figure IV.6 sous les diagrammes. Les valeurs électrochimiques issues de cette modélisation sont présentées dans le tableau IV.7.

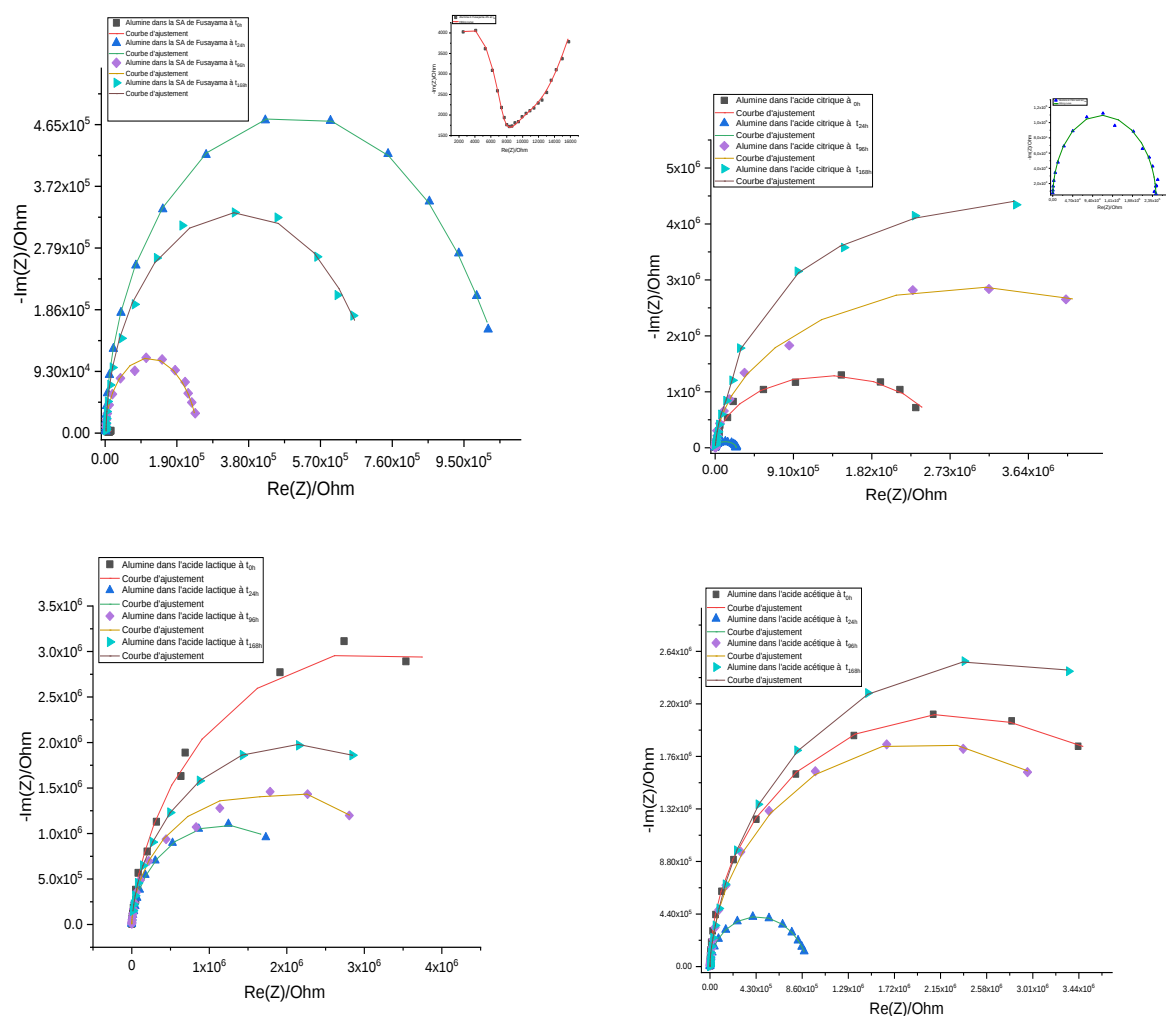


Figure IV. 5 Les diagrammes de Nyquist obtenus par SIE des échantillons d'Alumine pendant l'immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique à 2%, l'acide lactique à 2% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 37°C, et dans l'acide acétique à 4% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 80°C.

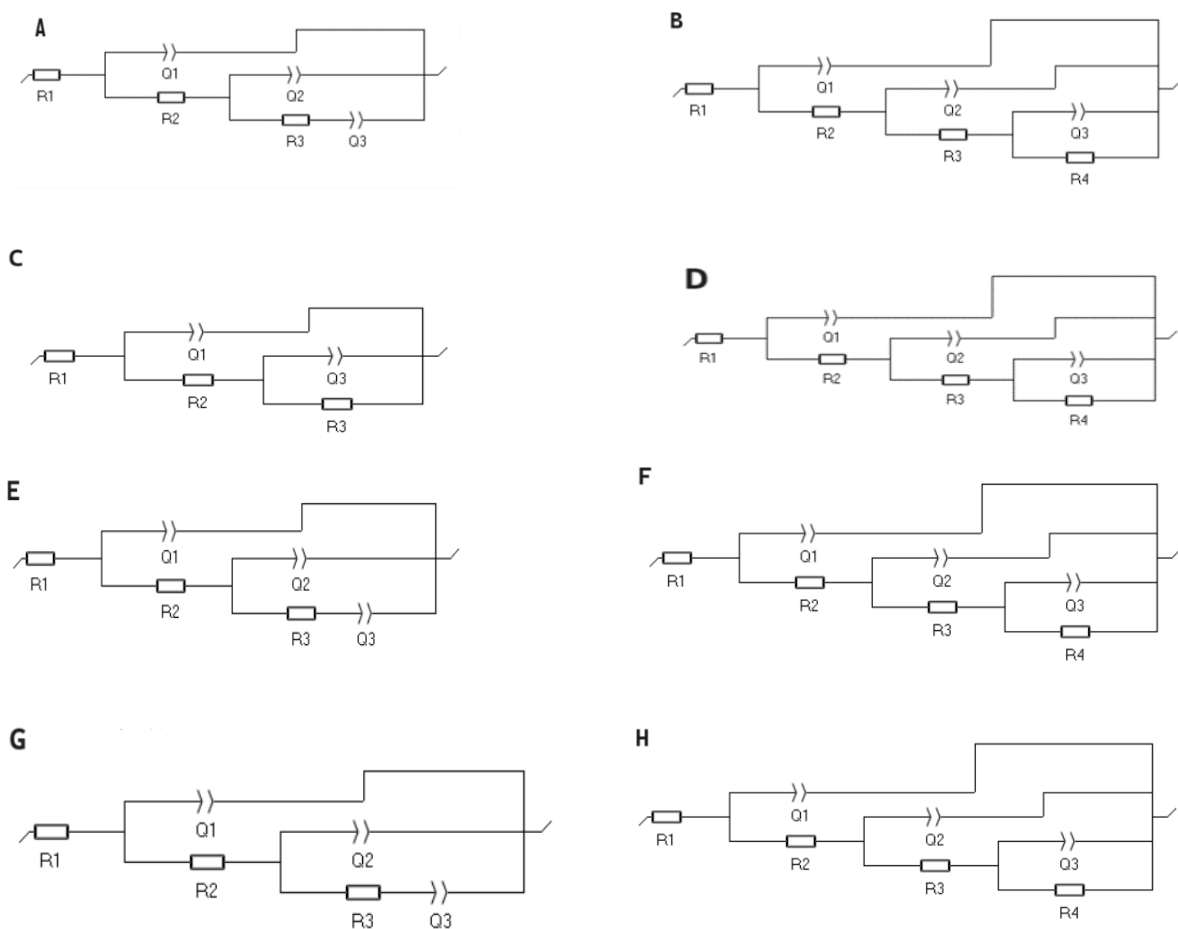


Figure IV. 6 Circuits électriques équivalents proposés pour modéliser le comportement de l'alumine dans différentes solutions et pour des durées variées. Circuit (A et B) : Réponse après immersion de l'alumine dans la salive artificielle pendant 0, 24 et 96 heures (A) et 168 heures à 37°C (B). Circuit (C et D) : Réponse après immersion de l'alumine dans l'acide citrique pendant 0 heure (C) et 24, 96 et 168 heures à 37°C (D). Circuit (E et F) : Réponse après immersion de l'alumine dans l'acide lactique pendant 0 et 24 heures (E) et 96 et 168 heures à 37°C (F). Circuit (G et H) : Réponse après immersion de l'alumine dans l'acide acétique pendant 0 et 24 heures (G) et 96 et 168 heures à 80°C (H).

Les résultats obtenus ont permis de déduire les paramètres électrochimiques spécifiques qui fournissent des informations sur le comportement de l'échantillon d'alumine à travers différentes durées d'immersion (tableau IV.7). Dans la salive artificielle de Fusayama (Figure IV.6, A et B), le circuit électrique équivalent (CEE) à 0, 24 et 96 heures comprend des composants clés : R1 représente la résistance de la solution, en conjonction avec CPE₁-R₁, indiquant l'interface électrolytique et la surface de l'alumine. De plus, R₂ représente la résistance associée à l'échantillon d'alumine, tandis que CPE₂-R₂ et CPE₃-R₃ reflètent la capacitance des défauts en

vrac et de surface [196]. L'introduction de R_3 dans le circuit aide à analyser la résistance liée aux défauts de surface, offrant des informations précieuses. Remarquablement, après 168 heures, l'introduction de R_4 indique le développement d'une couche d'oxyde protectrice à la surface de l'alumine. L'émergence de R_4 peut indiquer l'évolution progressive de cette couche d'alumine, potentiellement due aux réactions avec les ions de l'électrolyte ou d'autres espèces chimiques dans l'environnement. Les modifications de cette couche d'alumine pourraient influencer la résistance électrochimique et la réponse du matériau. Cette interprétation pourrait être pertinente pour d'autres CEE observés dans les échantillons d'alumine et de feldspath, illustrés dans les Figures 3, 4, 5 et 6 pour les échantillons de céramique d'alumine et les Figures 7, 8, 9 et 10 pour les échantillons de céramique de feldspath.

Au début de l'immersion (0 heure), l'émergence d'une demi-boucle, indiquant un phénomène de diffusion, peut correspondre à la réactivité de la surface de l'alumine avec le milieu électrolytique (Figure IV.5). Ensuite, à 24, 96 et 168 heures, un unique demi-cercle apparaît, signalant potentiellement la formation d'une couche à la surface du matériau. Des études antérieures ont démontré l'adsorption rapide de la salive à la surface de l'alumine, et le film adsorbé peut être conceptualisé en deux couches distinctes : une zone intérieure densément compacte et plus mince et une zone extérieure diffuse et plus épaisse [172]. Comme illustré dans la figure IV.5, les diagrammes de Nyquist de l'alumine dans l'acide citrique à la fois à 0 et 24 heures révèlent un arc capacitif déprimé, similaire à la réponse observée à 96 heures. Cependant, après 168 heures, le motif suggère une tendance vers un phénomène de diffusion. Dans l'acide lactique et l'acide acétique, les diagrammes de Nyquist pour l'alumine montrent des réponses comparables, qu'avec des fluctuations dans la résistance de l'interface électrolytique (Figure IV.5). Comme indiqué par P. Milleding et d'autres [159], le point isoélectrique (IEP) de l'alumine est d'environ 9,5. Lorsque l'alumine est exposée à un environnement de faible pH, comme dans des conditions de corrosion acide, son PIE est généralement associé à une résistance accrue contre la corrosion. Cette corrélation découle de la réactivité réduite liée aux valeurs d'PIE plus basses dans les environnements acides. Par conséquent, cette réactivité réduite favorise la croissance d'une couche protectrice d'oxyde sur l'échantillon d'alumine, offrant ainsi une meilleure protection contre la corrosion.

Les résultats obtenus suggèrent la présence simultanée de plusieurs phénomènes, principalement la diffusion et l'adsorption, conduisant au développement d'une couche barrière [159].

Tableau IV. 7 Paramètres électrochimiques issus de la SIE pour les échantillons d'alumine après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique pour différentes durées d'immersion.

	Temps d'immersion (heures)	R ₁ (Ohm)	CPE ₁ -R ₁	CPE1-P	R ₂ (Ohm)	CPE ₂ -R ₂ (F.cm ⁻²)	CPE2-P	R ₃ (Ohm)	Q ₃ (F.cm ⁻²)	CPE3-P	R ₄ (Ohm)
SA de Fusayama	0	-826,5	50,4x10 ⁻¹²	0,996 3	7 995	0,417x10 ⁻⁶	0,5911	5 786	12,21x10 ⁻⁶	0,410 9	_____
	24	1 771	92,48x10 ⁻¹²	0, 9936	12 943	0,732 1x10 ⁻⁶	0,034 33	24,16E ⁶	428 972	0,588 4	-----
	96	1 954	78,78x10 ⁻¹²	1	225 032	4,857x10 ⁻⁹	0,990 1	15 032	14,83x10 ⁻²⁶⁴	1	-----
	168	2 524	74,04x10 ⁻¹²	0,999 7	565 879	0,186 2x10 ⁻¹²	1	7 164	11,25x10 ⁻⁹	0,626 2	157 409
Acide Citrique	0	1 452	99,75x10 ⁻¹²	0,984 2	2,64x10 ⁶	-----	-----	477	-23,59x10 ⁻⁹	0,8014x10 ⁻⁶	-----
	24	27,85x10 ⁻³⁶	66,28x10 ⁻¹²	0,99 9	7,671x10 ⁻⁶	57,89x10 ⁻¹³⁸	0,031 54	214148	1,271x10 ⁻⁹	0,996 9	29 262
	96	2 229	82,09x10 ⁻¹²	0,991 7	0,140 1	0,149 5x10 ⁻⁹	0,642 5	6,183x10 ⁶	2,483x10 ⁻²¹	0,072 79	5457
	168	0,01861	0,119 3x10 ⁻⁹	0,966 9	10,16x10 ⁶	0,388 9x10 ⁻⁹	0,999 6	0,7341x10 ⁻⁵⁷	59.33E ⁻¹⁵⁹	1	0,128910 ⁵⁷
Acide Lactique	0	1 272	87,33x10 ⁻¹²	1	2,638x10 ⁶	78,46x10 ⁻¹²	0,935 7	3,561x10 ⁶	0,879 5x10 ⁻²⁴	0,173 5	-----
	24	216,9	0,1473x10 ⁻⁹	0,946 3	2,034x10 ⁶	60,9x10 ⁻¹²	0,979 8	342 147	960.3	0,923 4	-----
	96	16,76	0,1119x10 ⁻⁹	0,984 5	2 332	47,02x10 ⁻¹²	0,083	425892	8,021x10 ⁻⁹	0,301 4	3,064x10 ⁶
	168	52,7	7,658x10 ⁻¹⁵	0,903 6	1 294	0,108 4x10 ⁻⁹	0,966 2	2,03x10 ⁶	0,104 3x10 ⁻⁶	0,078 84	3,653x10 ⁶
Acide Acétique	0	0,1782x10 ⁻³	83x86x10 ⁻¹²	0,996 9	371 335	30,82x10 ⁻²⁷	0,261 6	3,567x10 ⁶	49,26x10 ⁻⁹	0,496 8	-----
	24	79,64	0,116 6x10 ⁻⁹	0,979 2	0,85x10 ⁶	2,494x10 ⁻⁹	0,999 9	30 741	0,974 3x10 ⁻⁶	0,472 3	
	96	159,3	0,147 5x10 ⁻⁹	0,966 6	2,174x10 ⁻³	0,300 3x10 ⁻¹⁵	0,584 6	554 418	0,571 7x10 ⁻⁹	6,506x10 ⁻⁶	3,413x10 ⁶
	168	584,3	97,19x10 ⁻¹²	0,999 2	52,58x10 ⁻⁵⁴	0,505 9x10 ⁻⁹	0,144 5	1,778x10 ⁶	58.39E ⁻¹²	0,951 2	3,53x10 ⁶

II.1.4. Spectroscopie d'impédance électrochimique : Feldspath

Les diagrammes de Nyquist, obtenus après immersion du feldspath à différents intervalles de temps (0, 24, 96, 168 heures) et utilisant diverses solutions, sont présentés dans la Figure IV.7. Pour interpréter ces courbes, les circuits électriques équivalents correspondant ont été utilisés (Figure IV.8) . Les résultats électrochimiques issus de cette simulation sont détaillés dans le Tableau IV.8, qui contient les paramètres de la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE).

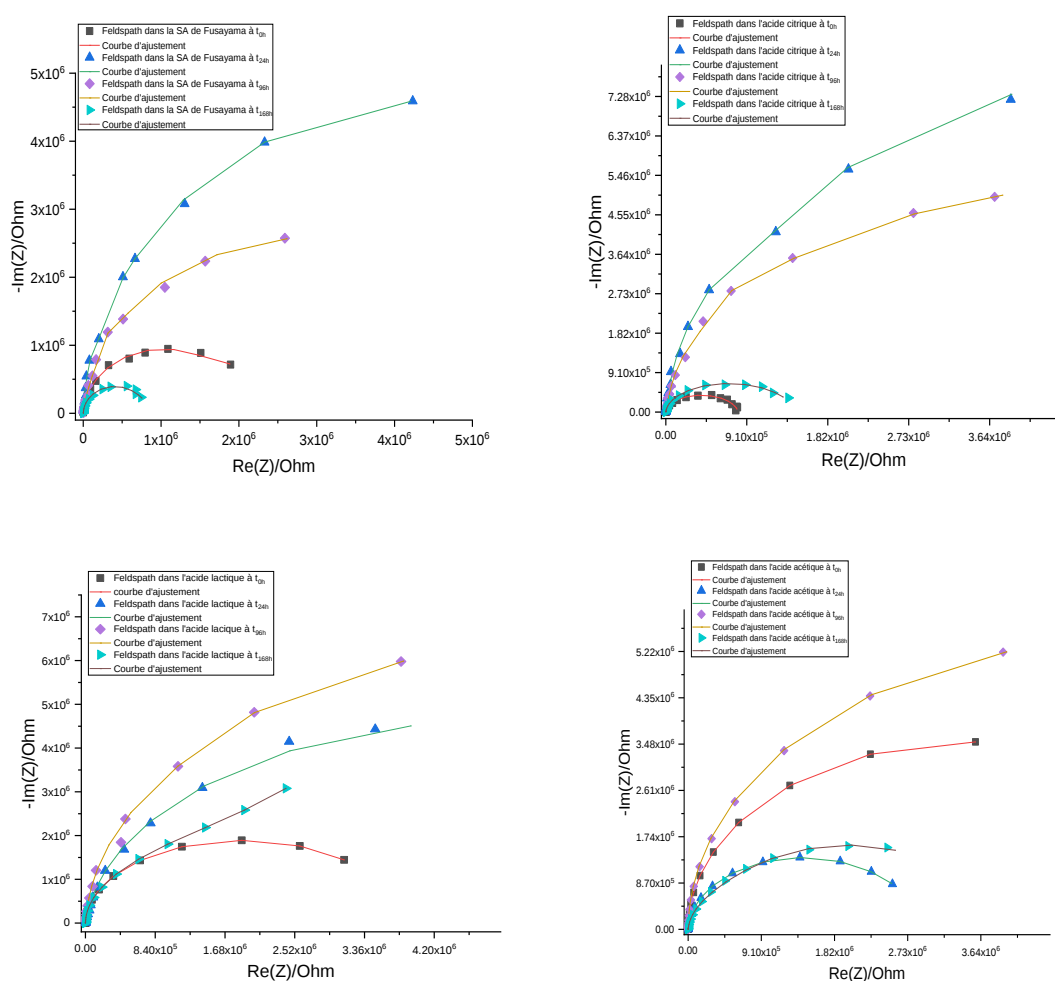


Figure IV. 7 Diagrammes de Nyquist obtenus par SIE des échantillons de Feldspath pendant l'immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique à 2%, l'acide lactique à 2% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 37°C, et dans l'acide acétique à 4% pendant 0, 24, 96, 168 heures à 80°C.

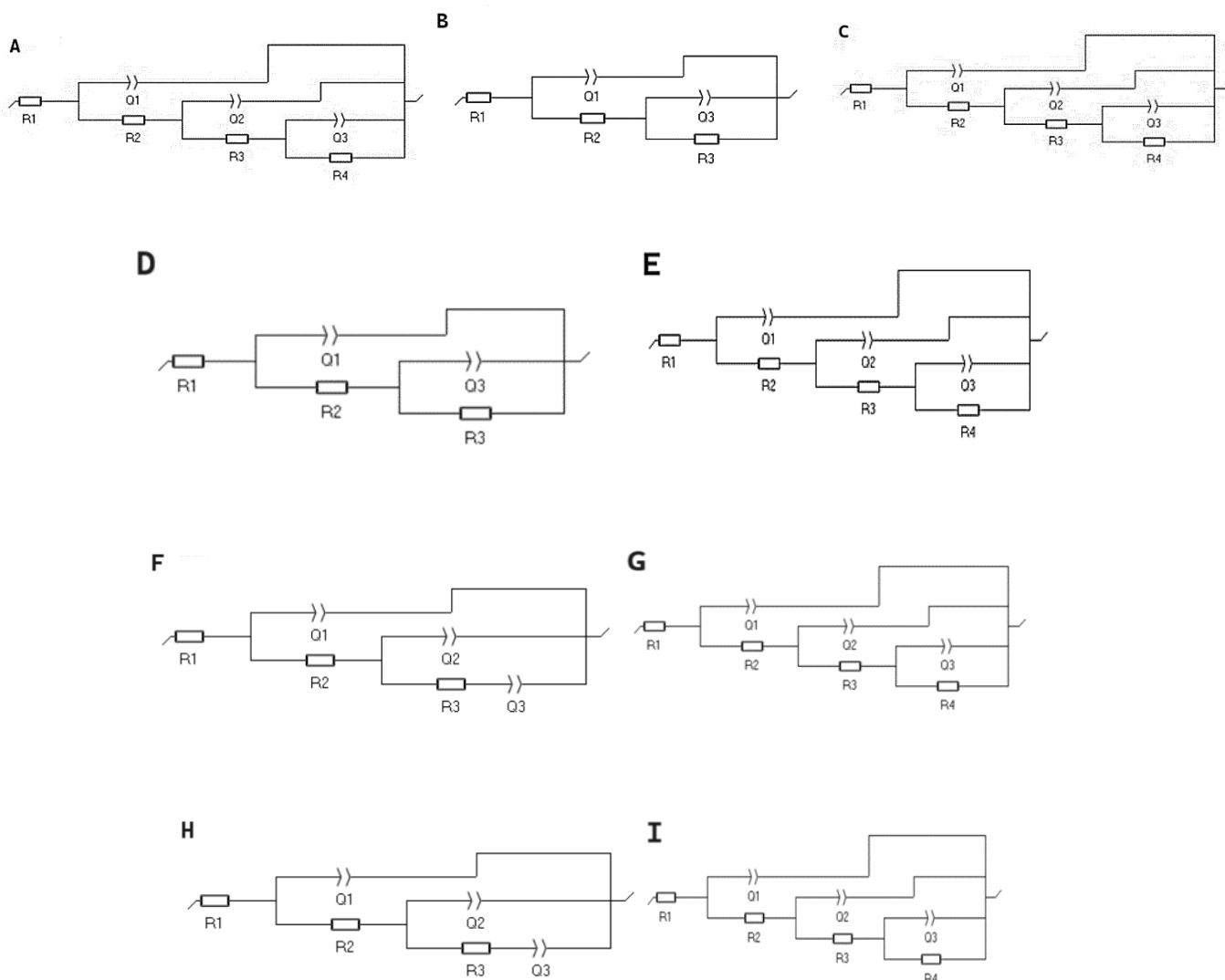


Figure IV. 8 Circuits électriques équivalents proposés pour modéliser le comportement du feldspath dans différentes solutions et pour des durées variées. Salive artificielle de Fusayama : Circuit (A, B et C) : Réponse après immersion du feldspath pendant 0 heure (A), 24 heures (B), et 96 et 168 heures à 37°C (C). Acide citrique : Circuit (D et E) : Réponse après immersion du feldspath pendant 0 heure (D) et 24, 96 et 168 heures à 37°C (E). Acide lactique : Circuit (F et G) : Réponse après immersion du feldspath pendant 0 heure (F) et 96 et 168 heures à 37°C (G). Acide acétique : Circuit (H et I) : Réponse après immersion du feldspath pendant 0 et 24 heures (H) et 96 et 168 heures à 80°C (I).

Nous avons trouvé que la période d'immersion avait un effet substantiel sur le comportement du feldspath dans la salive artificielle de Fusayama et dans des milieux acides. Le diagramme de Nyquist du feldspath dans la salive artificielle de Fusayama après différentes périodes d'immersion (24 et 96 heures), comporte un seul demi-cercle clairement visible, indiquant un phénomène de diffusion. Cependant, à 0 et 168 heures d'immersion, l'émergence d'une boucle capacitive est évidente, signalant la formation potentielle d'une couche protectrice à la surface du feldspath. Cette observation est en accord avec les résultats trouvés dans la littérature [1],[102]. L'impact de la salive sur les céramiques de feldspath est étroitement lié au processus de dissolution du feldspath dans un environnement salivaire. Ce mécanisme de dissolution peut stimuler une augmentation de la formation de cristaux à la surface de la céramique, aboutissant finalement à l'évolution d'une couche désorganisée au cours du processus de dégradation du feldspath.

Comme le montre la figure IV.7, en la présence d'acide citrique, la formation d'une seule boucle compressive est observée, indiquant la résistance du matériau au milieu électrolytique pour les durées d'immersion de 0 et 168 heures. En revanche, à 24 et 96 heures, le matériau présente une forme demi-circulaire, suggérant un phénomène de diffusion. Cela pourrait indiquer la formation d'une interface plus conductrice, possiblement due à la dissolution du matériau feldspathique [197].

Dans le cas de l'acide lactique, comme illustré dans la Figure IV.7, les diagrammes de Nyquist du feldspath à 0 heure montrent un seul demi-cercle compressif, indiquant un comportement résistant de l'échantillon dans l'acide lactique. Néanmoins, après 24, 96 et 168 heures d'immersion, les diagrammes révèlent un phénomène de diffusion distinct résultant de la dissolution du feldspath dans l'acide organique. On pense que la dissolution du feldspath dans des conditions significativement éloignées de l'équilibre chimique progresse par une réaction chimique contrôlée par la surface, catalysée par l'activité de certaines espèces chimiques dans la phase fluide, en particulier les ions hydroxydes [196-197]. Concernant l'acide acétique à 80°C (figure IV.7), les diagrammes de Nyquist du feldspath à 0, 24 et 168 heures montrent des réponses pratiquement similaires avec un seul demi-cercle et un comportement résistant. En revanche, après 96 heures d'immersion, un phénomène de diffusion est indiqué.

Ces observations suggèrent des changements dans les propriétés du matériau en fonction de la durée et de la nature de la solution d'immersion, pouvant être associés à des processus de corrosion ou de réorganisation de surface impliquant des oxydes dissous [198-201].

Tableau IV. 8 Paramètres électrochimiques issus de la SIE pour les échantillons de Feldspath après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique pour différents temps d'immersion.

