



Thèse

2002

Open Access

This version of the publication is provided by the author(s) and made available in accordance with the copyright holder(s).

Résistance à la fatigue en rotation et résistance en flexion de huit matériaux résineux, composites et acétals

Coto-Hunziker, Viviana

How to cite

COTO-HUNZIKER, Viviana. Résistance à la fatigue en rotation et résistance en flexion de huit matériaux résineux, composites et acétals. Doctoral Thesis, 2002. doi: 10.13097/archive-ouverte/unige:556

This publication URL: <https://archive-ouverte.unige.ch/unige:556>

Publication DOI: [10.13097/archive-ouverte/unige:556](https://doi.org/10.13097/archive-ouverte/unige:556)

UNIVERSITE DE GENEVE

FACULTE DE MEDECINE
Section de Médecine dentaire
Département de Prothèse dentaire

Thèse effectuée sous la direction du Professeur Urs Belser

**RESISTANCE A LA FATIGUE EN ROTATION ET
RESISTANCE EN FLEXION DE HUIT MATERIAUX
RESINEUX, COMPOSITES ET ACETALS**

Thèse

**Présentée à la Faculté de l'Université de Genève
pour obtenir le grade de Docteur en médecine dentaire**

par

Viviana Coto Hunziker

de

Oberkulm (AG)

Thèse n° 618

Genève

2002

A mon époux Eduardo
A nos enfants Adrian, Mariel ...
A ma sœur Silvina

REMERCIEMENTS

Je remercie chaleureusement toutes les personnes qui m'ont aidé à la réalisation de ce travail.

Et en particulier :

Tout d'abord le Professeur Urs Belser, chef de la division de prothèse conjointe et d'occlusodontie, pour l'appui et la confiance accordés pendant toutes ces années au sein de son équipe.

Le Docteur Susanne Scherrer, pour ses conseils, aide et collaboration inestimables dans la réalisation de ce travail.

Le Docteur Anselm Wiskott, pour avoir guidé mes premiers pas dans cette étude.

Les fabricants, pour la mise à disposition des différents matériaux.

Madame Chantal Godin, technicienne de laboratoire chez le Professeur Jean-Marc Meyer, pour son aide dans le test en flexion.

Madame Marie-Claude Reymond, laborantine chez le Professeur Ivo Krejci, pour son assistance dans la réalisation des images au microscope électronique à balayage.

Monssieurs Michel Bertossa et Jean-Jacques Rossier, techniciens-dentistes, pour leurs précieux conseils.

Les Docteurs Thierry Doumas, Fabrice Macheret et Nikolaos Perakis pour leurs recommandations avisées.

TABLE DE MATIERES:	page
I. INTRODUCTION	1
II. MATERIEL ET METHODE	
II.1. MATERIAUX	
II.1.1. Composition chimique des résines pour restaurations provisoires.	5
II.1.2. Composition chimique des composites pour restaurations long terme.	6
II.1.3. Composition chimique d'un matériau plastique pour crochets de prothèse amovible.	6
II.2. FABRICATION DES ECHANTILLONS	
II.2.1. Echantillons pour le test de fatigue en rotation.	8
II.2.2. Echantillons pour le test de flexion.	10
II.3. METHODE	
II.3.1. Test de fatigue en rotation.	
II.3.1.1. La machine de fatigue.	11
II.3.1.2. Le principe de la fatigue en rotation.	12
II.3.1.3. Données générées par la méthode de l'escalier ("staircase technique").	12
II.3.2. Test de résistance en flexion trois - points.	16
II.3.3. Analyse statistique.	
II.3.3.1. Fatigue en rotation.	16
II.3.3.2. Résistance en flexion: analyse de Weibull.	17
II.3.4. Analyse par fractographie.	17
III. RESULTATS	
III.1. RESULTATS DE LA FATIGUE EN ROTATION	18
III.2. RESULTATS DES TESTS DE FLEXION	
III.2.1. Analyse de Weibull.	22
III.2.2. Modules d'élasticité (E).	25
III.3. ANALYSE PAR FRACTOGRAPHIE	27
IV. DISCUSSION	
IV.1. Fatigue cyclique et composition chimique	29
IV.2. Fatigue cyclique et ténacité K_{Ic}	30
IV.3. Fatigue cyclique et fractographie	33
IV.4. Fatigue cyclique et résistance en flexion (test statique)	34
V. CONCLUSIONS	37
VI. RESUME / ABSTRACT	39
VII. BIBLIOGRAPHIE	41

I. INTRODUCTION

Les matériaux pour restaurations dentaires doivent présenter des caractéristiques microstructurelles et physico-chimiques leur permettant de résister aux contraintes masticatoires répétitives dont l'effet endommageant dans le temps peut amener le matériau à subir un échec mécanique prématuré. La technique conventionnelle céramo-métallique, communément utilisée pour la confection de couronnes et ponts prothétiques, a parfaitement rempli son rôle de fiabilité jusqu'à présent. Dans une méta analyse de Creugers *et al* [1] portant sur 4118 unités de ponts céramo-métalliques et 18 publications, la survie clinique a été de 90% à 10 ans. Toutefois, la technique céramo-métallique de par sa complexité est coûteuse, demande un équipement sophistiqué au laboratoire (fours, fronde, chalumeau) et l'usage d'alliages précieux ou semi-précieux. Ces dernières années, la recherche de solutions alternatives moins complexes et meilleur marché que la technique céramo-métallique ou les systèmes céramo-céramiques s'est tournée vers l'utilisation des résines composites déjà connues comme produits d'obturation de cavités dentaires. Ces matériaux composites, grâce aux progrès constant des techniques adhésives vis-à-vis du substrat dentaire (émail, dentine), ont vu leur champ d'application clinique s'élargir vers des recouvrements dentaires partiels (onlay) [2], des recouvrements complets (couronnes) [3,4] et même des ponts de petite envergure [5]. D'autres solutions alternatives ont fait appel à la technologie des fibres (principalement de verre) pour renforcer ces résines composites afin de permettre leur usage au niveau de reconstructions prothétiques de type petit pont adhésif au design conservateur [6-10].

Les arguments principaux en faveur de l'emploi des résines composites comme matériau alternatif aux systèmes céramo-métalliques sont 1) leur facilité d'utilisation au laboratoire, 2) un équipement de laboratoire simplifié 3) des coûts de fabrication considérablement diminués (temps de travail inférieur) et 4) la possibilité de réparation au fauteuil en cas de fracture partielle *in situ* de la restauration prothétique en composite. Les inconvénients actuels sont l'absence de publications de survie clinique long terme (> 3 ans) démontrant le degré de fiabilité mécanique des composites et composites-fibres lors de reconstructions de couronnes ou ponts. En l'absence de ces informations cliniques, la question reste posée si les propriétés mécaniques de ces résines composites sont suffisantes pour proposer leur utilisation élargie au secteur des couronnes et ponts prothétiques. Contrairement aux études *in vivo* rarissimes, de nombreux travaux de recherche *in vitro* ont été menés sur les résines composites évaluant certaines propriétés mécaniques telles que la résistance à l'usure [11-16], la résistance en flexion ou compression, le module d'élasticité et la dureté [17-19] afin

d'établir un classement des divers produits (ranking). Toutefois, l'amélioration de la résistance en flexion d'un produit, argument de vente souvent avancé, n'indiquera pas si celui-ci sera adéquat ou meilleur pour suggérer son utilisation dans le domaine prothétique. Le problème principal réside dans le fait que les tests mesurant la résistance en flexion sont des tests statiques qui ne produisent pas d'endommagements progressifs tels que ceux obtenus par des tests de fatigue simulant l'exposition du produit à des contraintes répétitives (cycliques) dans le temps. Une illustration classique de l'endommagement par fatigue est la consultation du patient en urgence pour une fracture "spontanée" d'une restauration ou d'une dent délabrée après un certain nombre d'années de service. Typiquement, ces fractures spontanées sont le résultat de **la fatigue** du matériau qui se caractérise par l'initiation et la propagation d'une ou plusieurs microfissures dans des zones de concentration de contraintes générées durant la mastication et accélérées par l'environnement humide buccal [20]. La rupture du matériau se produira spontanément lorsque la fissure, qui aura atteint une longueur critique, se propagera entièrement à travers le matériau sous une contrainte donnée. Cette capacité d'un matériau de résister à la propagation d'une fissure s'appelle **la ténacité** (fracture toughness ou K_{Ic}). Elle caractérise la fragilité du matériau et représente une des propriétés physiques clés en mécanique de rupture en ce qui concerne les échecs par fracture [21]. Les résines composites utilisées en médecine dentaire sont des matériaux considérés comme fragiles, leur ténacité se situant entre $0.6-2.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ selon leur composition chimique et la méthode test utilisée [22-27], alors que celles des alliages de la technique céramo-métallique sont 100 fois plus élevées [28].

Outre la ténacité, l'autre propriété mécanique d'importance clinique est la **limite de fatigue** du matériau, qui se définit par le niveau de contrainte en-dessous duquel un nombre infini de cycles de fatigue peut être maintenu sans provoquer la rupture du matériau [20]. Un exemple illustratif est donné dans la Figure 1 qui montre les courbes de fatigue pour deux matériaux différents sur un diagramme *S-N* représentant la contrainte (*S*) en fonction du nombre de cycles appliqués (*N*). Le produit A possède une limite de fatigue bien délimitée (aplatissement de la courbe) en-dessous de laquelle le matériau résistera et sera considéré comme sûr. Le produit B par contre ne possède pas de limite de fatigue, sa courbe de fatigue diminuant en fonction du nombre de cycles appliqués, indique une dégradation continue dans le temps.

Le processus de fatigue se produira dans des domaines de cycles de contraintes distincts appelés *high-cycle fatigue* ou *low-cycle fatigue*. La **high-cycle fatigue** se réfère à des cycles de contraintes confinés au domaine élastique du matériau. Elle est caractérisée par des contraintes de faible amplitude pour un nombre de cycles élevé ($>10^5$). La **low-cycle fatigue**

par contre est associée à des contraintes élevées, un nombre de cycles faible ($<10^5$) et une survie du matériau qui sera courte [29]. Les tests de fatigue reproduisant la mastication utiliseront plutôt des cycles élevés d'environ un million (high-cycle fatigue) selon une estimation de la fréquence de cycles de mastication annuelle décrite par Kamposiora *et al* [30].

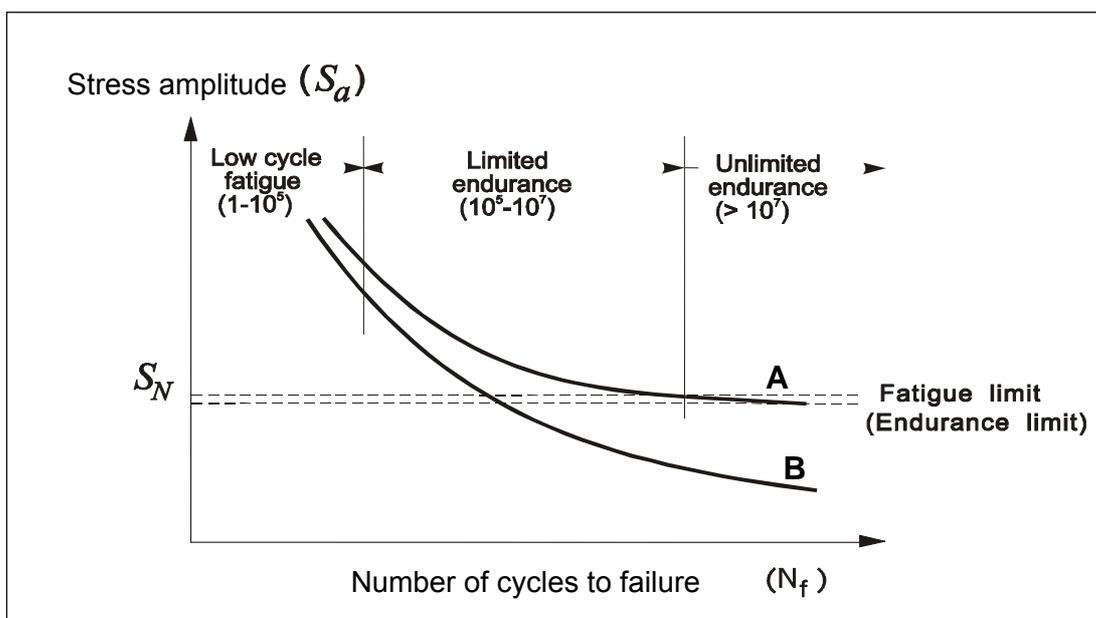


Figure 1: Forme générale d'un diagramme S-N. Courbe A: matériau avec limite de fatigue. Courbe B: matériau sans limite de fatigue.

