



**HAL**  
open science

# Influence des variations de température rencontrées dans la cavité buccale sur les propriétés physiques des arcs orthodontiques à base de nickel-titane

Yves Bolender

► **To cite this version:**

Yves Bolender. Influence des variations de température rencontrées dans la cavité buccale sur les propriétés physiques des arcs orthodontiques à base de nickel-titane. Autre. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 2008. Français. NNT : 2008NAN10144 . tel-01777261

**HAL Id: tel-01777261**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01777261v1>**

Submitted on 24 Apr 2018

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

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



## AVERTISSEMENT

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

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

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

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

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

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

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

## Thèse

présentée pour l'obtention du grade de

**Docteur de l'université Henri Poincaré, Nancy I**

en Physique et Chimie de la Matière et des Matériaux

par Yves **BOLENDER**

# **Influence des variations de température rencontrées dans la cavité buccale sur les propriétés physiques des arcs orthodontiques à base de nickel-titane**

Soutenue le 13 Mai 2008

### Membres du Jury :

Président : *Pierre STEINMETZ*, Professeur, LCSM, Université Henri Poincaré, Nancy

Rapporteurs : *Armelle MANIERE-EZVAN*, Professeur, Faculté d'Odontologie, Université de Rennes  
*Thierry GLORANT*, Maître de conférences HDR, INSA, Rennes

Examineurs : *Marie-Pierryle FILLEUL*, Professeur, Faculté d'Odontologie & LCSM, Université Henri Poincaré, Nancy  
*Christophe RAPIN*, Maître de conférences HDR, LCSM, Université Henri Poincaré, Nancy  
*Paul-Hugh DEMOGE*, Professeur émérite, Faculté de Chirurgie Dentaire, Université de Paris V

Invités : *Charles BURSTONE*, Professeur émérite, School of Dental Medicine, University of Connecticut, Etats-Unis  
*Anne VERNIERE*, Maître de conférences, LCSM, Université Henri Poincaré, Nancy



A notre Président de Thèse,

Monsieur le Professeur Pierre STEINMETZ  
Professeur de classe exceptionnelle  
Doyen de la Faculté des Sciences et Techniques  
Nancy Université  
Directeur du Laboratoire de Chimie du Solide Minéral  
Chevalier de la Légion d'Honneur

Il nous a fait l'honneur d'accepter la présidence du jury de thèse après nous avoir accueilli avec beaucoup de bienveillance et de sollicitude dans son laboratoire. Malgré ses nombreuses activités, il nous a apporté son soutien tout au long de ce travail et lors des temps difficiles que nous avons rencontrés. Nous le prions de vouloir trouver ici le témoignage de notre profonde admiration et de notre sincère gratitude.

Madame le Professeur Marie-Pierryle FILLEUL  
Professeur d'Orthopédie Dento-Faciale  
Docteur en Sciences Odontologiques  
Doctorat d'Etat en Odontologie  
Responsable de la sous-section : Orthopédie Dento-Faciale  
Faculté d'Odontologie  
Nancy Université

Elle nous a inspiré notre sujet de thèse et nous a apporté son aide indéfectible tout au long de ce travail. Elle nous a accueilli avec bienveillance au sein du Service d'Orthopédie Dento-faciale de la Faculté de Nancy.  
Sans son appui, rien n'aurait été possible. Elle nous a aidé à surmonter les nombreuses difficultés qui ont ponctué nos démarches successives et n'a pas compté le temps qu'elle a bien voulu nous consacrer. La confiance qu'elle nous témoigne nous a été d'une grande aide tout au long de ces entreprises. Nous sommes très heureux de venir compléter son équipe et d'être *in fine* en mesure de nous associer à ses efforts.  
Qu'elle veuille bien accepter nos plus vifs remerciements et croire à l'expression de nos sentiments les plus respectueux.

Monsieur le Professeur Christophe RAPIN  
Faculté des Sciences et Techniques  
Nancy Université

Il nous fait l'honneur et la joie de co-diriger ce travail avec Madame le Professeur FILLEUL. Ses qualités d'homme et d'enseignant-chercheur font naître l'amitié et le respect. Il a su grâce à sa personnalité et sa rigueur nous mener à bon port lors de cette odyssee. Nous nous félicitons d'avoir pu grâce à ce travail nouer des relations d'amitiés avec lui, et nous le prions de bien vouloir trouver ici le témoignage de notre très sincère gratitude.

Monsieur le Professeur Paul-Hugh DEMOGE  
Professeur émérite  
Faculté de Chirurgie Dentaire  
Université de Paris V  
Chevalier de la Légion d'Honneur

Une expérience commune a marqué nos jeunes années et nous rapproche. Il nous a encouragé avec bienveillance et compréhension dans nos entreprises. Il a su nous orienter efficacement dans notre travail grâce à sa grande compétence et à ses conseils judicieux. Nous tenons à lui dire tout particulièrement nos remerciements et notre amitié.

Professor Charles Burstone  
Emeritus Professor of Orthodontics  
University of Connecticut Health Center, Farmington, CT, U.S.A.

You have always been an extraordinary living example of who an orthodontic educator should be. You have been guiding with empathy numerous generations of students through the arcanae of orthodontics and more specifically through the intricacy of biomechanics.

I want to express to you my deepest gratitude and respect to have accepted to be a member of this thesis committee. I feel extremely fortunate to be able to know you.

Professeur Armelle MANIERE-EZVAN  
Faculté d'Odontologie  
Université de Nice

Elle nous a fait l'honneur de bien vouloir accepter d'être le rapporteur de cette thèse et de traverser l'hexagone pour venir siéger à notre jury. L'accueil chaleureux qu'elle a bien voulu réserver à ce travail nous a beaucoup touché.

Qu'elle trouve ici l'expression de toute notre gratitude.

Monsieur le Docteur Thierry GLORIAN  
Maître de Conférences  
Habilitation à diriger des recherches  
INSA, Rennes

Il a fait preuve d'une grande ouverture d'esprit en acceptant d'être rapporteur d'un travail entrepris par un odontologiste. Il a su nous faire bénéficier de ses grandes connaissances en métallurgie et nous prodigué ses commentaires avec bienveillance. Il n'a pas hésité à traverser la France pour nous entretenir.

Qu'il trouve là le témoignage de notre profonde reconnaissance.

Madame le Docteur Anne VERNIERE  
Maître de Conférences des Universités  
Faculté des Sciences et Techniques  
Nancy Université

Elle a guidé avec enthousiasme et gentillesse nos premiers pas dans le laboratoire. Elle nous a apporté son aide indéfectible tout au long de ce travail. Son sourire et son dynamisme ont marqué les différentes phases de ce projet. Qu'elle trouve là l'expression de ma joie de la compter parmi mes amis et le témoignage de ma profonde gratitude.

Monsieur Lionel ARANDA  
Ingénieur d'Etudes  
Laboratoire de Chimie du Solide Minéral  
Faculté des Sciences et Techniques  
Nancy Université

Sans lui, nous n'aurions pas pu mener ces expérimentations. Son esprit d'entreprise, sa disponibilité, sa bonne humeur nous ont porté tout au long de ce projet.

Qu'il trouve ici l'expression des mes plus vifs remerciements.

A tous les membres du Laboratoire de Chimie du Solide Minéral  
Faculté des Sciences et Techniques  
Nancy Université

Ils ont accueilli avec bonhomie et bienveillance ce doctorant d'âge certain. Ils nous ont prêté main forte et soutenu sans détour.

Qu'ils trouvent tous là l'expression de ma plus sincère gratitude.

Monsieur le Professeur Robert FRANK  
Professeur de grade exceptionnel  
Doyen honoraire de la Faculté Dentaire de Strasbourg  
Chevalier de la Légion d'Honneur

Il nous a aidé à surmonter efficacement les obstacles qui se sont dressés sur notre chemin. Sa gentillesse et sa bienveillance nous ont beaucoup touché.

Nous le prions de bien vouloir trouver ici le témoignage de notre profonde admiration et de notre sincère gratitude.

A mes Maîtres,  
Monsieur Le Professeur Coenrad MOORREES†, chef de Service  
Madame le Professeur Laure LEBRET  
Madame le Professeur Anna-Maria GRÖN  
Département d'Orthodontie  
Harvard School of Dental Medicine  
Boston, U.S.A.

Ils ont consacré leur vie à la formation de jeunes orthodontistes. Ils n'ont eu de cesse de donner le meilleur d'eux-mêmes pour en faire bénéficier autrui. Ils demeurent à jamais les exemples à suivre pour toutes ces générations d'orthodontistes qu'ils ont eu le privilège d'être leurs élèves. Ils ont ouvert la voie et indiqué la direction à suivre.

Qu'ils trouvent-là l'expression de ma plus profonde reconnaissance.