	Temps d'immersion	R ₁ (Ohm)	Q1(F.cm ⁻²)	CPE1-P	R ₂ (Ohm)	Q2 (F.cm ⁻²)	CPE2-P	R ₃ (Ohm)	Q3(F.cm ⁻²)	CPE3-P	R4(Ohm)
SA de Fusayama	0	5,768	0,91x10 ⁻⁹	0,541	0,031 16	19,2x10 ⁻²¹	0,49	406,5	55,89x10 ⁻¹²	1	2,209x10 ⁶
	24	381,2	-37,32x10 ⁻²¹	1	2,106	-----	-----	9,671x10 ⁶	0,117 4x10 ⁻⁹	0,98	-----
	96	2 102	0,144x10 ⁻⁵¹	38,1610 ⁻¹²	9,981	80,24x10 ⁻¹²	1	1,215x10 ⁶	81,93x10 ⁻¹²	0,904 9	4,049x10 ⁶
	168	387,7	0,785 5x10 ⁻⁹	0,431	1 966	70,75x10 ⁻¹²	0,99	805 526	54,95x10 ⁻⁹	0,702 9	571 387
Acide Citrique	0	2 257	72,3x10 ⁻¹²	1	29,2x10 ⁻³⁹	-----	-----	860 884	28,38x10 ⁻⁹	0,155 4	-----
	24	561 ,3	77,84x10 ⁻¹²	1	0,252 4x10 ⁻⁹⁰	0,184x10 ⁻⁴²	1	3,473x10 ⁶	10,58x10 ⁻¹²	1	14,34x10 ⁶
	96	2,517x10 ⁻⁹³	0,112 6x10 ⁻⁹	0,969	21,78x10 ⁻⁵¹	63,62x10 ⁻⁹	0,04	2,062x10 ¹⁸	1,234x10 ¹⁵³	1	41,3x10 ⁻⁹
	168	2,413x10 ⁻⁹	5,333x10 ⁻⁹	0,334	734,6	93,71x10 ⁻¹²	0,98	1,539x10 ⁶	0,435 2x10 ⁻⁹	0,121 4	3 123
Acide Lactique	0	1 227	97,51x10 ⁻¹²	1	3,784x10 ⁶	0,6078x10 ⁵¹	0,61	16,08x10 ²⁷	1,227x10 ⁴⁵	0,439 2	-----
	24	10,45x10 ⁻¹²	0,142 8x10 ⁻⁹	0,951	9,988x10 ⁶	0,7019x10 ⁴⁸	0,77	7,305x10 ⁻⁸⁷	61,03E ⁻⁶⁶	0,588 9	1,503x10 ¹⁵
	96	4 431	0,104 1x10 ⁻⁹	0,986 2	4,458x10 ⁻⁹	0,6283x10 ⁻²¹	0,47	108,3	18,65x10 ⁻²⁴	0,493	13,66x10 ⁶
	168	0,4045x10 ⁻⁴⁸	86,22x10 ⁻¹²	1	3,216x10 ⁶	2,38x10 ⁻⁹	0,68	0,01247	0,250 3x10 ⁻⁹	0	9,694x10 ⁵⁴
Acide Acétique	0	5,666	0,111 4E ⁻⁹	0,999 9	454 976	4,136x10 ⁻¹⁵⁶	0,40	5,8x10 ⁶	1,247x10 ⁻⁶	2,032x10 ⁻³	-----
	24	1,518x10 ⁻³	0,101 1x10 ⁻⁹	0,979 5	110 899	0,3139x10 ⁻⁶	0,021	0,5574x10 ²⁴	6,657x10 ⁴⁸	5,757E ⁻³	-----
	96	-308	97,54x10 ⁻¹²	0,997 5	753 646	1,061x10 ⁻¹²	1	10,06x10 ⁶	0,282x10 ⁻²⁴	0,976 2	63 381
	168	263,5	0,117 1x10 ⁻⁹	0,967 9	160,2	5,338x 10 ⁻¹⁵	1	1,846x10 ⁶	0,366 3x10 ⁻⁹	0,898	1,909x10 ⁶

II.2. Polarisation cyclique

II.2.1. Polarisation cyclique de la zirconie

Les résultats obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique, illustrées à la Figure IV.9, offrent des perspectives précieuses sur le comportement électrochimique des céramiques dentaires en zirconie sous différentes conditions d'immersion.

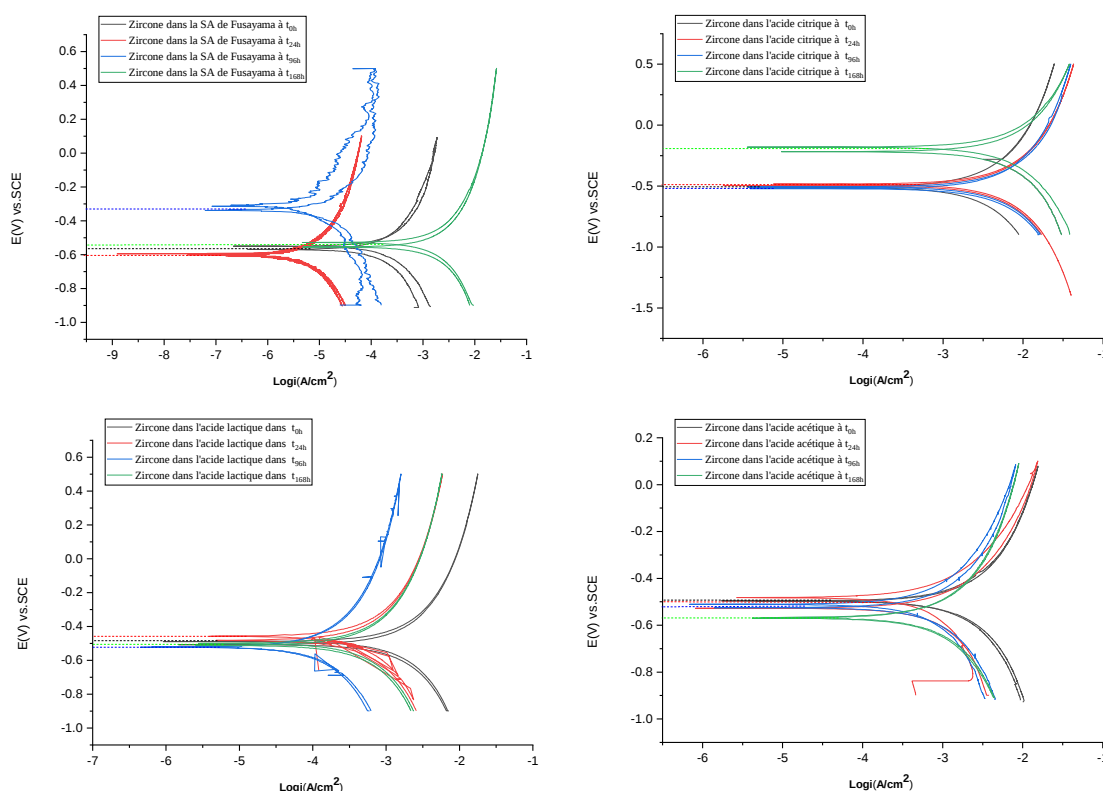


Figure IV. 9 Courbes de polarisation pour les échantillons de zirconie : A) Dans la salive artificielle de Fusayama (pH = 6,8), B) Dans une solution de 2% d'acide citrique (pH = 2,4) et C) Dans une solution de 2% d'acide lactique (pH = 3,5) à 37°C, D) Dans une solution de 4% d'acide acétique (pH = 2,4) à 80°C.

Ces courbes représentent la relation entre la densité de courant et le potentiel appliqué, permettant d'examiner la stabilité de la couche d'oxyde protectrice formée sur la surface de la céramique lorsqu'elle est exposée à un électrolyte. Dans cette étude, des tests de polarisation cyclique ont été réalisés pour les céramiques dentaires en zirconie immergées dans la salive artificielle, l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique à divers intervalles de temps et températures. Le tableau IV.9 présente les paramètres de corrosion obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique à différents intervalles de temps.

Tableau IV.9 Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique de la zircone dans différentes solutions d'immersion à t=0 heure, t=24 heures, t=96 heures, t=168 heures (E_{corr} = Potentiel de corrosion, R_p = Résistance à la polarisation, I_{corr} = Courant de corrosion, V_{corr} = Taux de corrosion).

	E _{corr} (mV vs. Ag/AgCl)				R _p (KΩohm.cm ²)				I _{corr} (μA/cm ²)				V _{corr} (μm/year)			
	t _{0h}	t _{24h}	t _{96h}	t _{168h}	t _{0h}	t _{24h}	t _{96h}	t _{168h}	t _{0h}	t _{24h}	t _{96h}	t _{168h}	t _{0h}	t _{24h}	t _{96h}	t _{168h}
SA de Fusayama	-569,04	-594,661	-313,06	-554,46	-551,24	-602	-338,2	-533,1	7,391	0,110	0,009	59,215	0,07167	0,00907	0,00540	0,00245
Acide Citrique	-489,81	-496,042	-521,45	-218,16	-486,00	-	-179,18	-501,75	2,116	2,341	21,100	0,702	4,767x 10 ⁻⁵	6,5087x 10 ⁻⁴	2,69x 10 ⁻⁵	0,001455
Acide Lactique	-507,41	-481,436	-522,48	-511,10	-496,33	-	-519,09	-479,69	15,583	2,715	1,439	8,071	3,0687x10 ⁻⁴	0,06139	3,0471x 10 ⁻⁴	0,01391
Acide Acétique	-497,08	-527,448	-525,06	-568,63	-493,01	-	-509,69	-564,02	16,629	2,204	35,010	6,663	6,42586x 10 ⁻⁵	0,002392	0,003565	0,00404

Comme le montre le tableau IV.9, les courbes de polarisation cyclique obtenues fournissent des informations sur les paramètres de corrosion électrochimique pour les échantillons de céramiques dentaires en zircone dans divers électrolytes à différents intervalles de temps, à savoir la salive artificielle de Fusayama (pH=6,82), l'acide citrique à 2% (pH=2,03) et l'acide lactique à 2% (pH=3,51) à 37°C, et l'acide acétique à 4% (pH=2,45) à 80°C. Ces paramètres incluent le potentiel de corrosion (E_{corr}), la résistance à la polarisation (R_p), le courant de corrosion (I_{corr}) et la vitesse de corrosion (V_{corr}). Dans la salive artificielle, les céramiques dentaires en zircone ont présenté des valeurs négatives d' E_{corr} allant de -569,042 à -594,661 mV par rapport à Ag/AgCl, indiquant une susceptibilité à la dégradation. Les taux de corrosion (V_{corr}) varient de 7,391 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à 59,215 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, suggérant ainsi une dégradation significative au fil du temps de la couche d'oxyde formée à la surface des échantillons de zircone en raison de la dissolution et/ou de la précipitation des oxydes.

Dans l'acide citrique, les céramiques dentaires en zircone ont également affiché des valeurs négatives d' E_{corr} variant de -489,811 à -521,456 mV par rapport à Ag/AgCl, indiquant un potentiel de corrosion. Les taux de corrosion (V_{corr}) variaient de 2,116 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à 21,100 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, indiquant une dégradation modérée à significative du matériau en présence d'acide citrique. De même, dans l'acide lactique, des valeurs négatives d' E_{corr} (-507,408 à -522,483 mV par rapport à Ag/AgCl) indiquent des potentiels de corrosion, avec des taux de corrosion (V_{corr}) variant de 1,439 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à 15,583 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, ceci peut être lié à un niveau modéré de dégradation du matériau.

Les valeurs de densité de courant pour les céramiques dentaires en zircone dans divers électrolytes indiquent la présence d'un flux de courant électrique pendant les processus électrochimiques. Pour le groupe immergé dans la salive artificielle, nous avons observé une diminution graduelle de la densité de courant au fil du temps, avec des valeurs de 7,391 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à 0 heures, 0,110 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à 24 heures, 0,009 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à 96 heures et 59,215 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à 168 heures.

La diminution de la densité de courant observée dans les céramiques dentaires en zircone implique une dégradation minimale de la couche d'oxyde protectrice formée lors de son exposition à la salive artificielle de Fusayama. Ceci indique une forte résistance au flux de courant électrique et une stabilité. En revanche, l'immersion dans l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique a conduit à des valeurs de densité de courant plus élevées, suggérant une vulnérabilité potentielle à la dégradation par rapport à la salive artificielle.

Le mécanisme de dégradation implique la libération progressive d'ions oxydes, formant une couche protectrice avec des lacunes actives. Lors du contact avec des électrolytes comme la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique, des réactions électrochimiques se produisent, libérant des ions métalliques (Zn et Mg) en raison de la présence de la couche d'oxyde sur les surfaces céramiques. La différence entre le potentiel de repassivation (E_{rp}) et le potentiel de corrosion (E_{corr}), dénotée par ($E_{rp} - E_{corr}$), indique la capacité d'auto-réparation et la résistance. Dans notre étude, E_{rp} équivalente à E_{corr} pour le matériau dentaire en zircone, signifiant une stabilité constante, une résilience et une tendance à restaurer la résistivité en formant une couche d'oxyde protectrice lorsque l'état stable est perturbé. Cela indique une résistance accrue à la dégradation et une préservation de l'intégrité structurelle au fil du temps. La diminution du potentiel de corrosion (E_{corr}) et de la densité de courant (I_{corr}) est attribuée au développement d'une couche d'oxyde protectrice lors de l'exposition au milieu de test et à la polarisation des ions oxygène sur les surfaces céramiques en zircone. Cette couche d'oxyde amorphe, issue de la dissolution des particules et de la précipitation des produits d'oxyde, agit comme une barrière réduisant progressivement le taux de corrosion au fil du temps.

Ces résultats concordent avec la dissolution des oxydes, la formation de couches d'oxyde amorphes et l'interaction entre les lacunes d'oxygène et les cations dopants. D'après les informations fournies, les réactions anodiques et cathodiques possible se produire pendant les processus électrochimiques des céramiques dentaires en zircone sont les suivantes :

➤ **Salive artificielle de Fusayama (pH 6,82, 37°C) :**

- ✓ Réaction anodique : $ZrO_2 + 4OH^- \rightarrow ZrO_2(OH)_4 + 4e^-$ (Oxydation de la zircone pour former de l'hydroxyde de zirconium)
- ✓ Réaction cathodique : $2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2 + 2OH^-$ (Réduction de l'eau en hydrogène et ions hydroxydes)

➤ **Acide citrique à 2 % (pH 2,03, 37°C) :**

- ✓ Réaction anodique : $ZrO_2 + 4H^+ + 2C_6H_8O_7 + H_2O \rightarrow Zr(C_6H_6O_7)_2 + 3H_2O + H_2 + 4e^-$ (Oxydation de la zircone pour former du citrate de zirconium et de l'eau)
- ✓ Réaction cathodique : $2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$ (Réduction des ions hydrogène en gaz hydrogène)

➤ **Acide lactique à 2 % (pH 3,51, 37°C) :**

- ✓ Réaction anodique : $\text{ZrO}_2 + 4\text{H}^+ + 2\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3 \rightarrow \text{Zr}(\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3)_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4\text{e}^-$ (Oxydation de la zircone pour former du lactate de zirconium et de l'eau)
- ✓ Réaction cathodique : $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$ (Réduction des ions hydrogène en gaz hydrogène)

➤ **Acide acétique à 4 % (pH 2,45, 80°C) :**

- ✓ Réaction anodique : $\text{ZrO}_2 + 4\text{H}^+ + 2\text{CH}_3\text{COOH} \rightarrow \text{Zr}(\text{CH}_3\text{COO})_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 4\text{e}^-$ (Oxydation de la zircone pour former de l'acétate de zirconium et de l'eau)
- ✓ Réaction cathodique : $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2$ (Réduction des ions hydrogène en gaz hydrogène)

Le comportement électrochimique de la zircone est caractérisé par des réactions d'oxydation et de réduction distinctives dans divers environnements électrolytiques. L'exposition à la salive artificielle de Fusayama, à l'acide citrique, à l'acide lactique et à l'acide acétique entraîne des transformations anodiques uniques, convertissant ZrO_2 en composés de zirconium, accompagnées de réactions cathodiques générant du gaz hydrogène par réduction des ions. Cette interaction complexe démontre l'adaptabilité électrochimique du matériau.

Le comportement de résistance de la zircone est lié à sa dissolution optimisée, incitant la formation d'une couche d'oxyde protectrice. Composée d'oxyde de zirconium et de sites de lacunes d'oxygène, cette couche agit comme une barrière, entravant l'interaction ultérieure entre le matériau et l'électrolyte. Les lacunes anioniques renforcent cette couche, améliorant la stabilité en atténuant les défauts structuraux et en augmentant la résistance à la dégradation. L'interaction complexe des changements électrochimiques, de la formation de la couche d'oxyde et des rôles des lacunes d'oxygène et des vides anioniques souligne les réponses diversifiées de la zircone. Cette relation complexe met en lumière la résilience et l'intégrité structurale du matériau dans diverses conditions électrolytiques.

Des recherches menées par Nowicka et al.[99] ont exploré le comportement des céramiques dentaires en 3Y-TZP, se sont concentrées spécifiquement sur la corrosion et la dégradation à basse température (LTD). L'étude a soumis les céramiques 3Y-TZP à une solution d'acide acétique à 4 vol % pendant 16 heures à 80 °C, visant à simuler un pH acide similaire à celui couramment trouvé dans les jus et les aliments. Les résultats ont indiqué une corrosion et une LTD minimales dans les céramiques testées dans ces conditions. Les auteurs ont conclu que la

perte d'ions stabilisants (l'yttrium) pendant la corrosion acide n'avait pas d'impact significatif sur la résistance à la LTD des céramiques 3Y-TZP.

Lors d'une autre étude, les céramiques polycristallines de zircon tétragonale stabilisée à l'yttria (Y-TZP) exposées à l'acide fluorhydrique (HF) à température ambiante ont montré des risques potentiels de dommages [192]. L'immersion dans de l'acide HF à 40 % a entraîné une réduction de la résistance à la flexion, de la dureté de surface et de la finition de surface. Cependant, le traitement avec de l'acide HF à 5 %, de l'acide acétique et de l'acide citrique à température ambiante a été considéré comme sûr et n'a pas causé de dommages significatifs aux céramiques [192].

Les résultats de la polarisation cyclique, lorsqu'ils sont considérés parallèlement aux réactions redox proposées, indiquent que la corrosion du type de zircon investigué dans divers électrolytes peut être influencée par la formation de couches protectrices facilitée par la conductivité ionique de l'oxygène à la surface des échantillons. Les céramiques de zircon stabilisées à l'yttrium présentent une bonne conductivité ionique, particulièrement à des températures élevées, influençant leur comportement dans l'environnement buccal [204]. Lorsque les céramiques dentaires en zircon chauffent, leur structure atomique change, créant des lacunes d'oxygène dans la structure. Ces lacunes agissent comme des transporteurs, aidant les ions oxygène à se déplacer et rendant les céramiques meilleures à conduire les ions [204]. Dans des environnements acides, ces lacunes d'oxygène et les ions oxygène mobiles facilitent le déplacement des protons (H^+) à travers la structure de la zircon, augmentant ainsi sa conductivité ionique. Cela a des effets à la fois bénéfiques et négatifs sur les performances du matériau [194],[205].

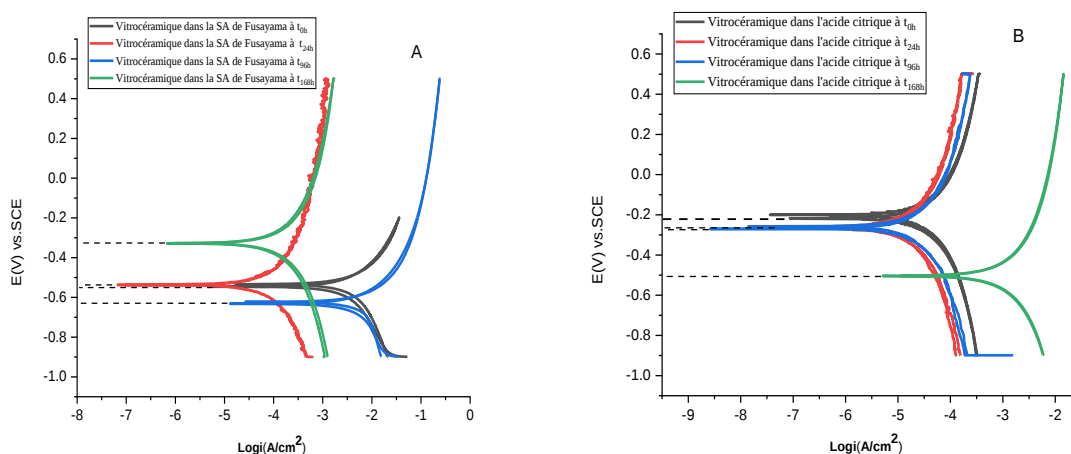
Les recherches montrent que des éléments comme le potassium et le sodium peuvent s'échapper des céramiques. Les céramiques dentaires, y compris la zircon, peuvent libérer du silicium, de l'aluminium, de l'yttrium et du calcium lorsqu'elles sont exposées à l'eau [206]. Dans une étude, des échantillons de zircon ont été immergés dans une solution acide simulant les conditions du milieu buccal. La haute conductivité ionique des céramiques de zircon peut aider les protons à s'éloigner, réduisant la concentration acide et potentiellement ralentissant la dégradation. Cependant, cela peut également accélérer la dégradation en laissant certains ions se dissoudre de la matrice de la zircon, affaiblissant le matériau au fil du temps [99].

En conclusion, les échantillons commerciaux de zircon utilisés présentent une réactivité électrochimique stable sous des conditions cycliques, indiquant leur capacité à maintenir à la

fois l'intégrité structurale et électrochimique dans divers environnements. Cette stabilité, même sous des contraintes électrochimiques, renforce l'attrait de la zircone en tant que matériau dentaire fiable capable de soutenir des réactions électrochimiques spécifiques, en particulier dans des environnements acides.

II.2.2. Polarisation cyclique de la vitrocéramique

Les paramètres de corrosion des échantillons de la vitrocéramique utilisés dans cette partie ont été étudiés durant 24, 96 et 168 heures d'immersion dans de la salive artificielle Fusayama, de l'acide citrique à 2 %, de l'acide lactique à 2 % à 37°C, et de l'acide acétique à 4 % à 80°C et cela afin de suivre leur comportement par rapport au potentiel appliqué. La figure IV.10 regroupe les courbes de polarisation cyclique obtenues après leur immersion dans quatre électrolytes différents, à des durées différentes d'immersion, et à des températures variées. La figure IV.10, A correspond à la solution de salive artificielle Fusayama à 37°C, la figure IV.10, B à la solution d'acide citrique à 37°C, la figure IV.10, C à la solution d'acide lactique à 37°C, et la figure IV.10, D à la solution d'acide acétique à 80°C. Les paramètres correspondant au test de polarisation cyclique sont donnés dans le tableau IV.10.



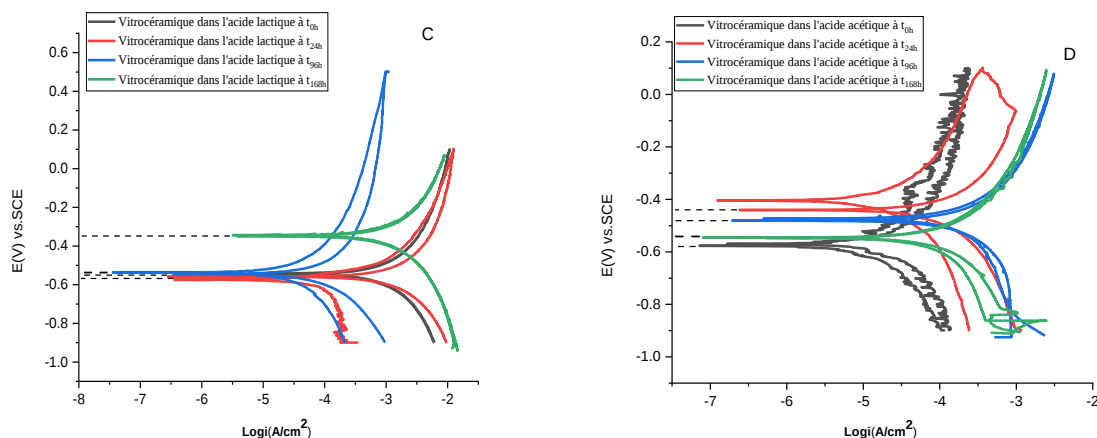


Figure IV. 10 Courbes de polarisation pour les échantillons de la vitrocéramique : A) Dans la Salive Artificielle de Fusayama (pH = 6,8), B) Dans une solution d'acide citrique à 2 % (pH = 2,4) et C) Dans une solution d'acide lactique à 2 % (pH = 3,51) à 37°C, D) Dans une solution 4 % d'acide acétique (pH = 2,45) à 80°C.

Les échantillons de la vitrocéramique n'ont montré aucun comportement de corrosion localisée. Les courbes de polarisation cyclique ont été enregistrées sur une plage de potentiel de (-0,9 ... +0,5 ... -0,9) mV vs. Ag/AgCl, avec une vitesse de balayage de 50 mV/s. Les mesures ont été effectuées dans des solutions naturellement aérées. L'expérience a commencé par un potentiel négatif élevé pour éliminer les contaminants de surface, puis le potentiel de l'électrode de travail a été varié à une vitesse de 50 mV/s pour observer tous les processus se produisant dans la solution et à la surface de l'électrode. Le processus de passivation a été évalué en utilisant des paramètres caractéristiques dérivés de ces courbes de polarisation cyclique, notamment le potentiel de corrosion (E_{corr}), le potentiel de repassivation (E_{rp}), le potentiel de passivation (E_p), la densité de courant (I_{corr}) et le taux de corrosion (V_{corr}). Cependant, les échantillons de vitrocéramique n'ont montré aucune boucle d'hystérésis pendant le balayage de potentiel, ce qui signifie que la corrosion localisée ne se produit pas et qu'il n'y a donc pas de potentiel de piqûres (E_{pitt}).

La formation d'oxygène se produit lorsque le potentiel de transition de l'état anodique à l'état cathodique est atteint. Une fois cette transition effectuée, le film passif reste stable pendant le potentiel d'évolution de l'oxygène de l'électrode. Dans l'analyse de la courbe de polarisation cyclique, nous prenons le potentiel de corrosion (E_{corr}) comme point de référence (tableau IV.10). Cette valeur varie en fonction de la nature du milieu électrolytique et de la durée d'immersion. Nous remarquons que $E_{\text{corr}}(\text{SA de Fusayama à } t_{168\text{h}}) > E_{\text{corr}}(\text{acide lactique à } t_{168\text{h}})$.

$t_{168h} > E_{corr}(\text{acide citrique à } t_{168h}) > E_{corr}(\text{acide acétique à } t_{168h})$. Ainsi le potentiel de corrosion après 168 heures d'immersion (E_{corr}) de la salive artificielle (-327,371 mV) est moins important que celui de l'acide citrique (-501,758 mV), il l'est corrodant que celui de l'acide lactique (-348,445 mV) et de l'acide acétique (-545,644 mV). Plus la valeur du potentiel de corrosion est négative, plus l'agressivité du milieu sur la vitrocéramique dentaire est élevée. Par conséquent, nous pouvons déduire que la salive artificielle causerait moins de corrosion sur la vitrocéramique dentaire par rapport à l'acide citrique, l'acide lactique ou l'acide acétique. Le potentiel de corrosion des échantillons de vitrocéramique change au fil du temps (0, 24, 96, 168 heures) en raison de divers facteurs tels que la formation ou la dégradation des couches d'oxyde protectrices, l'accumulation de produits de corrosion à la surface du matériau, la diffusion et l'adsorption de substances corrosives dans le matériau, entraînant des changements qui peuvent soit augmenter, soit diminuer le potentiel de corrosion. Le résultat spécifique dépend de facteurs tels que la durée d'immersion, le pH et la température du milieu environnant. Ce phénomène est attribué à la création et à la dégradation de la couche d'oxyde protectrice, qui se forme en raison de la dissolution du matériau ou de l'adsorption du milieu électrolytique à sa surface.