Les publications de fatigue les plus récentes ont établi des limites de fatigue pour résines composites d'obturations dentaires, situées entre 55% et 70% de leur valeur de résistance en flexion statique [31-33]. Il est toutefois difficile d'interpréter des résultats de tests de fatigue à cause d'une part de la variété de la méthodologie de ces tests et d'autre part, de la nature des contraintes développées dans le matériau [33-35].

Globalement parlant, pour la majorité des matériaux utilisés dans des zones de contraintes importantes, les limites de leurs performances seront caractérisées, non pas par une seule propriété mécanique, mais par une combinaison de plusieurs propriétés physico-chimiques. Les nouvelles générations de résines composites de laboratoire à usage dans le secteur des couronnes et ponts prothétiques n'ont pas été évaluées au niveau de leurs performances en fatigue mais ont fait l'objet récemment de tests de ténacité [27].

Afin d'obtenir une meilleure appréciation des performances mécaniques de ces matériaux, cette étude a pour but de :

1. déterminer la limite de fatigue de trois résines composites de laboratoire à usage prothétique long terme
2. déterminer la limite de fatigue de plusieurs résines acryliques à usage prothétique court terme (provisoire)
3. déterminer la résistance en flexion des résines composites et acryliques (test statique)
4. vérifier l'hypothèse que les résultats de fatigue pour résines composites et acryliques ne donnent pas le même ordre de classement que celui établi à partir d'un test statique de résistance en flexion.
5. vérifier l'hypothèse que les résultats de fatigue donnent un ordre de classement (ranking) similaire entre résines composites que ceux obtenus à partir d'un test de ténacité [27].

II. MATERIEL ET METHODE

II.1. MATERIAUX

Les matériaux sélectionnés dans cette recherche sont décrits dans le tableau 1. Leur application varie en fonction de leur usage clinique ou laboratoire, à savoir, 1) les résines acryliques ou acrylo-composites pour *restaurations prothétiques provisoires* type ponts ou couronnes (Jet[®], Protemp II[®], Protemp Garant[®], Provipont DC[®]), 2) les composites utilisés pour *restaurations prothétiques long terme* type inlays, onlays, couronnes ou ponts (Artglass[®], Colombus[®], Targis[®]), et 3) le acétal (Ertacetal[®]), utilisé pour la confection de crochets non métalliques de prothèse partielle amovible.

II.1.1. Composition chimique des résines pour restaurations provisoires (Tab.1)

Jet[®]

Polyméthyl méthacrylate (PMMA) existant sous forme de poudre (base) et liquide (catalyseur). La polymérisation est par auto-activation et le mélange se fait manuellement en rajoutant la poudre au liquide.

Protemp II[®]

Bis-acryl-composite à auto-activation. Il se présente sous forme de deux pâtes (base et catalyseur) contenues dans des seringues individuelles permettant de sortir des doses précises en tournant le piston de chaque seringue d'un demi tour ou d'un tour complet. La base est composée de 70% pd (pd = poids) de méthacrylate bifonctionnel, 25% pd de verre de baryum + dispersion de silice, 4% vinyl-polymère, 1% de pigments, stabilisateurs, et initiateur. Le catalyseur est composé de 56% pd de charges inorganiques, 40% pd d'esters bifonctionnels et 4% pd de peroxyde.

Protemp Garant[®]

C'est le même produit que le Protemp II[®] sauf qu'il se présente en cartouche automalaxante. Les deux pâtes sont donc mélangées de manière standard à l'intérieur d'un embout spécifique prévu à cet effet. La polymérisation est par auto-activation.

Provipont DC[®]

Diméthacryl-composite avec deux phases de polymérisation (une auto-activation et une physique par une lampe à photopolymérisation). Il se présente sous forme de deux pâtes. Une base (3.9% pd bis-GMA, 25.5% pd UDMA, 9.5% pd TEGDMA, 23.8% pd de silice

silanisée, 15.8% pd copolymère (silice + UDMA), 12.5% pd polyalcools, 8% pd Zeolite, et 1% pd stabilisateurs et pigments). L'activateur est composé de 100% pd de polyisocyanate.

II.1.2. Composition chimique des composites pour restaurations long terme

Artglass®

Composite de laboratoire à photopolymérisation dans une enceinte lumineuse au Xénon (UniXS de Kulzer). Il se présente sous forme d'une pâte (base) composée de 30% pd d'esters méthacryliques multifonctionnels (matrice) et 70% pd de charges minérales (silice et verre d'alumino-silicate-baryum ; diamètre moyen des particules : 1µm).

Colombus®

Composite de laboratoire à photopolymérisation (enceinte contenant une lumière dans le vert-bleu combinée avec une lampe halogène). La pâte se compose de 23% pd de bis phénol DMA/UDMA (matrice) et de 77% pd de charges minérales (74.2% pd verre de baryum entre 0,1 et 1 µm et 2.8% pd d'acide silicique pyrogénique).

Targis®

Composite de laboratoire défini par le fabricant comme « ceromer » – ceramic optimized polymer - à photopolymérisation dans un four combinant lumière et chaleur (90°C). La pâte est composée de 23% pd de matrice résineuse (9% pd bis-GMA, 4.8% pd DDMA, 9.3% pd UDMA) et de 77% pd de charges minérales < 1 µm (46.2% pd de verre de baryum silanisé, 18% pd de mélange d'oxydes silanisés, 11.8% pd de silice dispersée) et 0.7% pd de stabilisateurs et pigments.

II.1.3. Composition chimique d'un matériau plastique pour crochets de prothèse amovible

Ertacetal®

C'est une marque déposée désignée par ISO sous le nom de polyoxyméthylène (POM) ou encore polyformaldéhyde. Le Ertacetal® est composé de 100% pd de POM H (homopolymère) et est utilisé dans l'industrie de précision. L'Ertacetal® est injecté sous pression dans un moule et puis polymérisé par effets combinés de pression et chaleur. Le même produit est commercialisé dans le domaine dentaire sous le nom d'acétal et utilisé dans la fabrication de crochets plastiques (non métalliques) pour prothèse partielle amovible.

Tableau 1: Matériaux

RESINES à USAGE CLINIQUE	COMPOSANTS	POLYMERISATION	FABRICANT
JET®	PMMA	auto-activation (poudre + liquide)	LANG DENTAL MFG Co. Wheeling, IL, USA
PROTEMP II®	Méthacrylate bifonctionnel + charges inorganiques (verre de baryum, dispersion de silice) + ester bifonctionnel	auto-activation (seringue)	ESPE Seefeld, D
PROTEMP GARANT®	Méthacrylate bifonctionnel + charges inorganiques (verre de baryum, dispersion de silice) + ester bifonctionnel	auto-activation (cartouche automalaxante)	ESPE Seefeld, D
PROVIPONT DC®	Bis-GMA + UDMA + TEGDMA + silice silanisée + copolymère (silice + UDMA)	auto-activation + lumière (cartouche auto-malaxante)	IVOCLAR Schaan, FL
COMPOSITES de LABORATOIRE	COMPOSANTS	POLYMERISATION	FABRICANT
ARTGLASS®	Esters méthacryliques multifonctionnels + charges de verre	Lumière	HERAEUS-KULZER Wehrheim, D
COLOMBUS®	Bisphenol-DMA + UDMA + charges de verre	Lumière	CENDRES & METAUX Paris, F
TARGIS®	Bis-GMA + UDMA + charges de verre	Lumière + chaleur	IVOCLAR Schaan, FL
RESINES à USAGE INDUSTRIEL	COMPOSANTS	POLYMERISATION	FABRICANT
ERTACETAL® H	Polyoxyméthylène (POM)	Chimique + chaleur	ANGST-PFISTER Zürich, CH

II.2. FABRICATION DES ECHANTILLONS

II.2.1. Echantillons pour le test de fatigue en rotation:

Des éprouvettes standardisées de dimensions 80 mm x 6 mm ont été fabriquées à partir d'un moule cylindrique en plexiglas (Vinilit PVC # 6.5220.2106, Angst & Pfister, ZH).

Les Figures 2a et 2b montrent la forme finale de l'éprouvette de fatigue.

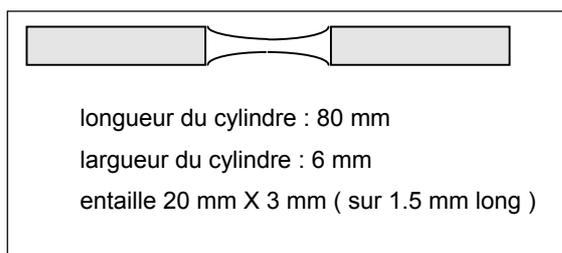


Fig 2 a : Forme et dimensions des échantillons pour le test de fatigue en rotation

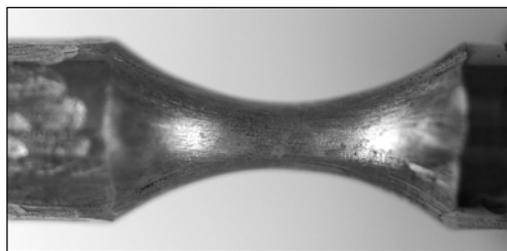


Fig 2 b : Photographie de l'entaille d'un échantillon

La partie centrale comporte un étranglement correspondant à la zone de concentration de contraintes dans laquelle la fracture de fatigue aura lieu. Cette partie centrale a dû être préparée individuellement par fraisage mécanique après la fabrication des pièces standards du moule en plexiglas décrit ci-dessus.

Une pièce-à-main Kavo montée d'une fraise à résine Edenta® a été utilisée pour dégrossir le centre de l'échantillon jusqu'à atteindre environ la moitié de l'épaisseur de départ (de 6mm à 3mm). La surface de l'étranglement a ensuite été polie à l'aide d'une gomme et papiers de verre SiC à grains décroissants (P220, P320, P500, P1000), et une gomme à résine.

Jet®:

Proportion du mélange : 2/3 poudre et 1/3 liquide.

Le mélange de résine a été rapidement injecté dans l'éprouvette en plexiglas à l'aide d'une seringue durant sa phase liquide (1'30 min). Dès durcissement initial, l'éprouvette a été placée dans une marmite à pression (eau à 50°C) pendant 15 minutes à 2 bars.

Protemp II®:

Huit doses de chaque seringue (catalyseur et base) ont été malaxées selon les instructions du fabricant et injectées dans le tube de plexiglas à l'aide d'une seringue du kit prévue à cet effet. La suite est la même que pour les échantillons en Jet®.