A ma famille à qui je dédie ce travail,

A mes parents affectueusement qui m'ont soutenu dans mes entreprises,

A ma sœur qui m'a accompagné dans mes premières études,

A mon épouse, mon amour, mon rayon de soleil, mon roc,

A Claire et Camille, qui n'ont pas pu voir leur père autant qu'elles le souhaitent et qui ont fait preuve d'une patience sans égale,

A mes amis,

## TABLE DES MATIERES :

|  |    |
|--|----|
| <b>INTRODUCTION</b> .....  | 1  |
| <b><u>PREMIER CHAPITRE : GENERALITES</u></b> .....                                     | 4  |
| 1.1. Orthodontie.....  | 4  |
| 1.2. Les alliages à base de nickel-titane.....   | 6  |
| 1.2.1. Historique.....   | 6  |
| 1.2.2. La transformation martensitique.....  | 8  |
| 1.2.3. Propriétés.....   | 11 |
| <b><u>DEUXIEME CHAPITRE : MATERIEL ET METHODES</u></b>                                 |    |
| 2.1. Matériel.....   | 17 |
| 2.2. Méthodes.....   | 18 |
| 2.2.1. Ordre de passage des fils.....  | 18 |
| 2.2.2. Caractérisation des dimensions de la section.....                               | 18 |
| 2.2.2.1. Mesures.....  | 18 |
| 2.2.2.2. Analyse statistique.....  | 21 |
| 2.2.2.3. Calcul du jeu entre arc orthodontique et gorge de l'attache.....              | 21 |
| 2.2.3. Caractérisation de l'état de surface - Microscopie électronique à balayage..... | 22 |
| 2.2.3.1. Préparation des échantillons.....   | 22 |
| 2.2.3.2. Observation des échantillons.....   | 24 |
| 2.2.4. Composition.....  | 25 |
| 2.2.4.1. Analyse semi-quantitative - Microanalyse X.....                               | 25 |
| 2.2.4.2. Analyse quantitative - Microsonde de Castaing.....                            | 25 |
| 2.2.5. Analyse des températures de transformation.....                                 | 26 |
| 2.2.5.1. Calorimétrie différentielle à balayage.....                                   | 26 |
| 2.2.5.2. Diffraction des rayons X.....   | 29 |
| 2.2.6. Analyse en torsion.....   | 31 |
| <b><u>TROISIEME CHAPITRE : RESULTATS</u></b>   |    |
| 3.1. Caractérisation des dimensions de la section.....                                 | 37 |
| 3.1.1. Détermination de l'erreur aléatoire de la méthode.....                          | 37 |
| 3.1.2. Mesures.....  | 37 |
| 3.2. Caractérisation de l'état de surface.....   | 48 |
| 3.2.1. Etat de surface des faces horizontales des fils.....                            | 48 |
| 3.2.2. Etat de surface des sections polies des fils.....                               | 53 |
| 3.3. Composition.....  | 55 |
| 3.3.1. Analyse semi-quantitative - Microanalyse X.....                                 | 55 |
| 3.3.1.1. Surface horizontale des fils.....   | 55 |
| 3.3.1.2. Section des fils.....   | 58 |
| 3.3.2. Analyse quantitative - Microsonde de Castaing.....                              | 59 |
| 3.4. Analyse des températures de transformation.....                                   | 61 |
| 3.4.1. Calorimétrie différentielle à balayage.....                                     | 61 |
| 3.4.2. Diffraction des rayons X.....   | 68 |

|   |    |
|---|----|
| 3.4.2.1. Données cristallographiques des différentes phases des alliages NiTi .....                         | 69 |
| 3.4.2.2. Diffraction des rayons X des fils orthodontiques .....   | 72 |
| 3.4.2.2.1. Diffraction des rayons X du fil Neosentalloy 100g .....  | 72 |
| 3.4.2.2.2. Diffraction des rayons X du fil Copper NiTi 35°C.....  | 76 |
| 3.4.2.2.3. Comparaison des diffractions des rayons X des fils Copper NiTi 27°C, 35°C et 40°C .....          | 80 |
| 3.5. Analyse en torsion.....  | 81 |
| 3.5.1. Tests en torsion à 20°C .....  | 81 |
| 3.5.2. Tests en torsion à 35°C .....  | 83 |
| 3.5.3. Tests en torsion à 55°C .....  | 85 |
| 3.5.4. Comparaison des comportements individuels des fils aux trois températures de 20°C, 35°C et 55°C..... | 86 |

## **QUATRIEME CHAPITRE : DISCUSSION**

|  |     |
|--|-----|
| 4.1. Discussion du matériel .....                  | 90  |
| 4.2. Discussion des méthodes .....                 | 90  |
| 4.3. Discussion des résultats.....                 | 96  |
| 4.3.1. Dimensions de la section des fils .....     | 96  |
| 4.3.2. Caractérisation de l'état de surface.....   | 98  |
| 4.3.3. Composition .....                           | 100 |
| 4.3.4. Calorimétrie différentielle à balayage..... | 102 |
| 4.3.5. Diffraction des rayons X.....               | 106 |
| 4.3.6. Analyse en torsion.....                     | 108 |

|                          |     |
|--------------------------|-----|
| <b>CONCLUSIONS</b> ..... | 111 |
|--------------------------|-----|

|                            |     |
|----------------------------|-----|
| <b>BIBLIOGRAPHIE</b> ..... | 114 |
|----------------------------|-----|

|                     |     |
|---------------------|-----|
| <b>ANNEXE</b> ..... | 124 |
|---------------------|-----|

|                                |     |
|--------------------------------|-----|
| <b>PERMIS D'IMPRIMER</b> ..... | 132 |
|--------------------------------|-----|

## INTRODUCTION

Les fils orthodontiques génèrent les forces qui permettent de déplacer les unités dentaires au moyen d'attaches fixées sur la couronne des dents. Ces fils revêtent une importance capitale en Orthodontie puisqu'ils constituent la principale source du mouvement dentaire.

Les premiers fils utilisés en pratique orthodontique au début du XX<sup>ième</sup> siècle, étaient constitués d'alliages d'or. Ces derniers furent abandonnés dans les années 20 au profit d'arcs en acier inoxydable moins onéreux et dotés de meilleures qualités mécaniques. Un alliage de cobalt-chrome-nickel (Eligiloy®) mis au point initialement pour des ressorts de montre, fut introduit dans les années 50 et connut ses heures de gloire au travers du développement d'une des techniques orthodontiques. Suite aux travaux menés aux Etats-Unis au début des années 60, des alliages de type nickel-titane furent introduits avec grand succès en Orthodontie, en raison de leurs propriétés remarquables: faible raideur, important effet-détente, superélasticité et mémoire de forme.

La large utilisation que connaissent en Orthodontie ces fils à base de nickel-titane, repose sur les hypothèses suivantes :

- des fils de section élevée génèrent, a contrario des fils d'acier, des niveaux de force faibles malgré leurs dimensions et peuvent être utilisés dès les premières phases du traitement orthodontique
- ces arcs permettent d'assurer dès le début du traitement un contrôle tridimensionnel des unités dentaires de par le faible jeu entre le fil et la gorge de l'attache
- l'effet-détente conséquent permet des mouvements dentaires de plus grande amplitude
- ces fils développent des forces et des moments constants en raison de leur superélasticité
- ces arcs retrouvent leur forme initiale après avoir été portés à la température de la cavité buccale.

Les propriétés de superélasticité et de mémoire de forme sont intimement liées à la nature cristalline de ces alliages de type nickel/titane à l'état solide. Ces alliages possèdent en effet au moins deux états structuraux. Le NiTi austénitique est caractérisé par une structure cristalline cubique qui est prévalente à haute température et sous faible contrainte. Le NiTi martensitique se forme quand à lui à basse température et sous contrainte élevée. Une transformation supplémentaire peut mener à l'apparition d'une troisième phase intermédiaire, appelée phase-R entre l'austénite et la martensite.

La superélasticité est liée à une transformation structurale des alliages nickel-titane et se caractérise par la délivrance d'une force orthodontique relativement constante pendant une grande partie de la phase de désactivation. La contrainte est initialement appliquée sur un matériau composé uniquement d'austénite. On observe tout d'abord la déformation élastique de l'austénite, puis à partir d'un taux de contrainte qui va dépendre de la température, il y a formation de martensite induite sous contrainte et apparition d'un plateau lors de l'activation. Lorsque la contrainte cesse, la martensite n'étant pas stable dans ce domaine de température, l'alliage retourne à son état austénitique et apparaît alors un second plateau lors de la désactivation. Enfin la déformation élastique de l'austénite permet de retrouver l'état initial. Il n'y a donc pas de déformation plastique ultime du matériau. La superélasticité se manifeste donc par la récupération complète de la forme de l'échantillon lorsque la contrainte cesse, bien que celle-ci ait atteint un niveau nettement supérieur à la limite d'élasticité d'un alliage orthodontique classique. L'intérêt clinique de la superélasticité réside dans la présence lors de la désactivation d'un plateau horizontal sur un graphique contrainte/déformation. La superélasticité permet ainsi d'exercer une force constante optimale lors d'un déplacement dentaire conséquent.

La mémoire de forme, quant à elle, permet au fil de recouvrer sa forme initiale par transformation par chauffage d'un état totalement martensitique en austénite. Elle permet à l'alliage de retrouver sa géométrie initiale après une déformation plastique importante. Le fil est donc initialement martensitique, subit des contraintes, se déforme et conserve une déformation résiduelle après cessation de la contrainte. Il suffit de réchauffer le matériau au-delà d'une certaine température pour que la transformation martensite-austénite se produise et que l'échantillon retrouve sa forme initiale.

Ces propriétés de superélasticité et de mémoire de forme sont donc liées à l'existence d'une transformation de phases à l'état solide : la transformation martensitique. Le passage de toute la masse de l'alliage de la phase austénitique à la phase martensitique puis de la phase martensitique à la phase austénitique constitue le cycle de transformation martensitique. Historiquement le terme de transformation martensitique a décrit la transformation de l'austénite en martensite des aciers lors d'une trempe. Par extension ce terme a été généralisé pour nombre d'alliages dont les alliages de type nickel/titane. La caractéristique de cette transformation est de posséder un caractère thermo-élastique. La croissance des plaquettes de martensite est contrôlée par l'évolution de la température.