Les résultats montrent que la densité de courant dans la salive artificielle a diminué de manière significative, passant de 34,580 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à $t=0$ à 1,183 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à $t=168$ heures, indiquant une diminution significative du taux de corrosion de la vitrocéramique au fil du temps. Cela suggère que la vitrocéramique est résistante à la corrosion dans la salive artificielle. Pour l'acide citrique, la densité de courant a augmenté, passant de 0,023 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à $t=0$ à 0,072 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à $t=168$ heures, indiquant une légère augmentation du taux de corrosion au fil du temps. Cependant, le taux de corrosion global dans l'acide citrique reste très faible. Pour l'acide lactique, la densité de courant a diminué, passant de 13,174 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à $t=0$ à 6,713 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à $t=168$ heures, indiquant une diminution significative du taux de corrosion au fil du temps. Cela suggère que la vitrocéramique est relativement résistante à la corrosion dans l'acide lactique. Dans le cas de l'acide acétique, le taux de corrosion a montré une augmentation notable au fil du temps, avec une densité de courant passant de 0,031 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ à $t=0$ à 1,949 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ après 168 heures. Cela suggère que la vitrocéramique est relativement susceptible à la corrosion dans l'acide acétique. Dans l'ensemble, les résultats suggèrent que la vitrocéramique au disilicate de lithium est relativement résistante à la corrosion dans la salive artificielle et l'acide lactique, mais relativement susceptible à la corrosion dans l'acide acétique. Ces résultats soulignent l'importance de considérer attentivement l'environnement spécifique dans lequel la vitrocéramique sera utilisée. La vitrocéramique démontre une excellente résistance à la

corrosion dans la salive artificielle et l'acide lactique, en faisant de lui un matériau prometteur pour les applications dentaires dans ces conditions. Cependant, la prudence est de mise lors de son utilisation en présence d'acide citrique ou d'acide acétique, car ils peuvent potentiellement accélérer le taux de corrosion. Ces résultats permettent la compréhension des caractéristiques de corrosion de la vitrocéramique, aidant à identifier les matériaux appropriés pour créer des restaurations dentaires robustes et durables.

La différence entre le potentiel de repassivation (E_{rp}) et le potentiel de corrosion E_{corr} ($E_{rp} - E_{corr}$) peut servir d'indicateur de la capacité du matériau à se repasser et de sa résistance à la dégradation. Dans ce cas, sur la base des figures et des paramètres des courbes de polarisation cyclique, nous avons conclu que $E_{rp} = E_{corr}$, ce qui suggère un état passif stable et que les échantillons de vitrocéramique ont une forte tendance à se repasser et à former une couche d'oxyde protectrice à leur surface lorsque le film passif est perturbé. Cela signifie que le matériau est moins susceptible à la dégradation et est plus résistant à l'environnement corrosif, pouvant maintenir son intégrité au fil du temps. La diminution du potentiel de corrosion (E_{corr}) et de la densité de courant (I_{corr}) peut être attribuée au développement d'une couche passive à la surface du matériau après son interaction avec l'environnement environnant. La dissolution des particules du matériau étudié peut contribuer à la formation de cette couche passive. Lorsque la substance entre en contact avec le milieu environnant, les particules présentes à sa surface peuvent se dissoudre et réagir avec le milieu, conduisant à la création d'une couche passive. Cette couche sert de barrière protectrice, empêchant toute interaction ultérieure de la substance avec le milieu et réduisant ainsi son taux de corrosion sur une période spécifique, comme en témoignent les valeurs de V_{corr} (Tableau IV.10).

Tableau IV.10 Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique de la Vitrocéramique dans différentes solutions d'immersion à t=0 heure, t=24 heures, t=96 heures, t=168 heures (E_{corr} = Potentiel de corrosion, R_p = Résistance à la polarisation, I_{corr} = Courant de corrosion, V_{corr} = Taux de corrosion).

Milieu d'immersion	E _{Corr} , (mV vs. Ag/AgCl)				R _p (kohm.cm ²)				I _{corr} (μA/cm ²)				V _{corr} (μm/year)			
	t ₀	t ₂₄	t ₉₆	t ₁₆₈	t ₀	t ₂₄	t ₉₆	t ₁₆₈	t ₀	t ₂₄	t ₉₆	t ₁₆₈	t ₀	t ₂₄	t ₉₆	t ₁₆₈
SA de Fusayama	-534,24	-537,19	-624,94	-327,1	-534,24	-538,15	-625	-320	34,58	4,37	2,607	1,183	0,071	0,00907	0,00540	0,00245
Acide citrique	-219,56	-266,04	-250,24	-501,75	-201,56	-269,04	-272	-501,75	0,023	0,314	0,013	0,702	4,76x10 ⁻⁵	6,507x10 ⁻⁴	2,69x10 ⁻⁵	0,001455
Acide lactique	-547,61	-558,97	-544,87	-348,45	-547,61	-576,10	-537	-344	13,17	29,62	0,147	6,713	0,027	0,06139	3,04x10 ⁻⁴	0,01391
Acide acétique	-577,27	-440,38	-473,65	-545,64	-543,27	-406,03	-482	-537	0,031	1,15	1,720	1,949	6,42x10 ⁻⁵	0,002392	0,0035	0,00404

La couche passive peut également fournir une surface plus stable et uniforme pour que les réactions électrochimiques se produisent, ce qui peut entraîner une diminution de la densité de courant. Le processus de corrosion dans les substances métalliques et non métalliques, comme la vitrocéramique explorée dans cette recherche, implique fréquemment la formation d'une couche passive qui émerge de la dissolution des particules. Il est important de comprendre les facteurs qui contribuent à la formation et à la stabilité de cette couche pour améliorer la résistance à la corrosion des matériaux et assurer leur performance à long terme dans différents environnements [191]. Pour cela, il est important de connaître les réactions survenues lors de la polarisation cyclique des échantillons de vitrocéramique à base de disilicate de lithium IPS e.max press dans les différents milieux électrolytiques, ces réactions peuvent être estimées en fonction des résultats MEB/EDX et des potentiels redox des espèces impliquées. Le potentiel redox fait référence à la capacité d'une espèce à acquérir ou à libérer des électrons, ce qui est lié à son état d'oxydation. En tenant compte de la composition des vitrocéramiques à base de disilicate de lithium IPS e.max, voici les réactions anodiques et cathodiques suggérées qui pouvant se produire lors de l'immersion dans les différents milieux acides :

Dans la salive artificielle Fusayama, la réaction anodique implique la dissolution du dioxyde de silicium (SiO_2) des échantillons de vitrocéramique, formant de l'acide silicique ($\text{Si}(\text{OH})_4$) et libérant des électrons (e^-). La réaction cathodique implique la réduction de l'eau (H_2O) en consommant des électrons pour former de l'hydrogène (H_2) et des ions hydroxyles (OH^-).

Cependant, dans les environnements de l'acide citrique, de l'acide lactique et de l'acide acétique, les réactions anodiques impliquent la dissolution des composants des échantillons de vitrocéramique (Li_2O et SiO_2) pour former des ions lithium (Li^+), de $\text{Si}(\text{OH})_4$ et $\text{Si}(\text{OH})_6$, et la libération d'électrons (e^-). Les réactions cathodiques impliquent la réduction des ions hydrogène (H^+) pour former de l'hydrogène (H_2). Ce phénomène de réactions électrochimiques peut impacter les caractéristiques de dégradation des échantillons de vitrocéramique dans des environnements acides spécifiques.

Lorsque la concentration d'oxygène dissous augmente dans un mélange, davantage d'ions OH^- sont créés pendant le processus de dépolarisation de l'oxygène, entraînant un déplacement de l' E_{corr} vers des valeurs de plus en plus négatives. Les réactions spécifiques dépendent de la nature et de la concentration des espèces acides et de la chimie de surface de la vitrocéramique elle-même [207].

La courbe de polarisation cyclique des vitrocéramiques suggère une passivation spontanée, avec une large plage de passivation indiquant un matériau passif stable. Les oscillations observées sont cohérentes avec le maintien continu (formation/dissolution) de la couche passive. Le film inerte est remarquablement stable. De faibles courants sont présents [207]

Le potentiel de corrosion a initialement augmenté dans les 5 premiers jours d'immersion, suivi d'une diminution ultérieure, attribuée à la création et à la dissolution d'une couche d'oxyde protectrice formée soit par dissolution du matériau, soit par adsorption du milieu électrolytique à sa surface. Ainsi, l'échantillon dans l'acide acétique à 80°C a montré des fluctuations minimales de son potentiel de corrosion pendant toute la période d'immersion, indiquant un comportement distinct par rapport à d'autres environnements acides.

II.2.3. Polarisation cyclique de l'alumine

Comme illustré dans la figure IV.11, pour les échantillons d'alumine dans l'environnement de la salive artificielle de Fusayama (pH 6,8 à 37 °C), les résultats de cette interaction entre l'alumine et la salive artificielle, observés lors des tests de polarisation cyclique (figure IV.11, A), peuvent indiquer une évolution dynamique des réactions électrochimiques à l'interface entre l'alumine et l'environnement corrosif simulé.

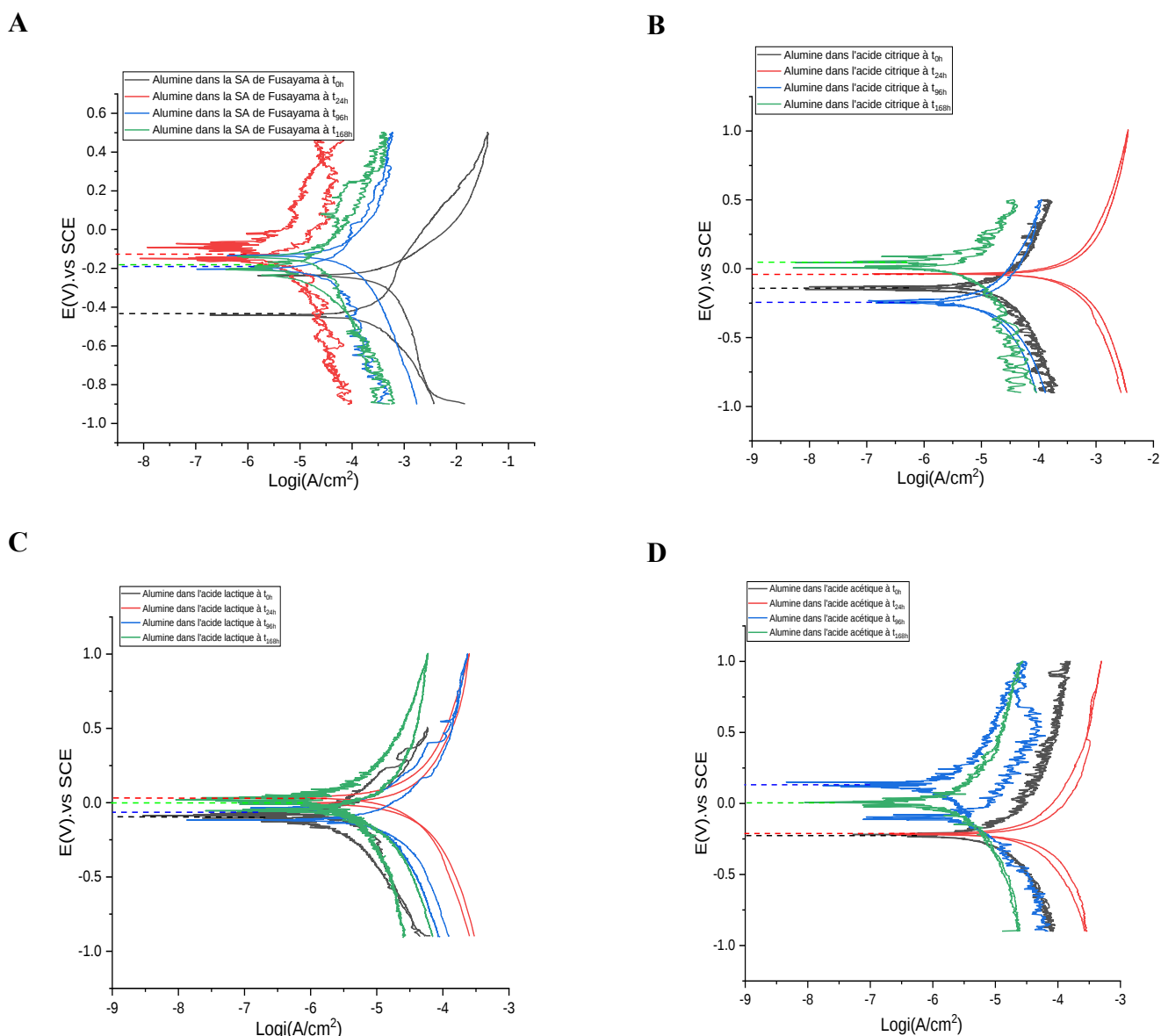


Figure IV. 11. Courbes de polarisation cyclique des échantillons d'alumine sous diverses conditions : A) Dans la salive artificielle de Fusayama, B) Dans 2 % d'acide citrique, et C) Dans 2 % d'acide lactique à une température de 37°C. De plus, D) Dans 4 % acide acétique à une température de 80°C, avec des durées d'immersion de 0h, 24h, 96h et 168 heures pour tous les milieux testés.

Initialement, à 0 heure, une réponse relativement non superposable est observée entre les courbes anodique et cathodique, créant une petite boucle d'hystérèse. Cette boucle d'hystérèse peut suggérer des réactions anodiques et cathodiques simultanées, indiquant un manque d'équilibre électrochimique à ce stade. Cela est soutenu par des résultats de recherche antérieurs sur la réactivité de l'alumine en contact avec l'environnement salivaire, où l'alumine interagit avec l'eau pour produire des hydroxydes d'aluminium et des espèces silicatées qui peuvent

réagir pour former des silicates d'aluminium et des complexes silicates d'aluminium. La corrosion de l'alumine peut être favorisée par la présence de composés tels que les ions chlorure dans la salive [206-208].

Néanmoins, à mesure que le temps d'immersion augmente (à 24, 96 et 168 heures), cette boucle d'hystérésis formée entre le point d'intersection des courbes anodique et cathodique diminue. La disparition progressive de la boucle d'hystérésis suggère un réalignement des réactions anodiques et cathodiques, indiquant un équilibre électrochimique accru au fil du temps. L'équilibre électrochimique devient plus visible dans la réponse de la polarisation cyclique, soulignant une tendance à la passivation et au développement d'une surface subissant la formation d'une couche protectrice sur les échantillons d'alumine. Une variation du potentiel de corrosion E_{corr} est observée au fil du temps (tableau IV.11), suggérant une interaction complexe entre les réactions anodiques et cathodiques. La résistance à la polarisation R_p augmente de manière significative, indiquant une possible diminution du taux de corrosion. Cependant, le courant de corrosion I_{corr} reste relativement faible, suggérant une certaine protection contre la corrosion.

Tableau IV.11 Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique pour l'Alumine dans différentes solutions d'immersion à t=0 heure, t=24 heures, t=96 heures, t=168 heures (E_{corr} = Potentiel de corrosion, R_p = Résistance à la polarisation, I_{corr} = Courant de corrosion, V_{corr} = Taux de corrosion.)

	E_{corr} , (mV vs. Ag/AgCl)				R_p (kohm.cm ²)				I_{corr} (μA/cm ²)				V_{corr} (mm/an)			
	t0	t24	t 96	t 168	t0	t24	t96	t168	t0	t24	t96	t168	t0	t24	t96	t168
SA de Fusayama	-462,176	-106,077	-117,623	-171,874	37795	13,1x10 ⁶	921965	1,87x10 ⁶	0,690	1,987x10 ⁻³	0,028	0,013	1,005x10 ⁻⁶	2,879x10 ⁻⁹	4,084x10 ⁻⁶	1,887x10 ⁻⁶
Acide citrique	-152,217	-11,958	-223,959	-4,251	4,41x10 ⁶	276742	6,42x10 ⁶	14,8x10 ⁶	5,921x10 ⁻³	0,094	4,064x10 ⁻³	1,763x10 ⁻³	8,60x10 ⁻⁹	1,364x10 ⁻⁵	5,894x10 ⁻⁹	2,556x10 ⁻⁹
Acide lactique	-186,812	55,927	-112,416	-46,375	16,9x10 ⁶	3,58x10 ⁶	7,1x10 ⁶	17,7x10 ⁶	1,545x10 ⁻³	7,288x10 ⁻³	3,673x10 ⁻³	1,470x10 ⁻³	2,040x10 ⁻⁹	9,615x10 ⁻⁹	4,843x10 ⁻⁹	1,938x10 ⁻⁹
Acide acétique	-213,754	-215,651	203174	31,258	8,57x10 ⁶	2,4x10 ⁶	18,7x10 ⁶	39,5x10 ⁶	3,043x10 ⁻³	0,010 8	1,398x10 ⁻³	0,660x10 ⁻³	4,326x10 ⁻⁹	1,577x10 ⁻⁵	2,038x10 ⁻⁹	9,625x10 ⁻¹⁰

Les valeurs de vitesse de corrosion (V_{corr} en mm/an) pour l'alumine dans la salive artificielle de Fusayama confirment ces observations. À 0 heure, la V_{corr} est de $1,005 \times 10^{-6}$ mm/an. Cependant, à 24 heures, cette vitesse diminue considérablement à $2,879 \times 10^{-9}$ mm/an, et reste faible à 96 et 168 heures, avec des valeurs respectives de $4,084 \times 10^{-6}$ mm/an et $1,887 \times 10^{-6}$ mm/an, ce qui démontre une passivation accrue au fil du temps. Dans le cas de l'acide citrique (figure IV.11, B, le tableau IV.11), une diminution significative d' E_{corr} indique une tendance à la corrosion, tandis que l'augmentation de la R_p suggère une réduction du taux de corrosion. Le I_{corr} , bien qu'il soit variable, reste à des niveaux modérés, indiquant une résistance apparente à la corrosion. Cependant, cette variabilité pourrait également signaler des fluctuations dans la passivation, soulignant la nécessité d'une évaluation continue. Les vitesses de corrosion calculées montrent une tendance similaire, avec une V_{corr} initiale de 8.60×10^{-9} mm/an à 0 heure, diminuant à 5.894×10^{-9} mm/an à 96 heures, ce qui indique une certaine protection.

Pour l'acide lactique, comme le montre la figure IV.11, C et le tableau IV.11, les changements observés dans E_{corr} , R_p et I_{corr} suivent une tendance similaire, avec des fluctuations indiquant une possible passivation temporaire. Cependant, la présence d'une protection contre la corrosion est apparente. Les valeurs de V_{corr} soutiennent cette interprétation, avec une diminution de la vitesse de corrosion de 2.040×10^{-9} mm/an à 0 heure à 1.938×10^{-9} mm/an à 168 heures. En ce qui concerne l'acide acétique (figure IV.11, D et tableau IV.11), la diminution d' E_{corr} et les variations de R_p suggèrent une susceptibilité à la corrosion. Cependant, le maintien d' I_{corr} à des niveaux relativement bas indique une certaine résistance à la corrosion. Néanmoins, la nécessité de surveiller attentivement l'état de la protection demeure, surtout dans des conditions plus agressives. Les vitesses de corrosion montrent une tendance similaire, avec une V_{corr} de 4.326×10^{-9} mm/an à 0 heure, diminuant progressivement à 9.625×10^{-10} mm/an à 168 heures.

En comparaison avec la salive artificielle de Fusayama, toutes les solutions corrosives présentent des tendances similaires d'amélioration de la résistance à la corrosion au fil du temps, indiquant une réponse électrochimique bénéfique des matériaux par la formation d'un phénomène de passivation temporaire [209-210].

La passivation, un mécanisme préventif répandu contre la corrosion, se caractérise par la création d'une couche protectrice à la surface du matériau [210]. Cependant, il est crucial de reconnaître que la passivation est intrinsèquement dynamique, sa nature temporaire étant attribuée à des phénomènes électrochimiques complexes. Cette complexité peut conduire au

développement rapide d'un film passivant après la dissolution initiale, le rendant moins visible dans les courbes de polarisation cyclique [213].

Le comportement de l'alumine dans des environnements acides, largement étudié, révèle ses propriétés catalytiques remarquables dans les processus oxydatifs, en particulier ceux impliquant la perte de protons lors des réactions de transfert d'électrons. L'alumine, servant de catalyseur en présence d'acide, présente des réponses électrochimiques complexes influencées par ses propriétés acido-basiques. Les caractéristiques de surface de l'alumine, notamment son acidité et son alcalinité, jouent un rôle déterminant dans son comportement, surtout en conditions acides.

Des études menées par Zak et al. [214] observent systématiquement que l'alumine agit comme un catalyseur pour les processus oxydatifs impliquant la perte de protons dans les réactions de transfert d'électrons. De plus, des recherches de George et al. [215] mettent en évidence une catalyse apparente des processus redox facilitée par les groupes oxydes accepteurs de protons à la surface de l'alumine. Ce comportement catalytique souligne le potentiel de l'alumine à influencer et à améliorer les réactions chimiques en environnements acides, avec les applications en catalyse et en électrochimie.

L'influence catalytique observée de l'alumine, mise en évidence par son impact sur les réactions de transfert d'électrons, s'aligne avec la compréhension de la nature dynamique de la passivation, soulignant l'interaction complexe des processus électrochimiques [202]. Dans des conditions agressives, ce processus dynamique peut ne pas fournir une protection soutenue, et le matériau pourrait subir une corrosion progressive au fil du temps, comme conclu par H. Salimkhani et al. [216].

II.2.4. Polarisation cyclique du feldspath

Comme indiqué dans la courbe de polarisation cyclique présentée dans la figure IV.12, le feldspath présente une courbe de polarisation anodique particulièrement similaire à la courbe de polarisation cathodique, ce qui signifie un équilibre électrochimique.

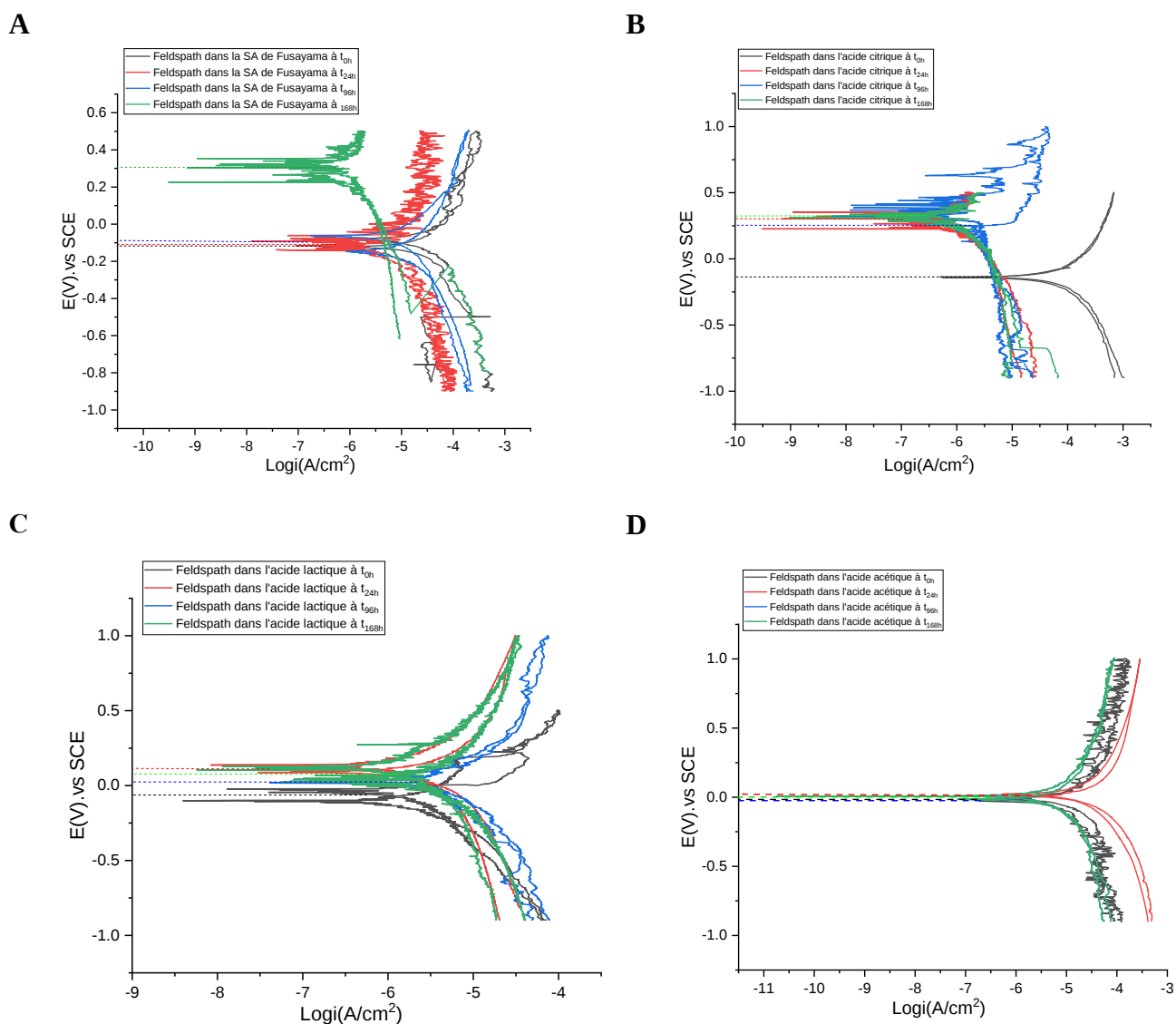


Figure IV. 12 Courbes de polarisation cyclique pour les échantillons de feldspath dans diverses conditions : A) Dans la salive artificielle de Fusayama, B) Dans 2% d'acide citrique, et C) Dans 2% d'acide lactique à une température de 37°C. De plus, D) Dans 4% d'acide acétique à 80°C, avec des durées de 0h, 24h, 96h et 168 heures pour tous les milieux testés.

Correspondamment, les paramètres de corrosion pour les échantillons de feldspath présentés dans le tableau IV.12 indiquent un schéma successif.

Tableau IV.12 Paramètres électrochimiques obtenus à partir des courbes de polarisation cyclique pour le Feldspath dans différentes solutions d'immersion à t=0 heure, t=24 heures, t=96 heures, t=168 heures (E_{corr} = Potentiel de corrosion, R_p = Résistance à la polarisation, I_{corr} = Courant de corrosion, V_{corr} = Taux de corrosion).

	E _{corr} , (mV vs. Ag/AgCl)				R _p (kohm.cm ²)				I _{corr} (μA/cm ²)				V _{corr} (mm/an)			
	t ₀	t ₂₄	t ₉₆	t ₁₆₈	t ₀	t ₂₄	t ₉₆	t ₁₆₈	t ₀	t ₂₄	t ₉₆	t ₁₆₈	t ₀	t ₂₄	t ₉₆	t ₁₆₈
SA de Fusayama	-231,745	-47,209	-137,367	-83,553	3,25x10 ⁶	12,9x10 ⁶	3,92x10 ⁶	1,73x10 ⁶	8,021x10 ⁻³	2,027x10 ⁻³	6,655x10 ⁻³	0,015	0,0211	0,0113	0,0195	0,0505
Acide citrique	-163,672	338,109	345,178	304,449	982551	0,1x10 ⁹	0,106x10 ⁹	72,4x10 ⁶	0,026	0,260x10 ⁻³	0,246x10 ⁻³	0,360x10 ⁻³	0,0045	0,0007	0,0008	0,0006
Acide lactique	-225,875	92,107	-14,756	22,746	10,8x10 ⁶	26,6x10 ⁶	14,7x10 ⁶	29,7x10 ⁶	2,410x10 ⁻³	0,979x10 ⁻³	1,770x10 ⁻³	0,877x10 ⁻³	0,0124	0,0031	0,0055	0,0028
Acide acétique	-37,683	131,805	-21,525	-20,069	8,38E ⁶	2,54x10 ⁶	12,7x10 ⁶	12,7x10 ⁶	3,111x10 ⁻³	0,010	2,054x10 ⁻³	2,060x10 ⁻³	0,0056	0,0007	0,0051	0,0051

Dans l'environnement de la salive artificielle de Fusayama (figure IV.12, A et tableau IV.12), E_{corr} a diminué au fil du temps, indiquant une tendance à la corrosion, tandis que R_p a augmenté, impliquant une atténuation potentielle du taux de corrosion. I_{corr} a montré une variabilité tout en maintenant des niveaux modérés, suggérant une résistance notable à la corrosion. Les fluctuations observées peuvent potentiellement signifier des phénomènes de passivation transitoire. Les valeurs de V_{corr} , quant à elles, montrent une augmentation progressive, passant de 0,0211 mm/an à 0,0505 mm/an, ce qui corrobore l'indication d'une tendance à la corrosion au fil du temps, bien que les niveaux restent modérés.