Protemp Garant®:

Idem que Protemp II® excepté que l'étape du mélange manuel base-catalyseur décrit pour le Protemp II® a été supprimée par l'usage de la seringue automalaxante du Protemp Garant®.

Provipont D®:

La résine a été injectée à travers la canule de la seringue automalaxante dans le tube en plexiglas. La polymérisation initiale a été obtenue dans une marmite à pression (cf. Jet®). Dans un deuxième temps, le tube de plexiglas avec son contenu a été placé dans l'enceinte lumineuse UniXS (Kulzer) pendant 2 cycles de 90 secondes. Après démoulage, l'échantillon a été fraisé dans sa forme finale (Fig. 2) avant d'être encore une fois polymérisé dans l'enceinte UniXS durant deux cycles de 90 secondes.

Targis®:

Le composite a été compacté dans le tube en plexiglas à l'aide d'une spatule puis polymérisé dans le four Targis Power (Ivoclar) durant 2 x 25 minutes à 95°C (programme P₃). Après démoulage et mise en forme de l'échantillon, l'échantillon a été soumis à une polymérisation finale de 25 minutes dans le four Targis Power (P₃).

Colombus®:

Idem que pour le Targis®, excepté que la polymérisation a été faite dans l'enceinte Mpa (Cendres et Métaux) utilisant deux cycles de 90 sec. (programme « high density ») avant démoulage et après façonnage.

Artglass®:

Idem que pour Targis®, excepté que la polymérisation s'est faite dans l'enceinte UniXS (Kulzer) durant deux cycles de 90 secondes avant démoulage et répétée après le façonnage.

Ertacetal®:

Les échantillons cylindriques de 80 mm x 6 mm ont été fournis par le fabricant. L'étranglement central a été réalisé par fraisage comme décrit auparavant.

II.2.2. Echantillons pour le test de flexion:

Un moule articulé en plexiglas permettant la fabrication de petites barres de dimension 20 mm x 2.5 mm x 2.5 mm a été utilisé. Les bords de tous les échantillons ont été ébarbés au papier de verre SiC 600 après démoulage.

Jet[®]:

La résine a été coulée à raz dans le moule, puis recouverte d'une feuille transparente et comprimée dans une presse hydraulique (100 kg/cm²) pendant 5 minutes. Ensuite la polymérisation a été terminée dans une marmite à pression.

Protemp II[®]:

Deux doses de base et catalyseur ont été malaxées et injectées dans le moule selon le procédé décrit pour le Jet[®].

Protemp Garant[®]:

Produit injecté directement dans le moule à partir de sa seringue automalaxante en suivant la même procédure que pour le Protemp II[®].

Provipont D[®]:

Même procédure que pour le Jet[®] mais après la prise chimique sous la presse, l'échantillon a été photopolymérisé une première fois dans son moule de plexiglas (UniXS, 2 x 90 sec), puis après démoulage encore 2 x 90 sec.

Targis[®]:

Même procédé que pour le Provipont D[®] excepté que la polymérisation s'est faite dans le four Targis Power (2x25 min, P₃), puis après démoulage encore une fois 25 minutes (P₃).

Colombus[®]:

Idem que pour Targis[®], excepté que la polymérisation s'est fait dans l'enceinte Mpa (Cendres et Métaux) utilisant deux cycles de 90 secs. (programme «high density ») avant démoulage et après.

Artglass[®]:

Idem que pour Targis[®], excepté que la polymérisation s'est faite dans l'enceinte UniXS (Kulzer) durant deux cycles de 90 secondes avant démoulage et après.

II.3. METHODE

II.3.1. Test de fatigue en rotation :

II.3.1.1. La machine de fatigue:

La machine de fatigue en rotation illustrée dans la Fig.3 a été construite dans le cadre d'un travail de recherche antérieur [36]. Le principe consiste à clamer une extrémité d'un échantillon dans une pince reliée à un moteur qui fera tourner l'échantillon autour de son axe de symétrie. Une force tangentielle est appliquée à l'extrémité libre de l'échantillon. Cette force est générée en accrochant des poids à un roulement à billes fixé sur l'extrémité. Durant la période de test, l'échantillon est maintenu mouillé grâce à un système d'irrigation d'eau. Le nombre de cycles est enregistré et le comptage s'arrête lorsque l'échantillon se rompt ou lorsque le nombre prédéterminé de cycles est atteint.

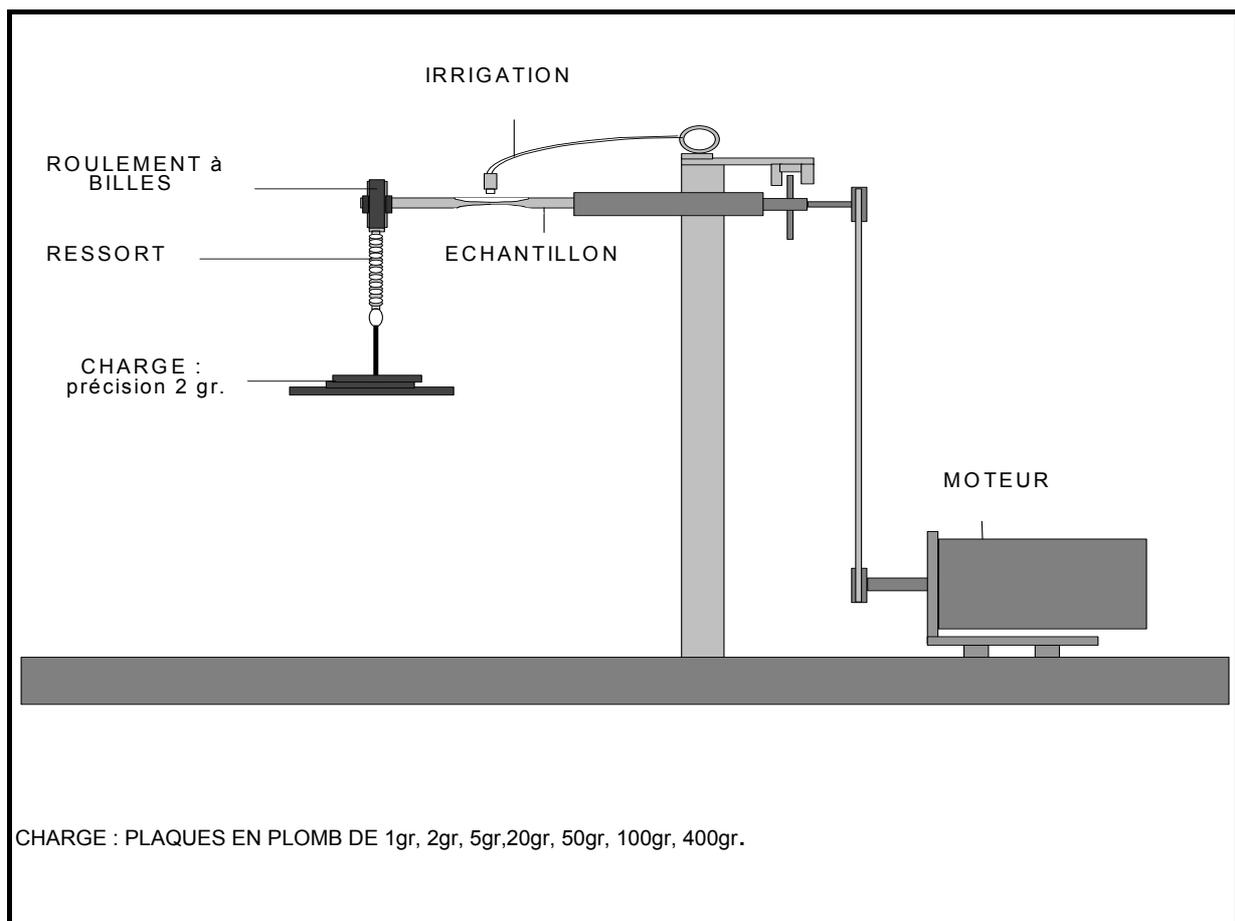


Fig.3: Machine de fatigue en rotation

II.3.1.2. Le principe de la fatigue en rotation:

La contrainte exercée sur l'échantillon en rotation est de type sinusoïdal. Lorsque l'échantillon est soumis à une charge verticale vers le bas, la surface située au-dessus du plan médian subira une traction alors que celle située en-dessous subira une compression. La contrainte maximale de traction [MPa] générée sur la surface du spécimen est donnée par la relation de Navier [37] (équation 1) :

$$\sigma = F \frac{l}{SM}$$

$$SM = \pi \cdot \frac{d^3}{32}$$

SM = module de section

d = diamètre de l'échantillon au niveau de la fracture (étranglement)

l = bras de levier

F= charge appliquée [N]

Le bras de levier se mesure depuis l'endroit de fracture situé au niveau de l'étranglement de l'échantillon et le bord de l'assemblage roulement à billes-anneaux de stabilisation. A cette distance il faut soustraire la moitié de l'épaisseur du roulement à billes.

II.3.1.3. Données générées par la méthode de l'escalier ("staircase technique")

Les données de fatigue ont été générées et analysées en utilisant la méthode de l'escalier [37, 38]. Pour utiliser cette méthode, il faut définir au début du test trois paramètres: 1) la force initiale à appliquer sur l'échantillon, 2) le nombre de cycles total, 3) la fréquence et 4) les paliers de contrainte (incréments/décroissements) auxquels seront soumis les échantillons-tests.

La force initiale à appliquer est estimée via l'équation 1 (Navier) en choisissant une contrainte initiale (σ) entre 30 et 40% de la résistance à la rupture du produit et en connaissant la longueur du bras de levier et le module de section (SM).

Le choix du **nombre limite de cycles de fatigue** à utiliser est basé sur le raisonnement suivant: la mastication quotidienne comporte 3 périodes de 15 minutes et une fréquence de mastication de 60 cycles par minute (1 Hz) ce qui donne 2700 cycles par jour ou environ 1 million par année) [30]. Si l'on considère que la demi-vie d'une reconstruction prothétique est de 20 ans) [40] alors celle-ci devrait avoir enduré 20 millions de cycles de mastication durant cette période. Ce nombre est très élevé considérant que probablement pas tous les cycles de mastication sont "actifs" au sens de contrainte maximale appliquée. Ceci permet de

supposer que la réduction par un facteur de 5 à 20 serait acceptable pour tester les matériaux en fatigue ce qui placerait la limite de cycles de fatigue à utiliser à un million. Aussi une fréquence de 1 Hz pour 10^6 cycles demanderait env. 11 jours ce qui rallongerait considérablement la durée du test de fatigue. C'est pourquoi une fréquence de 16.7 Hz a été choisie ce qui correspond à 1000 tours par minute. Il faut toutefois reconnaître qu'une telle fréquence peut entraîner une certaine déviation des résultats par rapport aux fréquences d'usage clinique.

Les paliers (incréments/décéments) de contraintes auxquels les échantillons sont choisis en fonction de la courbe de réponse du produit (établie par des test préliminaires). Quatre à cinq niveaux sont en général recommandés. Dans cette étude les incréments de contraintes ont été fixés à 5 MPa.

Une fois ces trois paramètres établis, le premier échantillon est testé en le soumettant à la contrainte initiale prévue. Si l'échantillon se rompt avant la fin du nombre de cycles prévu (10^6) alors un deuxième échantillon sera testé en utilisant le palier de contrainte inférieur au précédent. D'un autre côté, si l'échantillon résiste sans rupture à un million de cycles, alors l'échantillon suivant sera testé en utilisant le palier de contrainte au-dessus et ainsi de suite.