Le passage d'une phase cristallographique à l'autre est fonction de la température et permet de définir des températures de transition. Lors du refroidissement de l'austénite, la martensite apparaît à partir d'une certaine température. Il y a alors coexistence d'austénite et de martensite. Puis l'échantillon devient exclusivement composé de martensite. A l'inverse lors du chauffage, l'alliage est initialement sous forme de martensite, puis est composé d'un mélange de martensite et d'austénite à partir d'une température donnée avant d'être exclusivement sous forme d'austénite. Ces températures de transition peuvent être ajustées par le fabricant en modifiant soit la composition des alliages, soit le traitement thermo-mécanique subi par les fils.

La superélasticité et la mémoire de forme vont ainsi dépendre de la relation de ces températures de transformation avec celle de la cavité buccale. La température buccale n'est pas en moyenne celle du corps humain, mais demeure proche de 35°C. Des écarts thermiques de l'ordre de 50°C ont été constatés en bouche lors d'ingestion de boissons chaudes ou glacées, ou de glaces. A contrario de tous les fils utilisés jusqu'alors en Orthodontie, tout laisse à penser que ces variations de température engendrent d'importantes modifications du comportement mécanique des fils à base de nickel-titane. La relation entre la variation de la température intra-buccale et les caractéristiques mécaniques des alliages de type nickel-titane est loin cependant d'être élucidée à ce jour.

L'objet de cette étude est:

- de vérifier tout d'abord les dimensions en section des principaux fils préformés de type nickel-titane de section  $0,432 \times 0,635$  mm ( $0,017 \times 0,025$  pouces) disponibles sur le marché
- de définir leur état de surface par microscopie électronique à balayage
- de réaliser une analyse semi-quantitative des composants de nos échantillons par microanalyse X
- de définir leur composition exacte grâce à la microsonde de Castaing
- de déterminer leurs températures de transition par calorimétrie différentielle à balayage, ainsi que leur structure à une température de 20°C, 35°C et 55°C
- de tester l'influence de la température sur les propriétés en torsion des arcs de type nickel-titane en évaluant le comportement de ces alliages à 20°C, 35°C et 55°C dans des conditions reproduisant au mieux leur utilisation clinique
- de comparer les propriétés en torsion des fils de type nickel-titane avec celles de fils tressés de même dimension en acier (D-Rect®).

Le premier chapitre décrit les principes de base des appareils fixes et l'introduction en Orthodontie des fils à base de nickel-titane. Les générations successives des fils NiTi sont d'abord passées en revue dans un bref historique. La transformation martensitique est un phénomène complexe dont les caractéristiques sont évoquées. Enfin des éléments bibliographiques nous permettent d'illustrer les propriétés remarquables de ces alliages.

Le matériel et les différentes méthodes expérimentales qui ont été utilisés dans cette étude sont rapportés au deuxième chapitre. Le principe de base de chaque technique expérimentale est brièvement exposé. Les tests mécaniques spécifiques font l'objet d'une description plus détaillée.

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux que nous avons établis afin de caractériser les alliages de type nickel-titane et de tester leur comportement en fonction de la température.

Les données obtenues sont confrontées avec celles de la littérature dans le quatrième chapitre. Le matériel, les méthodes expérimentales et enfin les résultats font successivement l'objet d'une discussion.

Nous concluons ce travail dans la dernière partie, et proposons en perspective, quelques axes de recherche qui permettront de répondre à certaines questions demeurant en suspens.

## CHAPITRE I : GENERALITES

### 1.1. Orthodontie

L'Orthodontie est la partie de la médecine qui étudie la forme, la position et le fonctionnement des dents et des arcades dentaires et qui les modifie pour assurer leur santé, embellir leur apparence et améliorer leurs fonctions (Barat *et al.*, 2007).



Figure 1 : photographies intra-buccales avant et après traitement orthodontique

L'orthodontiste modifie la position des mâchoires et des dents à l'aide d'appareils amovibles ou fixés aux dents (Figure 1). Toutefois un traitement comporte le plus souvent au moins une phase orthodontique avec un appareil fixe afin de corriger la position des dents permanentes dans les trois sens de l'espace.

Edward H. Angle (1855-1930) est considéré comme le père de l'orthodontie moderne non seulement en raison de sa contribution à l'élaboration des diagnostics mais aussi en raison des nombreux appareils orthodontiques qu'il a inventés. Cet exceptionnel pionnier développa successivement 4 types d'appareils dont le dernier fut introduit en 1928 (Angle, 1928) et porte le nom de « technique edgewise » (Figure 2).



La gorge de l'attache est de section rectangulaire 0,022×0,028 pouces. Son grand axe est horizontal

Figure 2 : attache edgewise inventée par Angle (1928)

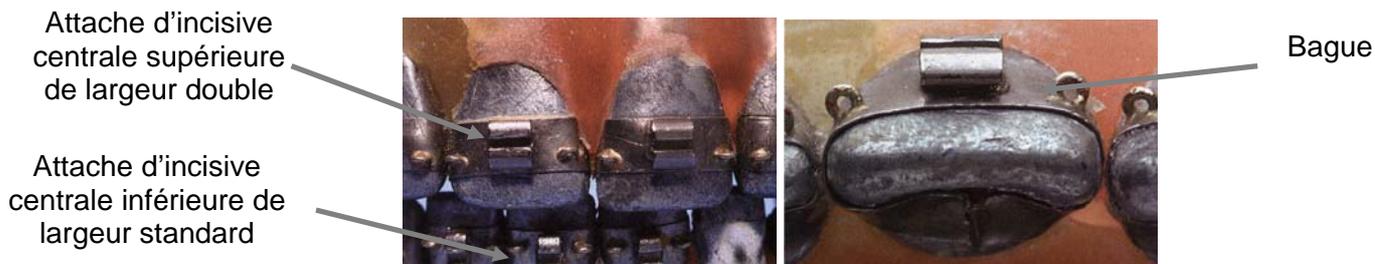


Figure 3 : attaches edgewise soudées sur des bagues plaquées d'or selon le dessin original d'Angle (1928). Les attaches des incisives centrales supérieures étaient deux fois plus larges que celles des autres dents (d'après Proffit 2007).

Chaque dent portait alors une bague plaquée d'or sur laquelle était soudée une attache présentant une fente horizontale de section rectangulaire (Figure 3). La dénomination de cette technique provient du fait que la plus grande dimension des fentes des attaches soit horizontale et que l'orthodontiste soit amené à introduire les fils rectangulaires d'arcade dans les attaches sur leur tranche (en anglais=edge).

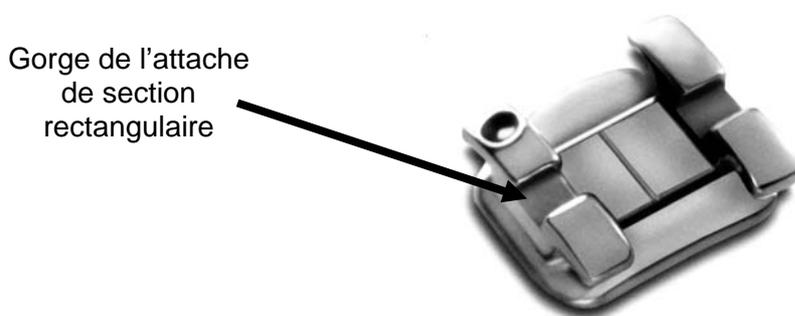


Figure 4 : attache orthodontique contemporaine (incisive centrale supérieure)

A de rares exceptions près, les appareils fixes utilisés de nos jours dérivent de ceux mis au point par Angle au début du XXIème siècle (Figure 4).



Figure 5 : bague scellée sur une molaire et attache collée sur une incisive inférieure

Suite aux travaux initiaux de Buonocore (1955), le collage des attaches dans les années 70 a permis de ne plus ajuster de bagues sur toutes les dents mais de coller des attaches sur les unités dentaires (Silverman *et al*, 1972)(Figure 5).

Les fils utilisés en orthodontie ont été successivement de différentes compositions. Historiquement, ce sont les alliages d'or qui furent les premiers à être utilisés au début du XXIème siècle. Ils furent supplantés vers la fin des années 20 par les fils en acier inoxydable (De Coster 1932, Simon 1935, Tweed 1941, Wilkinson 1962). Ces derniers présentent en effet un module d'élasticité plus élevé, une bonne résistance à la corrosion

et un coût moindre. Les années 50 virent l'introduction d'alliages cobalt-chrome-nickel destinés initialement à l'industrie horlogère (Elgiloy®)(Rocky Mountain 1957 ; The Elgin National Watch Company 1957 ; Fillmore & Tomlinson 1974 ). Les fils à base de nickel-titane firent leur apparition en Orthodontie dans les années 70 (Andreasen & Hillemann 1971, Andreasen & Brady 1972, Andreasen 1977, Andreasen & Morrow 1978) et connurent dès lors un grand succès. Burstone et Goldberg (1980a & 1980b) mirent au point un alliage de type titane-molybdène (TMA) afin de délivrer des forces plus légères que celles développées par les fils en acier ou en alliage cobalt-chrome-nickel. Tout récemment, ces mêmes auteurs ont développé des fils esthétiques composés d'un polymère thermoplastique (Goldberg & Burstone 2007).

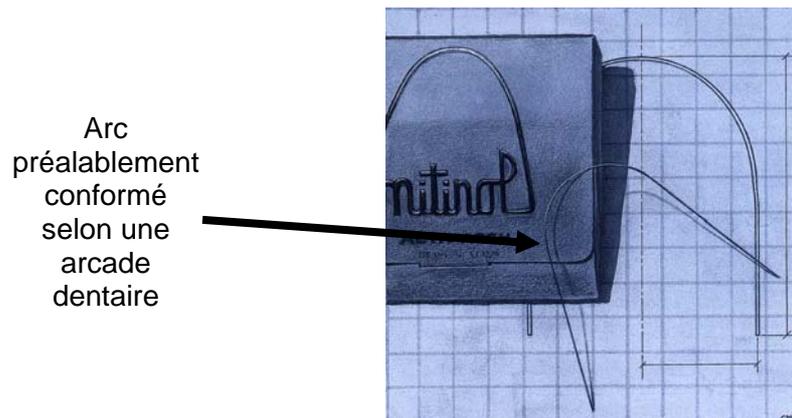


Figure 6 : arc préformé de type nickel-titane

Les fils orthodontiques sont commercialisés sous forme rectiligne ou le plus souvent conformés selon une arcade dentaire (Figure 6).