Dans le cas de l'acide citrique, comme le montre la figure IV.12, B et les paramètres électrochimiques données au tableau IV.12, une réduction notable E_{corr} couplée à une augmentation de R_p a été observée, signifiant une prédisposition à la corrosion. Les valeurs variées de I_{corr} , bien que toujours à des niveaux relativement bas, dénotent une résistance inhérente à la corrosion. Néanmoins, la variabilité observée peut faire allusion à des fluctuations dans la passivation. Les valeurs de V_{corr} pour l'acide citrique sont restées très basses, de 0,0045 mm/an à 0,0006 mm/an, ce qui suggère une bonne résistance globale à la corrosion malgré les fluctuations observées dans les autres paramètres.

De même, dans l'acide lactique, (Figure IV.12, C et Tableau IV.12), E_{corr} a démontré une diminution, et R_p a montré une augmentation, suggérant une propension à la corrosion. I_{corr} , affichant une variabilité, a maintenu des niveaux modérés, indicatifs d'une résistance à la corrosion, et les fluctuations observées peuvent indiquer des phénomènes de passivation transitoire. Les valeurs de V_{corr} ont montré une tendance à la baisse avec le temps, allant de 0,0124 mm/an à 0,0028 mm/an, ce qui indique une amélioration de la résistance à la corrosion sur la période testée.

Pour l'acide acétique, (Figure IV.12, D et Tableau IV.12), les variations observées dans E_{corr} et R_p suggèrent une susceptibilité à la corrosion. I_{corr} a montré une variabilité mais est resté comparativement bas, reflétant une résistance à la corrosion. Cependant, une surveillance diligente est impérative en raison des variations observées. Les valeurs de V_{corr} sont relativement stables mais montrent une légère augmentation à 168 heures, atteignant 0,0056 mm/an, ce qui nécessite une attention continue à l'évaluation de la corrosion.

La diminution E_{corr} signifie une tendance à la corrosion, tandis que l'augmentation de R_p laisse entrevoir une réduction potentielle du taux de corrosion. Les variations de I_{corr} peuvent signifier des processus de passivation transitoire. Les valeurs de V_{corr} corroborent ces

observations en montrant des tendances générales de corrosion modérée avec des fluctuations, ce qui est indicatif d'une réponse favorable du matériau aux environnements corrosifs testés. En comparaison avec la salive artificielle de Fusayama, le comportement électrochimique du feldspath démontre une adaptation positive à ces conditions, ce qui est indicatif d'une réponse favorable du matériau aux environnements corrosifs testés.

L'infiltration d'acide dans le feldspath entraîne la dissolution des oxydes au sein de la structure, provoquant la création de pores à la surface des grains de feldspath. Ce processus de lixiviation conduit à des surfaces plus rugueuses avec une plus grande aire spécifique, facilitant l'activation et la dissolution des ions. Ainsi, cette réaction peut également jouer un rôle dans la formation dynamique d'une couche protectrice d'oxydes à la surface du matériau. Les changements morphologiques observés, tels que la transformation de petites particules en une forme plus sphérique, indiquent un remodelage de la surface en réponse à la dissolution et à la pénétration acide, soulignant la dynamique de la formation de la couche protectrice.

III. État de surface et de la microstructure des céramiques dentaires dans la salive artificielle de Fusayama et les solutions acides

Pour caractériser les échantillons, deux méthodes ont été utilisées : la microscopie électronique à balayage avec spectroscopie dispersive en énergie de rayons X (MEB/EDX) et la diffraction des rayons X (DRX). L'examen utilisant la MEB-EDX a été réalisé pour explorer les caractéristiques de surface, la composition chimique et la microstructure des échantillons de céramiques dentaires après 168 heures d'immersion dans la salive artificielle de Fusayama, 2% d'acide citrique, 2% d'acide lactique, 4% d'acide acétique.

III.1. Analyse de la surface par microscope électronique à balayage couplée à l'EDX

III.1.1. MEB/EDX de la zircone

L'analyse MEB-EDX, illustrée dans la figure IV.13, a révélé l'existence de composants particuliers à la surface des échantillons de zircone utilisés après une immersion dans diverses solutions électrolytiques pendant 168 heures.

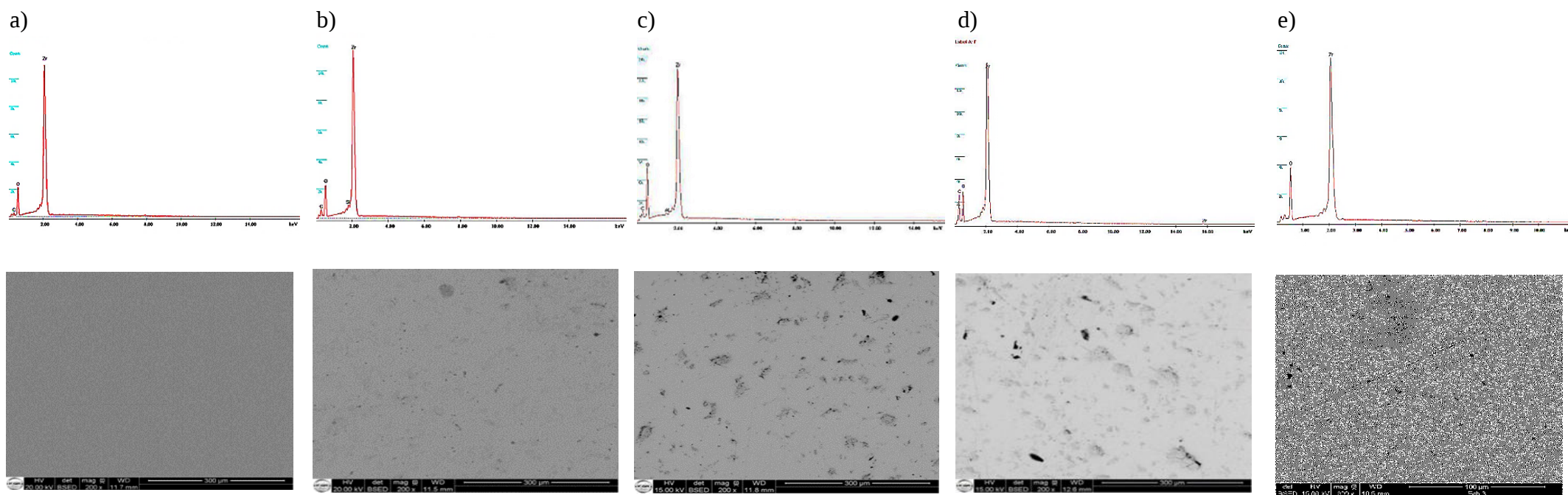


Figure IV. 13 Observations et analyse de la composition élémentaire ont été réalisées à l'aide d'un MEB/EDX: a) Zircone avant exposition, b) Zircone après 168 heures d'exposition dans la salive artificielle de Fusayama à 37°C, c) Zircone après 168 heures d'exposition dans l'acide citrique à 37°C, d) Zircone après 168 heures d'exposition dans l'acide lactique à 37°C, et e) Zircone après 168 heures d'exposition dans l'acide acétique à 80°C.

Après une période d'immersion de 168 heures, l'apparition de diverses décolorations et porosités devient évidente. Cette observation indique que la surface a subi une altération pouvant être liée à l'impact de son immersion. Après une immersion de 168 heures dans la salive artificielle de Fusayama, l'analyse MEB/EDX a permis de détecter les éléments Zr, Si, O et C, impliquant des changements spécifiques dans la surface des céramiques en zircone en raison de l'exposition à la SA. En revanche, l'exposition à l'acide citrique a révélé la présence des éléments Zr, Al, O et C, ce qui indique la formation d'une couche à la surface résultant de l'interaction entre l'acide citrique et les céramiques en zircone sur la même durée. De même, l'immersion dans l'acide lactique pendant 168 heures a révélé des composants de zirconium, d'oxygène et de carbone, suggérant la formation d'une couche protectrice grâce à l'interaction de l'acide lactique et des céramiques en zircone. Enfin, l'exposition à l'acide acétique pendant 168 heures a conduit à l'identification par MEB/EDX des composants Zr et O, formant la couche protectrice à la surface des céramiques en zircone pendant l'exposition à l'acide acétique.

Chevalier et al. [217] ont étudié l'impact de la dégradation à basse température de la zircone à surface poreuse. Ils ont démontré que la porosité de la surface accélère la dégradation, rendant la zircone plus vulnérable aux attaques acides. Sun et Hong [218] ont mené une revue complète sur diverses modifications de surface pour les implants dentaires en zircone, mettant en évidence le rôle crucial du maintien de la stabilité de la surface, surtout dans des environnements acides, pour l'efficacité à long terme des restaurations dentaires. Ces études soulignent collectivement l'observation répandue dans la littérature selon laquelle la stabilité de surface des céramiques dentaires en zircone peut être affectée pendant une exposition à court terme aux milieux acides. Cela souligne l'importance de mettre en œuvre des modifications de surface appropriées et une sélection minutieuse des matériaux pour la performance et la résilience prolongées des restaurations dentaires à base de zircone dans les environnements oraux acides.

Notre analyse MEB/EDX soutient l'idée que la morphologie de surface et la composition élémentaire des céramiques en zircone restent relativement inchangées après exposition à différents environnements acides. Ce constat s'aligne avec des études de recherche précédentes qui démontrent l'excellente résistance des céramiques dentaires en zircone aux environnements acides [190]. En outre, la présence de couches passives à la surface, comme le rapportent plusieurs études, concorde avec nos observations de couches doubles électriques stables et de la formation d'éléments capacitifs dans nos tests électrochimiques [204]. Ces résultats valident le potentiel des céramiques en zircone en tant que matériau fiable pour les restaurations

dentaires et affirment que les résultats obtenus dans notre étude sont conformes à ceux trouvés dans la littérature.

Des recherches antérieures sur les méthodes pour améliorer la résistance à la corrosion et des études examinant la réponse des restaurations entièrement en céramique à l'exposition aux acides, y compris les variations de vulnérabilité parmi différents matériaux, soutiennent et complètent également notre analyse MEB/EDX. La création de films de surface principalement composés d'oxydes de zirconium, comme démontré dans l'étude de Sulaiman et al. [219], contribue en outre à la compréhension de la manière dont les céramiques en zircone peuvent supporter les conditions acides et maintenir leurs propriétés structurales et de surface.

De plus, des recherches ont exploré l'impact des environnements acides sur les matériaux CAD/CAM, englobant leur dureté, texture de surface et propriétés d'usure [220]. Différents matériaux peuvent montrer des degrés variés de résistance aux conditions acides, rendant essentiel de considérer les activités intra-orales de routine et de mener des recherches supplémentaires pour mieux comprendre leur comportement [220]. Dans une étude *in vitro* se concentrant sur l'impact du pH sur les matériaux CAD/CAM [221], les chercheurs ont examiné l'influence des boissons gazeuses acides sur le taux d'usure et la rugosité de divers matériaux de restauration CAD/CAM. Les résultats ont révélé que les matériaux à base de résine CAD/CAM étaient significativement affectés par les boissons gazeuses à faible pH, entraînant une usure volumétrique. En revanche, des matériaux tels que le disilicate de lithium et la zircone haute translucidité ont démontré une plus grande résistance à l'abrasion causée par ces boissons [221]. Nos résultats s'alignent avec des études de recherche précédentes qui démontrent l'excellente résistance des céramiques dentaires en zircone aux environnements acides. En outre, la présence de couches passives à la surface des échantillons de zircone, comme le rapportent plusieurs études, est en accord avec nos observations de formation de la double couche électrique stable et de la formation d'éléments capacitifs dans nos tests électrochimiques, validant son potentiel en tant que matériau fiable pour les restaurations dentaires.

III.1.2. MEB/EDX de la vitrocéramique

La Figure IV.14 présente les échantillons de vitrocéramique après 168 heures d'exposition. Les morphologies obtenues ont révélé d'importantes modifications de surface. L'analyse a montré que les surfaces des échantillons étudiés étaient dominées par l'oxygène, le silicium et le carbone, indiquant la présence des principaux constituants de la Vitrocéramique au disilicate de lithium IPS e.max press. De plus, des impuretés ont été observées comme l'étain, le calcium, l'azote, le zirconium et d'autres composés, pouvant être attribuées au processus de fabrication et/ou à l'interaction avec les milieux d'immersion. La présence d'étain suggère la présence de faibles doses d'oxydes utilisés comme opacifiants dans le processus de fabrication des céramiques dentaires. La présence de calcium et d'azote peut être attribuée à la précipitation du milieu salivaire artificiel à la surface de l'échantillon, indiquant la formation d'une couche protectrice qui confère une résistance aux phénomènes de dégradation [191].

La présence de composés de zirconium observée dans certains échantillons peut être attribuée à des doses plus faibles dans le processus de stabilisation. Ces résultats soulignent l'influence de la composition, du processus de fabrication et du sablage sur les caractéristiques de surface et la conductivité des échantillons de la vitrocéramique [220].

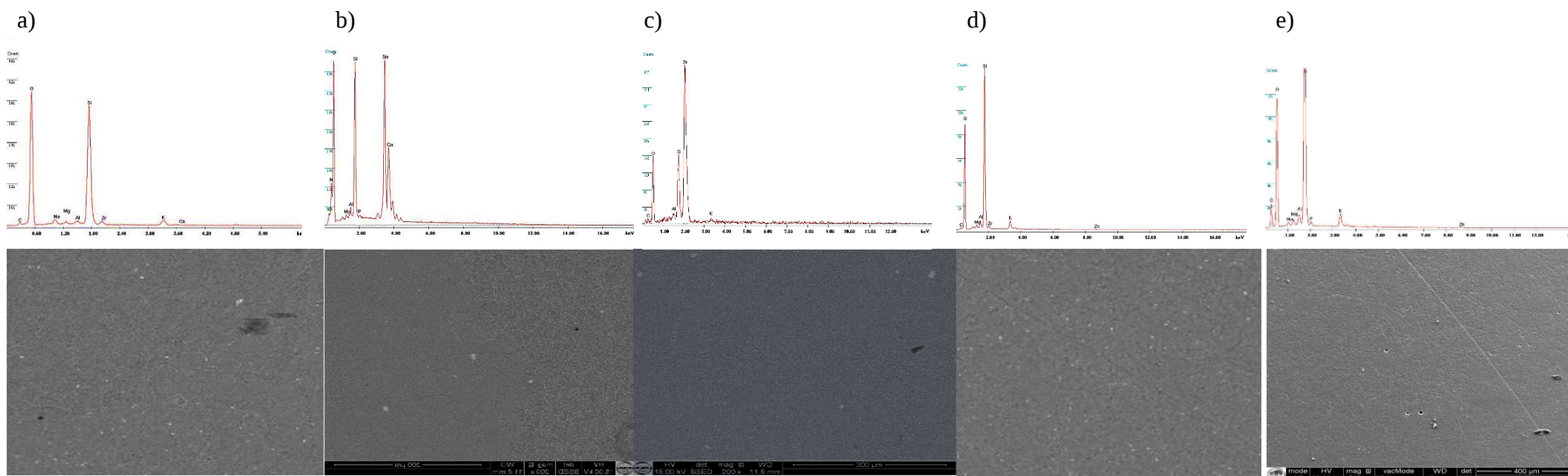


Figure IV. 14 Observations et analyse de la composition élémentaire MEB/EDX : a) Vitrocéramique avant exposition, b) Vitrocéramique après 168 heures d'exposition dans la salive artificielle de Fusayama à 37°C, c) Vitrocéramique après 168 heures d'exposition dans l'acide citrique à 37°C, d) Vitrocéramique après 168 heures d'exposition dans l'acide lactique à 37°C, et e) Vitrocéramique après 168 heures d'exposition dans l'acide acétique à 80°C.

La Figure IV.14 présente les résultats de l'examen MEB, révélant des différences distinctes dans les états de surface entre le témoin et les échantillons immergés dans des milieux acides à différentes températures. Le témoin (Figure IV.14, a) présente une surface uniforme et moins poreuse, tandis que les échantillons immergés affichent des modifications et des tâches à leurs surfaces, indiquant l'effet de l'immersion dans différents milieux acides. Ces résultats ont été combinés à l'analyse EDX, qui a révélé des disparités dans la composition élémentaire entre les différents échantillons. Pour les échantillons en immersion dans la salive artificielle de Fusayama, nous montrons la présence du calcium, du carbone, de l'azote et de l'étain, tandis que les échantillons en immersion dans l'acide citrique nous trouverons du carbone, de zirconium et de potassium. Les échantillons en immersion dans l'acide lactique montrent la présence de carbone, de magnésium, de zirconium, de potassium et de zinc. Enfin, pour les échantillons en immersion dans l'acide acétique il y'a la présence de silicium, de magnésium, d'aluminium, d'oxygène, de zirconium, de potassium, de zinc et d'autres éléments. La présence de ces différents composés indique les interactions et réactions entre les échantillons de vitrocéramique et les milieux d'immersion. La formation de sites actifs à la surface peut contribuer à la dégradation du matériau dans les milieux acides[221].

Ces résultats ont permis de comprendre le comportement et la performance des échantillons de vitrocéramique dans différents environnements. La prévalence de l'oxygène, du silicium et du carbone observée à la surface des échantillons étudiés correspond aux principaux éléments présents dans les échantillons de céramique vitreuse. Cela indique l'intégrité et la stabilité de la composition du matériau pendant le processus d'immersion à 37 °C. Cependant, la présence d'impuretés telles que l'étain, le calcium, l'azote et le composé de zirconium suggère l'influence du processus de fabrication et de l'interaction avec les milieux d'immersion. La formation d'une couche cristalline protectrice à la surface des échantillons, comme l'indique la présence de composés de calcium et d'azote, met en évidence la capacité du matériau à former une barrière contre les phénomènes de dégradation. Cette couche protectrice contribue à la résistance à la corrosion et à la stabilité à long terme des échantillons de vitrocéramique dans les environnements acides [222-223]. De plus, la faible dose de composés de zirconium observée dans certains échantillons suggère son rôle dans l'amélioration du processus de stabilisation et des performances du matériau.

Les variations observées dans la morphologie de surface entre le témoin (Figure IV.14, a) et les échantillons immergés dans divers milieux acides indiquent que les différents milieux acides

affectent les échantillons différemment. Les changements et les décolorations observés sur les surfaces de ces échantillons immergés impliquent que les milieux acides peuvent provoquer des altérations de surface qui peuvent potentiellement servir de sites actifs pour la dégradation du matériau. Cependant, l'observation la plus intrigante provient des échantillons immergés dans l'acide acétique à 80 degrés Celsius (Figure IV.14, e). L'analyse MEB révèle l'apparition de trous noirs distincts à la surface de ces échantillons, indiquant des altérations de surface significatives. Ces trous noirs suggèrent des zones localisées de dégradation du matériau ou des changements [73]. La formation de trous noirs peut être attribuée à une combinaison de facteurs. La température élevée pendant l'immersion a probablement intensifié les effets corrosifs de l'acide acétique sur les échantillons de céramique vitreuse, conduisant à une dégradation ou dissolution accrue du matériau. Par conséquent, la dissolution ou l'élimination de certains constituants du matériau pourrait conduire à la formation de vides ou de cavités, se manifestant visuellement sous forme de trous noirs à la surface. D'autres études plus approfondies sont nécessaires pour comprendre précisément la nature et les mécanismes sous-jacents de ces trous noirs. Il est essentiel d'explorer les interactions chimiques spécifiques entre l'acide acétique et les échantillons de vitrocéramique, étant donné la nature acide dudit milieu, qui peut induire une gravure ou une dissolution localisée de composants spécifiques du matériau [224]. De plus, il convient d'examiner la contribution potentielle des impuretés ou des irrégularités structurales à l'intérieur du matériau, car elles pourraient influencer la formation de ces trous noirs.

L'analyse MEB-EDX, combinée aux résultats des tests électrochimiques, permet une compréhension approfondie des propriétés de surface et du comportement de dégradation des échantillons de vitrocéramique immergés dans des milieux acides. Les tests électrochimiques ont permis d'évaluer quantitativement le comportement de corrosion, tandis que l'analyse MEB-EDX a fourni des informations détaillées sur la morphologie de surface et la composition élémentaire. Les images MEB obtenues à partir des échantillons soumis à l'immersion dans divers milieux acides ont révélé des modifications significatives de surface par rapport au témoin. Ces modifications ont été confirmées par l'analyse EDX, qui a identifié des éléments spécifiques présents dans chaque groupe. La composition élémentaire variable observée dans l'analyse MEB-EDX indique les interactions et réactions entre les échantillons de vitrocéramique et les milieux d'immersion, éclairant les modifications de surface et les mécanismes potentiels de dégradation. Notamment, lors de la comparaison des échantillons de vitrocéramique immergés dans l'acide acétique à 80 degrés Celsius avec le témoin, l'analyse MEB a révélé la présence de trous noirs à la surface des échantillons immergés. Ces trous noirs

indiquent une altération distincte de la morphologie de surface et peuvent potentiellement signaler des zones localisées de dégradation du matériau ou de changements structuraux. La corrélation entre les résultats des tests électrochimiques et les conclusions de l'analyse MEB-EDX est notable.

Le processus de détérioration des échantillons de vitrocéramique IPS e.max Press à base de disilicate de lithium dans les milieux acides peut être attribué à plusieurs facteurs, notamment des réactions chimiques, une dissolution et une désintégration du matériau. Voici un mécanisme possible basé sur les résultats et les observations :

- ✚ **Réactions chimiques** : Lorsque les échantillons de vitrocéramique sont immergés dans des milieux acides, tels que l'acide acétique, des réactions chimiques se produisent entre l'acide et les composants du matériau. L'acide acétique, en tant que milieu acide, peut initier des réactions acido-basiques avec les composants de la céramique vitreuse, entraînant la libération d'ions et la formation de composés solubles.
- ✚ **Dissolution** : Les réactions entre le milieu acide et les composants des échantillons de vitrocéramique peuvent entraîner la dissolution de certains constituants. Ce processus de dissolution pourrait conduire à l'élimination de composants de la surface du matériau, provoquant des modifications de sa composition et de sa morphologie.
- ✚ **Détérioration du matériau** : La dissolution des constituants et l'élimination des éléments de la surface des échantillons de vitrocéramique peuvent conduire à la détérioration du matériau. Comme certains composants sont lessivés, des vides ou des cavités peuvent se former à la surface, apparaissant visuellement sous forme de trous noirs. Ces vides ou cavités peuvent indiquer des zones localisées de dégradation du matériau ou des changements structuraux.
- ✚ **Accélération de la corrosion** : La température élevée du milieu acide, comme lors de l'immersion dans l'acide acétique à 80 degrés Celsius, peut accélérer les effets corrosifs sur les échantillons de céramique vitreuse. La température élevée intensifie les réactions chimiques entre le milieu acide et le matériau, entraînant une dégradation accrue du matériau, une dissolution et la formation de vides ou de cavités.

Le mécanisme spécifique de détérioration des échantillons de vitrocéramique IPS e.max Press à base de disilicate de lithium dans les milieux acides peut être influencé par des facteurs tels que la composition, la microstructure et les conditions de traitement. Des investigations supplémentaires, incluant des techniques spectroscopiques avancées et une enquête

approfondie, sont nécessaires pour comprendre complètement les réactions chimiques fondamentales et les mécanismes impliqués dans le processus de dégradation.

Comprendre le mécanisme de dégradation est crucial pour développer des stratégies visant à améliorer la résistance à la corrosion des céramiques vitreuses dentaires et à optimiser leurs performances dans les applications dentaires. En identifiant les principaux facteurs contribuant à la dégradation et en mettant en œuvre des mesures de protection de surface appropriées, il est possible d'améliorer la résilience et la durée de vie des céramiques vitreuses IPS e.max Press à base de disilicate de lithium exposé à des conditions acides.

III.1.3.MEB/EDX de l'alumine

La Figure IV.15 présente les échantillons d'Alumine après 168 heures d'exposition. Les morphologies obtenues ont révélé d'importantes modifications de surface. D'après la figure IV.15, des régions distinctes blanches, grises et noires sont visibles à la surface des échantillons d'alumine. Ces traces montrent des variations après 168 heures d'immersion dans différents milieux. Comme il est évident, la surface subit une transition vers une hétérogénéité accrue, indiquant des altérations substantielles dans la structure et la composition de l'alumine suite à son immersion dans des environnements divers [181].

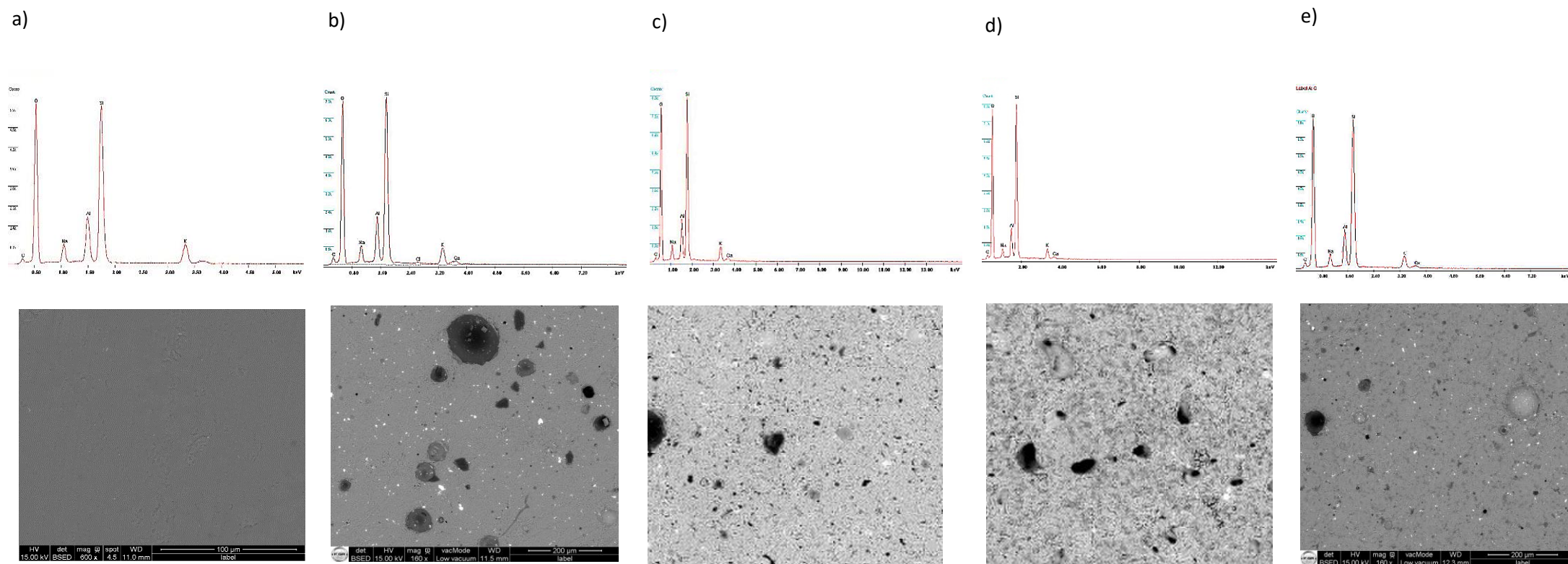


Figure IV. 15 Observations et analyse de la composition élémentaire MEB/EDX: a) Alumine avant exposition, b) Alumine après 168 heures d'exposition dans la salive artificielle de Fusayama à 37°C, c) Alumine après 168 heures d'exposition dans l'acide citrique à 37°C, d) Alumine après 168 heures d'exposition dans l'acide lactique à 37°C, et e) Alumine après 168 heures d'exposition dans l'acide acétique à 80°C.