Un exemple d'un test type « escalier » produit x est montré dans la figure 4. Le matériau est testé durant 18 heures (10^6 et 16.7 Hz). La contrainte initiale est de 25 MPa. L'échantillon passe le test sans casser et sera marqué d'un 0 sur le tableau des résultats. L'échantillon suivant démarre en subissant une contrainte initiale qui sera majorée d'un incrément (ici 5 Mpa, c'est à dire 30 MPa). Cet échantillon ne résistera pas au million de cycles et il sera marqué d'un X dans le tableau. L'échantillon suivant va donc démarrer avec une contrainte à nouveau revue à la baisse d'un incrément. Les essais se poursuivront selon cette règle, les uns à la suite des autres, jusqu'à épuisement des n éprouvettes que l'on a décidé d'y consacrer.

Le calcul de la résistance moyenne à la fatigue (ou limite de fatigue prise à 50%) et de l'écart type est décrit dans la figure 4. On détermine d'abord le type d'événement qui s'est produit le moins fréquemment au cours de la série d'essais : rupture ou non-rupture. On compte le nombre N_i des réalisations de cet événement pour chaque niveau de contrainte puis on numérote ces niveaux en attribuant la valeur zéro $i = 0$ au plus faible des niveaux pour lequel l'événement a été observé au moins une fois. La lettre i désignant le numéro du niveau de la contrainte d'essai, il faut alors calculer les quantités :

$$\sum N_i, \sum iN_i \text{ et } \sum i^2 N_i$$

La contrainte moyenne M est calculée par l'équation suivante :

$$M = S_0 + d (A/N \pm 1/2) \quad (\text{équation 2})$$

dans laquelle :

S_0 : niveau d'indice 0 tel que défini plus haut (le plus faible des niveaux utilisés pour lequel l'événement retenu a été observé au moins une fois).

d : espacement des niveaux (incréments/décréments)

$$N = \sum N_i$$

$$A = \sum iN_i$$

$$B = \sum i^2 N_i$$

Dans l'équation (1) on utilise :

+ 0.5 si le calcul est basé sur les contraintes d'essai des éprouvettes non rompues,

- 0.5 s'il est basé sur les contraintes d'essai des éprouvettes rompues.

La méthode de l'escalier permet aussi d'obtenir une estimation de l'écart type (ds) de la courbe de réponse à la contrainte :

$$ds = 1.62 d (NB - A^2 / N^2 + 0.029)$$

dans laquelle d , N et A ont les mêmes significations que précédemment et $B = \sum i^2 N_i$

Selon Dixon et Mood [38] la formule ne peut être utilisée que si :

$$NB - A^2 / N^2 > 0.3$$

Le nombre d'échantillons est fixé à trente.

Figure 4: Exemple d'une analyse de type « escalier »

		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	
Numéro de l'échantillon	35								X																								
	30			X		X		O		X																		X					
	25		O		O		O				X					X		X				X		X		O		X					
	20	O									X		X		O		O		X		O		O		O				X			O	
Niveau de contrainte	15											O		O							O										O		

$d = 5$
X = 15 cassés = (-)
O = 16 non cassés (+)

$$M = S_0 + d (A/N \pm 0.5)$$

$$M = 20 + 5 (17/15 - 0.5)$$

$$M = 23.16$$

$$ds = 1.62 d ((NB-A^2)/N^2 + 0.029)$$

$$ds = 1.62 d (0.7822 + 0.029)$$

$$ds = 5.25$$

$$(NB-A^2)/N^2 =$$

$$(15 \times 31 - 289) / 225 =$$

$$0.78 \text{ (OK} > 0.3)$$

⇓

$$M = 23.16 \text{ MPa} \pm 5.25$$

	i	N_i	iN_i	i^2N_i
35	3	1	3	9
30	2	4	8	16
25	1	6	6	6
S₀ = 20	0	4	0	0
	Σ	N=15	A=17	B=31

M = résistance médiane à la fatigue

ds = écart type

S₀ = niveau d'indice 0 (le plus faible des niveaux de contraintes utilisés pour lequel on a obtenu au moins un résultat du type d'événement retenu)

d = espacement des niveaux

N = nombre de réalisations de cet événement à chaque niveau de contrainte

i = numéro du niveau de la contrainte. On numérote les niveaux en attribuant la valeur zéro au plus faible de ceux pour lequel l'événement retenu a été observé au moins une fois.

II.3.2. Test de résistance en flexion trois-points :

La limite de rupture (S) en MPa ainsi que le module d'élasticité (E) en GPa ont été déterminés à partir des échantillons en forme de barre (25 mm x 2.5 mm x 2.5 mm) testés en flexion à trois-points après avoir été stockés durant 7 jours dans de l'eau à 36 degrés C. La vitesse de la traverse du banc d'essai (Instron modèle 1122, Instron Co, Canton, MA, USA) était de 0.5 mm/min, et la distance entre les points d'appui externes de 23 mm. Les mesures et l'acquisition des données ont été saisies par un programme informatique Qualimatest (Texas instruments) et intégrés dans Excel pour le traitement des fichiers.

La limite de rupture (S_r) de l'échantillon a été calculée selon la formule standard:

$$S = \frac{3 P L}{2 w t^2}$$

ou P_r = force appliquée sur la poutre à la rupture, L = la distance entre les appuis externes, w = la profondeur de l'échantillon et t = la hauteur de l'échantillon

A partir de la courbe de flexion obtenue et la mesure de sa pente (dans la zone d'élasticité), le module d'élasticité du matériau a été calculé utilisant la formule standard:

$$E = \frac{(pente) L^3}{4 w t^3}$$

II.3.3. Analyse statistique :

II.3.3.1. Fatigue en rotation:

La limite de fatigue calculée pour chaque matériau correspond à la contrainte moyenne dans laquelle la moitié des spécimens subissent une fracture et l'autre moitié survivent les 10^6 cycles. L'équation (2) permet également de calculer l'écart-type autour de la moyenne. La moyenne est pourvue d'un intervalle de confiance de 95%. Les moyennes dont les intervalles se recouvrent sont considérées comme « statistiquement égales ».

II.3.3.2. Résistance en flexion: Analyse de Weibull:

La distribution Weibull [41] est basée sur la supposition d'une distribution au hasard de défauts intrinsèques à l'intérieur d'un matériau. Celui-ci sera décrit par deux paramètres : la résistance caractéristique S_0 du matériau et un paramètre m (Weibull modulus) qui indique un comportement regroupé ou dispersé d'une population d'échantillons-test, qui caractérise la distribution des défauts du matériau. Une valeur de m basse signifie une large dispersion à l'intérieur d'une population (longue queue négative).

La distribution de Weibull est donnée par la probabilité cumulée d'échec F en fonction de la contrainte S appliquée sur le matériau :

$$F(S) = 1 - \exp^{-(S/S_0)^m}$$

La force caractéristique S_0 et le module m de Weibull ont été déterminés pour chaque groupe en utilisant la méthode de calcul « Maximum Likelihood Estimation » donnée par Mann et al [42] . Les intervalles de confiance (CI) ont été obtenus par des tables de Thoman et al [43] en supposant un niveau de confiance de 95 %.

II.3.4. Analyse par fractographie:

L'analyse au microscope à balayage de la surface de fracture de certains échantillons de fatigue a été entreprise afin d'obtenir des informations concernant le déroulement de la rupture.

III. RESULTATS

III.1. RESULTATS DE LA FATIGUE EN ROTATION:

Les résultats des tests de fatigue en rotation sont résumés dans le tableau 2 ci-dessous.

Tableau 2: Résultats du test de fatigue en rotation pour résines et composites

Produit	n	Résistance médiane à la fatigue en rotation M (MPa) ± ds	intervalle de confiance	
			médiane - 95%CI	médiane + 95%CI
JET®	29	22.8 ± 8.29	19.58	26.18
PROTEMP II®	31	23.1 ± 5.25	21.09	25.11
PROTEMP GARANT®	30	19.6 ± 4.57	17.81	21.39
PROVIPONT DC®	30	29.5 ± 3.20	28.25	30.75
ARTGLASS®	30	58.5 ± 3.70	57.06	59.94
COLOMBUS®	27	54.6 ± 6.20	52.00	57.16
TARGIS®	29	62.1 ± 7.04	59.31	64.91
ERTACETAL®	30	60.5 ± 3.33	50.85	70.15

n = nombre d'échantillons testés

M = résistance médiane à la fatigue pour 10^6 cycles (= 18 heures)

ds = déviation standard

La comparaison directe de la résistance médiane à la fatigue après un million de cycles ne montre pas de différence significative entre matériaux pour restaurations provisoires (Jet, Protemp II, Protemp Garant, Provipont).

Il en est de même entre les trois matériaux composites (Artglass, Colombus et Targis). Le Ertacetal a montré une limite de fatigue très similaire que celles des résines composites.

Les figures 5 à 12 illustrent les résultats selon la méthode de l'escalier décrite au niveau de la figure 4. Les bandes grises schématisent la déviation standard pour chaque produit.

III.2. RESULTATS DES TESTS DE FLEXION

III.2.1. Analyse de Weibull:

Le tableau 3 résume les valeurs de résistance caractéristique à la rupture (S_0), le paramètre m , les intervalles de confiance ainsi que le coefficient de corrélation respectif à chaque groupe testé. Lorsque les intervalles de confiances se recoupent, les matériaux comparés ne sont pas significativement différents.

Ainsi, parmi les trois composites, le Columbus a montré une S_0 (145 MPa) significativement supérieure aux deux autres (Artglass et Targis) non différents entre eux. Par contre aucune différence n'a été révélée dans la comparaison du paramètre m de Weibull. Ceci exprime clairement que les défauts intrinsèques pour les trois composites étaient bien similaires. Parmi les quatre groupes de résines provisoires, la S_0 du Jet était significativement meilleure que celle du Provipont DC® supérieur aux deux groupes de Protemp®. Ces derniers n'étaient pas différents. Au niveau de paramètre m de Weibull, le Provipont DC® était significativement différent du Protemp II® mais pas des autres produits.

Les représentations graphiques des courbes de probabilité cumulées d'échec en fonction de la contrainte appliqué sont illustrées dans les figures 13a et 14a. Plus la courbe est décalée vers la droite plus élevée sera la résistance caractéristique du matériau. On voit clairement ce décalage vers la droite dans la Fig. 13a du produit Columbus® par rapport aux Artglass® et Targis®. Le même phénomène est visible sur la Fig.14a concernant les Provipont DC® et Jet®.

Les représentations graphiques du paramètre m (pente de la droite) sont illustrées dans les Figures 13b et 14b par des transformations logarithmiques. Plus la pente est faible, moins homogène sera le comportement du matériau. Sur ces graphiques il est également possible d'apprécier le coefficient de corrélation (tableau 3) qui est un indice de la corrélation des résultats sur la droite. Les coefficients de corrélations étaient élevés et au-dessus de 0.9, ce qui est le critère d'application de la distribution de Weibull.

Tableau 3: Module d'élasticité (E), paramètres de Weibull (S_0) et module (m), coefficient de corrélation (r) pour résines temporaires et composites de laboratoire utilisés pour travaux prothétiques. Le nombre d'échantillons par groupe est indiqué sous la colonne n

Groupes	n	Module d'élasticité (GPa)	Weibull paramètre m	Intervalle de confiance CI (m)	Résistance caractéristique S_0 (MPa)	Intervalle de confiance CI (S_0)	Coefficient Corrélation r
Artglass	10	7.1 ± 0.6	5.4 ^a	2.6-8.0	95.9 ^a	81.5-112.1	0.933
Colombus	9	11.5 ± 0.6	13.1 ^a	5.9-19.7	145.2 ^b	134.9-155.7	0.967
Targis	9	9.3 ± 1.0	7.8 ^a	3.6-11.8	110.3 ^a	97.7-124.0	0.935
Protemp G	8	1.3 ± 0.2	12.8 ^{a,b}	5.4-19.5	54.2 ^b	49.9-58.6	0.981
Protemp II	8	1.4 ± 0.3	6.4 ^a	2.7-9.9	57.9 ^b	49.2-67.7	0.965
Provipont	10	2.7 ± 0.2	23.8 ^b	11.5-35.2	97.3 ^c	93.8-100.8	0.986
Jet	8	3.8 ± 0.5	17.3 ^{a,b}	7.3-26.5	150.9 ^d	142.0-159.9	0.991

Colonnes (composites et résines) ayant les mêmes lettres en exposant ne sont pas significativement différentes pour des intervalles de confiance de 95%.