Figure 7 : Attaches et fil orthodontique solidarisé grâce à des ligatures élastomériques

Les fils sont maintenus à l'intérieur des attaches soit à l'aide de ligatures métalliques ou élastomériques (Figure 7).

## 1.2. Les alliages à base de nickel-titane

### 1.2.1. Historique

Les alliages à base de nickel-titane font partie de la famille des alliages à mémoire de forme. Ces derniers constituent un groupe de matériaux métalliques qui possèdent la capacité de reprendre leur forme initiale lorsqu'ils sont soumis à un traitement thermique approprié.

Dans les années 1930, le chercheur suédois Arne Ölander, fut le premier à noter la capacité de l'alliage or-cadmium (Au-Cd) à retrouver une forme connue après avoir été déformé, observation qui fut aussi faite par Chang et Read vers la même époque.

En 1961, William J. Buehler, chercheur au Naval Ordnance Laboratory à White Oak dans le Maryland, fut le premier à découvrir les propriétés de mémoire de forme d'un alliage à base de nickel-titane qu'il baptisa : Nitinol (Buehler 1963 ; Buehler, Gilfrich & Wiley 1963 ; Buehler & Wang 1968). Nitinol est en fait l'abréviation de **N**ickel-**t**itane **N**aval **O**rdnance **L**aboratory.

Le premier utilisateur des fils à base de nickel-titane en Orthodontie fut George F. Andreasen de l'Université de l'Iowa dans les années 70 (Andreasen & Hillemann 1971, Andreasen & Brady 1972, Andreasen 1977, Andreasen & Morrow 1978). Ce fil Nitinol fortement écroui à froid est commercialisé par l'entreprise Unitek®. Il est caractérisé par un module d'élasticité égal à 20% de celui de l'acier, et par un très important domaine d'élasticité. Il est cependant dépourvu de mémoire de forme.

Deux nouveaux fils à base de nickel-titane firent alors leur apparition sur le marché dans les années 80 : le NiTi chinois commercialisé sous la dénomination NiTi par Ormco® (Burstone *et al.* 1985) et le NiTi japonais mis sur le marché par GAC International® sous le nom de Sentalloy (Miura *et al.* 1986). Le NiTi chinois a été mis au point spécifiquement pour l'Orthodontie par Tien Hua Cheng et ses collaborateurs de l'institut général de recherche sur les métaux non-ferreux de Pékin. L'entreprise japonaise Furukawa Electric Co. a développé le NiTi japonais en 1978, et procéda à différentes études préalables avant de l'introduire sur le marché (Watanabe & Hamanaka 1981 ; Hamanaka *et al.* 1982, Watanabe 1982 ; Ohura 1984 & 1988 ; Miura, Mogi *et al.* 1988a & 1988b).

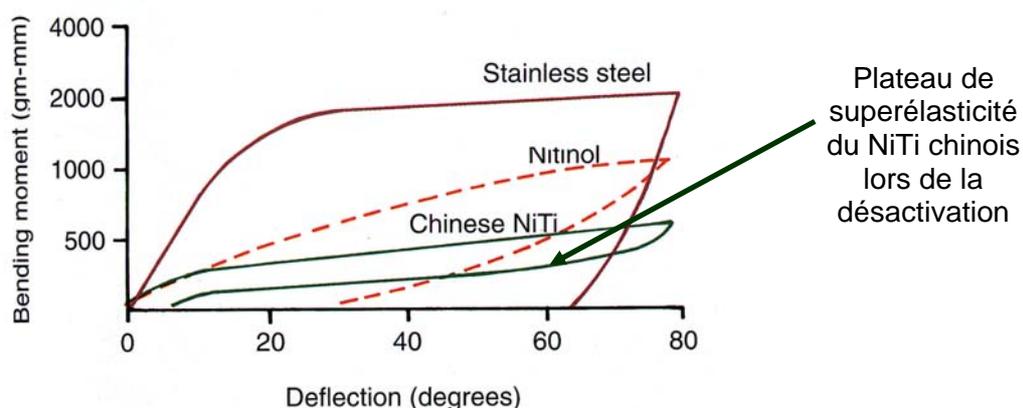


Figure 8 : Diagramme moment fléchissant/flexion angulaire des fils en acier inoxydable, Nitinol et NiTi chinois (Burstone *et al.* 1985)

Ces deux fils présentent un comportement caractéristique en flexion : la superélasticité ou la capacité de délivrer un moment presque constant en flexion lors d'une partie importante de la désactivation (Figure 8).

Miura, Mogi, Ohura & Hamanaka (1986) ont fait subir différents traitements thermiques aux fils NiTi japonais.

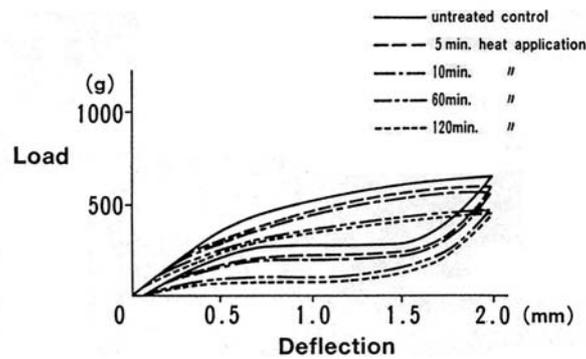


Figure 9 : Diagramme charge/flexion d'un arc NiTi japonais de 0,016 pouce ayant subi différents recuits à 500°C (aucun recuit, recuit de 5, 10, 60 et 120mn) (Miura, Mogi, Ohura & Hamanaka 1986)

Un traitement de recuit à 500°C de différentes durées a permis d'obtenir des plateaux de superélasticité délivrant des niveaux de force différents (Figure 9). Le fil de diamètre 0,016 pouce chauffé à 500°C pendant 120 minutes présente un plateau correspondant à des forces de 50g lors de la désactivation. Cette contrainte est bien moins importante que celle de 300g délivrée par un fil exempt de traitement thermique. GAC International® a exploité cette propriété afin de commercialiser des fils Sentalloy délivrant des niveaux de force différents.

Au début des années 90 est introduit sur le marché un nouveau fil à base de nickel-titane (Neosentalloy - GAC International®) pourvu d'une mémoire de forme à la température buccale.

Sachdeva *et al.* déposent en 1991 un brevet d'un nouveau type de fil fait d'un alliage quaternaire de nickel-titane-cuivre-chrome. Ce fil est doté de superélasticité et de mémoire de forme. Il est présenté par Sachdeva en 1994 sous trois formes différentes se distinguant par leur température de transformation : Copper NiTi 27°C, Copper NiTi 35°C et Copper NiTi 40°C. Gil et Planell (1999) ont montré que l'addition de cuivre stabilise les températures de transformation et permet d'obtenir des plateaux de superélasticité de moindre pente.

### 1.2.2. La transformation martensitique

#### ➤ Les différentes phases

Les propriétés des alliages à base de nickel-titane découlent du fait qu'ils présentent au moins deux phases cristallographiques : l'une à haute température appelée austénite, l'autre à basse température appelée martensite.

- Phase austénitique ou phase-mère ou austénite

C'est la phase stable cubique centrée à haute température

- Phase martensitique ou martensite

C'est la phase stable au-dessous de la zone de température de transformation martensitique. La phase martensitique est composée d'éléments de volume issus de la phase-mère et correspondant à des cisaillements différents bien définis mais cristallographiquement identiques : ces éléments de volume sont appelés variantes.

- Dans la zone de transformation martensitique, les deux phases coexistent dans des proportions variables.

- Phase-R

Une transformation supplémentaire peut se produire avec apparition d'une phase additionnelle : la phase-R entre l'austénite et la martensite. Elle possède des propriétés comparables à la martensite (mémoire de forme, superélasticité) : la transformation austénite/phase-R est également de type martensitique.

➤ La transformation martensitique

Le passage de toute la masse de l'alliage de la phase austénitique à la phase martensitique puis de la phase martensitique à la phase austénitique constitue le cycle de transformation martensitique.

Nous observons deux types de transformation de phase dans les alliages de type nickel-titane :

- 1<sup>er</sup> cas de figure :

**Austénite** ↔ **Martensite**

- 2<sup>ième</sup> cas de figure :

**Austénite** ↔ **Phase-R** ↔ **Martensite**

Historiquement, le terme de transformation martensitique décrit la transformation de l'austénite en martensite des aciers lors d'une trempe. Par extension, ce terme a été généralisé pour un grand nombre d'alliages dont les transformations de phases possèdent certaines caractéristiques typiques de la transformation des aciers.

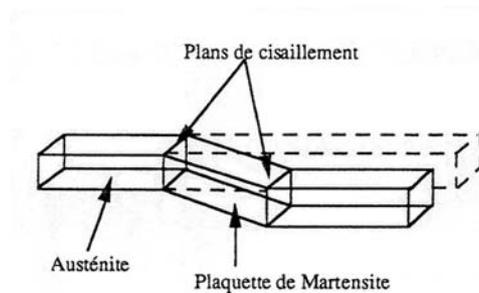


Figure 10 : Effet macroscopique de la transformation martensitique (d'après Jordan, Filleul et Portier 1997)

A une échelle macroscopique, la transformation martensitique implique une déformation homogène du réseau cristallographique, s'effectuant principalement selon un mécanisme de cisaillement (Jordan *et al.* 1997) (Figure 10). En l'absence de contraintes externes, le matériau conserve sa forme initiale et la formation de martensite n'entraîne alors que des déformations élastiques donc réversibles.