L'analyse EDX des échantillons d'alumine, initialement caractérisés par la présence des éléments suivants : silicium (Si), oxygène (O), aluminium (Al), sodium (Na) et carbone (C) (Figure IV.15, a), a révélé des variations significatives des éléments suite à leur immersion dans différents milieux. Ces changements indiquent des modifications substantielles de la surface. Après 168 heures d'immersion dans de la salive artificielle (Figure IV.15, b), une augmentation des quantités de Si, O, Al, Na, K et C suggère des réactions potentielles. Celles-ci incluent la formation de silicates lorsque l'alumine réagit avec l'eau pour produire de l'hydroxyde d'aluminium et des espèces de silicate, par exemple : $\text{Al}_2\text{O}_3 + 3\text{Si}(\text{OH})_4 \rightarrow 2\text{Al}(\text{OH})_3 + 3\text{SiO}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$ (1). De plus, une complexation de l'aluminium se produit, où l'aluminium se complexe avec des ions silicates, formant des complexes aluminium-silicate comme $2\text{Al}(\text{H}_2\text{SiO}_4)_3$ (2) [200-201]. Mikeska et al. [225] ont étudié la résistance à la corrosion des céramiques en acide fluorhydrique liquide, découvrant que la corrosion se produisait principalement aux limites des joints de grains des céramiques polycristallines d'alumine avec 99,8% Al_2O_3 .

La réactivité de l'alumine dans les environnements salins est significativement influencée par la structure et les propriétés des limites des joints de grains. Divers facteurs tels que la désorientation, la ségrégation des impuretés et certains types spécifiques de limites jouent des rôles cruciaux dans le comportement du matériau. En particulier, la ségrégation des impuretés aux limites des grains peut déclencher des réactions chimiques localisées, impactant ainsi la stabilité globale et la performance de l'alumine dans des conditions salines [210]. La ségrégation des impuretés, y compris les anions et les dopants, aux limites des joints de grains, a été identifiée comme un facteur clé affectant les propriétés de l'alumine. Par exemple, la ségrégation anticipée prononcée des ions Cl^- sur les surfaces et les limites des joints de grains d'alumine peut modifier considérablement la réponse du matériau dans des environnements salins [226]. De plus, la ségrégation des dopants et des impuretés a des répercussions sur la diffusivité et la structure électronique de l'alumine, influençant ainsi sa réactivité et sa résistance au fluage à haute température. La présence des impuretés n'influence pas seulement les propriétés du matériau mais initie également des réactions chimiques localisées, impactant davantage la stabilité globale et la performance dans des conditions salines. De plus, le lessivage des ions sodium, potassium et calcium se produit, entraînant la dissolution de ces ions dans l'eau et la production de leurs ions hydroxyde respectifs, comme illustré par des réactions telles que $\text{Na}^+ + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{NaOH} + \text{H}^+$ (3). La teneur accrue en carbone suggère l'implication de ligands organiques dans des réactions de complexation.

Comme montré dans la figure IV.15, c, dans le cas de l'acide citrique, une augmentation des quantités de Si et O et une diminution du contenu en Al indiquent une dissolution potentielle de l'alumine et la formation d'espèces de silicates. La diminution simultanée des quantités de Na, K, Ca et C implique un lessivage des ions. Pour l'acide lactique, une augmentation des teneurs en Si et O suggère la formation de silicates et une dissolution potentielle de l'alumine, tandis que la diminution des quantités d'Al, Na, K, C et Ca suggère la libération d'ions. Dans le cas de l'acide acétique, comme indiqué dans la figure IV.15, d, les quantités de Si et O atteignent les limites de détection, suggérant une dissolution extensive. Simultanément, l'augmentation des quantités d'Al, Na et K indique des réactions potentielles de complexation et un lessivage des ions. De manière similaire à une étude citée par L. Curkovic et al.[227], qui a exploré l'influence de la solution d'acide acétique sur les céramiques poreuses d'alumine, a conduit à la conclusion que la corrosion dans les céramiques d'alumine était principalement due à la présence d'additifs ou d'impuretés aux limites des joints de grains, tels que MgO, CaO, SiO₂ et Na₂O. Ces changements élémentaires soulignent l'interaction complexe des phénomènes de surface et des réactions chimiques à l'interface alumine-milieu lors de l'immersion, conduisant à la formation de couches d'oxydes par dépôt et à la précipitation de composés solides.

III.1.4. MEB/EDX du feldspath

La Figure IV.16 présente les échantillons de feldspath après 168 heures d'exposition. Les morphologies obtenues ont révélé d'importantes modifications de surface. Dans la Figure IV.16, des altérations de la morphologie de surface des échantillons de feldspath suite à leur immersion dans diverses solutions acides, incluant la Salive Fusayama, l'acide lactique, l'acide citrique, et l'acide acétique, ont été observées. Ces transformations sont particulièrement marquées après une période prolongée d'immersion de 168 heures, se manifestant par l'apparition de vides ou de caractéristiques de type vide de couleur blanche, grise et noire à la surface du feldspath. Simultanément, la topographie de surface présente une augmentation significative de l'hétérogénéité, caractérisée par un dépôt substantiel de matériau sur toute la surface. Dans le cas de l'immersion dans l'acide lactique (Figure 16.d), la morphologie MEB révèle la présence de piqûres de surface discernables, représentant des perturbations localisées sur la surface du feldspath, témoignant d'une détérioration locale de celle-ci. Ces observations MEB sont complétées par des analyses EDX des échantillons.

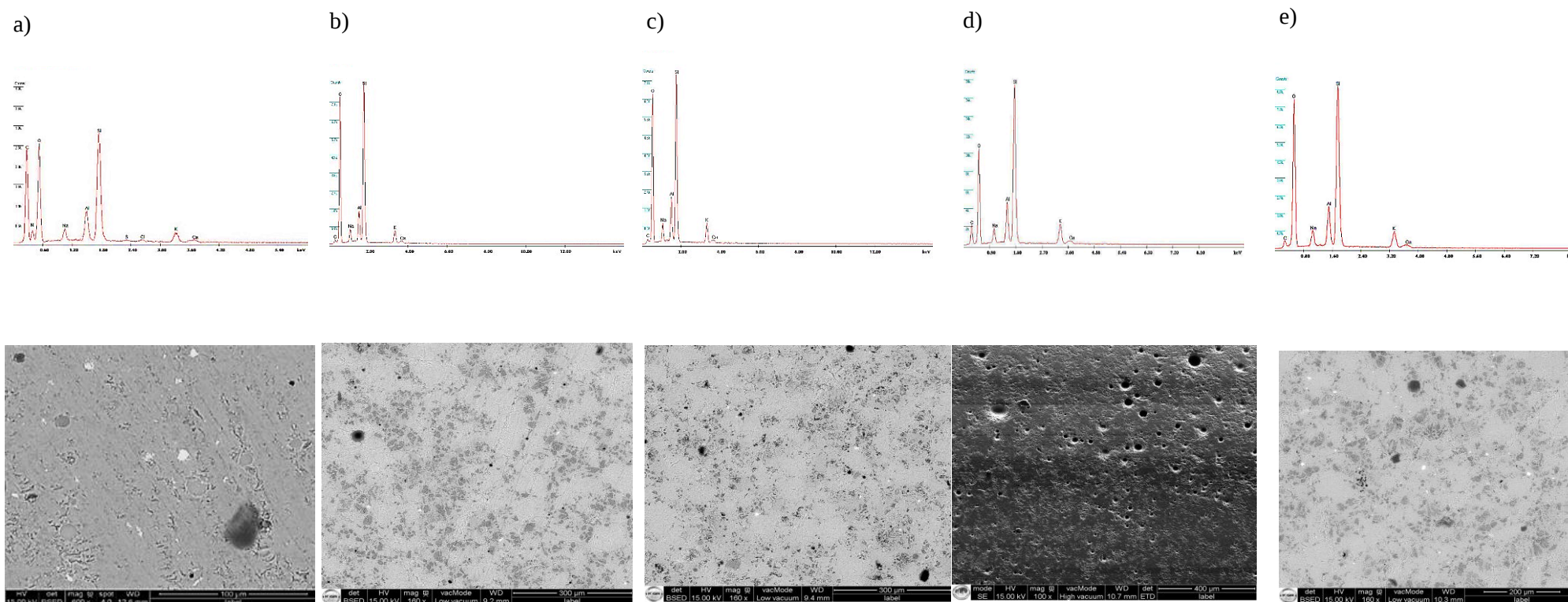


Figure IV. 16 Les observations et l'analyse de la composition élémentaire ont été réalisées à l'aide d'un MEB /EDX: a) Feldspath avant immersion , b) Feldspath après une exposition de 168 heures à la SA Fusayama à 37°C, c) Feldspath après une exposition de 168 heures à l'acide citrique à 37°C, d) Feldspath après une exposition de 168 heures à l'acide lactique à 37°C, et e) Spécimen de feldspath après une exposition de 168 heures à l'acide acétique à 80°C.

Initialement, les spécimens de feldspath présentent des concentrations d'éléments en silicium (Si), oxygène (O), carbone (C), aluminium (Al), sodium (Na), et potassium (K), ainsi que des quantités mineures de chlore (Cl), calcium (Ca), et soufre (S) (Figure IV.16, a). Cependant, après une période d'immersion de 168 heures dans la salive artificielle de Fusayama (Figure IV.16, b), nous observons une augmentation notable des concentrations en Si, O, Al, et Na, accompagnée d'une diminution des niveaux de C et Ca. Ces fluctuations soulignent les interactions complexes entre les échantillons de feldspath et les composants du milieu de la salive artificielle, suggérant des réactions chimiques complexes, des processus de dissolution, et la formation de composés. Ces interactions peuvent conduire au développement d'une couche d'oxyde protectrice sur les surfaces des spécimens de feldspath, un concept soutenu par la littérature existante [228-230]. Notamment, il existe la possibilité de réactions chimiques telles que les réactions de condensation rétrograde des groupes silanols, conduisant à la création d'un matériau poreux et hydraté appelé couche de gel [228]. Cette couche de gel est identifiée comme un matériau poreux et hydraté qui émerge à la surface des échantillons de feldspath en raison de la condensation des groupes silanols, conduisant à la formation de liaisons siloxane. Avec le temps, cette couche subit une réorganisation et une densification progressives, potentiellement menant à l'établissement d'une couche d'oxyde protectrice sur les surfaces des spécimens de feldspath [228]. De plus, une dissolution de la matrice peut se produire, initiant une dépolymérisation progressive de la structure en catalysant l'hydrolyse des liaisons Si-O-M, où M désigne le cation. Ce processus aboutit à la libération des ions potassium (K^+) dans la solution. La littérature suggère également la possibilité d'une dissolution-reprécipitation interfaciale couplée (CIDR) comme mécanisme alternatif, où toutes les liaisons Si-O sont simultanément rompues, libérant des atomes de Si dans la solution interfaciale [228]. Ces réactions et processus mettent en lumière le comportement dynamique et multifacette des échantillons de feldspath en réponse au milieu de la salive artificielle, indiquant la potentialité de diverses interactions chimiques.

Lors de l'immersion dans l'acide citrique (Figure IV.16, c), une augmentation substantielle des éléments de Si et O est évidente, tandis que les niveaux de Al, Na, K, Ca et C subissent une diminution significative. Ces observations concordent avec les connaissances établies sur l'impact de l'acide citrique, mettant en évidence des réactions chimiques étendues et des processus de dissolution. Le processus complexe de dissolution du feldspath dans l'acide citrique est influencé par une myriade de facteurs, notamment la structure cristalline, l'ordre

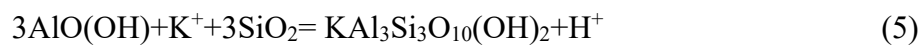
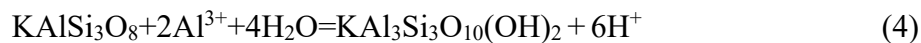
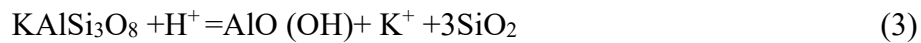
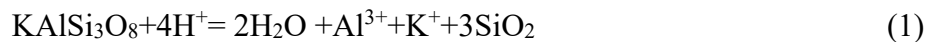
Al/Si, ainsi que des variables telles que la température, le pH, la surface, les acides organiques, l'affinité chimique et la précipitation de minéraux secondaires. La nature multifacette de cette dissolution souligne l'interaction de divers éléments dans la formation du résultat global [229].

Le processus de dissolution du feldspath implique l'élimination des sites réactifs à la surface par des réactions hétérogènes et la génération de nouveaux sites réactifs à partir des minéraux massiques intérieurs, phénomène connu sous le nom de renouvellement de surface [229]. La distribution des atomes d'aluminium (Al), facteur essentiel dans la cinétique de dissolution des minéraux tectosilicates, présente des variations notables entre l'environnement massique et la surface. Les énergies associées à ces distributions sont intimement liées à l'occupation de T1 (T1 est un site tétraédrique spécifique dans la structure des tectosilicates, dont l'occupation par Al est particulièrement importante pour comprendre et prédire le comportement de dissolution de ces minéraux) [229]. Cependant, la recherche a suggéré que l'étendue de l'ordre Al/Si, évaluée par des spectres infrarouges à transformée de Fourier et des méthodes de diffraction des rayons X, n'a pas d'effets mesurables sur le pourcentage de dissolution du feldspath [229]. Cela suggère que des facteurs supplémentaires tels que le pH, les acides organiques, la température, l'affinité chimique, la surface et la précipitation de minéraux secondaires pourraient exercer une influence plus significative sur la dissolution du feldspath dans l'acide citrique.

L'interaction entre l'acide lactique et le feldspath conduit à des réactions sélectives de dissolution de certains minéraux aluminosilicatés (Figure IV.16, d). Ces réactions entraînent la libération d'ions aluminium (Al^{3+}), sodium (Na^+), et potassium (K^+), ainsi que la formation de silicates et de composés organiques solubles. La réaction chimique entre le feldspath et l'acide lactique entraîne une augmentation significative des niveaux de silicium (Si) et d'oxygène (O) à la surface de l'échantillon. Cette augmentation s'accompagne de concentrations élevées d'aluminium (Al), de sodium (Na), de potassium (K), et de carbone (C). Cependant, les niveaux de calcium (Ca) restent relativement bas. Ces observations mettent en lumière l'interaction complexe entre le feldspath et l'acide lactique, entraînant des changements notables dans la composition élémentaire, des réactions spécifiques de dissolution minérale, et la formation de vides et de cavités à la surface de l'échantillon. En considérant l'acide lactique comme un acide organique, des études [199] ont observé une augmentation de la réactivité du feldspath au fil du temps, comme en témoigne l'altération des liaisons chimiques, notamment le déplacement des liaisons Si (Al)-O, Si-Si(Al), et O-Si(Al)-O, ainsi que des nanostructures distinctes dans la morphologie de la corrosion de surface. Ces résultats corroborent notre étude, renforçant la

nature dynamique de la décomposition du feldspath facilitée par l'influence des composés acides organiques.

Parallèlement, l'immersion dans l'acide acétique provoque également d'importantes modifications dans la composition élémentaire du feldspath. Comme indiqué dans la Figure IV.16, e), les comptages de silicium (Si) et d'oxygène (O) augmentent, tandis que le contenu en aluminium (Al) diminue. Les concentrations de sodium (Na) et de potassium (K) atteignent des niveaux significatifs, tandis que le contenu en carbone (C) et en calcium (Ca) diminue notablement. Ces changements soulignent l'influence discernable de l'acide acétique sur la surface du feldspath et sa composition élémentaire. Cela indique que la dissolution du feldspath libère SiO₂, et que la cinétique de dissolution du feldspath est sujette à l'influence des variations de pH dues aux changements dans les couches de surface. Le processus de dissolution conduit à la formation de cristaux minéraux secondaires à la surface de l'échantillon, impliquant la rupture et la reconstruction des liaisons Si–O et Al–O, facilitée par une quantité substantielle de Na⁺ [197],[217]. Les réactions suivantes pourraient se produire lorsque le feldspath entre en contact avec un milieu acide :



Ces constatations, mettent en lumière l'impact profond et complexe des différents milieux d'immersion sur la morphologie de surface, l'hétérogénéité, et la composition élémentaire des échantillons de feldspath. Ces altérations sont motivées par des réactions chimiques étendues, des processus de dissolution, et la précipitation de composés à l'interface du matériau avec diverses solutions d'immersion.

III.2. Analyse par diffraction des rayons X

III.2.1. DRX de la zircon

Dans la continuité de notre investigation, nous avons effectué des caractérisations par diffraction des rayons X (DRX) pour examiner les phases cristallographiques présentes dans

les céramiques de zircone après exposition à un environnement acide. La figure IV.17 présente l'analyse de la diffraction des rayons X de la zircone avant et après immersion dans les différentes solutions d'immersion.

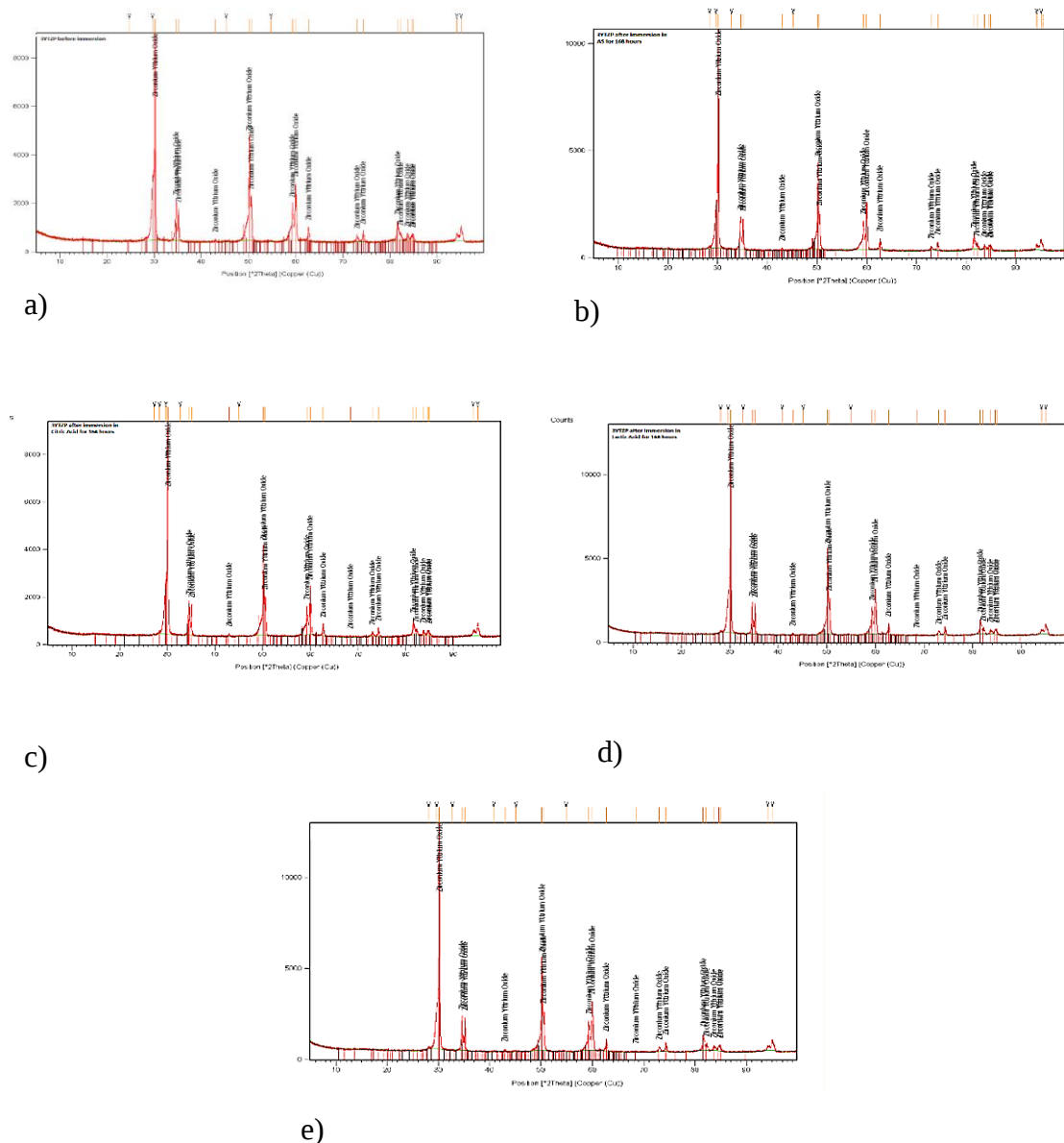


Figure IV. 17 DRX des échantillons de la Zircone , a) avant immersion, b), c), d) et e) après immersion pendant 168 heures correspondant aux groupes Salive Artificielle de Fusayama, acide citrique ,acide lactique et acide acétique .

Selon la figure IV.17, la diffraction des rayons X (DRX) des céramiques dentaires en zircone avant immersion (figure IV.17, a) montre la présence d'oxyde de zirconium yttrium ($(\text{ZrO}_2)_{0.972}(\text{Y}_2\text{O}_3)_{0.028}$) avec une structure cristalline tétragonale. Avant l'immersion, les raies observés entre 30° et 96° sont tous les raies de diffraction attribuée à ceux de la zircone. Aucune seconde phase due à une autre structure cristalline n'a été observée dans les spectres.

Après 168 heures d'immersion, les spectres DRX sont présentés dans les figures IV.17 (b, c,d,et e). Les intensités des raies restent constantes avant et après l'immersion. L'analyse DRX de la céramique après immersion dans la salive artificielle de Fusayama, l'acide citrique, l'acide lactique et l'acide acétique révèle la présence de phases cristallines de zircon. L'absence de nouvelles raies ou de décalages dans les positions des raies indique que le matériau n'a subi aucune transformation de phase significative ni aucun changement cristallographique lors de l'exposition aux environnements acides. Cette constatation suggère que la stabilité microstructurale du matériau a été maintenue même dans les conditions corrosives des solutions acides et les variations de température.

Les résultats ont révélé la présence de phases tétraгонаles ($t\text{-ZrO}_2$), ce qui signifie la robustesse de la zircon dans ces conditions acides. Ces conclusions impliquent que la structure cristalline tétraгонаle du matériau reste résistante et peut supporter l'exposition aux environnements acides sans transformations de phase ni dégradations significatives. En revanche, une étude réalisée par analyse de diffraction des rayons X (DRX) de la phase monoclinique des céramiques a révélé que l'exposition à une solution acide a déclenché la lixiviation des ions yttrium des céramiques. Ce processus de lixiviation a entraîné la conversion de la phase tétraгонаle en phase monoclinique [99]. Cette transition de phase s'est accompagnée d'une augmentation de volume et d'un soulèvement de la surface. Par conséquent, il existe un potentiel de formation de fissures le long des joints de grains [230]. Les résultats suggèrent que la diffusion des espèces dérivées de l'eau a joué un rôle crucial dans la détérioration des céramiques de zircon, et que l'environnement acide et les températures élevées ont accéléré le processus de transformation de phase [99], [231].

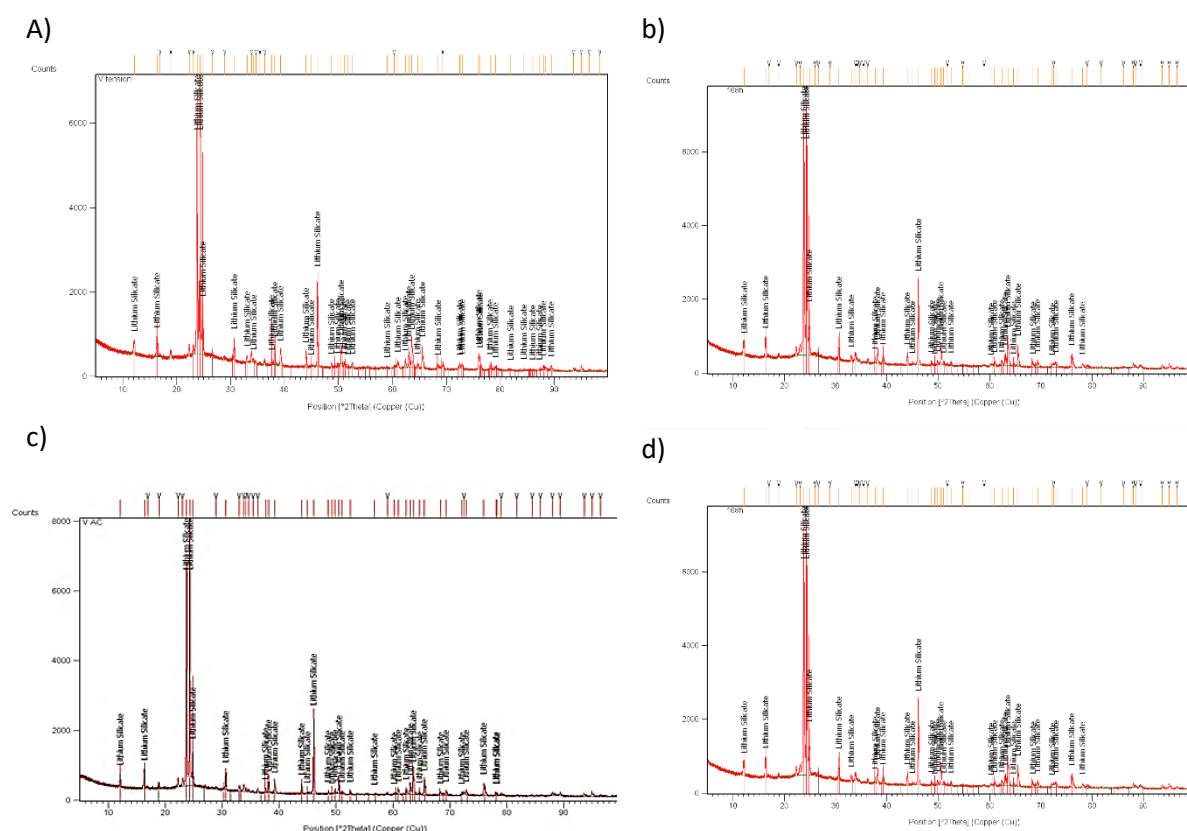
La résilience constante des céramiques dentaires en zircon dans les environnements acides demeure un thème récurrent dans diverses études. Nos conclusions, qui démontrent une résistance robuste et des phases cristallographiques stables même après 168 heures d'immersion, s'alignent avec les recherches antérieures mettant en avant la remarquable stabilité chimique du matériau et sa dégradation minimale lorsqu'il est exposé à des milieux acides. Cette résistance tenace à l'acidité est une caractéristique essentielle pour les matériaux de restauration dentaire, garantissant une stabilité durable et une biocompatibilité au sein de la cavité buccale.

Plusieurs mécanismes de dégradation et réactions redox ont été proposés pour les céramiques dentaires en zircon dans les environnements acides, en s'appuyant sur les données expérimentales et la littérature scientifique. Un processus de dégradation important implique la dissolution acide de la surface de la zircon, pouvant entraîner des imperfections de surface

dues à la libération d'ions métalliques. Des études ont indiqué que l'exposition à des milieux acides, tels que l'acide citrique et l'acide acétique, induit une dissolution de surface, entraînant la lixiviation des ions zirconium (Zr) et yttrium (Y) dans la solution électrolytique environnante [62]. Ces ions libérés peuvent ensuite interagir avec l'environnement acide, modifiant la composition de la surface et influençant le comportement électrochimique du matériau, comme observé dans notre étude. Un aspect crucial du comportement électrochimique de la zircone est sa capacité à rétablir une couche d'oxyde protectrice après dissolution. Le processus de repassivation, où une nouvelle couche d'oxyde se forme sur la surface exposée, joue un rôle clé dans la limitation de la propagation de la dégradation. Par conséquent, la dégradation observée de la zircone dans des conditions acides peut être comprise comme un jeu subtil entre la formation, la dissolution et la reformulation de couches d'oxyde protectrices, soulignant la résilience du matériau face aux environnements corrosifs.