III.2.2. Modules d'élasticité (E):

Les valeurs pour chaque produit sont détaillées dans le tableau 3 et illustrées dans les Figures 15 et 16. Les modules très faibles ont été trouvés pour les résines acryliques variant entre 1.3 et 3.8 GPa. Une certain comportement plastique devient apparent sur les courbes (Fig.16) avec une déviation de la linéarité de la pente dans les régions proches de la rupture. A l'inverse, les composites étaient plus rigides dans l'ensemble variant entre 7.3 et 11.5 GPa.

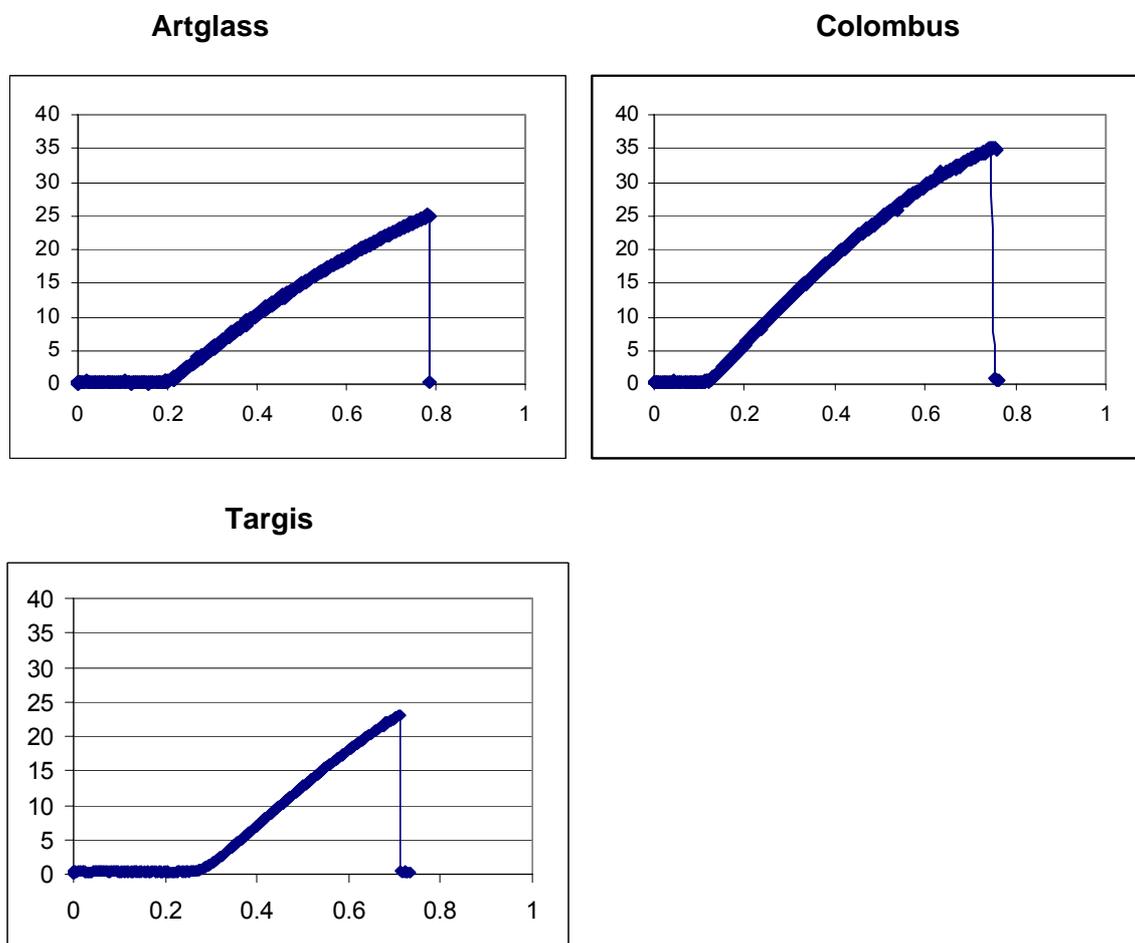


Fig. 15: Courbes d'élasticité pour les résines composites de laboratoire

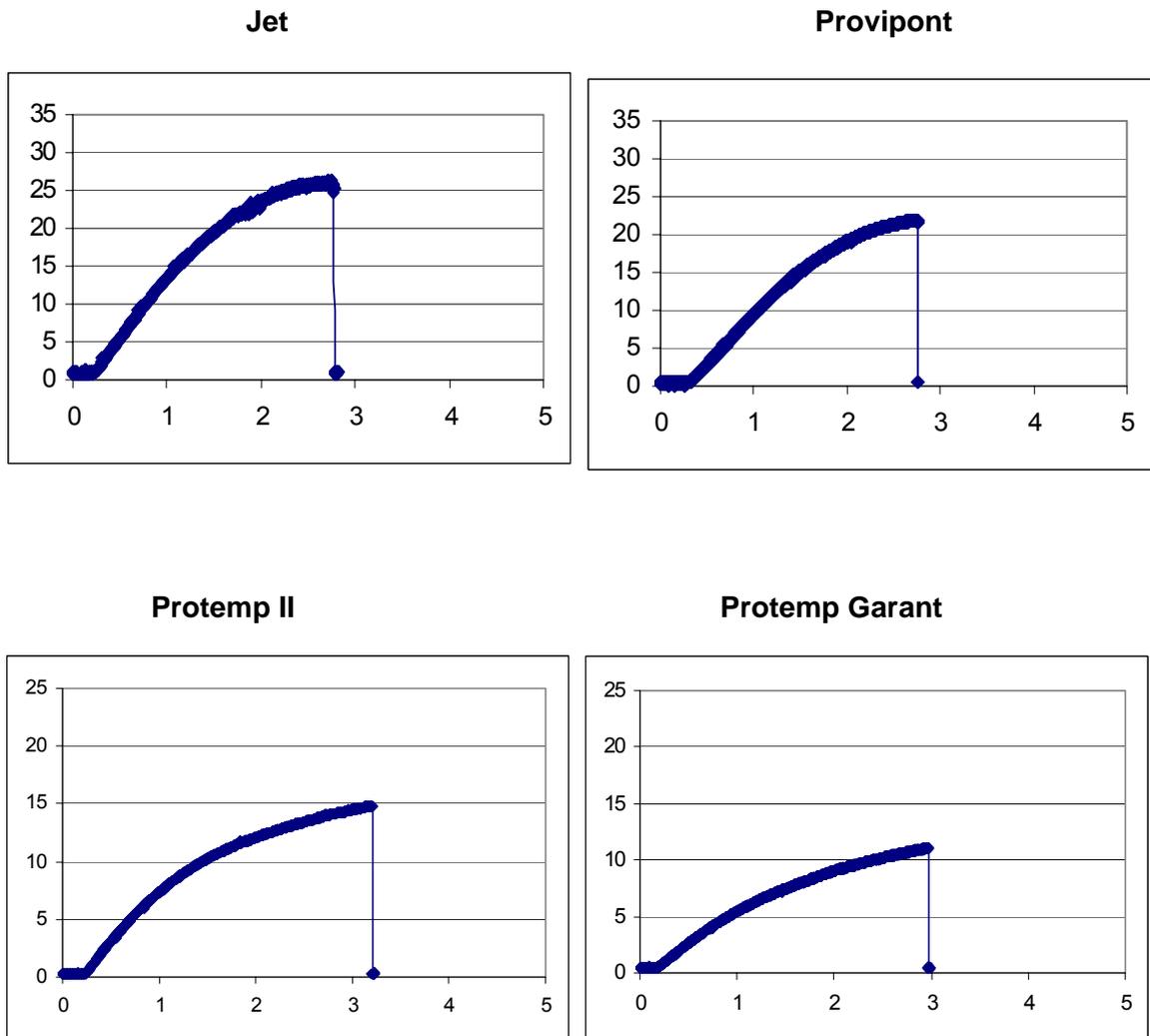


Fig.16: Courbes d'élasticité pour résines acryliques et acrylo-composites

III.3. ANALYSE PAR FRACTOGRAPHIE

L'analyse microscopique de la surface de fracture de certains échantillons de fatigue a permis de mettre en évidence certaines caractéristiques de terrain de même que des informations concernant le déroulement de la rupture.

La figure 17a montre la surface fracturée d'un échantillon de composite Artglass au grossissement 35x d'un microscope à balayage. La fracture a eu lieu au niveau de l'étranglement de l'éprouvette de fatigue. Le trajet de la fissure chemine de la droite vers la gauche. On peut distinguer (Fig.17a et b) une zone en forme de demi-lune qui représente l'origine de la fissure, puis une zone montrant des sortes de rayons (modification du relief) indiquant la direction de propagation de la fissure, et dans le dernier tiers une partie lisse correspondant à la rupture finale de l'échantillon. Le même type d'échec est illustré dans les Fig. 18 et 19 pour le Targis. Ces images sont assez caractéristiques du mode de fracture du groupe des composites.

Le mode de fracture décrit ci-dessus pour les composites ne s'appliquait pas au groupe plastique du Ertacetal (Fig.20, 21). On découvre la présence systématique de défauts tels que des porosités toujours localisées au centre de l'échantillon.

IV. DISCUSSION

4.1. Fatigue cyclique et composition chimique

La limite de fatigue dans ce projet a été établie à 50% de survie pour un million de cycles, 17Hz de fréquence, en milieu humide et utilisant la technique de l'escalier. Ainsi, les trois **résines composites** utilisées comme restaurations définitives ont montré une limite de fatigue très similaire, se situant entre 54 et 62 MPa. Bien qu'une petite différence significative a été calculée entre Targis® (62 MPa) et Columbus® (54 MPa), l'Artglass® se situant à 58 MPa, ces valeurs sont très proches et les matériaux peuvent être considérés comme équivalents dans leur résistance à la fatigue cyclique. Ces résultats ne sont pas trop surprenant lorsqu'on considère la composition chimique de ces résines composites. Ainsi, Htang et al [44] ont montré que la résistance à la fatigue aux impacts de résines composites ne variait que peu lorsque leur contenu en charges minérales se situait entre 60 et 75% pour un diamètre moyen des particules de verre de 3 à 5 µm. Cette résistance aux impacts diminuait par contre rapidement pour les composites au pourcentage des charges minérales en dessous de 60% par poids. Cette même constatation a été faite dans cette recherche. Artglass®, Columbus® et Targis® ont en effet des charges minérales variant entre 70 et 77% par poids avec un diamètre moyen de 1 µm. Leurs limites de fatigue cyclique sont très proches et s'expliquent en partie par leur composition chimique similaire (voir Tableau 1).