➤ Les températures de transformation

Le passage d'une phase à l'autre étant fonction de la température, on a pris l'habitude de définir de façon théorique quatre températures (ou points) critiques dans ce processus (Figure 11) :

- le point  $M_s$  (pour « Martensite start ») qui est la température d'apparition de la martensite au cours du refroidissement d'un fil à mémoire de forme
- le point  $M_f$  (pour « Martensite finish ») qui est la température pour laquelle toute trace de phase austénitique a disparu, l'alliage étant devenu martensitique à 100%
- le point  $A_s$  (pour « Austenite start ») qui est la température d'apparition de l'austénite au cours du réchauffage d'un matériau martensitique
- le point  $A_f$  (pour « Austenite finish ») qui est la température pour laquelle toute trace de phase martensitique a disparu, l'alliage étant devenu austénitique à 100%.

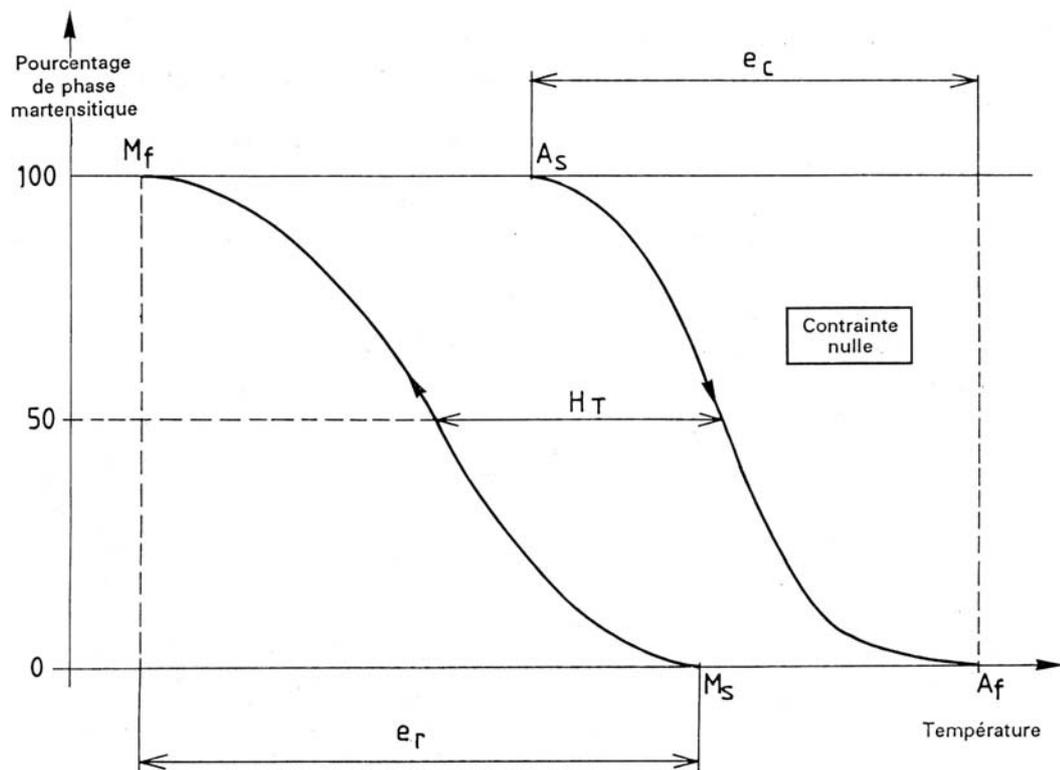


Figure 11 : températures de transformation de type martensitique (NF A51-080)

$M_s$  : Martensite start

$M_f$  : Martensite finish

$A_s$  : Austenite start

$A_f$  : Austenite finish

$H_T$  : hystérésis = largeur exprimée en kelvins (K), du cycle à mi-hauteur

$e_c = A_f - A_s$  : étalement au chauffage

$e_r = M_s - M_f$  : étalement au refroidissement

En cas de transition de l'austénite vers la phase-R intermédiaire, des températures  $R_s$  (R-phase start) et  $R_f$  (R-phase finish) sont définies de manière analogue lors du refroidissement :

- le point  $R_s$  est la température d'apparition de la phase-R au cours du refroidissement
- le point  $R_f$  est la température pour laquelle toute trace de phase austénitique a disparu, l'alliage étant composé de phase-R à 100%.

L'écroissage et les traitements de recuit modifient de façon significative les températures de transformation des alliages de type nickel-titane (Abujudom *et al.* 1990).

### 1.2.3. Propriétés

#### 1.2.3.1. Raideur

Les alliages à base de nickel-titane se distinguent des autres matériaux en raison de leur faible raideur.

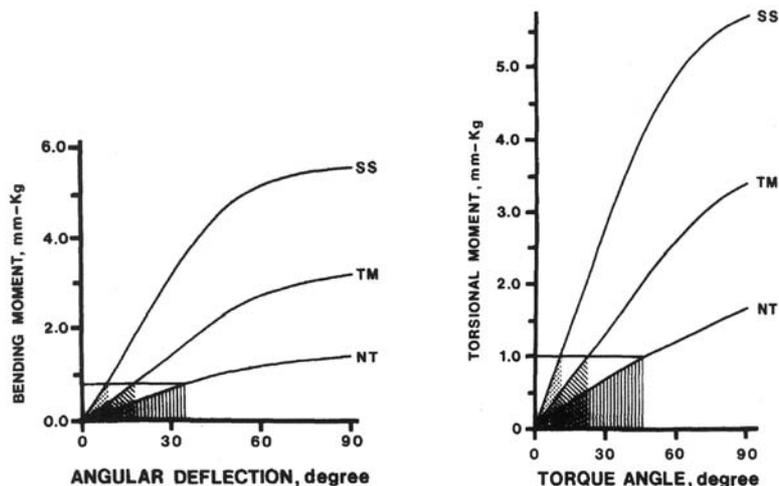


Figure 12: diagrammes moment fléchissant/ flexion angulaire et moment en torsion/angle de torsion de fils de section  $0,019 \times 0,025$  d'acier inoxydable (SS), de molybdène de titane (TM) et de Nitinol (NT) (Drake *et al.* 1982)

Drake *et al.* (1982) ont comparé les propriétés des fils en acier inoxydable, en bêta-titanium et en nickel-titane. Les alliages à base de nickel-titane se caractérisent par une faible raideur tant en flexion qu'en torsion (Figure 12).

#### 1.2.3.2. Effet-détente

Les alliages de type nickel-titane se singularisent par un important effet-détente (Burstone & Goldberg 1983, Kapila & Sachdeva 1989). L'effet-détente est l'activation restituée par un fil lors de la décharge lorsqu'il regagne ou tente de reprendre sa forme initiale.

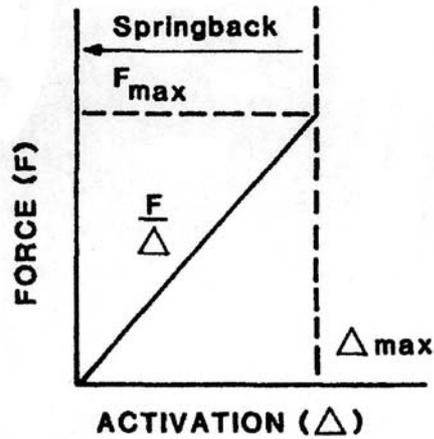


Figure 13: diagramme force/activation d'un corps élastique avec représentation de l'effet détente (Burstone & Goldberg 1983)

$F_{max}$ = force maximale élastique,  $\Delta_{max}$ =activation maximale élastique

Dans le cas d'une déformation élastique (Figure 13), le fil va regagner sa forme initiale lors de la décharge. L'effet-détente est égal à l'activation maximale élastique ( $\Delta_{max}$ ).

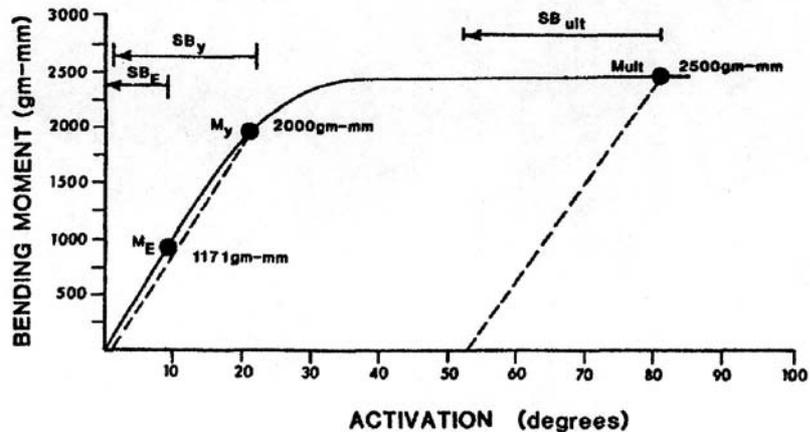


Figure 14 : diagramme moment fléchissant (g×mm)/flexion angulaire(°) (Burstone & Goldberg 1983)

Considérons à présent un fil subissant une déformation plastique. La figure 14 illustre les moments fléchissants et les effets-détentes d'un fil de diamètre 0,016 pouce en acier inoxydable, soumis à une flexion angulaire croissante. Trois moments fléchissants sont associés à leur effets-détentes respectifs :

- $M_E$  = moment fléchissant élastique et  $SB_E$  = effet-détente élastique avec déformation plastique de 0,2%
- $M_y$  = moment fléchissant élastique et  $SB_y$  = effet-détente élastique avec déformation plastique de 5%
- $M_{ult}$  = moment fléchissant ultime et  $SB_{ult}$  = effet-détente ultime. Lors de l'activation ultime, la déformation permanente est importante et s'élève à 52°, l'effet-détente s'accroît pour atteindre la valeur de 28,5°.