III.2.2. DRX de la vitrocéramique

La figure IV.18 présente l'analyse DRX obtenues pour les échantillons de vitrocéramique avant et après immersion pendant 168 heures dans les différents milieux d'étude.



Les diffractogrammes obtenus montrent des motifs très similaires, indiquant que la structure cristalline de base reste largement inchangée dans tous les échantillons, avant et après immersion dans différentes solutions. Comme le montre la figure IV.18, l'examen par diffraction des rayons X (DRX) des échantillons immergés, comparé au témoin, a révélé que les échantillons de vitrocéramique conservent leur structure cristalline. Le silicate de lithium, identifié comme le composé cristallin principal dans tous les échantillons, est clairement mentionné dans la légende. Les raies de diffraction identifiées entre 12° et 90° à 0 heure d'immersion correspondent exclusivement aux raies de diffraction associés à la vitrocéramique $\text{Li}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)$. Des raies nets et intenses, particulièrement prononcés autour de $2\theta = 25\text{-}30^\circ$, sont observés, caractérisant les phases cristallines présentes. De plus, le fond des diffractogrammes présente des caractéristiques larges et moins intenses, suggérant la présence d'une phase amorphe (vitreuse) aux côtés des composants cristallins.

158

lithium soit noté comme le composé cristallin principal. Les résultats de l'analyse par DRX confirment que la céramique dentaire correspond effectivement à la vitrocéramique $\text{Li}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)$.

Ces résultats sont cohérents avec ceux rapportés dans diverses autres études. Le fait que $\text{Li}_2(\text{Si}_2\text{O}_5)$ reste la phase cristalline dominante dans les échantillons immergés témoigne de la stabilité du matériau, même lorsqu'il est exposé aux milieux d'immersion [39],[230]. Cette caractéristique est importante pour les applications dentaires, car elle suggère que les échantillons de vitrocéramique à base de lithium disilicate IPS e.max Press peuvent maintenir leur intégrité structurelle et leurs propriétés fonctionnelles sur une période prolongée. La concordance entre ces résultats et les études précédentes renforce encore la fiabilité des résultats observés.

Les tests électrochimiques ont permis de comprendre le comportement de corrosion et la dégradation de surface du matériau à base de vitrocéramique lithium disilicate IPS e.max Press dans différentes conditions d'immersion. L'utilisation de l'analyse MEB/EDX a offert la possibilité d'examiner la morphologie de surface des échantillons et leur composition élémentaire après leur immersion. Ces tests ont collectivement révélé les effets des milieux d'immersion sur le matériau. L'analyse par diffraction des rayons X (DRX), qui a identifié le lithium disilicate comme la principale phase cristalline dans tous les échantillons immergés, est conforme aux résultats précédents. Elle confirme que le matériau de vitrocéramique lithium disilicate maintient sa structure cristalline même après une immersion prolongée, indiquant sa stabilité et sa résistance aux changements structuraux. Cette observation est en accord avec les tests électrochimiques, qui ont montré des effets protecteurs et une résistance à la dégradation contre les agents acides. De plus, l'analyse MEB/EDX a fourni des preuves supplémentaires de modifications de surface et d'impuretés présentes dans les échantillons immergés, soutenant l'idée d'interaction du matériau et de réactions avec les milieux d'immersion. La cohérence entre les tests électrochimiques, l'analyse MEB/EDX et l'analyse DRX indique une compréhension unifiée de la réponse du matériau de vitrocéramique lithium disilicate lorsqu'il est exposé aux conditions d'immersion. Cela renforce la validité des résultats et offre une image complète de la réponse du matériau à différents environnements. En considérant les résultats collectifs de ces tests, nous acquérons une compréhension approfondie des mécanismes de dégradation, des altérations de surface et des effets protecteurs du matériau dentaire à base de vitrocéramique lithium disilicate IPS e.max Press sous conditions d'immersion. Cette approche intégrée enrichit notre connaissance de la performance du matériau et aide au développement de stratégies pour améliorer sa résistance à la corrosion et sa durabilité à long terme.

III.2.3. DRX de la feldspath

La figure IV.9 présente l'analyse par DRX pour les échantillons de feldspath avant et après immersion dans les différents milieux d'étude pendant 168 heures.

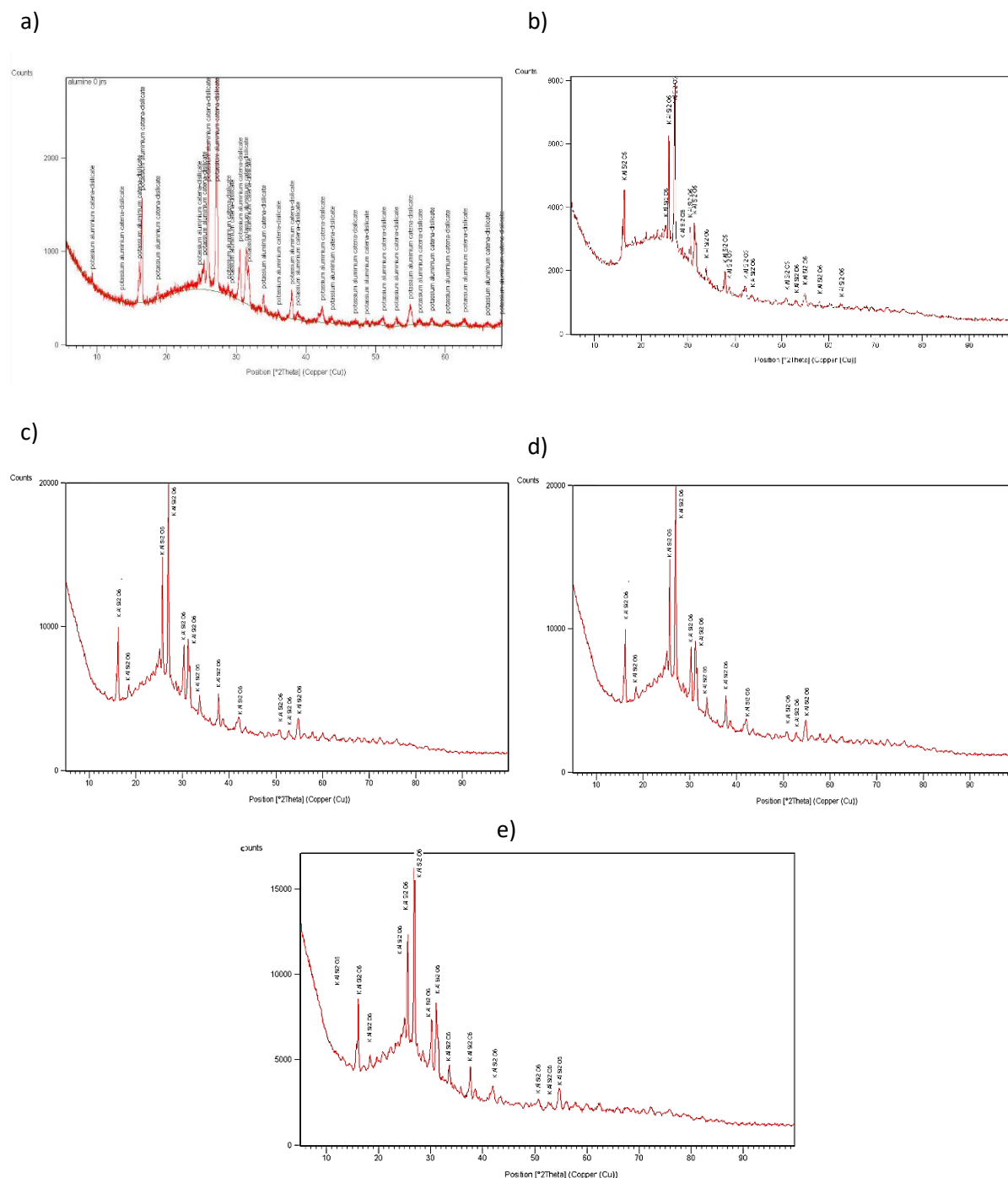


Figure IV. 19 DRX des échantillons de Feldspath (a) avant immersion. (b, c, d, e) après immersion pendant 168 heures correspondant aux groupes Salive Artificielle Fusayama, Acide Citrique, Acide Lactique et Acide Acétique. Aucun changement dans les compositions

cristallines n'a été observé. Le potassium aluminosilicate était présenté comme le principal composé cristallin.

Comme le montre la figure IV.19, l'examen par diffraction des rayons X (DRX) des échantillons immergés, comparé au témoin, a révélé que les échantillons de feldspath conservent leur structure cristalline. Les résultats de l'analyse DRX montrent que l'échantillon de feldspath immergé dans la salive artificielle de Fusayama pendant 168 heures à 37°C présente des raies bien définies. Cela indique que l'échantillon conserve une structure cristalline après immersion, suggérant que la structure de base du feldspath reste intacte malgré l'exposition à la salive artificielle de Fusayama.

Les raies identifiées comme KAlSi_3O_8 confirment la présence de potassium aluminosilicate, cohérent avec la composition du feldspath, indiquant que la phase minérale principale de la céramique dentaire est toujours présente après l'immersion. Raie d'intensité le plus élevé atteint environ 7000, inférieur à celui de certains autres échantillons, tels que ceux après immersion dans l'acide lactique et acétique (figure IV.19, d et e). Cela pourrait indiquer un certain degré d'altération de surface ou de dissolution partielle due à la salive artificielle, sans pour autant mener à une dégradation complète de la structure [232-233].

Les principales raies observées autour de 27°, 28° et 29° 2θ sont typiquement liés aux minéraux de feldspath, suggérant que la structure cristalline de base reste en grande partie inchangée. Cependant, dans la gamme des basses 2θ, pourrait indiquer une certaine teneur amorphe, potentiellement due à une dissolution partielle ou à une modification de surface par la salive artificielle.

Comparé à d'autres échantillons, le feldspath dans la salive artificielle de Fusayama semble avoir mieux conservé sa structure que les échantillons immergés dans de l'acide citrique, (figure IV.19, b et c). En comparaison avec l'acide lactique (figure IV.19, d) et l'acide acétique (figure IV.19, e), la figure IV.19, b montre des positions de raies similaires mais des intensités potentiellement plus faibles, suggérant que la salive de Fusayama peut causer moins de changements structuraux que les acides organiques sur la même période.

La préservation de la structure cristalline après exposition à la salive artificielle témoigne de la stabilité du matériau dans l'environnement buccal. Cependant, les légers changements observés, tels que des intensités plus faibles, suggèrent que certaines interactions de surface se produisent, ce qui pourrait affecter la performance à long terme de la céramique dentaire.

Ainsi, l'analyse DRX indique que la céramique dentaire en feldspath maintient sa structure cristalline primaire après exposition à la salive artificielle de Fusayama, avec seulement des altérations mineures. Cela montre une bonne stabilité dans des conditions buccales simulées, crucial pour son application dans les prothèses dentaires. L'analyse de l'alumine par DRX avant et après immersion dans la SA n'était pas possible puisqu'il s'agit d'une structure amorphe.

Conclusion

Cette étude a permis d'évaluer de manière exhaustive le comportement électrochimique, la caractérisation de surface et la stabilité microstructurale de quatre céramiques dentaires zircone, vitrocéramiques, alumine et feldspath dans des environnements salivaires et acides. En utilisant des techniques telles que la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE), la polarisation cyclique, la microscopie électronique à balayage couplée à la spectroscopie à dispersion d'énergie (MEB-EDX) et la diffraction des rayons X (DRX), nous avons observé les effets du milieu salivaires et des solutions acides sur ces matériaux.

Les céramiques en zircone ont montré une résistance notable à la dégradation, malgré la formation de la couche de passivité instable après une immersion de 168 heures. Les tests électrochimiques ont confirmé que la zircone maintient son intégrité structurelle et sa résistance à la corrosion, ce qui valide son utilisation à long terme pour des applications dentaires.

Les Vitrocéramiques ont démontré une robustesse remarquable contre la dégradation localisée dans divers électrolytes acides, bien qu'une dégradation significative ait été observée sous l'exposition à l'acide acétique à des températures plus élevées. La structure cristalline à base de disilicate de lithium est restée intacte, confirmant la résilience du matériau.

L'alumine et le feldspath ont affiché une passivation efficace et des réponses électrochimiques équilibrées en salive artificielle Fusayama et en solutions acides. Les analyses MEB-EDX ont révélé des variations élémentaires significatives, suggérant des processus de dissolution et la formation potentielle de couches protectrices. Les propriétés catalytiques de l'alumine ont contribué à sa résistance à la corrosion, tandis que le feldspath a subi une dissolution sélective affectant sa composition de surface. Cette étude met en évidence l'importance de surveiller en continu les couches protectrices en raison de la nature dynamique des processus de passivation et de dissolution.

Conclusion générale et Perspectives

Durant ce travail de thèse, nous avons effectué une évaluation approfondie du comportement électrochimique des céramiques dentaires dans divers environnements buccaux simulés, en se concentrant particulièrement sur les effets de la température, du pH et du temps d'immersion. L'étude s'est articulée autour de deux phases principales, chacune offrant des insights cruciaux sur la performance des matériaux.

Dans la première phase, les céramiques dentaires en zircone, vitrocéramique, alumine et feldspath ont été immergées dans une solution de salive artificielle de Ringer pendant 21 jours à 37°C. Les tests gravimétriques ont révélé des comportements distincts : la zircone, l'alumine et le feldspath ont montré une légère perte de masse, tandis que la vitrocéramique a présenté un gain de masse. Les analyses par spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE), microscopie électronique à balayage couplée à l'EDX, et diffraction des rayons X (DRX) ont fourni des informations détaillées sur l'état de surface et la microstructure des matériaux. Les résultats ont mis en évidence des phénomènes de diffusion, dissolution, et formation de couches de passivité instables, principalement composées d'oxydes. La zircone a subi une altération de surface marquée par la formation d'oxydes poreux, tandis que la vitrocéramique a montré une augmentation de la porosité, l'alumine a été affectée par des phénomènes de diffusion, et le feldspath a formé une couche protectrice.

Dans la deuxième phase, les céramiques ont été exposées pendant 168 heures à la salive artificielle de Fusayama à 37°C, ainsi qu'à des solutions acides (acide citrique à 2%, acide lactique à 2%, et acide acétique à 4%) à 37°C et 80°C. Les tests gravimétriques ont révélé une stabilité générale des céramiques dans la salive artificielle de Fusayama, tandis que des variations notables ont été observées dans les solutions acides. La zircone a maintenu une résistance élevée à la corrosion malgré la formation d'une couche de passivité instable. Les vitrocéramiques ont montré une robustesse face à la dégradation localisée, bien qu'une dégradation significative ait été notée dans l'acide acétique à 80°C, équivalent à 22 ans d'immersion selon la norme ISO 6872. L'alumine et le feldspath ont présenté des réponses équilibrées avec formation potentielle de couches protectrices, bien que des variations élémentaires importantes aient été observées.

Cette recherche met en lumière l'importance des tests gravimétriques, électrochimiques, et d'analyse de surface pour une compréhension complète du comportement des céramiques dentaires dans des environnements simulés. Les résultats montrent que la zircone se distingue par sa résistance supérieure à la corrosion et sa durabilité en conditions acides, confirmant ainsi son efficacité comme matériau dentaire. La variabilité significative dans la résistance à la dégradation, en fonction de la composition des matériaux et des conditions d'immersion, souligne l'importance de choisir les matériaux en fonction de leur performance dans des environnements buccaux spécifiques.

En perspective, l'intégration de modélisations moléculaires offre une avenue prometteuse pour approfondir l'étude des mécanismes de dégradation à l'échelle atomique et moléculaire. Ces modélisations pourraient fournir des informations précieuses sur les interactions entre les matériaux céramiques et les milieux acides, permettant ainsi d'optimiser la formulation et la performance des matériaux dentaires. De plus, l'exploration de tests mécaniques supplémentaires, ainsi que l'utilisation de techniques avancées telles que la microscopie à force atomique (AFM) et la microscopie électronique en transmission (TEM), pourraient enrichir notre compréhension de la durabilité et des mécanismes de dégradation des matériaux dentaires. Une telle approche pourrait non seulement améliorer la durabilité des matériaux dentaires, mais aussi ouvrir de nouvelles voies pour des applications cliniques plus efficaces et adaptées aux conditions réelles de la cavité buccale.

Références Bibliographiques

- [1] Z. Raszewski, D. Brząkański, Ł. Derpeński, M. Jałbrzykowski, R.E. Przekop, Aspects and Principles of Material Connections in Restorative Dentistry—A Comprehensive Review, *Materials* (Basel). 15 (2022) 1–15. <https://doi.org/10.3390/ma15207131>.
- [2] E.D. Rekow, N.R.F.A. Silva, P.G. Coelho, Y. Zhang, P. Guess, V.P. Thompson, Performance of dental ceramics: Challenges for improvements, *J. Dent. Res.* 90 (2011) 937–952. <https://doi.org/10.1177/0022034510391795>.
- [3] K.S. Reddy, D. Nareshnaik, V.V.N. Sunil, M. Ali, G.A. Kumari, J.S. Chatta, The Electrical Conductivity and Dielectric Properties of Dental Glass Ionomer Cements: In Vitro Study, *J. Orofac. Sci.* 14 (2022) 47–51. https://doi.org/10.4103/jofs.jofs_260_21.
- [4] T.A. Ziyad, L.A. Abu-Naba'a, S.N. Almohammed, Optical properties of CAD-CAM monolithic systems compared: three multi-layered zirconia and one lithium disilicate system, *Heliyon* 7 (2021) e08151. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e08151>.
- [5] L. Porojan, R.D. Vasiliu, M.I. Bîrdeanu, S.D. Porojan, Surface characterization and optical properties of reinforced dental glass-ceramics related to artificial aging, *Molecules* 25 (2020). <https://doi.org/10.3390/molecules25153407>.
- [6] J. Pati, S. Priyadarshinee, P. Mohanty, R. Mahapatra, Results in Chemistry Studies of structural , micro structural , optical and electrical properties of alumina toughened zirconia, *Results Chem.* 4 (2022) 100458. <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2022.100458>.
- [7] S.N. Almohammed, B. Alshorman, L.A. Abu-Naba'a, Optical Properties of Five Esthetic Ceramic Materials Used for Monolithic Restorations: A Comparative In Vitro Study, *Ceramics* 5 (2022) 961–980. <https://doi.org/10.3390/ceramics5040069>.
- [8] C. Liu, A. Eser, T. Albrecht, V. Stournari, M. Felder, S. Heintze, C. Broeckmann, Strength characterization and lifetime prediction of dental ceramic materials, *Dent. Mater.* 37 (2021) 94–105. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2020.10.015>.
- [9] F. Zhang, H. Reveron, B.C. Spies, B. Van Meerbeek, J. Chevalier, Trade-off between fracture resistance and translucency of zirconia and lithium-disilicate glass ceramics for monolithic restorations, *Acta Biomater.* 91 (2019) 24–34. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2019.04.043>.

- [10] R. Hawsawi, Investigating the Validity of the ISO 6872:2015 ‘Dentistry - Ceramic Materials’ for Chemical Solubility’, Thesis , Doctor of Philosophy, [Internet]. School of Clinical Dentistry , The University of Sheffield; 2018. p:1-290 Available from: <http://etheses.whiterose.ac.uk/23633/>.
- [11] L.N. Miotto, M. de O.C. Villas-Bôas, E.D. Zanotto, E.B. Ferreira, L.M.G. Fais, L.A.P. Pinelli, Surface properties of a new lithium disilicate glass-ceramic after grinding, *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 32 (2021) 110. <https://doi.org/10.1007/s10856-021-06592-w>.
- [12] S. Brandt, A. Winter, H.C. Lauer, F. Kollmar, S.J. Portscher-Kim, G.E. Romanos, IPS e.max for all-ceramic restorations: Clinical survival and success rates of full-coverage crowns and fixed partial dentures, *Materials (Basel)*. 12 (2019) 1–10. <https://doi.org/10.3390/ma12030462>.
- [13] Y. Kameyama, Y. Wada, T. Midono, K. Miyake, K.-H. Kunzelmann, T. Nihei, Evaluation and comparison of the characteristics of three pressable lithium disilicate glass ceramic materials, *M Dent*, Vol. 07, Issue, 11, pp.16711-16716, November, 2017. <http://www.journalijdr.com>.
- [14] H. Chaair, H. Labjar, O. Britel, Synthèse du phosphate tricalcique- β , Morphologie [Internet]. 2017;101(334):120–4. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.morpho.2017.06.002>
- [15] F.Mussano, T.Genova, L.Munaron, M.G. Faga and S.Carossa , Chapter 4: Ceramic Biomaterials for Dental Implants: Current Use and Future Perspectives, Book : Dental implantology and biomaterial , in: Intech, 2016: p. 13. <http://dx.doi.org/10.5772/62701>
- [16] A. Apratim, P. Eachempati, K. Krishnappa Salian, V. Singh, S. Chhabra, S. Shah, Zirconia in dental implantology: A review, *J. Int. Soc. Prev. Community Dent.* 5 (2015) 147. <https://doi.org/10.4103/2231-0762.158014>.
- [17] M. Aparicio-Razo, J.L.J. Mongalo-Vázquez, J.A. Yáñez Ramos, A. Navarro-Zárate, V. Santos-Enríquez, I. Vivanco-Pérez, J.F. Méndez, G. Paredes-Juárez, Comparison of Material Properties for Dental Implants: Titanium, Polyetheretherketone, Zirconium and Silicon Nitride, *Adv. Mater. Lett.* 13 (2022) 2201–1684. <https://doi.org/10.5185/amlett.2022.011684>.
- [18] V. Sharanraj, C.M. Ramesha, K. Kavya, V. Kumar, M. Sadashiva, B.R. Chandan, M. Naveen Kumar, Zirconia: as a biocompatible biomaterial used in dental implants, *Adv. Appl. Ceram.* 120 (2021) 63–68. <https://doi.org/10.1080/17436753.2020.1865094>.

- [19] Y. Ben Miled, Les céramiques au silicate de lithium renforcées à la zircone (slz), Thèse de Doctorat, UFR d'Odontologie -Montrouge, Faculté de Santé ,Université de Paris, p :1-99, 2021.[Online] : <https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03642012v1/document>.
- [20] G.Maccauro, P.R Iommetti, L.Raffaelli and P.F.Manicone, Chapter 15, Alumina and Zirconia Ceramic for Orthopaedic and Dental Devices, : Book: Biomaterials Applications for Nanomedicine, 2016: 11, pp. 300–308. [Online] :<https://www.intechopen.com/books/advanced-biometric-technologies/liveness-detection-in-biometrics>.
- [21] C. Ritzberger, E. Apel, W. Höland, A. Peschke, V.M. Rheinberger, Properties and clinical application of three types of dental glass-ceramics and ceramics for CAD-CAM technologies, Materials (Basel). 3 (2010) 3700–3713. <https://doi.org/10.3390/ma3063700>.
- [22] E.B. Benalcázar-Jalkh, E.T.P. Bergamo, T.M.B. Campos, P.G. Coelho, I. Sailer, S. Yamaguchi, L.M.M. Alves, L. Witek, S.M. Tebcherani, E.A. Bonfante, A Narrative Review on Polycrystalline Ceramics for Dental Applications and Proposed Update of a Classification System, Materials (Basel). 16 (2023) 1–22. <https://doi.org/10.3390/ma16247541>.
- [23] F. Inchingolo, A.D. Inchingolo, I.A. Charitos, A.P. Cazzolla, M. Colella, R. Gagliano-Candela, D. Hazballa, I.R. Bordea, S.R. Tari, A. Scarano, F. Lorusso, L. Riccaldo, A. Palermo, G. Dipalma, G. Malcangi, A.M. Inchingolo, Ceramic biomaterials in dentistry: chemical structure and biosafety – a review and a bibliometric visual mapping on Scopus database, Eur. Rev. Med. Pharmacol. Sci. 28 (2024) 1242–1258. https://doi.org/10.26355/eurrev_202402_35446.
- [24] D. Michel, Matériaux céramiques Structure et propriétés, 15, rue Georges Urbain - 94400 Vitry-sur-Seine, 1997,91:790. p181-195, <http://matériel-physique.ens-lyon.fr/Logiciels/CD N° 3 BUP DOC V 4.0/Disk 1/TEXTES/1997/07900181.PDF>.
- [25] A. Girault, Restaurations directes et indirectes collées : indications et critères de choix dans le secteur postérieur, Thèse de doctorat, UFR d'Odontologie, Université de Paris, 2020 , p :1-65. [Online]: https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03272492v1/file/Dentaire_Girault_Alexander_DUMAS.pdf.
- [26] J. Fischer, B. Stawarczyk, C.H.F. Hämmerle, Flexural strength of veneering ceramics for zirconia, J. Dent. 36 (2008) 316–321. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.01.017>.

- [27] A. Elraggal, R. R Afifi, R.A. Alamoush, I.A. Raheem, D.C. Watts, Effect of acidic media on flexural strength and fatigue of CAD-CAM dental materials, *Dent. Mater.* 39 (2023) 57–69. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2022.11.019>.
- [28] Céline Perrier. Conception fabrication assistée par ordinateur directe et usures sévères : à propos d'un cas. Thèse de Doctorat en Chirurgie dentaire, Faculté D'odontologie Université De Lorraine Académie De Nancy - Metz p :1-120 ,2018,[Online] : <https://hal.univ-lorraine.fr/hal-03297633v1/document>
- [29] Solís Pinargote, N.W.; Yanushevich, O.; Krikheli, N.; Smirnov, A.; Savilkin, S.; Grigoriev, S.N.; Peretyagin, P. Materials and Methods for All-Ceramic Dental Restorations Using Computer-Aided Design (CAD) and Computer-Aided Manufacturing (CAM) Technologies—A Brief Review, *Dent. J.* 12 (2024) 1–19. <https://doi.org/10.3390/dj12030047>.
- [30] P.F. Cesar, R.B. de Paula Miranda, K.F. Santos, S.S. Scherrer, Y. Zhang, Recent advances in dental zirconia: 15 years of material and processing evolution, *Dent. Mater.* 3 (2024). <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.dental.2024.02.026>.
- [31] S. Gracis, V. Thompson, J. Ferencz, N. Silva, E. Bonfante, A New Classification System for All-Ceramic and Ceramic-like Restorative Materials, *Int. J. Prosthodont.* 28 (2015) 227–235. <https://doi.org/10.11607/ijp.4244>.
- [32] R.M. Pereira, R.G. Ribas, T.L.D.A. Montanheiro, V.M. Schatkoski, K.F. Rodrigues, L.T. Kito, L.K. Kobo, T.M.B. Campos, E.A. Bonfante, P.C. Gierthmuehlen, F.A. Spitznagel, G.P. Thim, An engineering perspective of ceramics applied in dental reconstructions, *J. Appl. Oral Sci.* 31 (2023) 1–20. <https://doi.org/10.1590/1678-7757-2022-0421>.
- [33] A. Willard, T.M. Gabriel Chu, The science and application of IPS e.Max dental ceramic, *Kaohsiung J. Med. Sci.* 34 (2018) 238–242. <https://doi.org/10.1016/j.kjms.2018.01.012>.
- [34] E. Champion, A. Magnaudeix, P. Pascaud-mathieu, C. Damia, Les céramiques biomédicales Biomedical ceramics, *Arts et Sciences,OpenScience* ,Vol :5 ,2021 , DOI : 10.21494/ISTE.OP.2021.0708.
- [35] Y.D. Belo, Q.N. Sonza, M. Borba, A.D. Bona, Yttria-stabilized tetragonal zirconia: Mechanical behavior, adhesion and clinical longevity, *Ceramica* 59 (2013) 633–639. <https://doi.org/10.1590/s0366-69132013000400021>.