Les **résines provisoires** (Jet®, Protemp II®, Protemp Garant®, Provipont DC®) ont montré une limite de fatigue cyclique 50% inférieure aux composites long terme. Ces résultats proviennent de leur composition chimique faible en contenu de charges minérales (max. 25% par poids). Ces valeurs de fatigue faibles ne sont pas surprenantes lorsque l'on considère l'utilisation clinique court terme de ces restaurations. Le renfort de la résine acrylique par des charges minérales a pour effet de rigidifier le produit (module d'élasticité qui augmente). Or ces restaurations provisoires doivent avant tout pouvoir être enlevées facilement sans casser, c'est-à-dire que leur module d'élasticité doit être plutôt faible afin de permettre une certaine déformation lorsque l'on s'agrippe avec des pinces pour retirer les restaurations provisoires.

C'est effectivement le cas, puisque les résines provisoires ont un module de Young variant entre 1.3 et 3.8 GPa , tandis que les résines composites long terme se situent entre 7.1 et 11.5 GPa (tableau 3). Parmi les quatre résines à usage provisoire, le Provipont DC® a montré la limite de fatigue la plus élevée (29.5 MPa) et serait ainsi le produit à favoriser dans le cas d'une restauration provisoire qui devrait durer (résister) un plus longtemps dans le milieu buccal.

En résumé, la microstructure des composites influencera 1) la distribution des contraintes et la direction de la propagation de la fissure, 2) la vitesse de la propagation de la fissure. Ainsi, sous une contrainte, la matrice et les charges minérales qui composent un composite vont développer des microfissures dont la propagation et la direction variera durant les cycles de fatigue.

4.2. Fatigue cyclique et ténacité (K_{Ic})

Comme déjà mentionné auparavant, le comportement global en fatigue cyclique dans un milieu humide était très similaire pour les trois résines composites (Artglass®, Columbus® et Targis®). Pour ces mêmes produits, la ténacité (K_{Ic}), qui exprime la résistance intrinsèque d'un matériau à la propagation d'une fissure, a été déterminée après une année de stockage dans de l'eau [27].

Il est intéressant de retrouver une ténacité (K_{Ic}) regroupée de ces produits, variant entre 0.54 et 0.64 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$ (tableau 4 ci-dessous). Cette ténacité est considérée comme faible et place ces résines composites dans la même catégorie que le verre de microscope ($K_{Ic} = 0.78$). A titre de comparaison, la porcelaine feldspathique utilisée dans la technique céramo-métallique possède une ténacité de environ 0.91 [45]. Ainsi, globalement parlant, ces trois produits ont montré un comportement mécanique similaire face à la propagation d'une fissure, exprimé par des valeurs de fatigue et de ténacité (K_{Ic}) très proches.

Tableau 4: Comparaison entre les résultats obtenus par un test statique de rupture en flexion (S_0), un test de fatigue cyclique (S_N) et un test de ténacité (K_{Ic}) [27]. La limite de fatigue est exprimée en % de S_0

MATERIAUX	S_0	S_N (10^6 , 16.7 Hz)	$S_N = \% \text{ de } S_0$	K_{Ic} , 12 mois dans l'eau
Artglass®	95.9	58.5	61%	0.64
Colombus®	145.2	54.6	38%	0.55
Targis®	110.3	62.1	56%	0.54
Protemp Garant®	54.2	19.6	36%	---
Protemp II®	57.9	23.1	40%	---
Provipont DC®	97.3	29.5	30%	---
Jet®	150.9	22.8	15%	---

La similarité des informations obtenues après deux types de tests s'explique par les principes de mécanique de fracture. Ceux-ci sont utilisés pour prédire la grandeur d'une fissure dans une structure, qui, sous l'effet d'une contrainte spécifique, se propagera spontanément jusqu'à rupture de la structure. La grandeur critique de cette fissure est déterminée par le facteur d'intensité de contrainte critique (K_{Ic}). Similairement, une fissure de fatigue peut provenir des défauts intrinsèques existants dans la structure ou bien se développer en surface sous l'effet d'une contrainte. Elle grandira, sous l'action de forces cycliques (alternatives) soutenues, jusqu'à une certaine longueur critique avant de se propager de manière catastrophique entraînant la rupture spontanée du matériau. Le temps nécessaire à la croissance d'une fissure de fatigue jusqu'à ce qui une grandeur critique représente une portion importante de la vie de la structure. C'est pourquoi, il est nécessaire de comprendre la phase d'initiation, de propagation d'une fissure ainsi que de déterminer la grandeur critique d'une fissure. La relation entre le taux de croissance d'une fissure de fatigue et la ténacité a été démontrée par Paris et Erdogan [46]. Leur travaux ont montré que le taux de croissance d'une fissure de fatigue dépendra de l'amplitude de la *variation* des contraintes cycliques et de la longueur de la fissure. Pour la ténacité, le facteur d'intensité de contrainte K dépendra de la contrainte appliquée et de la longueur de la fissure.

Comme le taux de croissance d'une fissure augmente avec l'augmentation de la charge et de la longueur de la fissure, et que de son côté, la *variation* du facteur d'intensité de contrainte ($\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$) augmente également avec l'application d'une charge et de la longueur de la fissure, il a été conclu que le taux de croissance de la fissure (a) par cycle de fatigue (N) est lié au ΔK et par l'équation $da/dN = A \Delta K^m$ ou A et m sont des constantes déterminées empiriquement. Ainsi, plus un matériau sera tenace, plus élevée sera sa limite de fatigue. Le concept de taux de croissance de fissures en relation avec la variation du facteur d'intensité de contrainte K a été repris par Sakaguchi et al [47], qui ont modélisé la propagation d'une fissure dans trois matériaux: la céramique feldspathique, la résine composite et la dent naturelle (émail). Ainsi, le taux de croissance d'une fissure dans du composite sera de $131\mu\text{m/an}$ à partir d'un défaut de 1 micron et d'une charge cyclique de 10N. Par comparaison, pour la céramique le taux de croissance sera de $60\mu\text{m/an}$ et au dans de la dent naturelle, $42\mu\text{m/an}$. La réponse des résines composites à la fatigue par compression localisée est la formation de microfissures multiples juste sous la surface de contact [48]. L'apparition des ces microfissures est entre autre dépendante de la taille moyenne des particules de renfort du composite. Le caractère élastique et légèrement plastique des résines composites a également été mis en évidence lors d'indentations sphériques (équivalentes à une cuspide de dent antagoniste). Celles-ci produisent dans le composite des fissures en forme d'anneau autour de la zone d'impact, tandis que les fissures médianes se forment directement sous l'indentation après que le matériau se soit déformé plastiquement [49]. Les dommages produits par la fatigue au niveau d'un composite vont inclure plusieurs mécanismes, tels que des craquelures de la matrice, la déformation de la matrice, l'apparition de fissures multidirectionnelles, de fissures à travers les particules minérales ou à l'interface de collage entre la matrice et la charge minérale. Ces différents types d'endommagement de la matrice et des particules minérales des résines composites expliquent les écarts-type dans les résultats de fatigue par rapport à des matériaux monolithiques qui vont exhiber qu'un seul type de mécanisme d'endommagement.

4.3. Fatigue cyclique et fractographie

La fractographie consiste à étudier la topographie d'une surface de fracture, d'identifier l'origine de la fissure et son cheminement de propagation. Une surface fracturée contiendra des informations sur les forces en action qui ont amené le matériau à se rompre.

La fractographie a été utilisée en médecine dentaire pour déterminer la ténacité (K_{Ic}), la contrainte critique (σ_c) ou la longueur critique (a) de la fissure [50, 51] au niveau de matériaux céramiques. L'équation universelle de $K_{Ic} = Y \sigma \sqrt{a}$ permet en effet de déterminer une inconnue (par exemple la contrainte de rupture) lorsqu'on connaît les autres. En appliquant le protocole décrit par Thompson et al [51] pour calculer la longueur de la fissure (c), en utilisant la ténacité déterminée pour les composites en question [27] ainsi qu'une constante Y qui dépendra de la géométrie de la surface semi-elliptique de l'origine de la fissure [27], il a été possible de déterminer la contrainte de rupture pour les échantillons illustrés dans les figures 17 à 19. L'origine de la fissure était toujours localisée en surface. La contrainte critique calculée à partir de ces origines était de 21 MPa pour l'échantillon de Artglass® (Fig.17) et de 18 à 19 MPa pour les deux échantillons de Targis® (Fig.18,19). Ces échantillons cassés font partie de ceux qui n'ont pas survécu au million de cycles de fatigue. Un nombre limité d'échantillons composites ont fait l'objet d'analyse par fractographie. Celle-ci n'a toutefois pas pu être utilisée sur le matériau plus plastiques tels que les résines provisoires.

Le Ertacetal®, un matériau très élastique utilisé pour remplacer les crochets métalliques des prothèses amovibles pour des raisons esthétiques, n'a pas connu un grand succès clinique du fait de l'impossibilité de réactiver ce type de crochet. Les résultats ont montré une limite de fatigue du même ordre de grandeur que celle des résines composites. Toutefois, à cause de sa grande élasticité-plasticité, ce produit ne se comporte pas comme les résines composites connues pour être très cassantes. L'évaluation microscopique a permis de mettre en évidence des problèmes de porosités devenus apparents qu'après fracture (Fig.20-21). Ces porosités sont probablement originaires de la difficulté de coulée sous pression de ce matériau dans la forme des éprouvettes tests.

4.4. Fatigue cyclique et résistance en flexion (test statique)

Les résultats ont montré que la limite de fatigue **des résines composites** est 40 à 60 % inférieure à leur résistance en flexion trois-points mesurée dans un test statique. Ainsi, la limite de fatigue (S_N) pour Columbus® n'était que de 38% celle en flexion (S_0), pour Targis® 56% et Artglass® 61% (tableau 4). Ces résultats sont dans le même ordre de grandeur que ceux publiés par Braem et al [31] pour des résines composites et méthodologie de fatigue similaires.

Plus anciennement, Draughn [52] a également publié des résultats comparables, avec une corrélation linéaire de 64% entre les résultats de résistance à la fatigue en compression (test cyclique) et la résistance à la compression par un test statique. Cette baisse importante des propriétés mécaniques lorsque le produit est soumis à un test de fatigue démontre à quel point l'information obtenue uniquement par un test de flexion statique est insuffisante et peut induire une fausse conclusion quant au comportement mécanique du matériau in vivo. A titre d'exemple, le composite Columbus® a montré une résistance en flexion statique S_0 de 145 MPa le plaçant significativement devant Targis® ($S_0 = 110$ MPa) et Artglass® ($S_0 = 96$ MPa) ce qui tenterait à favoriser ce produit alors que les résultats de limite de fatigue le recalent en dernière position ($S_N = 54$ MPa), par rapport à Artglass® ($S_N = 58$ MPa) et Targis® ($S_N = 62$ MPa). Il faut également connaître les problèmes liés aux tests de flexion à trois-points statiques. Ceux-ci sont très sensibles 1) aux variations d'états de surface (rugosité, défauts, angles vifs), 2) au centrage des échantillons et 3) à la vitesse de test. Malgré la standardisation d'un tel test, les résultats peuvent varier d'un opérateur à un autre [18] et d'une publication à l'autre. Toutefois, l'usage de la distribution de Weibull pour analyser les résultats en flexion statiques à l'avantage de se baser sur la théorie du lien le plus faible ("weakest link") pour établir la fonction de distribution des résultats dans chaque groupe. Ainsi, le paramètre m de la distribution de Weibull donne des informations concrètes sur la dispersion à l'intérieur d'un groupe et de la fiabilité du matériau. A titre d'exemple, pour deux matériaux ayant la même résistance caractéristique à la rupture (S_0), le matériau avec une valeur m élevée sera plus fiable que le matériau avec une valeur m faible. Si l'on évalue dans ce contexte les trois résines composites en flexion statique, le Columbus® avait la meilleure valeur m (tableau 3) bien que non significativement différente des deux autres composites. Une explication pour cette valeur m plus élevée de Columbus® peut provenir de la plus grande facilité de mise en œuvre des éprouvettes tests. La pâte du composite Columbus® non polymérisée est un peu moins visqueuse que celle des deux autres composites et de ce fait s'applique plus facilement dans un moule. Il est probable que les défauts intrinsèques produits lors de la fabrication des échantillons Columbus® aient été moindres que ceux des deux autres résines composites. Toutefois, en fatigue ces résines composites étaient très similaires. Une étude intéressante utilisant la distribution de Weibull pour un test statique de flexion avant et après fatigue cyclique de résines composites à usage clinique [53] a montré une distribution de Weibull similaire à nos résultats (paramètre $m = \sim 7$ et $S_0 = \sim 90$ MPa pour des résines microchargées et vieilles dans l'eau). L'analyse de Weibull après cycles de fatigue a montré une baisse de la S_0 et de m d'env. 23%.