Burstone et Goldberg comparent trois types de fil : acier inoxydable, alliage titane-molybdène (TMA), alliage nickel-titane (Nitinol).

| Section du fil<br>et activation   | Effet-détente ultime |  |   |
|---|----------------------|--|---|
|   | Acier<br>inoxydable  | Alliage<br>titane-<br>molybdène<br>(TMA) | Alliage de<br>type nickel-<br>titane<br>(Nitinol) |
| <b>0,017×0,025<br/>pouces<br/>activation 1<sup>er</sup><br/>ordre<br/>(horizontale)</b> | <b>20,0°</b>         | <b>24,0°</b>                             | <b>55,0°</b>                                      |
| <b>0,017×0,025<br/>pouces<br/>activation 2<sup>ième</sup><br/>ordre<br/>(verticale)</b> | <b>25,5°</b>         | <b>36,0°</b>                             | <b>68,0°</b>                                      |

Tableau 1 : effet-détente ultime des fils : acier inoxydable, TMA et Nitinol

Il ressort de cette comparaison (Tableau 1) que l'effet-détente ultime du fil Nitinol est deux fois plus important que celui de l'acier inoxydable ou de l'alliage titane-molybdène (TMA). L'effet-détente est une caractéristique qui intéresse au premier chef les orthodontistes puisqu'il conditionne le domaine de désactivation auquel ils ont recours afin de déplacer les dents.

### 1.2.3.3. Mémoire de forme

Un alliage métallique possède une mémoire de forme si, après une déformation permanente à « basse température », il retrouve sa forme initiale par simple chauffage (Figure 15).

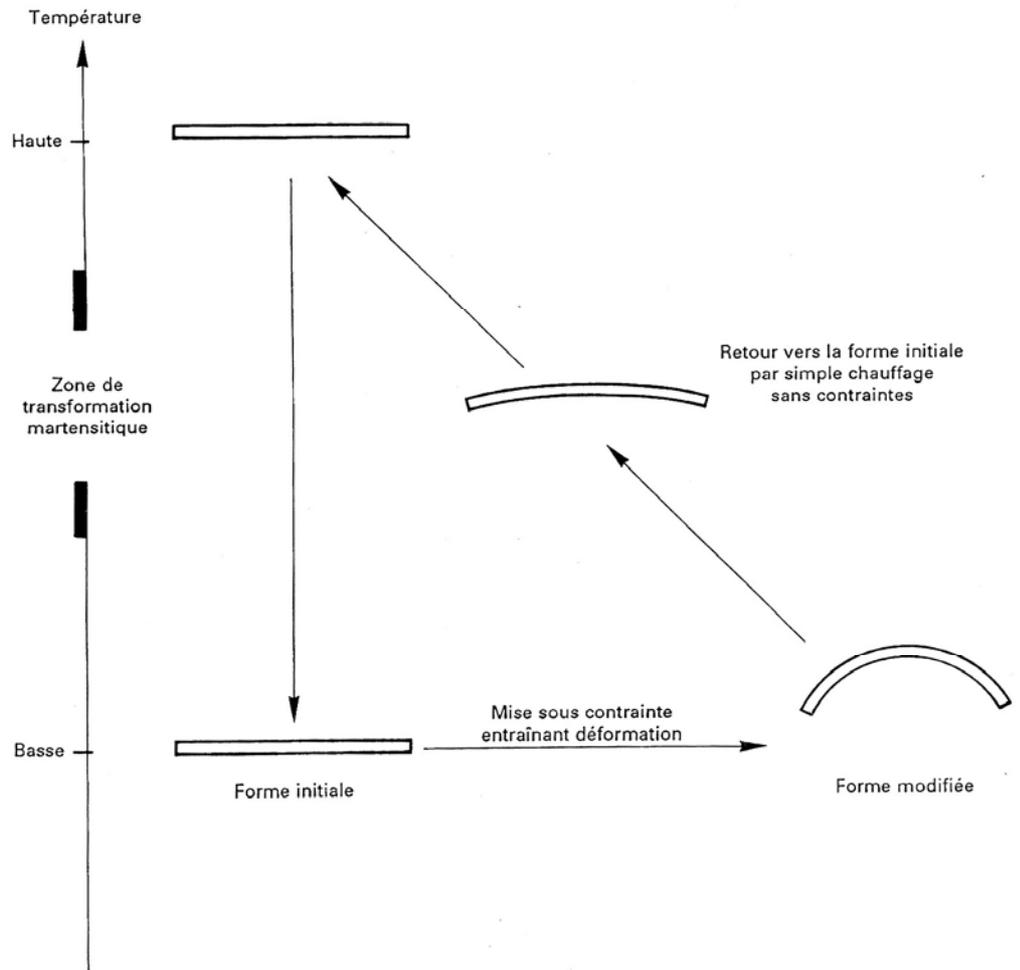


Figure 15 : Schéma illustrant la mémoire de forme (NF A 51-080)

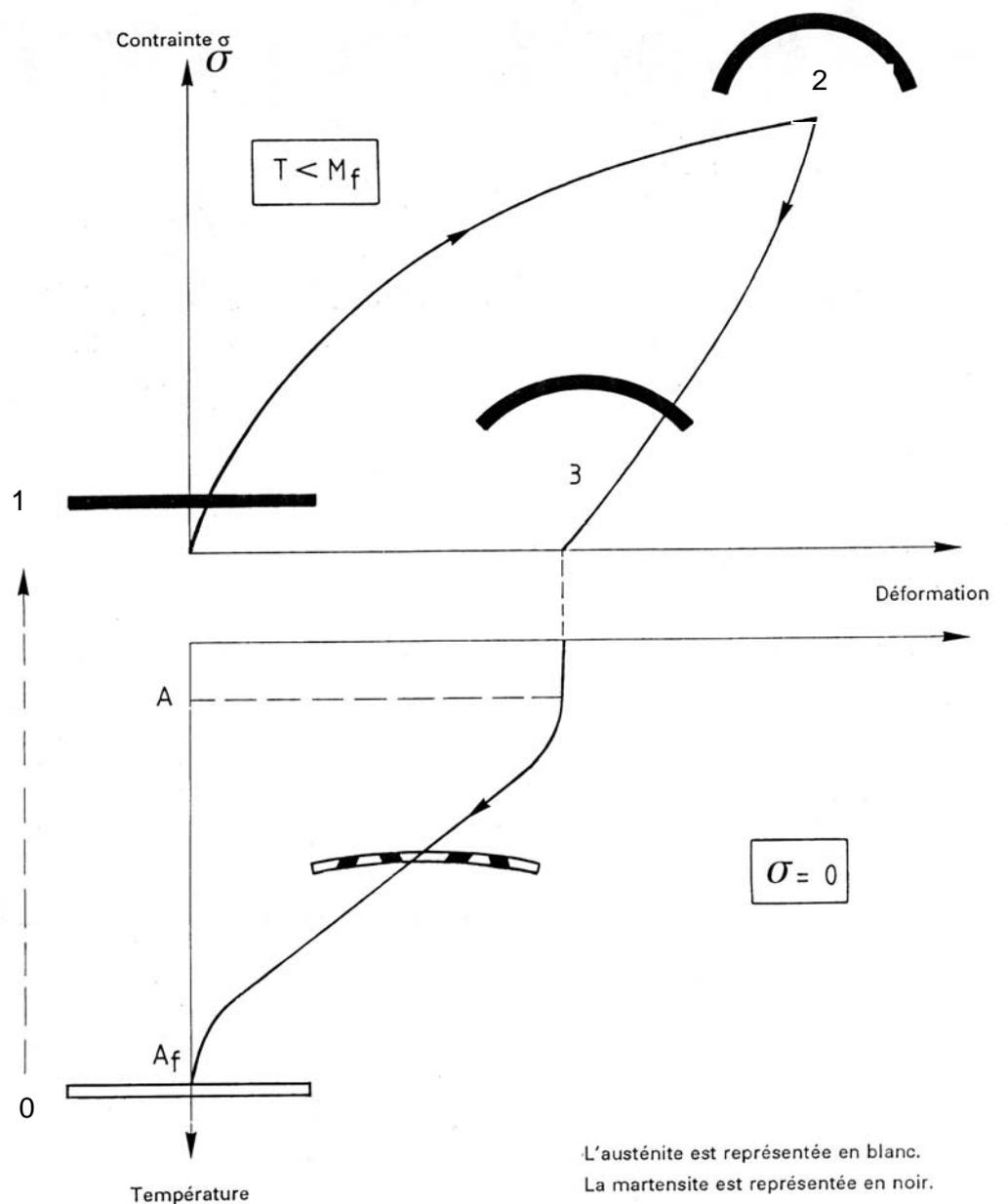


Figure 16 : effet mémoire de forme (NF A51-080)

On part de l'état austénitique (état 0) (Figure 16). On obtient par simple refroidissement au-dessous de  $M_f$  un état martensitique (état 1) sans déformation macroscopique du fait de la compensation mutuelle des cisaillements des différentes variantes (auto-accommodation).