- [36] P. Pittayachawan, A. McDonald, A. Young, J.C. Knowles, Flexural strength, fatigue life, and stress-induced phase transformation study of Y-TZP dental ceramic, *J. Biomed. Mater. Res. - Part B Appl. Biomater.* 88 (2009) 366–377. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.31064>.
- [37] P.J. Babu, R.K. Alla, V.R. Alluri, S.R. Datla, A. Konakanchi, Dental Ceramics: Part I – An Overview of Composition, Structure and Properties, *Am. J. Mater. Eng. Technol.* 3 (2015) 13–18. <https://doi.org/10.12691/materials-3-1-3>.
- [38] Rao M, Narayana V, Prasad BSK, Almas B. Recent Advances in Biomimetic Materials Used in Restorative Dentistry: An Updated Review. *Asian J. Den. Sci.* [Internet]. 2022 Jun. 1 [cited 2024 Sep. 20];5(1):179-88. Available from: <https://journalajds.com/index.php/AJDS/article/view/84>.
- [39] W. Höland, E. Apel, C. van 't Hoen, V. Rheinberger, Studies of crystal phase formations in high-strength lithium disilicate glass-ceramics, *J. Non. Cryst. Solids* 352 (2006) 4041–4050. <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2006.06.039>.
- [40] S. Deville, J. Chevalier, G. Fantozzi, J.F. Bartolomé, J. Requena, J.S. Moya, R. Torrecillas, L.A. Díaz, Low-temperature ageing of zirconia-toughened alumina ceramics and its implication in biomedical implants, *J. Eur. Ceram. Soc.* 23 (2003) 2975–2982. [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(03\)00313-3](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(03)00313-3).
- [41] S. Arango Santander, A. Pelaez Vargas, J. Saldarriaga Escobar, F. Jorge Monteiro, L.F. Restrepo Tamayo, *Ceramics for Dental Restorations - an Introduction*, Dyna-Colombia 77 (2010) 26–36.
- [42] Conreaux C. La liaison céramo-céramique tiendra-t-elle ses promesses ? Thèse, Docteur en chirurgie dentaire, Odontologie dentaire, Académie De Nancy-Metz Université Henri Poincaré – Nancy 1 Faculté D'odontologie ; p :1-258, 2018. [Internet]. Available from: <https://hal.univ-lorraine.fr/hal-01738752>
- [43] Raskin A. Rappels atomistiques, structure des métaux, des alliages et des céramiques. Société Francophone de Biomateriaux Dentaires, *L'Orthodontie Française*. 2010 ;41 p. © Université Médicale Virtuelle Francophone. Disponible sur: <http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap1/site/html/1.html>
- [44] S. Pommier, *Mécanique des matériaux*, [Internet]. Ingénierie Pour La Recherche Et L'enseignement, Ecole Normale Supérieure Paris-Saclay, SAPHIRE; 2017. Available from: <https://hal.science/cel-01636674>

- [45] J. Charmet, Mécanique du solide et des matériaux-Elasticité-Plasticité-Rupture, ESPCI - Laboratoire d'Hydrodynamique et Mécanique Physique, 2020, p :1-163. [Online] : <http://www.pmmh.espci.fr/fr/Enseignement>
- [46] D. Weigel. Corrélation entre la liaison chimique et la structure des états vitreux et leurs propriétés thermodynamiques et cinétiques. *Revue de Physique Appliquée*, 1977, 12 (5), pp.637-645. 10.1051/rphysap:01977001205063700 . jpa-00244219HAL.
- [47] Zarone F, Ruggiero G, Leone R, Breschi L, Leuci S, Sorrentino R. Zirconia-reinforced lithium silicate (ZLS) mechanical and biological properties: A literature review. *J Dent* [Internet]. 2021;109(April):103661. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2021.103661>
- [48] J. DEJOU, Les céramiques, in : Société Francoph. Biomatériaux Dent. L'Orthodontie Française, 2009 : pp. 33–46. <https://doi.org/10.1051/orthodfr:2008027>.
- [49] N.H.A.-Q. Fadhel A. Al-Sanabani, Ahmed A. Madfa, Alumina Ceramic for Dental Applications: A Review Article., *Am. J. Mater. Res.* 1 (2014) 26–34. <Http://www.aascit.org/journal/ajmr>.
- [50] J.-M. Poujade, C. Zerbib, D. Serre, Céramiques dentaires, *EMC - Dent.* 1 (2004) 101–117. <https://doi.org/10.1016/j.emcdent.2003.11.002>.
- [51] C.Pradines. Infrastructures de bridges en zircone Y-TZP : de la conception aux applications [Internet]. Thèse de docteur en chirurgie dentaire, Académie De Nancy-Metz Université Henri Poincare-Nancy I Faculté D'odontologie ; 2018. Available from: <https://hal.univ-lorraine.fr/hal-01739138>
- [52] Ivoclar Vivadent AG. Documentation scientifique IPS e.max® ZirCAD: Fiche technique du produit. 2017 ;47 p. Disponible sur: <https://www.ivoclar.com:https://www.laboratoire-grall.fr/wp-content/uploads/2018/06/ZIRCAD-SCIENTIST-FR.pdf>
- [53] Laissani N. Influence du renforcement sur les propriétés mécaniques des matériaux dentaires [thèse de Magister]. Sétif (Algérie) : Université Ferhat Abbas-Sétif UFAS ; 2011. p. 1-118.
- [54] Malau C. CFAO et céramo-céramiques usinables : mise en œuvre clinique [thèse de Doctorat en Chirurgie Dentaire]. Brest (France) : Université de Bretagne Occidentale ; 2015. p. 1-96. Disponible sur: <https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-01272695>.

- [55] Zinszner JL. Identification des paramètres matériau gouvernant les performances de céramiques à blindage [thèse]. Metz : Université de Lorraine ; 2017. Available from: <https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01751581>.
- [56] Lintis A. Propriétés mécaniques des matériaux biomimétiques au service de la CFAO [thèse en ligne]. Lyon : Université Claude Bernard-Lyon I ; 2017. P :150
- [57] A.-L. Bobée, Les restaurations céramo-céramiques : étude du système IPS e.max® Press et indications en prothèse dento-portée et implanto-portée [thèse]. Nancy : Université de Lorraine ; 2020 ,p 1-121, Disponible sur : <https://hal.univ-lorraine.fr/hal-03298235v1/document>
- [58] O. Etienne, D. Watzki, La reconstruction des surfaces occlusales par overlays en céramique collée, Rev. Odontostomatol. 46 (2017) 264–278, Disponible sur : https://www.sop.asso.fr/admin/documents/ros/ROS0000449/Rev_Odont_Stomat_2017_46_p264-278.pdf.
- [59] Compin L. Couronne unitaire tout céramique : les indications des différents matériaux en fonction des situations cliniques [thèse]. Thèse d'exercice en chirurgie dentaire, UFR Odontologie Université de Nantes ; 2013. p290 .Available from: <https://archive.bu.univ-nantes.fr/pollux/show/show?id=f9c3f18e-97f1-4808-a269-440f357c5783>.
- [60] N. Laplace, Usure de l ' émail opposé à des céramiques monolithiques en zircone et en disilicate de lithium : revue systématique de la littérature, Université de Bordeaux Collège des Sciences de la Santé UFR, 2016 p :55. <https://doi.org/HAL> Id: dumas-01291168 <https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-01291168>.
- [61] R Saredine, H Kadiri, B Guelorget, L Le Cunff, A Alhussein, R Habchi, G Léronel. A review on potential mechanically resistant materials for optical multifunctional surfaces: bioinspired surfaces with advanced properties. Adv Mater Interfaces. 2023;11(8):2300793. doi:10.1002/admi.202300793.
- [62] S Cailliet , Développement de composants céramiques en zircone stabilisée par stéréolithographie pour applications médicales [thèse]. Grenoble : Université Grenoble Alpes ;. Spécialité : Matériaux, Mécanique, Génie civil, Électrochimie. 2016, p 175 . Available from: <https://theses.hal.science/tel-01952820>.

- [63] A. Msika, Restauration périphérique dento-portée en céramique : quel système choisir en fonction de la situation clinique ? [thèse]. Montrouge : Université de Paris ; 2020. 108 p. Available from: <https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03278274>.
- [64] M. HELFER, Étude des matériaux de reconstruction prothétique odontologique en salive artificielle [thèse]. Nancy : Université de Lorraine ; 2018. Discipline : Génie des Procédés et des Produits. 254 p. Available from: <https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749870>.
- [65] RN Ionescu, A Ripszky Totan, M Meleşcanu Imre, AMC Țâncu, M Pantea, M Butucescu, AT Farcașiu. Prosthetic materials used for implant-supported restorations and their biochemical oral interactions: a narrative review. *Materials (Basel)*. 2022 Feb;15(3):1016. doi:10.3390/ma15031016.
- [66] P Compain. Comportement des matériaux prothétiques dentaires en solution saline - approche expérimentale [thèse]. Nancy : Université Henri Poincaré ; 2010. Diplôme d'État de docteur en chirurgie dentaire. 183 p. Available from: <https://hal.univ-lorraine.fr/hal-01738774>.
- [67] W, Laib Eddhane. Avantages et limites de la prothèse fixée tout céramique [mémoire]. Blida : Université Saad Dahlab ; 2020. Diplôme de docteur en médecine dentaire. 129 p. Available from: <https://di.univ-blida.dz/jspui/bitstream/123456789/13624/1/>.
- [68] Lachaud E. Maîtrise des propriétés optiques de céramiques transparentes par le contrôle des paramètres physicochimiques des précurseurs et des techniques d'élaboration : cas du YAG [thèse]. Lyon : Université Claude Bernard Lyon 1 ; 2019. École Doctorale 34, Matériaux. p 195 . Available from: <https://theses.hal.science/tel-02149813>.
- [69] P. Margossian, G. Laborde, S. Koubi, G. Couderc, G. Maille, S. Botti, Y. Dinardo, P. Mariani. Propriétés optiques des systèmes céramocéramiques : implications cliniques. *Restaur esthétiques en céramique* [Internet]. 2010;21(2):41–51. Available from: <https://www.patricemargossian.com>.
- [70] C. Pradines, Infrastructures de bridges en zircone Y-TZP : De la conception aux applications, Academie de Nancy-Metz Université Henri Poincare-Nancy I Faculté, [Internet] 2018,p 247, Available from :<https://hal.univ-lorraine.fr/hal-01739138> .
- [71] D. Valentin, Mise en forme des céramiques dentaires par stéréolithographie : état de l'art et problématique du taux de retrait., Université de Lille Faculté de Chirurgie Dentaire, [Internet] ,2022,p :1-77 ,Available from :<https://pepite-depot.univ-lille.fr/> .

- [72] D. Prutsch, S. Breuer, M. Uitz, P. Bottke, J. Langer, S. Lunghammer, M. Philipp, P. Posch, V. Pregartner, B. Stanje, A. Dunst, D. Wohlmuth, H. Brandstätter, W. Schmidt, V. Epp, A. Chadwick, I. Hanzu, M. Wilkening, Nanostructured Ceramics: Ionic Transport and Electrochemical Activity: A short journey across various families of materials, *Zeitschrift Fur Phys. Chemie* 231 (2017) 1361–1405. <https://doi.org/10.1515/zpch-2016-0924>.
- [73] M.M.M. López, J. Fauré, M.I.E. Cabrera, M.E.C. García, Structural characterization and electrochemical behavior of 45S5 bioglass coating on Ti6Al4V alloy for dental applications, *Mater. Sci. Eng. B* 206 (2016) 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2015.09.003>.
- [74] R.-D. PALA, Les facettes céramiques collées : protocole clinique, UNIVERSITE DE NICE-SOPHIA-ANTIPOLIS UFR, 2014.
- [75] W. Elshahawy, Cytotoxicity of Dental Ceramics Used for Manufacturing Dental Fixed Prosthesis : A Systematic Review, *MATHEWS Open Access Journals* 1 (2016) 1–5, <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:31523664>.
- [76] C. Brunot-Gohin, J.L. Duval, S. Verbeke, K. Belanger, I. Pezron, G. Kugel, D. Laurent-Maquin, S. Gangloff, C. Egles, Biocompatibility study of lithium disilicate and zirconium oxide ceramics for esthetic dental abutments, *J. Periodontal Implant Sci.* 46 (2016) 362–371. <https://doi.org/10.5051/jpis.2016.46.6.362>.
- [77] P.N. Paqué, M. Özcan, A Review on Biocompatibility of Dental Restorative and Reconstruction Materials, *Curr. Oral Heal. Reports* 11 (2024) 68–77. <https://doi.org/10.1007/s40496-023-00358-9>.
- [78] A Vassal, O Azmi. Les céramiques. *Orthod Fr.* 2009; 80:33–46. doi:10.1051/orthodfr:2008027. Available from: www.orthodfr.org.
- [79] R.F. Marcomini, D.M.P.F. De Souzac, Microstructural and electrical features of yttrium stabilised zirconia with ZnO as sintering additive, *Mater. Res.* 19 (2016) 45–50. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2015-0161>.
- [80] A. Das, D. Pamu, A comprehensive review on electrical properties of hydroxyapatite based ceramic composites, *Mater. Sci. Eng. C* 101 (2019) 539–563. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.03.077>.
- [81] Y. Chen, Q. Wang, Microstructural Design and Processing Control of Advanced Ceramics, *Materials* (Basel). 16 (2023) 1–6. <https://doi.org/10.3390/ma16030905>.

- [82] G. Nishioka, C. Prochnow, A. Firmino, M. Amaral, M.A. Bottino, L.F. Valandro, R.M. de Melo, Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations, *Braz. Oral Res.* 32 (2018) 1–8. <https://doi.org/10.1590/1807-3107bor-2018.vol32.0053>.
- [83] S. John, S. Rink, L. Weidemann, K. Huesker, W. Niedermeier, Solubility of Dental Ceramics in Electric Fields, *Recent Prog. Mater.* 4 (2022) 1–1. <https://doi.org/10.21926/rpm.2202012>.
- [84] HY Shi, R Pang, J Yang, D Fan, H Cai, HB Jiang, J Han, ES Lee, Y Sun. Overview of several typical ceramic materials for restorative dentistry. *Biomed Res Int.* 2022;2022:8451445. doi:10.1155/2022/8451445.
- [85] J McPhee, C. Stewart, Recent Developments on Lithium Disilicate dental ceramics. *J Bioeth Inq.* 2006;3(3):125–31. DOI: 10.1007/s11673-006-9016-3
- [86] F.Y. Dieng, A.E. Clark, D. Neal, K.J. Anusavice, Surface Degradation of Dental Ceramics as a Function of Environmental pH, *Res. REpOrts Biomater. Bioeng.* (2013) 467–471. <https://doi.org/10.1177/0022034513484332>.
- [87] M.S. Amril, N.F. Amat, Y.H. Zenn, A. Muchtar, M.J. Ghazali, Influences of oral environment on natural enamel and zirconia crown: A short review, *J. Adv. Res. Fluid Mech. Therm. Sci.* 59 (2019) 156–162. <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:199565361>.
- [88] M. Mhadhbi, F. Khlissa, C. Bouzidi, Recent Advances in Ceramic Materials for Dentistry, in: *Adv. Ceram. Mater.*, 2021: pp. 1–28. <https://doi.org/10.5772/intechopen.96890>.
- [89] S. Shakeel, A. Fahim, T.N. Shahid, A. Azhar, A. Ashiq, K. Jahangir, Perceived relevance of oral biology: a comparative study among dental interns and faculty, *J. Univ. Med. Dent. Coll.* 14 (2023) 684–688. <https://doi.org/10.37723/jumdc.v14i4.961>.
- [90] C. Dawes, D.T.W. Wong, Role of Saliva and Salivary Diagnostics in the Advancement of Oral Health, *J. Dent. Res.* 98 (2019) 133–141. <https://doi.org/10.1177/0022034518816961>.
- [91] E. Farhadi, H. Kermanshah, S. Rafizadeh, R. Saeedi, L. Ranjbar Omrani, In Vitro Effect of Acidic Solutions and Sodium Fluoride on Surface Roughness of Two Types of CAD-CAM Dental Ceramics, *Int. J. Dent.* 2021 (2021). <https://doi.org/10.1155/2021/9977993>.

- [92] V. Şaramet, M. Meleşcanu-Imre, A.M.C. Tâncu, C.C. Albu, A. Ripszky-Totan, M. Pantea, Molecular interactions between saliva and dental composites resins: A way forward, *Materials* (Basel). 14 (2021) 1–10. <https://doi.org/10.3390/ma14102537>.
- [93] L.R. Damian, R. Dumitrescu, V.T. Alexa, D. Focht, C. Schwartz, O. Balean, D. Jumanca, D. Obistioiu, D. Lalescu, S.A. Stefaniga, A. Berbecea, A.D. Fratila, A.D. Scurtu, A. Galuscan, Impact of Dentistry Materials on Chemical Remineralisation/Infiltration versus Salivary Remineralisation of Enamel—In Vitro Study, *Materials* (Basel). 15 (2022) 1–22. <https://doi.org/10.3390/ma15207258>.
- [94] T. Alakkad, O. Fergani, L. Abulhamail, A. Tajuddin, Y. Ashy, L. Munshi, F. Aljehani, G. Bokhari, G. Sabir, The Impact of Saliva and Oral Microbiome on Restorative Dental Materials, *J. Healthc. Sci.* 3 (2023) 752–757. <https://doi.org/10.52533/johs.2023.31228>.
- [95] Yoshimura HN, Cesar PF. Strengthening dental porcelains by ion exchange process. In: *Ion Exchange - Studies and Applications*. 2012. p. 166-196. <http://dx.doi.org/10.5772/6061>.
- [96] J.J. Kruzic, J.A. Arsecularatne, C.B. Tanaka, M.J. Hoffman, P.F. Cesar, Recent advances in understanding the fatigue and wear behavior of dental composites and ceramics, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 88 (2018) 504–533. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.08.008>.
- [97] E. and Schelar, J. Liu, Fatigue of Dental Ceramics, *J Dent* 41 (2013) 1–25. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2013.10.007>.
- [98] A. Švančárková, D. Galusková, A.E. Nowicka, H. Pálková, D. Galusek, Effect of Corrosive Media on the Chemical and Mechanical Resistance of IPS e.max® CAD Based Li₂ Si₂ O₅ Glass-Ceramics, *Materials* (Basel). 15 (2022). <https://doi.org/10.3390/ma15010365>.
- [99] A. Nowicka, H.F. El-Maghraby, A. Švančárková, D. Galusková, H. Reveron, L. Gremillard, J. Chevalier, D. Galusek, Corrosion and Low Temperature Degradation of 3Y-TZP dental ceramics under acidic conditions, *J. Eur. Ceram. Soc.* 40 (2020) 6114–6122. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.06.019>.
- [100] A.M. Fouda, O. Atta, A.S. Kassem, M. Desoky, C. Bourauel, Wear behavior and abrasiveness of monolithic CAD/CAM ceramics after simulated mastication, *Clin. Oral Investig.* (2022). <https://doi.org/10.1007/s00784-022-04611-w>.

- [101] P.C. Milak, F.D. Minatto, A. De Noni, O.R.K. Montedo, Wear performance of alumina-based ceramics - A review of the influence of microstructure on erosive wear, *Ceramica* 61 (2015) 88–103. <https://doi.org/10.1590/0366-69132015613571871>.
- [102] Y. Lu, X. Chen, H. Yu, Evaluation of wear resistance of dental chairside CAD/CAM glass ceramics reinforced by different crystalline phases, *J. Tribol.* 24 (2018) 1–27. <https://doi.org/10.1115/1.4041536>.
- [103] K Bataineh , M Al Janaideh. Fatigue behavior of three thin CAD/CAM all-ceramic crown materials. *Int Biomech.* 2023;10(1):1–8. doi:10.1080/23335432.2024.2303121.
- [104] I. Turker, P. Kursoglu, Wear evaluation of CAD-CAM dental ceramic materials by chewing simulation, *J. Adv. Prosthodont.* 13 (2021) 281–291. <https://doi.org/10.4047/jap.2021.13.5.281>.
- [105] A.L. Nascimento Oliveira, C.N. Elias, H.E. Salomão Dos Santos, C. dos Santos, R.S. De Biasi, Physical Properties and Color Stainability by Coffee and Red Wine of Opaque and High Translucency Zirconia Dental Ceramics after Hydrothermal Degradation, *Int. J. Biomater.* 2022 (2022) 1–11. <https://doi.org/10.1155/2022/1571729>.
- [106] M. V. Swain, Impact of oral fluids on dental ceramics: What is the clinical relevance?, *Dent. Mater.* 30 (2014) 33–42. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.08.199>.
- [107] B. Knafo, Étude bibliographique de la caractérisation de la fatigue des matériaux de restauration [thèse]. Paris : Université de Paris ; 2020. Diplôme d'État de docteur en chirurgie dentaire. ,p1-56. : <https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03406853>.
- [108] S. Bertrand, D. Narimen, G. Audrey, D. Mohannad, D. Anne, P. Guy, R. Hervey, S. Olivier, S. Mohammed, T. Justine, Comportement en milieu buccal, 2009. <https://doi.org/10.1051/orthodfr/2009001>.
- [109] J. Pytko-Polonczyk, A. Jakubik, A. Przeklasa-Bierowiec, B. Muszynska, Artificial saliva and its use in biological experiments, *J. Physiol. Pharmacol.* 68 (2017) 807–813. . PMID: 29550792.
- [110] E Kubala, P Strzelecka , M Grzegocka ,D Lietz-Kijak ,H Gronwald , P Skomro ,E Kijak . A Review of Selected Studies That Determine the Physical and Chemical Properties of Saliva in the Field of Dental Treatment. *Biomed Res Int.* 2018 May 9;2018:6572381. doi: 10.1155/2018/6572381.

- [111] E Rivière , J Pascaud ,F Letourneur ,X Mariette , G Nocturne . Les cellules épithéliales salivaires sont impliquées dans la modification de la matrice extracellulaire au cours du syndrome de Sjögren. *Rev Rhum.* 2021;88. doi:10.1016/j.rhum.2021.10.205.
- [112] C.Pineau, L'érosion dentaire : diagnostics, étiologies et traitements [thèse]. Marseille : Aix Marseille Université ; Diplôme d'État de docteur en chirurgie dentaire.p77 : Available from: <https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-02400031>.
- [113] R. Semionow, Histoire de la dent : évolution des connaissances anatomiques et physiologiques à travers les textes médicaux de l'Antiquité à l'Époque contemporaine [thèse]. Nancy : Université de Lorraine ; 2016. Diplôme d'État de docteur en chirurgie dentaire. 283 p. Available from: https://docnum.univ-lorraine.fr/public/BUPHA_TD_2016_SEMIONOW_ROMAIN.pdf.
- [114] L.Hattali Caractérisation et modélisation thermo-mécaniques des assemblages métal-céramique élaborés par thermocompression [thèse]. Lyon : École Centrale de Lyon ; [année non spécifiée]. Diplôme de docteur, spécialité Génie des matériaux. 213 p. Available from: <https://theses.hal.science/tel-00505340>.
- [115] F. Goyatá, Y. Galvão, T.R. Simões, L.F. Goyatá, J.A. Arruda, A. Moreno, Effect of surface treatments with acid solutions on the surface roughness of an Yttrium-Tetragonal Zirconia Polycrystal, *J. Clin. Exp. Dent.* 10 (2018) e367–e370. <https://doi.org/10.4317/jced.54571>.
- [116] AM Stanciuc .In vitro evaluation of cell-material interactions on bioinert ceramics with novel surface modifications for enhanced osseointegration [thèse]. Lyon : INSA Lyon ; 2017. École doctorale n° 34, Matériaux de Lyon. p 203. Available from: <https://theses.hal.science/tel-01974174>.
- [117] C Caravaca. Modified functional surfaces for increased biointegration: surface chemistry, mechanical integrity and long-term stability of zirconia and alumina-based ceramics [thèse]. Lyon : INSA Lyon ; 2016. École doctorale 34, Matériaux de Lyon. Available from: <http://theses.insa-lyon.fr/publication/2016LYSEI080/these.pdf>.
- [118] C.F. Mourao, J. Ribeiro, N.B. Mourao, Human Saliva: A Future Diagnostic Tool, *EC Dent. Sci.* 2 (2015) 483–495. <https://doi.org/10.1016/j.jobcr.2015.08.006.in>.

- [119] A. Scientific, D. Sciences, Effect of Surface Finish and Acidic pH Media on the Surface Roughness and the Color Stability of Zirconium Reinforced Lithium Silicate Glass Ceramics (An In-Vitro Study), 2 (2018) 21–27.
- [120] M. Alnasser, M. Finkelman, A. Papathanasiou, M. Suzuki, R. Ghaffari, A. Ali, Effect of acidic pH on surface roughness of esthetic dental materials, J. Prosthet. Dent. 122 (2019) 567.e1-567.e8. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2019.08.022>.
- [121] by Materials Evaluation and Engineering, Scanning Electron Microscopy, Handb. Anal. Methods Mater. (2014) 39–42. <https://doi.org/10.1002/9783527603978.mst0012>.
- [122] S Alahraché. Vitrocéramiques transparentes d'aluminates : mécanismes de cristallisation et étude structurale [thèse]. Orléans : Université d'Orléans ; 2011. École doctorale Sciences et technologies, Laboratoire CEMHTI. p 194. Available from: <https://theses.hal.science/tel-00831691>.
- [123] A. El-Bediwi, R. Ebrahim, A. Sarhan, Effect of Aging on Microstructure and Mechanical Properties of Some Dental Materials, Res. Rev. Biosci. 11 (2016) 1–18. <https://www.tsijournals.com/abstract/effect-of-aging-on-microstructure-and-mechanical-properties-of-some-dental-materials-7425.html>
- [124] B. Kukiattrakoon, C. Hengtrakool, U. Kedjarune-Leggat, Effect of acidic agents on surface roughness of dental ceramics., Dent. Res. J. (Isfahan). 8 (2011) 6–15. <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3177383/>
- [125] V. Aina, L. Bertinetti, G. Cerrato, M. Cerruti, G. Lusvardi, G. Malavasi, C. Morterra, L. Tacconi, L. Menabue, On the dissolution/reaction of small-grain Bioglass ® 45S5 and F-modified bioactive glasses in artificial saliva (AS), Appl. Surf. Sci. 257 (2011) 4185–4195. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.12.019>.
- [126] N.S. Muayad, N.H. Ghaib, The Effect of Artificial Saliva on the Surface Roughness of Different Esthetic Archwires : An in Vitro Study, J. Baghdad Coll. Dent. 29 (2018) 106–112. <https://doi.org/10.12816/0041190>.
- [127] MK Khan, QY Wang, ME Fitzpatrick. Atomic force microscopy (AFM) for materials characterization. In: Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods. 2016. p. 1-16. Available from: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100040-3.00001-8>.