Cette étude confirme nos résultats démontrant une baisse marquée des propriétés mécaniques d'un matériau fatigué par rapport au produit intact. L'influence de l'eau est importante dans la dégradation des résines composites surtout après fatigue cyclique et présence de microfissures. Celles-ci peuvent se situer aussi bien dans la matrice résineuse qu'au niveau de l'interface avec la charge minérale. Déjà au milieu des années 1980, Söderholm et al. [54-56], a démontré la susceptibilité à la dégradation par hydrolyse des résines composites. Les résines composites, lorsqu'elles se trouvent en milieu buccal, sont en constante immersion dans l'eau (salive) et seront soumises non seulement à des chocs répétitifs mécaniques de la mastication mais également à des variations de pH (2-9) et de température (0-55°C). Ces facteurs agressifs cumulés contribuent à l'accélération de la dégradation du matériau [57].

Le même raisonnement s'applique aux **résines acryliques provisoires**. La limite de fatigue cyclique de ces résines était en moyenne 70 à 80% inférieure à leur résistance en flexion statique (tableau 4). Comme pour les résines composites, l'information provenant du test statique est différente de celle en fatigue car elle placerait la résine acrylique Jet largement devant les autres résines provisoires avec une $S_0 = 151$ MPa, alors qu'en fatigue elle serait recalée en troisième position. Le classement des matériaux se basant uniquement sur un test statique ne fournira donc pas une recommandation correcte pour l'usage intra-oral. Par exemple, si l'on se base que sur la distribution de Weibull (Fig. 14a) la conclusion sera que tous les échantillons de Protemp II® ou Garant® auront échoués avant même que le premier échantillon du Provipont DC® ou du Jet® casse. De même, tous les échantillons de Provipont DC® auront cassé avant l'échec du premier échantillon de Jet®. Cette information est complètement invalidée lorsque l'on considère les résultats en fatigue cyclique. Ainsi, en fatigue, les produits Protemp II®, Protemp Garant® et Jet® vont se comporter très similairement avec une limite de fatigue presque identique (~23 MPa). Seul, le Provipont DC® se démarque du lot, étant env. 23% plus résistant en fatigue (29.5 MPa) que le Jet® ou le Protemp Garant®. Lorsque l'on sait que le Jet® aura une résistance en fatigue de seulement 15% de sa valeur en flexion statique, ce produit, tout comme le Protemp (II® ou Garant®), ne se prêtera pas pour un usage temporaire prolongé dans le milieu buccal. Si le clinicien voulait un produit provisoire pour une utilisation clinique allant sur plusieurs mois, le produit Provipont DC® serait à favoriser. Les résines PMMA avaient déjà fait l'objet d'études de fatigue 20 ans auparavant [58] et la résistance en flexion après un million de cycles de fatigue avoisinait 27 MPa, concordant parfaitement avec notre limite de fatigue de 23 MPa (Jet).

L'information provenant de la distribution de Weibull à partir du test statique reste toutefois intéressante en ce qui concerne la fiabilité du produit. Ainsi, la comparaison entre les deux résines Protemp a montré une *tendance* vers l'amélioration du paramètre m de Weibull pour le produit en seringue (Protemp Garant®). Toutefois, cette différence n'était pas significative ce qui veut dire que les défauts intrinsèques sont distribués similairement dans les deux groupes. En d'autres termes, le mélange par la seringue ne réduisait pas le nombre de défauts intrinsèques tels que des porosités qui peuvent s'incorporer durant le mélange. Les deux produits ont par ailleurs montré des résultats identiques tant au niveau fatigue qu'au niveau flexion statique. Cliniquement, le mélange par système automalaxant est toutefois systématiquement à favoriser car sa qualité restera toujours indépendante de l'opérateur. L'exemple d'un bon mélange obtenu par seringue a été montré pour le Proviopont DC® avec un module m de Weibull élevé, représentatif de l'excellente homogénéité des échantillons (faible déviation standard aussi bien en fatigue qu'en flexion statique). Parmi les produits provisoires testés, le Proviopont DC® serait le produit à favoriser tant au niveau de ses propriétés en fatigue qu'en flexion statique.

Si l'on devait établir un classement des produits à partir des tests de fatigue cyclique et des tests de flexion statique, celui-ci serait le suivant:

Composites (fatigue): Targis® ≥ Artglass® = Colombus®

Composites (flexion): Colombus® > Targis® = Artglass®

Résines pour provisoires (fatigue): Proviopont DC® > Protemp II® = Jet® = Protemp Garant®

Résines pour provisoires (flexion): Jet® > Proviopont DC® > Protemp II® = Protemp Garant®

Ainsi, le classement des produits du meilleur au plus mauvais va dépendre du type de test mécanique, de la méthodologie utilisée, de la composition chimique et microstructure ainsi que de l'environnement. Il serait erroné de se baser uniquement sur une seule propriété mécanique pour cerner le comportement d'un produit de restauration. Une excellente revue des mécanismes de fatigue responsables de la rupture d'un matériaux, des méthodes de test et d'analyse statistique des données a été récemment publiée [59]. Les auteurs soulignent qu'à l'heure actuelle, il manque encore des bases de données d'échecs cliniques permettant de développer et de valider des méthodes de test pour l'évaluation des matériaux composites.

V. CONCLUSIONS

Des matériaux composites pour restaurations prothétiques ont été introduits dans le but de proposer une alternative moins complexe et meilleure marché aux techniques conventionnelles céramo-métalliques. L'usage de ces résines composites diminue sensiblement les coûts de fabrication, et sont de ce fait plus accessible pour les patients à budget réduit. L'information sur leur durée de vie clinique à long terme n'est toutefois pas encore disponible. Cette recherche s'est efforcée de déterminer deux propriétés mécaniques, la résistance en fatigue cyclique (méthode de l'escalier) et la résistance en flexion statique pour plusieurs matériaux composites long terme et résines provisoires. Les résultats de cette recherche suggèrent les conclusions suivantes:

1. La résistance mécanique sous l'action d'une contrainte cyclique montre que les résines composites « long terme » se regroupent dans une gamme de résistance très similaire lorsque fatiguées dans un milieu humide.

2. La résistance en fatigue des résines composites se situait entre 40 et 60% de la résistance en flexion statique. Cette variation marquée provient des résultats très différents entre composites après test de flexion et ceux après fatigue cyclique. Le classement des produits après test de fatigue et après test statique de flexion n'est pas le même (hypothèse initiale vérifiée). C'est pourquoi, il est important pour un clinicien de tenir compte des limitations des performances en fatigue d'un matériau avant de finaliser son choix pour un usage clinique donné.

3. La comparaison des résultats en fatigue avec ceux de ténacité des résines composites long terme d'une étude antérieure a montré le même regroupement des valeurs que ceux après fatigue (hypothèse initiale vérifiée). La similarité de l'information entre fatigue et ténacité provient de lois de la mécanique de fracture basées sur la propagation d'une fissure à travers un matériau. Ces résines composites sont considérées comme fragiles (faible ténacité) avec un comportement cassant similaire à celui de la porcelaine feldspathique. On peut ainsi remettre en question leur usage en tant que matériau unique de reconstruction prothétique. En effet, la technique céramo-métallique des couronnes et ponts prothétiques se base sur une armature métallique très tenace comme support pour la céramique. Les résines composites telles que proposées actuellement sur le marché, n'ont pas de renfort mécanique équivalent au métal. L'étude d'un renfort de ces composites par des fibres est en cours.

4. Les résultats de fatigue des résines acrylo-composites provisoires ont montré une chute vertigineuse entre 60 et 85% par rapport aux résultats de résistance en flexion statique. Comme pour les résines composites, l'information à partir d'un test statique peut induire en erreur lorsqu'il s'agit de prendre une décision d'usage clinique. Le classement résultant du test statique n'est pas le même qu'après le test de fatigue (hypothèse initiale vérifiée). Exception faite pour le Provipont DC® nettement plus résistant dans le temps, les autres résines provisoires se regroupaient dans les mêmes valeurs de fatigue.

VI. RESUME:

But: Des nouvelles résines composites ont été développées pour la confection des couronnes et ponts comme alternative aux restaurations conventionnelles céramo-métalliques. Le but de cette étude est de caractériser mécaniquement ces matériaux en déterminant leur limite moyenne de fatigue ainsi que leur résistance à la flexion.

Méthode : Les matériaux testés étaient: 1. résines composites pour restaurations à long terme (Artglass®, Columbus®, Targis®), 2. résines pour restaurations temporaires (Jet®, Protemp II®, Protemp Garant®, Provipont DC®) et 3. une résine acétallique pour crochets en prothèse adjointe (Ertacetal®). Le test en fatigue utilisé était celui d'un cylindre en porte-à-faux (cantilever beam) soumis à 10^6 cycles et 16.7 Hz. La méthode de l'escalier a été utilisée pour déterminer la limite de fatigue (à 50%).

La résistance en flexion a été mesurée en trois-points à 0.5 mm/min sur des barres (25 x 2.5 x 2.5 mm³). La distribution de Weibull a été utilisée pour l'analyse statistique.

Résultats : Limite de fatigue en MPa : Targis® (62.1 ± 7.0), Artglass® (58.5 ± 3.7), Columbus® (54.6 ± 6.2), Ertacetal® (60.5 ± 3.3), Provipont DC® (29.5 ± 3.2), Protemp II® (23.1 ± 5.3), Jet® (22.8 ± 8.3), Protemp Garant® (19.6 ± 4.6). Résistance caractéristique (S_0) de Weibull en flexion [MPa] et valeur m correspondantes : Columbus® (145.2; 13.1), Targis® (110.3; 7.8), Artglass® (95.9; 5.4), Jet® (150.9; 17.3), Provipont DC® (97.3; 23.8), Protemp II® (57.9; 6.4), Protemp Garant® (54.2; 12.8). La limite de fatigue des résines composites se situait entre 40 et 60% de celles en flexion.

Implications Cliniques : La caractérisation mécanique et l'ordre de classement des produits sur la base des résultats de résistance en flexion peuvent être trompeurs si on compare avec les résultats en fatigue.

Cette recherche signale qu'un matériau peut montrer de bonnes performances dans un test statique mais se dégrader rapidement lors de l'application de contraintes cycliques (fatigue). Le clinicien devrait connaître les performances mécaniques avant de choisir un produit de restauration.

ABSTRACT

Objective: New composite resins have been developed for crown and bridge restorations as an alternative to conventional metal-ceramic solutions. The purpose of this study was to mechanically characterize these materials by determining their mean fatigue limit as well as their flexural strength.