A la température atteinte  $T < M_f$ , l'application d'une contrainte suffisante réoriente les variantes et une déformation macroscopique en résulte (état 2). Après suppression de la contrainte, il subsiste une déformation permanente (état 3).

Par réchauffage à contrainte nulle à une température  $T > A_f$ , on retrouve l'austénite de départ et la forme initiale (état 0).

#### 1.2.3.4. Superélasticité

On considère l'alliage de type nickel-titane à une température constante supérieure à sa température  $A_f$  (Figure 17).

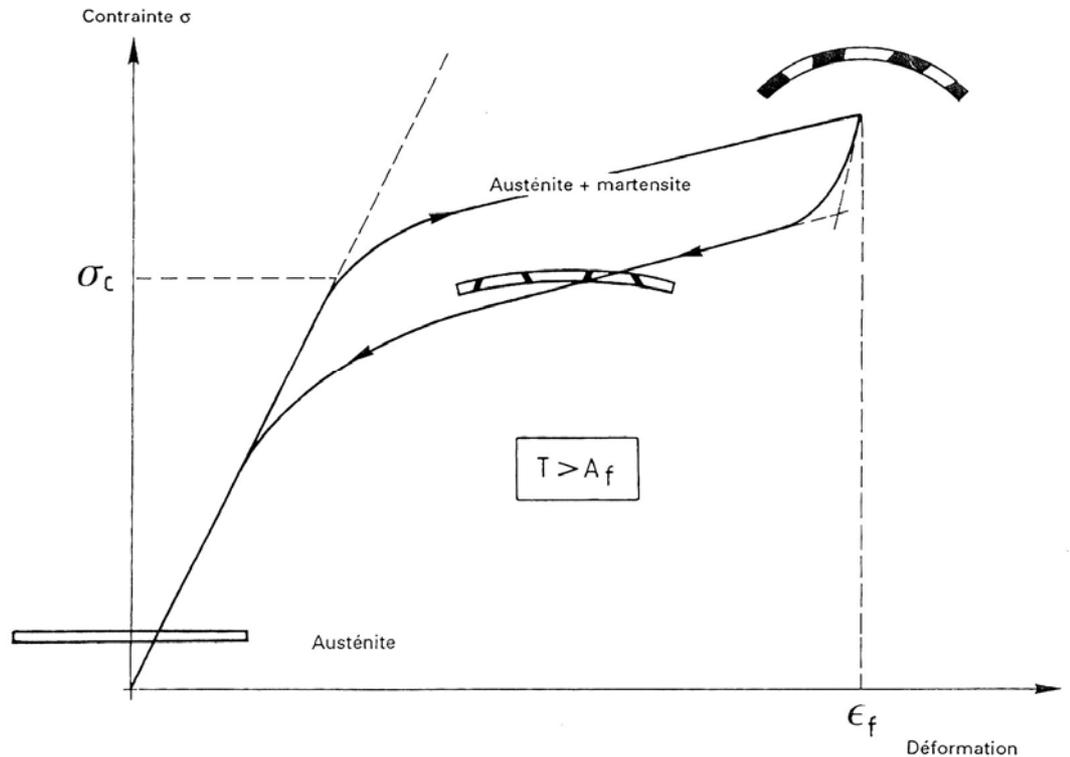


Figure 17: plateaux de superélasticité sur un diagramme contrainte/déformation (NF A 51-080)

L'application d'une contrainte induit des variantes de martensite orientées (stress-induced martensite ou SIM en anglais) qui provoquent une déformation importante dans le même sens que cette contrainte. Cette déformation est réversible : lors de la suppression de la contrainte, il se produit la transformation inverse en austénite. Ce comportement est appelé effet superélastique et se traduit par la présence sur le diagramme contrainte/déformation d'un plateau horizontal lors de l'activation et de la désactivation.

La martensite apparaît à partir d'une contrainte critique  $\sigma_c$  et disparaît à contrainte plus faible en raison de l'hystérésis.

La contrainte critique croît linéairement avec la température d'essai  $T_e$ .

Le plateau de désactivation est particulièrement intéressant pour un orthodontiste puisqu'il lui permet d'exercer sur les dents une contrainte relativement constante sur une plage importante de déformation.

## CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

### 2.1. Matériel

Dix fils maxillaires de type nickel-titane et de section 0,432×0,635 mm (0,017×0,025 pouces) sont sélectionnés parmi ceux les plus fréquemment cités dans la littérature et sont confrontés à un fil tressé en acier inoxydable de même dimension. Quatre distributeurs sont ainsi mis à contribution (Tableau I). Parmi ces dix types de fil nickel-titane, neuf d'entre eux sont prétendument super-élastiques selon les distributeurs. Ces arcs orthodontiques sont livrés préformés et les formes d'arcade ont été choisies afin de s'adapter à la forme d'arcade utilisée lors des tests en torsion. Au total, quarante échantillons de chaque type de fil ont été testés dans le cadre de cette étude.

| N° | Fournisseur                         | Dénomination commerciale du fil | Dénomination commerciale de la forme d'arcade |
|----|-------------------------------------|---------------------------------|---|
| 1  | 3M-Unitek<br>Monrovia<br>CA, U.S.A. | Nitinol®                        | Orthoform II                                  |
| 2  | 3M-Unitek<br>Monrovia<br>CA, U.S.A. | Nitinol SE®                     | Orthoform II                                  |
| 3  | 3M-Unitek<br>Monrovia<br>CA, U.S.A. | Nitinol HA®                     | Orthoform II                                  |
| 4  | Ormco<br>Glendora<br>CA, U.S.A      | Copper NiTi 27°C®               | Broad (L)                                     |
| 5  | Ormco<br>Glendora<br>CA, U.S.A      | Copper NiTi 35°C®               | Broad (L)                                     |
| 6  | Ormco<br>Glendora<br>CA, U.S.A      | Copper NiTi 40°C®               | Broad (L)                                     |
| 7  | GAC<br>Central Islip<br>NY, U.S.A.  | Neosentalloy 100g®              | Ideal   |
| 8  | GAC<br>Central Islip<br>NY, U.S.A.  | Neosentalloy 200g®              | Ideal   |
| 9  | Dentaurum<br>Pforzheim Allemagne    | Rematitan « Lite »®             |   |
| 10 | Dentaurum<br>Pforzheim Allemagne    | Rematitan « Lite »®<br>White    |   |
| 11 | Ormco<br>Glendora<br>CA, U.S.A      | D-Rect ®                        | Standard                                      |

Tableau I : récapitulatif des 11 fils orthodontiques étudiés

## 2.2. Méthodes

### 2.2.1. Ordre de passage des fils

Afin de minimiser les biais de sélection des fils, l'ordre de passage aux tests des différents types de fil est tiré au sort. Il en résulte que dans tous les protocoles décrits ci-dessous, l'ordre dans lequel les différents fils sont étudiés, est constitué par la séquence suivante :

| N° | Fournisseur                         | Dénomination du fil       |
|----|-------------------------------------|---------------------------|
| 1  | GAC<br>Central Islip<br>NY, U.S.A.  | Neosentalloy 100g®        |
| 2  | 3M-Unitek<br>Monrovia<br>CA, U.S.A. | Nitinol®                  |
| 3  | 3M-Unitek<br>Monrovia<br>CA, U.S.A. | Nitinol SE®               |
| 4  | Ormco<br>Glendora<br>CA, U.S.A.     | D-Rect®                   |
| 5  | Ormco<br>Glendora<br>CA, U.S.A.     | Copper NiTi 27°C®         |
| 6  | Ormco<br>Glendora<br>CA, U.S.A.     | Copper NiTi 35°C®         |
| 7  | GAC<br>Central Islip<br>NY, U.S.A.  | Neosentalloy 200g®        |
| 8  | Dentaurum<br>Pforzheim Allemagne    | Rematitan « Lite »®       |
| 9  | 3M-Unitek<br>Monrovia<br>CA, U.S.A. | Nitinol HA®               |
| 10 | Dentaurum<br>Pforzheim Allemagne    | Rematitan « Lite »® White |
| 11 | Ormco<br>Glendora<br>CA, U.S.A.     | Copper NiTi 40°C®         |

Tableau II : ordre de passage des 11 fils orthodontiques lors des tests

## 2.2.2. Caractérisation des dimensions de la section

### 2.2.2.1. Mesures

Des mesures dupliquées des dimensions occluso-gingivales (épaisseur) et vestibulo-linguales (largeur) de chaque fil sont déterminées à température ambiante à l'aide d'un pied à coulisse électronique (modèle 500-161-20, Mitutoyo Corporation, Japon) dont la résolution est de 10  $\mu\text{m}$  (Figure 1).



Figure 2 : pied à coulisse Mitutoyo® (modèle 500-161-20)

Trois points de mesure sont sélectionnés sur chaque fil préformé (Figure 2) :

- un point sagittal médian,
- deux points correspondant à la partie distale des premières molaires définitives gauche et droite.

Six mesures d'épaisseur et six mesures de largeur sont ainsi effectuées pour chaque échantillon.

La campagne de mesure porte sur trente échantillons de chaque type de fil et comporte ainsi un total de 3960 saisies.