- [128] S MALLOU Les caractérisations des matériaux utilisés pour la fabrication des prothèses dentaires. Mémoire de Master, Université Abderrahmane Mira, Béjaïa; 2015,p 72. <https://bucket.theses-algerie.com/files/repositories-dz/1998641162931950.pdf>
- [129] M. Guedes, V. Costa, T. Silva, A. Teles, X. Yang, A.C. Ferro, Processing and characterization of alumina/LAS bioceramics for dental applications, *Bull. Mater. Sci.* 37 (2014) 695–703. <https://doi.org/10.1007/s12034-014-0704-z>.
- [130] P.D. Ngo, Energy Dispersive Spectroscopy, *Fail. Anal. Integr. Circuits* (2012) 205–215. https://doi.org/10.1007/978-1-4615-4919-2_12.
- [131] P. Liliana, S.C. Elena, C.L. Virgil, D.M. Laurențiu, P.S. Daniel, Corrosion behavior of Ni-Cr dental casting alloys, *Int. J. Electrochem. Sci.* 13 (2018) 410–423. <https://doi.org/10.20964/2018.01.08>.
- [132] S. Wille, V. Van Broeck, T. Strunskus, F. Faupel, M. Kern, Quantitative evaluation of contamination on dental zirconia ceramic by silicone disclosing agents after different cleaning procedures, *Materials (Basel)*. 8 (2015) 2650–2657. <https://doi.org/10.3390/ma8052650>.
- [133] C. Valero, A. Igual, Electrochemical Aspects in Biomedical Alloy Characterization: Electrochemical Impedance Spectroscopy, *Biomed. Eng. Trends Mater. Sci.* (2011). <https://doi.org/10.5772/13039>.
- [134] A. Calmet, Analyse du comportement électrochimique de matériaux d ' électrodes biocompatibles , utilisables comme électrodes dans un dispositif de diagnostic médical non invasif ,[Thèse] Université Pierre et Marie Curie, (2017). Available : <https://theses.hal.science/tel-01651345>
- [135] S.M. Zebarjad, Electrochemical Corrosion Testing, *Handb. Anal. Methods Mater. - Materials Eval. Eng.* (2014) 15–16. <https://doi.org/10.1520/stp727-eb>.
- [136] E. Peláez, W. Müller, M. Valdés, Some ideas about electrochemical characterization of dental alloys, *Biomecánica* 9 (2001) 66–70. <https://upcommons.upc.edu/bitstream/handle/2099/6568/12someideasaboutelectrochemicalcharacterizationofde.pdf?sequence=1>.
- [137] J. Cheng, J. Xu, L.L. Liu, S. Jiang, Electrochemical corrosion behavior of Ta₂N nanoceramic coating in simulated body fluid, *Materials (Basel)*. 9 (2016) 1–21. <https://doi.org/10.3390/ma9090772>.

- [138] D.E. Romonti, A. V. Gomez Sanchez, I. Milošev, I. Demetrescu, S. Ceré, Effect of anodization on the surface characteristics and electrochemical behaviour of zirconium in artificial saliva, *Mater. Sci. Eng. C* 62 (2016) 458–466. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.01.079>.
- [139] W.Q. Toh, X. Tan, A. Bhowmik, E. Liu, S.B. Tor, Tribochemical characterization and tribocorrosive behavior of CoCrMo alloys: A review, *Materials (Basel)*. 11 (2017). <https://doi.org/10.3390/ma11010030>.
- [140] N. Eliaz, N. Metoki, Calcium phosphate bioceramics: A review of their history, structure, properties, coating technologies and biomedical applications, *Materials (Basel)*. 10 (2017). <https://doi.org/10.3390/ma10040334>.
- [141] M. Bahraminasab, M. Bozorg, S. Ghaffari, F. Kavakebian, Electrochemical corrosion of Ti-Al₂O₃ biocomposites in Ringer's solution, *J. Alloys Compd.* (2019) 34–43. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.09.313>.
- [142] W. Wang, S. Itoh, N. Yamamoto, A. Okawa, A. Nagai, K. Yamashita, Electrical Polarization of β -Tricalcium Phosphate Ceramics, 2177 (2010) 2175–2177. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2010.03710.x>.
- [143] I.C. Lavos-Valereto, S. Wolyneć, I. Ramires, A.C. Guastaldi, I. Costa, Electrochemical impedance spectroscopy characterization of passive film formed on implant Ti-6Al-7Nb alloy in Hank's solution, *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 15 (2004) 55–59. <https://doi.org/10.1023/B:JMSM.0000010097.86245.74>.
- [145] M. Cerruti, Surface characterization of silicate bioceramics, *Philos. Trans. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.* 370 (2012) 1281–1312. <https://doi.org/10.1098/rsta.2011.0274>.
- [146] C. Barry, M. Grant, *Ceramic materials- Science and Engineering*, Springer S, 2013. [https://doi.org/10.1016/S0026-0657\(01\)80220-4](https://doi.org/10.1016/S0026-0657(01)80220-4).
- [147] H Wang. Biomaterials in medical applications. *Polymers (Basel)*. 2023 Feb;15(4):847. doi: 10.3390/polym15040847.
- [148] J.S. Lee, J. Fleig, J. Maier, T.J. Chung, D.Y. Kim, Microcontact impedance spectroscopy in nitrogen-graded zirconia, *Solid State Ionics* 176 (2005) 1711–1716. <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2005.04.036>.

- [149] ISO 6872:2015. Dentistry — Ceramic materials. 4th ed. Geneva: International Organization for Standardization; 2015. Available from: <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/426c5153-ef2d-49c6-a7d3-d38ec4fbbea5/iso-6872-2015>.
- [150] ISO 9693-1:2012. Dentistry — Compatibility testing — Part 1: Metal-ceramic systems. Geneva: International Organization for Standardization; 2012. Available from: <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2a3bc82-10cc-49c2-a16f-3179cd8db4ae/iso-9693-1-2012>.
- [151] B. Henriques, D. Soares, F.S. Silva, Microstructure, hardness, corrosion resistance and porcelain shear bond strength comparison between cast and hot pressed CoCrMo alloy for metal-ceramic dental restorations, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 12 (2012) 83–92. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2012.03.015>.
- [152] J. Pytko-Polonczyk, Artificial saliva and its use in biological experiments, *J. Physiol. Pharmacol.* 2017 8 (2013) 203–205. <https://doi.org/10.1177/1746847713485834>.
- [153] J. Gal, Y. Fovet, M. Adib-yadzi, M. Ii, C.C.P.E. Bataillon, T. Cate, About a synthetic saliva for in vitro studies, *Talanta* 53 (2001) 1103–1115. [https://doi.org/10.1016/S0039-9140\(00\)00618-4](https://doi.org/10.1016/S0039-9140(00)00618-4).
- [154] M.A.B. Da Silva, R.P. Vitti, M.A.C. SinhoretI, R.L.X. Consani, J.G. da Silva-Júnior, J. Tonholo, Effect of alcoholic beverages on surface roughness and microhardness of dental composites, *Dent. Mater. J.* 35 (2016) 621–626. <https://doi.org/10.4012/dmj.2015-383>.
- [155] K. Engelhart, A. Popescu, J. Bernhardt, Using mid infrared technology as new method for the determination of the dwell time of salivary substitutes on three dimensional gingiva models, *BMC Ear, Nose Throat Disord.* 16 (2016) 1–7. <https://doi.org/10.1186/s12901-016-0025-5>.
- [156] *Instructions for Use Zenostar MT/T/MO*. 2015. Available online: <http://www.wieland-dental.de/en/>.
- [157] Ivoclar Vivadent. *International Bibliography of Military History*, vol. 20, 2011, pp. 157–169. <https://doi.org/10.1163/221157599x00081>.
- [158] VITA. *In-Ceram for inLab®*. 2006. Available onlin https://www.dt-shop.com/fileadmin/media/ga/0930_ga_enu.pdf.

- [159] P. Milleding, C. Haraldsson, S. Karlsson, Ion leaching from dental ceramics during static in vitro corrosion testing, *J. Biomed. Mater. Res.* 61 (2002) 541–550. <https://doi.org/10.1002/jbm.10109>.
- [160] S.B. Rao, R. Chowdhary, Evaluation on the Corrosion of the Three Ni-Cr Alloys with Different Composition, *Int. J. Dent.* 2011 (2011) 1–5. <https://doi.org/10.1155/2011/397029>.
- [161] K. Dorado-Bustamante, S. Leal-Marin, H. Estupiñán-Duran, Electrochemical analysis of the degradation of nitrided zirconia 3Y-TZP, *Dyna* 85 (2018) 9–15. <https://doi.org/10.15446/dyna.v85n206.68296>.
- [162] A Thomas, S Sridhar, S Aghyarian, P Watkins-Curry, J Y Chan, A Pozzi, & Rodrigues, D. C. (2016). Corrosion behavior of zirconia in acidulated phosphate fluoride. *Journal of Applied Oral Science*, 24(1), 52–60. <https://doi.org/10.1590/1678-775720150435>
- [163] M. Omid, A. Fatehinya, M. Farahani, Z. Akbari, S. Shahmoradi, F. Yazdian, M. Tahriri, K. Moharamzadeh, L. Tayebi, D. Vashae, *Characterization of biomaterials*, Elsevier Ltd, 2017. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100961-1.00007-4>.
- [164] L Messad, and A Kamilia. Contribution de la Microscopie Électronique dans l'Étude des Matériaux. Master's thesis, Université Akli Mohand Oulhadj-Bouira, 2020, p74. <http://dspace.univ-bouira.dz:8080>
- [165] L. Maniguet, F. Roussel, F. Charlot, F. Robaut, G.I.N.P. Cmtc, P. Bp, S. Martin, L. Maniguet, C. Matériaux, Principes de base et évolution de la microscopie électronique à balayage. *Matériaux*, 33(238), 28-39. <https://excerpts.numilog.com/books/9782759800827.pdf>
- [166] P. Gravereau . Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres. 3rd cycle. Diffraction des rayons X par les poudres, Université Bordeaux 1, France. 2011, pp.209. <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00671294>
- [167] W. Huang, Contribution à l'analyse par diffractométrie X des déformations et des contraintes à l'échelle des grains ,[Thèse] Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, 2007.p 145. <https://pastel.hal.science/pastel-00002480>.
- [168] F. Zhang, M. Batuk, J. Hadermann, G. Manfredi, A. Mariën, K. Vanmeensel, M. Inokoshi, B. Van Meerbeek, I. Naert, J. Vleugels, Effect of cation dopant radius on the hydrothermal stability of tetragonal zirconia: Grain boundary segregation and oxygen vacancy annihilation, *Acta Mater.* 106 (2016) 48–58. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.12.051>.

- [169] C. Castiglia, P. Francisco, C. Yuri, Mechanical Properties and Porosity of Dental Glass-Ceramics Hot-Pressed at Different Temperatures, 11 (2008) 301–306. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392008000300012>
- [170] M. Jakovac, J. Živko-Babić, L. Ćurković, A. Aurer, Measurement of ion elution from dental ceramics, J. Eur. Ceram. Soc. 26 (2006) 1695–1700. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2005.03.242>.
- [171] K.J. Anusavice, N.Z. Zhang, Chemical durability of Dicor and lithia-based glass-ceramics, Dent. Mater. 13 (1997) 13–19. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(97\)80003-6](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(97)80003-6).
- [172] S. Kargozar, S. Hamzehlou, F. Baino, Effects of the biological environment on ceramics: Degradation, cell response, and in vivo behavior, in: Fundam. Biomater. Ceram., 2018: pp. 1–31. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102203-0.00014-7>.
- [173] M. Cárdenas, T. Arnebrandt, A. Rennie, G. Fragneto, R.K. Thomas, L. Lindh, Human saliva forms a complex film structure on alumina surfaces, Biomacromolecules 8 (2007) 65–69. <https://doi.org/10.1021/bm060492t>.
- [174] D. Krewski, R.A. Yokel, E. Nieboer, D. Borchelt, J. Cohen, J. Harry, S. Kacew, J. Lindsay, A.M. Mahfouz, V. Rondeau, Human health risk assessment for aluminium, aluminium oxide, and aluminium hydroxide, 2007. <https://doi.org/10.1080/10937400701597766>.
- [175] R.P. Wintsch, J.N. Aleinikoff, K. Yi, Foliation development and reaction softening by dissolution and precipitation in the transformation of granodiorite to orthogneiss, Glastonbury Complex, Connecticut, U.S.A., Can. Mineral. 43 (2005) 327–347. <https://doi.org/10.2113/gscanmin.43.1.327>.
- [176] P A Bjorkum, N Gjelsvik, An Isochemical Model for Formation of Authigenic Kaolinite, K-Feldspar and Illite in Sediments, SEPM J. Sediment. Res. Vol. 58 (2003) 506–511. <https://doi.org/10.1306/212f8dd2-2b24-11d7-8648000102c1865d>.
- [177] M. Lagache, Contribution à l'étude de l'altération des feldspaths, dans l'eau entre 100 et 200° C, sous diverses pressions de CO₂ et application à la synthèse des minéraux argileux, Bull. La Société Française Minéralogie Cristallogr. 88 (2018) 223–253. <https://doi.org/10.3406/bulmi.1965.5840>.
- [178] D. Bartolo, G. Cassar, N. Al-Haj Husain, M. Özcan, J. Camilleri, Effect of polishing procedures and hydrothermal aging on wear characteristics and phase transformation of

zirconium dioxide, J. Prosthet. Dent. 117 (2017) 545–551. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2016.09.004>.

[179] A.S.G. Stumpf, C.P. Bergmann, J. Vicenzi, R. Fetter, K.S. Mundstock, Mechanical behavior of alumina and alumina-feldspar based ceramics in an acetic acid (4%) environment, Mater. Des. 30 (2009) 4348–4359. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.04.009>.

[180] E. Volceanov, C.G. Popa, A. Volceanov, S. Ciucă, The effect of Ca^{2+} and Mg^{2+} tandem on phase transformation, sintering, and chemical stability in artificial saliva of alumina-zirconia bioceramics. Romanian Journal of Materials, 48, 412–421. <https://solacolu.chim.upb.ro/p412-421.pdf>

[181] P. Pandoleon, E. Kontonasaki, N. Kantiranis, N. Pliatsikas, P. Patsalas, L. Papadopoulou, T. Zorba, K.M. Paraskevopoulos, P. Koidis, Aging of 3Y-TZP dental zirconia and yttrium depletion, Dent. Mater. 33 (2017) e385–e392. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.07.011>.

[182] P.N. Sudha, K. Sangeetha, A. V. Jisha Kumari, N. Vanisri, K. Rani, Corrosion of ceramic materials, Elsevier Ltd., 2018. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102203-0.00009-3>.

[183] S. Misture, X-ray powder diffraction. In *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-818542-1.00063-1>

[184] L. Montagne, P. Thomas, E. Djurado, T. Cutard, L. Antoine, J. Dailly, M. Marrony, F. Ansart, P. Lenormand, Développement de verres de scellement par voie sol-gel en vue de l'élaboration d'une Serial Repeat Unit (SRU) pour piles à combustible SOFC, [Thèse], l'Université Paul Sabatier – Toulouse III, 2012, p206. <https://theses.fr/2012TOU30310>

[185] M. Žic, An alternative approach to solve complex nonlinear least-squares problems, J. Electroanal. Chem. 760 (2016) 85–96. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2015.11.015>.

[186] Z. Lukács, T. Kristóf, A generalized model of the equivalent circuits in the electrochemical impedance spectroscopy, Electrochim. Acta 363 (2020) 137199. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2020.137199>.

[187] S. Fabris, A.T. Paxton, M.W. Finnis, A stabilization mechanism of zirconia based on oxygen vacancies only, Acta Mater. 50 (2018) 5171–5178. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00385-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00385-3).

[188] L.T.L. V. Van Hung, Effects of temperature and dopant concentration on oxygen vacancy diffusion coefficient of yttria-stabilized zirconia Effects of temperature and dopant

concentration on oxygen vacancy diffusion coefficient of yttria-stabilized zirconia, *J. Phys.* 1274 (2019) 1–7. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1274/1/012005>.

[189] J. Hur, First principles study of oxygen vacancy activation energy barrier in zirconia-based resistive memory, Springer US, 2020. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-62270-x>.

[190] S. Yang, Y. Deng, S. Zhou, Capacitive Behavior of Aqueous Electrical Double Layer Based on Dipole Dimer Water Model, *Nanomaterials* 13 (2023) 1–13. <https://doi.org/10.3390/nano13010016>.

[191] K. Kowalski, K. Obal, Z. Pedzich, K. Schneider, M. Rekas, Lattice and Grain-Boundary Diffusion of Al in Tetragonal Yttria-Stabilized Zirconia Polycrystalline Ceramics (3Y-TZP) Analyzed Using SIMS, *J. Am. Ceram. Soc.* 97 (2014) 3122–3127. <https://doi.org/10.1111/jace.13126>.

[192] G.S. Frankel, J.D. Vienna, J. Lian, J.R. Scully, S. Gin, J. V. Ryan, J. Wang, S.H. Kim, W. Windl, J. Du, A comparative review of the aqueous corrosion of glasses, crystalline ceramics, and metals, *Npj Mater. Degrad.* 2 (2018) 1–17. <https://doi.org/10.1038/s41529-018-0037-2>.

[193] H. Xie, S. Shen, M. Qian, F. Zhang, C. Chen, F.R. Tay, Effects of acid treatment on dental zirconia: An in vitro study, *PLoS One* 10 (2015) 1–12. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0136263>.

[194] T. Sterzenbach, R. Helbig, C. Hannig, M. Hannig, Bioadhesion in the oral cavity and approaches for biofilm management by surface modifications, *Clin. Oral Investig.* 24 (2020) 4237–4260. <https://doi.org/10.1007/s00784-020-03646-1>.

[195] C. Ahamer, A.K. Opitz, G.M. Rupp, J. Fleig, Revisiting the Temperature Dependent Ionic Conductivity of Yttria Stabilized Zirconia (YSZ), *J. Electrochem. Soc.* 164 (2017) F790–F803. <https://doi.org/10.1149/2.0641707jes>.

[196] X. Li, J., Zhu, R., Yuan, J., Lu, X., Zhao, S., Xu, M., Cao, Phase stability, microstructure and mechanical properties of nanostructured yttria stabilized zirconia coatings subjected to moisture degradation, *Ceram. Int.* 48 (2022) 31800–31810. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.07.108>.

- [197] U. Martin, J. Ress, P. Pérez, P. Adeva, D.M. Bastidas, Corrosion Behavior of Al10Cr30Fe25Mn30Ti5 High-Entropy Alloy: Microstructural, Electrochemical, and Surface Analysis, *Metals* (Basel). 12 (2022) 1–19. <https://doi.org/10.3390/met12101736>.
- [198] M. Li, C. Li, J. Xing, X. Sun, G. Yuan, Y. Cao, An experimental study on dynamic coupling process of alkaline feldspar dissolution and secondary mineral precipitation, *Acta Geochim.* 38 (2019) 872–882. <https://doi.org/10.1007/s11631-019-00326-0>.
- [199] Bevan J, Savage D. The effect of organic acids on the dissolution of K-feldspar under conditions relevant to burial diagenesis. *Mineralogical Magazine*. 1989;53(372):415-425. doi:10.1180/minmag.1989.053.372.02
- [200] S. Lin, Y. Yu, M. Zhong, H. Yang, C. Zhang, Z. Zhang, The Dissolution Behavior of Feldspar Minerals in Various Low-Molecular-Weight Organic Acids, *Materials* (Basel). 16 (2023) 1–12. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/ma16206704>.
- [201] S.A. Welch, W.J. Ullman, Feldspar dissolution in acidic and organic solutions: Compositional and pH dependence of dissolution rate, *Geochim. Cosmochim. Acta* 60 (1996) 2939–2948. [https://doi.org/10.1016/0016-7037\(96\)00134-2](https://doi.org/10.1016/0016-7037(96)00134-2).
- [202] T. Novaković, T. Barudžija, M. Čomor, P. Banković, Z. Mojović, Electrochemical behavior of different types of alumina, *J. Electroanal. Chem.* 895 (2021). <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2021.115542>.
- [203] L.. Ropuš, I.; Curkovi' c, S. Cajner, H.; Ron'cevi'c, Optimization of Alumina Ceramics Corrosion Resistance in Nitric acid, *Materials* (Basel). 15 (2022) 1–14. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/ma15072579>.
- [204] K. Rajeswari, M.B. Suresh, U.S. Hareesh, Y.S. Rao, D. Das, R. Johnson, Studies on ionic conductivity of stabilized zirconia ceramics (8YSZ) densified through conventional and non-conventional sintering methodologies, *Ceram. Int.* 37 (2011) 3557–3564. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2011.05.151>.
- [205] J. de Dios Solier, M.A. Pérez-Jubindo, A. Dominguez-Rodriguez, A.H. Heuer, Low-Temperature Ionic Conductivity of 9.4-mol%-Yttria-Stabilized Zirconia Single Crystals, *J. Am. Ceram. Soc.* 72 (1989) 1500–1502. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb07688.x>.

- [206] X. Tang, Z. Tan, T. Nakamura, H. Yatani, Effects of ageing on surface textures of veneering ceramics for zirconia frameworks, *J. Dent.* 40 (2012) 913–920. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.07.009>.
- [207] Z. Shan, Y. Deng, J. Liu, F. Shi, M. Liu, J. Zhou, H. Zhang, C. Wu, T. Liu, effectively promoting the crystallization of lithium disilicate glass-ceramics by free oxygen in the glass, *Mater. Chem. Phys.* 240 (2020) 122131. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2019.122131>.
- [208] J Tardelli . Étude du comportement électrochimique des phases inter métalliques des alliages d'aluminium 2214-T6 et 7050-T74 : approche multiéchelle de matériaux polyphases [thèse]. Nancy : Université de Lorraine; 2012. 239 p. [Online]: https://docnum.univ-lorraine.fr/public/DDOC_T_2012_0082_TARDELLI.pdf
- [209] E. Haux, Corrosion d'un type de minivis d'ancrage orthodontique en Ti6Al4V, [mémoire]. Nancy: Faculté d'Odontologie, Université de Lorraine, 2014,p1-71,[online] <https://hal.univ-lorraine.fr/hal-02110192>.
- [210] B. Kasprzyk-Hordern, Chemistry of alumina, reactions in aqueous solution and its application in water treatment, *Adv. Colloid Interface Sci.* 110 (2004) 19–48. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2004.02.002>.
- [211] E. Liamas, O.R.T. Thomas, A.I. Muñoz, Z.J. Zhang, Tribocorrosion behaviour of pure titanium in bovine serum albumin solution: A multiscale study, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 102 (2020) 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103511>.
- [212] A.F.C. H. Bilhan, T. Bilgin, B.Y.A.J.A. Von fraunhofer, The Effect of Mucine, IgA, Urea, and Lysozyme on the Corrosion Behavior of Various Non-precious Dental Alloys and Pure Titanium in Artificial Saliva, *J. Biomater. Appl.* 22 (2007) 198–221. <https://doi.org/10.1177/0885328207072557>.
- [213] M. Khethier Abbass, B. Finner Sultan, Effect of Al₂O₃ Nanoparticles on Corrosion Behavior of Aluimnum Alloy (Al-4.5 Wt% Cu-1.5 Wt% Mg) Fabricated By Powder Metallurgy, *Eng. Struct. Technol.* 11 (2019) 25–31. <https://doi.org/10.3846/est.2019.8860>.
- [214] J. Zak, T. Kuwana, Electrooxidative Catalysis Using Dispersed Alumina on Glassy Carbon Surfaces, *J. Am. Chem. Soc.* 104 (1982) 5514–5515. <https://doi.org/10.1021/ja00384a056>.

- [215] G. V. Franks, Y. Gan, Charging behavior at the alumina-water interface and implications for ceramic processing, *J. Am. Ceram. Soc.* 90 (2007) 3373–3388. <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2007.02013.x>.
- [216] H. Salimkhani, T. Joodi, A. Bordbar-Khiabani, A. Motei Dizaji, B. Abdolalipour, A. Azizi, Surface and structure characteristics of commercial K-Feldspar powders: Effects of temperature and leaching media, *Chinese J. Chem. Eng.* 28 (2020) 307–317. <https://doi.org/10.1016/j.cjche.2018.11.016>.
- [217] J. Chevalier, J. Loh, L. Gremillard, S. Meille, E. Adolfson, Low-temperature degradation in zirconia with a porous surface, *Acta Biomater.* 7 (2011) 2986–2993. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2011.03.006>.
- [218] L. Sun, G. Hong, Surface Modifications for Zirconia Dental Implants: A Review, *Front. Dent. Med.* 2 (2021) 1–8. <https://doi.org/10.3389/fdmed.2021.733242>.
- [219] T.A. Sulaiman, A.A. Abdulmajeed, K. Shahramian, L. Hupa, T.E. Donovan, P. Vallittu, T.O. Närhi, Impact of gastric acidic challenge on surface topography and optical properties of monolithic zirconia, *Dent. Mater.* 31 (2015) 1445–1452. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.09.010>.
- [220] W.S. Alghamdi, N. Labban, A. Maawadh, H.D. Alsayed, H. Alshehri, A. Alrahlah, S.M. Alnafaiy, Influence of Acidic Environment on the Hardness, Surface Roughness and Wear Ability of CAD/CAM Resin-Matrix Ceramics, *Materials (Basel)*. 15 (2022) 1–13. <https://doi.org/10.3390/ma15176146>.
- [221] N. Scotti, A. Ionescu, A. Comba, A. Baldi, E. Brambilla, A. Vichi, C. Goracci, R. Ciardiello, A. Tridello, D. Paolino, D. Botto, Influence of low-ph beverages on the two-body wear of cad/cam monolithic materials, *Polymers (Basel)*. 13 (2021) 1–9. <https://doi.org/10.3390/polym13172915>.
- [222] J.M. Jakovac, T. Klaser, B. Radatović, A. Bafti, Ž. Skoko, L. Pavić, M. Žic, Impact of sandblasting on morphology, structure and conductivity of zirconia dental ceramics material, *Materials (Basel)*. 14 (2021) 1–12. <https://doi.org/10.3390/ma14112834>.
- [223] C. Tokoro, S. Suzuki, D. Haraguchi, S. Izawa, Silicate removal in aluminum hydroxide co-precipitation process, *Materials (Basel)*. 7 (2014) 1084–1096. <https://doi.org/10.3390/ma7021084>.

- [224] J. Beardmore, X. Lopez, J.I. Mujika, C. Exley, What is the mechanism of formation of hydroxyaluminosilicates?, *Sci. Rep.* 6 (2016) 1–8. <https://doi.org/10.1038/srep30913>.
- [225] K.R. Mikeska, S.J. Bennison, S.L. Grise, Corrosion of ceramics in aqueous hydrofluoric acid, *J. Am. Ceram. Soc.* 83 (2000) 1160–1164. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01348.x>.
- [226] A. Tewari, F. Nabiei, M. Cantoni, P. Bowen, C. Hébert, Segregation of anion (Cl-) impurities at transparent polycrystalline α -alumina interfaces, *J. Eur. Ceram. Soc.* 34 (2014) 3037–3045. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2014.04.018>.
- [227] L. Čurković, M.F. Jelača, S. Kurajica, Corrosion behavior of alumina ceramics in aqueous HCl and H₂SO₄ solutions, *Corros. Sci.* 50 (2008) 872–878. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2007.10.008>.
- [228] B. Cagnon, D. Daval, M. Cabié, D. Lemarchand, S. Gin, A comparative study of the dissolution mechanisms of amorphous and crystalline feldspars at acidic pH conditions, *Npj Mater. Degrad.* 6 (2022) 1–13. <https://doi.org/10.1038/s41529-022-00240-6>.
- [229] S. Liu, Y. Zhai, Degree of Al-Si order in K-feldspar and its effect on K-feldspar's dissolution, *Period. Di Mineral.* 90 (2021) 359–369. <https://doi.org/10.13133/2239-1002/17479>.
- [230] C. Gautam, J. Joyner, A. Gautam, J. Rao, R. Vajtai, Zirconia based dental ceramics: structure, mechanical properties, biocompatibility and applications, *Dalt. Trans.* 45 (2016) 19194–19215. <https://doi.org/10.1039/c6dt03484e>.
- [231] J.B. Rosenholm, F. Manelius, H. Fagerholm, L. Grönroos, H. Byman-Fagerholm, Surface and bulk properties of yttrium stabilized ZrO₂ powders in dispersions, *Trends Colloid Interface Sci.* VIII 1994 (2007) 51–58. <https://doi.org/10.1007/bfb0115135>.
- [232] D.U. Tulyaganov, S. Agathopoulos, I. Kansal, P. Valério, M.J. Ribeiro, J.M.F. Ferreira, Synthesis and properties of lithium disilicate glass-ceramics in the system SiO₂-Al₂O₃-K₂O-Li₂O, *Ceram. Int.* 35 (2009) 3013–3019. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2009.04.002>.
- [233] H. Riquieri, J.B. Monteiro, D.C. Viegas, T.M.B. Campos, R.M. de Melo, G. de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra, Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics, *Dent. Mater.* 34 (2018) 1483–1491. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.06.010>.