Methods: The materials tested were: 1. composite resins for long term restorations (Artglass®, Colombus®, Targis®), 2. resins for temporary restorations (Jet®, Protemp II®, Protemp Garant®, Provipont DC®) and 3. acetal resin for partial denture clasps (Ertacetal®). Fatigue testing used the cantilever rotating beam method for one million cycles at 16.7 Hz and the staircase method. Flexural strength testing in three-point bending was performed after one week storage in water at 0.5 mm/min on 25 x 2.5 x 2.5 mm³ bars. Data were analyzed using mean fatigue limits at 50% with corresponding confidence intervals and the two-parameter Weibull distribution for the flexural strength results.

Results: Mean fatigue limits in MPa: Targis® (62.1 ± 7.0), Artglass® (58.5 ± 3.7), Colombus® (54.6 ± 6.2), Ertacetal® (60.5 ± 3.3), Provipont DC® (29.5 ± 3.2), Protemp II® (23.1 ± 5.3), Jet® (22.8 ± 8.3), Protemp Garant® (19.6 ± 4.6). Weibull characteristic flexure strengths in MPa (S_0) and m values: Colombus® (145.2; 13.1), Targis® (110.3; 7.8), Artglass® (95.9; 5.4), Jet® (150.9; 17.3), Provipont DC® (97.3; 23.8), Protemp II® (57.9; 6.4), Protemp Garant® (54.2; 12.8). The fatigue limits for composite resins were ranging between 40 and 60% of their flexural strength values, those for temporary resins between 15% and 70%.

Significance: Mechanical characterization and ranking based on flexural strength data alone may be misleading when compared to the material's fatigue response. This research pointed out that some materials may perform well in non stressed situations but degrade rapidly when fatigued. Clinicians should be aware of the material's performances before choosing a restorative product.

VII. BIBLIOGRAPHIE

- [1] Creugers NHJ, Käyser AF, van't Hof MA. A meta-analysis of durability data on conventional fixed bridges. *Community Dent Oral Epidemiol* 1994;22:448-452
- [2] Taouti B. The evolution of aesthetic restorative materials for inlays and onlays: a review. *Int Aesth Chronicle* 1996;8:657-666.
- [3] Ellis RK, Donly KJ, Wild TW. Indirect composite resin crowns as an esthetic approach to treating ectodermal dysplasia: a case report. *Quintessence Int* 1992;22:727-729.
- [4] Rammelsberg P, Eickemeyer G, Erdelt K, Pospiech P. Fracture resistance of posterior metal-free polymer crowns. *J Prosthet Dent* 2000;84:303-308.
- [5] Beuchat M, Krejci I, Lutz F. Minimalinvasive unverstärkte adhäsive Kompositbrücken: klinisches Vorgehen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 1999;109:507-515.
- [6] Altieri JV, Burstone CJ, Goldberg AJ, Patel AP. Longitudinal clinical evaluation of fiber-reinforced composite fixed partial dentures: a pilot study. *J Prosthet Dent* 1994;17:16-22.
- [7] Freilich MA, Karmaker AC, Burstone CJ, Goldberg JA. Development and clinical applications of a light-polymerized fiber-reinforced composite. *J Prosthet Dent* 1998;80:311-318.
- [8] Krejci I, Boretti R, Giezendanner P, Lutz F. Adhesive crowns and fixed partial dentures fabricated of ceromer/FRC: clinical and laboratory procedures. *Pract Periodontics Aesthet Dent* 1998;10:487-98.
- [9] Göhring TN, Mörmann WH, Lutz F. Clinical and scanning electron microscopic evaluation of fiber-reinforced inlay fixed partial dentures: Preliminary results after one year. *J Prosthet Dent* 1999;82:662-8.
- [10] Vallittu PK, Sevelius C. Resin-bonded, glass fiber-reinforced composite fixed partial dentures: A clinical study. *J Prosthet Dent* 2000;84:413-418.
- [11] McKinney JE, Wu W. Chemical softening and wear of dental composites. *J Dent Res* 1985;64:1326-31.
- [12] Lutz F, Krejci I, Barbakow F. Chewing pressure vs. wear of composites and opposing enamel cusps. *J Dent Res* 1992;71:1525-29.
- [13] Condon JR, Ferracane JL. *In vitro* wear of composite with varied cure, filler level, and filler treatment. *J Dent Res* 1997;76:1405-11.
- [14] Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. *J Dent Res* 1997;76:1508-16.
- [15] Knobloch LA, Kerby RE, Seghi R, van Putten M. Two-body wear resistance and degree of conversion of laboratory-processed composite materials. *Int J Prosthodont* 1999;12:432-38.
- [16] Kern M, Strub JR, Lü XY. Wear of composite resin veneering materials in dual-axis chewing simulator. *J Oral Rehab* 1999;26:372-78.

- [17] Willems G, Lambrechts P, Braem M, Celis JP, Vanherle G. A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dent Mater* 1992;8:310-19.
- [18] Ferracane JL, Mitchem JC. Properties of composites: results of round robin testing for a specification. *Dent Mater* 1994;10:92-99.
- [19] Huysmans MCDNJM, van der Varst PGT, Lautenschlager EP, Monaghan P. The influence of simulated clinical handling on the flexural and compressive strength of posterior composite restorative materials. *Dent Mater* 1996;12:116-120.
- [20] Wiskott HWA, Nicholls JI, Belser UC. Stress fatigue: basic principles and prosthodontic implications. *Int J Prosthodont* 1995;8:105-116.
- [21] Mecholsky JJ. Fracture mechanics principles. *Dent Mater* 1995;11:111-112.
- [22] Lloyd CH, Adamson H. The development of fracture toughness and fracture strength in posterior restorative materials. *Dent Mater* 1987;3:225-231.
- [23] Ferracane JL, Antonio RC, Matsumoto H. Variables affecting the fracture toughness of dental composites. *J Dent Res* 1987;66:1140-1145.
- [24] Higo Y, Damri D, Nunomura S, Kumada K, Sawa N, Hanaoka K, Teranaka T, Iwamoto T. The fracture toughness characteristics of three dental composite resins. *Biomed Mater Eng* 1991;1:223-231.
- [25] Fujishima A, Ferracane JL. Comparison of four modes of fracture toughness testing for dental composites. *Dent Mater* 1996;12:38-43.
- [26] Zhao D, Botsis J, Drummond JL. Fracture studies of selected dental restorative composites. *Dent Mater* 1997;13:198-207.
- [27] Scherrer SS, Botsis J, Studer M, Pini M, Wiskott HWA, Belser UC. Fracture toughness of aged dental composites in combined mode I and mode II loading. *J Biomed Mater Res (Appl Biomater)* 2000;53:362-370.
- [28] Anusavice KJ. Solidification and microstructure of metals. In: Phillip's science of dental materials, 10th edition. Ed. K.J. Anusavice, W.B. Saunders Company, 1996, p.315-326.
- [29] Collins JA. High-cycle fatigue (Chapt.7). In: Failure of materials in mechanical design: analysis, prediction, prevention. 2nd edition, Ed. J.A. Collins, Wiley-interscience publication, J. Wiley & Sons, NY, 1993, p.178-252.
- [30] Kamposiora P, Papavasiliou G, Bayne SC, Felton DA. Finite element analysis estimates of cement microfracture under complete veneer crowns. *J Prosthet Dent* 1994;71:435-441.
- [31] Braem MJA, Davidson CL, Lambrechts P, Vanherle G. In vitro flexural fatigue limits of dental composites. *J Biomed Mater Res* 1994;28:1397-1402.
- [32] Braem MJA, Lambrechts P, Gladys S, Vanherle G. In vitro fatigue behavior of restorative composites and glass ionomers. *Dent Mater* 1995;11:137-141.
- [33] Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Clinical relevance of laboratory fatigue studies. *J Dent* 1994;22:97-102.

- [34] McCabe JF, Carrick TE, Chadwick RG, Walls AWG. Alternative approaches to evaluating the fatigue characteristics of materials. *Dent Mater* 1990;6:24-28.
- [35] McCabe JF, Wang Y, Braem MJA. Surface contact fatigue and flexural fatigue of dental restorative materials. *J Biomed Mater Res* 2000;50:375-380.
- [36] Wiskott HWA, Nicholls JI, Belser UC. Fatigue resistance of solders joints: a methodological study. *Dent Mater* 1994;10:215-220.
- [37] Popov EP. Introduction to mechanics of solids. 1st edition. Englewood Cliffs, NJ: Prentice Hall 1968:569 pages.
- [38] Dixon WJ, Mood AM. A method for obtaining and analyzing sensitivity data. *J Amer Stat Assn* 1948;43:109-126.
- [39] Finney DJ. Probit Analysis: a statistical treatment of the sigmoid response curve. With a foreword by Tattersfield F. 2d. edition. Cambridge [Eng]: Cambridge University Press 1952:236-245.
- [40] Leempoel PJ, Kaiser AF, Van Possum GM, De Haan AF. The survival rate of bridges. A study of 1674 bridges in 40 Dutch general practices. *J Oral Rehab* 1995; 22(5):327-30.
- [41] Weibull, WA. A statistical theory of the strength of materials. *Ing Vetensk Akad, Proc* 1939;151:1-45.
- [42] Mann NR, Schafer RE, Singpurwalla ND. Methods for the analysis of reliability and life data. New York: J Wiley and Sons, 1974:185-191.
- [43] Thoman DR, Bain LJ, Ante CE. Inferences on the parameters of the Weibull distribution. *Technometrics* 1969;11:445-460.
- [44] Htang A, Ohsawa M, Matsumoto H. Fatigue resistance of composite restorations: effect of filler content. *Dent Mater* 1995;11:7-13.
- [45] Scherrer SS, Denry IL, Wiskott HWA. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. *Dent Mater* 1998;14:246-255.
- [46] Paris PC, Erdogan F. A critical analysis of crack propagation laws. *J Basic Engineering, ASME Transactions, Series D*, 1963;85(4):528-534.
- [47] Sakaguchi RL, Cross M, Douglas WH. A simple model of crack propagation in dental restorations. *Dent Mater* 1992;8:131-136.
- [48] Mair LH. Subsurface compression fatigue in seven dental composites. *Dent Mater* 1994;10:111-115.
- [49] Baran G, Shin W, Abbas A, Wunder S. Indentation cracking of composite matrix materials. *J Dent Res* 1994;78:1450-1456.
- [50] Scherrer SS, Kelly JR, Quinn GD, Xu K. Fracture toughness (K_{Ic}) of a dental porcelain determined by fractographic analysis. *Dent Mater* 1999;15:342-348.
- [51] Thompson JY, Anusavice KJ, Naman A, Morris HF. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. *J Dent Res* 1994;73:1824-1832.

- [52] Draughn RA. Compressive fatigue limits of composite restorative materials. *J Dent Res* 1979;58:1093-1096.
- [53] Drummond JL, Miescke KJ. Weibull models for the statistical analysis of dental composite data: aged in physiologic media and cyclic fatigued. *Dent Mater* 1991;7:25-29.
- [54] Söderholm KJ. Degradation of glass fillers in experimental composites *J Dent Res* 1981;60:1867-1875.
- [55] Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res* 1984;63:1248-54.
- [56] Söderholm KJ, Robert MJ. Influence of water exposure on the tensile strength of composites. *J Dent Res* 1990;69:1812-16.
- [57] Örtengren U, Andersson F, Elgh U, Terselius B, Karlsson S. Influence of pH and storage time on the sorption and solubility behaviour of three composite resin materials. *J Dent* 2001;29:35-41.
- [58] Hargreaves AS. The effects of cyclic stress on dental polymethylmethacrylate. II. Flexural fatigue. *J Oral Rehab* 1983;10:137-151.
- [59] Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med* 2001;12:350-360.