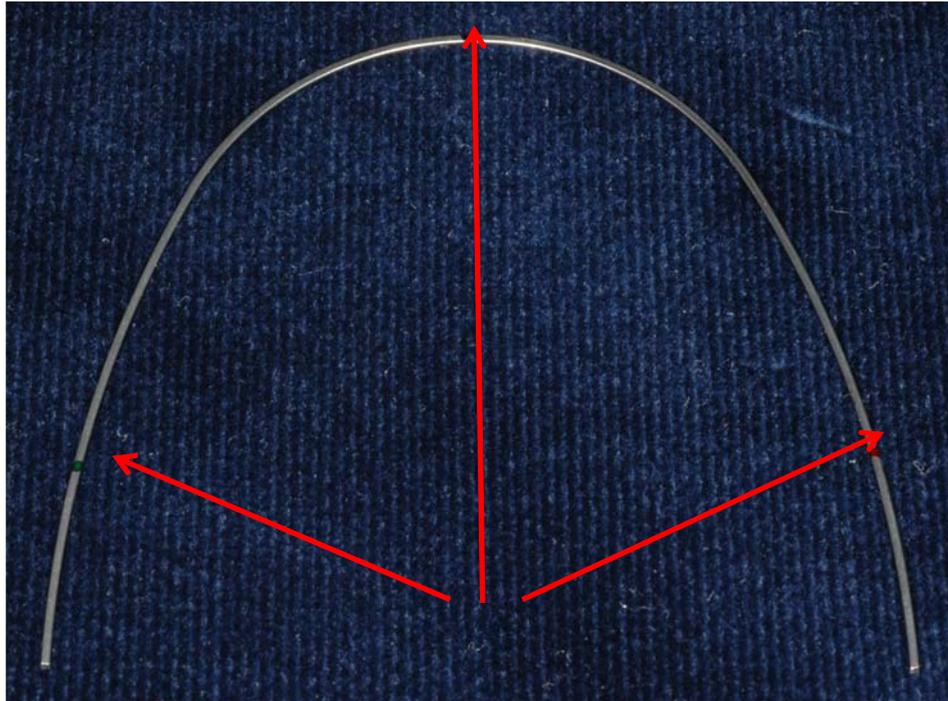


Figure 2 : localisation des mesures d'épaisseur et de largeur d'un fil orthodontique

Le pied à coulisse électronique est couplé à un logiciel spécifique de saisie des mesures de hauteur et d'épaisseur (Figure 3) (Mohr, 2000).

Figure 3 : écran de saisie du logiciel dédié

Ce logiciel permet l'acquisition des données sous forme de tableau exploitable par un tableur classique (Figure 4).

| #  | N°         | IDENT. | EG1  | EG2  | EA1  | EA2  | ED1  | ED2  | LG1  | LG2  | LA1  |
|----|------------|--------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 5  |            |        | 0.41 | 0.41 | 0.43 | 0.43 | 0.42 | 0.42 | 0.62 | 0.62 | 0.63 |
| 6  | T35 S1 F2  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.63 | 0.62 | 0.63 |
| 7  | T35 S1 F3  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.63 | 0.63 | 0.63 |
| 8  | T35 S1 F4  |        | 0.42 | 0.42 | 0.44 | 0.44 | 0.43 | 0.43 | 0.61 | 0.63 | 0.61 |
| 9  | T35 S1 F5  |        | 0.42 | 0.42 | 0.43 | 0.43 | 0.42 | 0.42 | 0.60 | 0.60 | 0.61 |
| 10 | T35 S1 F6  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.61 | 0.61 | 0.61 |
| 11 | T35 S1 F7  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.62 | 0.63 | 0.66 |
| 12 | T35 S1 F8  |        | 0.42 | 0.41 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.41 | 0.62 | 0.61 | 0.62 |
| 13 | T35 S1 F9  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.63 | 0.63 | 0.63 |
| 14 | T35 S1 F10 |        | 0.45 | 0.45 | 0.44 | 0.44 | 0.45 | 0.44 | 0.70 | 0.70 | 0.74 |
| 15 | T35 S1 F11 |        | 0.41 | 0.41 | 0.41 | 0.41 | 0.41 | 0.42 | 0.60 | 0.60 | 0.61 |
| 16 | T35 S2 F1  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.62 | 0.62 | 0.65 |
| 17 | T35 S2 F2  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.63 | 0.63 | 0.62 |
| 18 | T35 S2 F3  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.65 | 0.63 | 0.63 |
| 19 | T35 S2 F4  |        | 0.41 | 0.42 | 0.46 | 0.45 | 0.42 | 0.42 | 0.61 | 0.61 | 0.62 |
| 20 | T35 S2 F5  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.41 | 0.42 | 0.60 | 0.60 | 0.61 |
| 21 | T35 S2 F6  |        | 0.43 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.60 | 0.60 | 0.61 |
| 22 | T35 S2 F7  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.62 | 0.62 | 0.67 |
| 23 | T35 S2 F8  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.41 | 0.42 | 0.62 | 0.62 | 0.61 |
| 24 | T35 S2 F9  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.64 | 0.63 | 0.65 |
| 25 | T35 S2 F10 |        | 0.44 | 0.44 | 0.44 | 0.44 | 0.43 | 0.44 | 0.67 | 0.66 | 0.68 |
| 26 | T35 S2 F11 |        | 0.41 | 0.41 | 0.42 | 0.42 | 0.41 | 0.41 | 0.60 | 0.60 | 0.61 |
| 27 | T35 S3 F1  |        | 0.42 | 0.43 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.63 | 0.63 | 0.66 |
| 28 | T35 S3 F2  |        | 0.42 | 0.42 | 0.42 | 0.41 | 0.42 | 0.42 | 0.63 | 0.64 | 0.63 |

Figure 4 : saisie des données par un tableur

#### 2.2.2.2. Analyse statistique

L'erreur aléatoire de la méthode (Houston, 1983) a été déterminée selon la formule de Dahlberg (1940) :

$$S = \sqrt{\frac{\sum d^2}{2n}}$$

où d est la différence relevée entre deux mesures répliquées et n est l'effectif de l'échantillon.

396 mesures d'épaisseur et 396 mesures de largeur ont été répliquées sur 66 fils différents par le même opérateur afin de déterminer cette erreur aléatoire.

Des tests de Kolmogorov-Smirnov ont tout d'abord été utilisés afin de vérifier la normalité des distributions. Les mesures descriptives usuelles ont été déterminées pour la largeur et la hauteur des fils : moyenne, écart-type, minimum, maximum et intervalle de variation. Une analyse de variance (ANOVA) à un facteur et des tests post-hoc de Tukey ont permis d'analyser les différences de moyenne entre les différents types de fils.

Des différences de largeur ou de hauteur déterminées au sein d'un même fil, ont été évaluées à l'aide de tests-t de Student pour échantillons appariés.

Tous les tests statistiques ont été réalisés à l'aide de la version 7.1 du logiciel Statistica® de StatSoft, Inc., Tulsa, OK, USA.

#### 2.2.2.3. Calcul du jeu entre arc orthodontique et gorge de l'attache

Nous avons repris la formule de Meling *et al.* (1993) qui permet de déterminer le jeu  $\gamma$  entre d'une part un fil théoriquement parfaitement rectangulaire et pourvu d'angles marqués, et d'autre part la gorge de l'attache (Figure 5).

Soient :

- H la dimension verticale de la gorge de l'attache
- d la diagonale de la section du fil orthodontique
- $\alpha$  l'angle formé par la même diagonale avec le plancher de la gorge

$$\text{alors } \sin \alpha = \frac{H}{d}$$

$$\text{d'où } \alpha = \text{Arcsin}\left(\frac{H}{d}\right)$$

Soient :

- h l'épaisseur du fil orthodontique
- w la largeur du fil orthodontique
- $\beta$  l'angle formé par la diagonale de la section du fil orthodontique avec la face inférieure du fil

$$\text{Alors } \tan \beta = \frac{h}{w}$$

$$\text{d'où } \beta = \text{Arctan}\left(\frac{h}{w}\right)$$

Alors  $\gamma$ , le jeu entre d'une part le fil considéré parfaitement rectangulaire et le plancher de la gorge, est égal à :

$$\gamma = \alpha - \beta$$

$$\text{donc } \gamma = \text{Arcsin}\left(\frac{H}{d}\right) - \text{Arctan}\left(\frac{h}{w}\right)$$

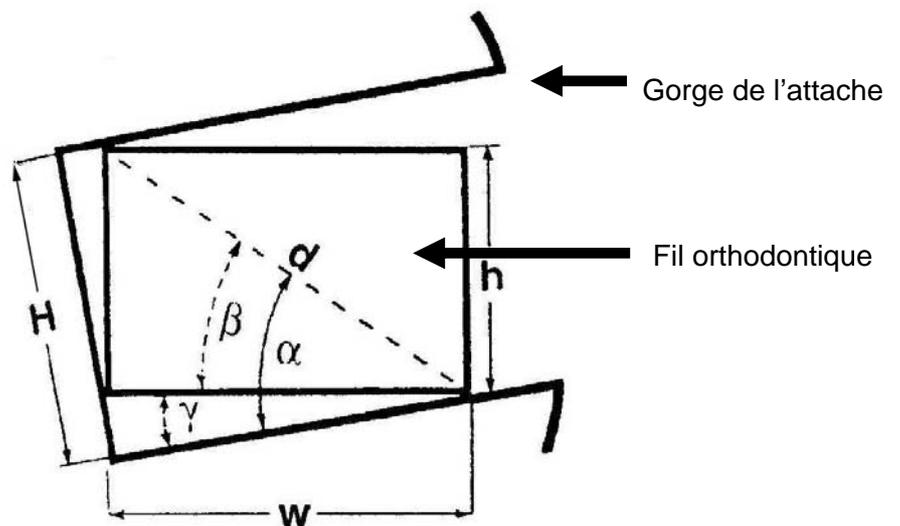


Figure 5 : Jeu de troisième ordre d'un fil orthodontique considéré parfaitement rectangulaire inséré à l'intérieur d'une attache

H : dimension verticale de l'attache

- h : épaisseur du fil orthodontique
- w : largeur du fil orthodontique
- d : diagonale de la section du fil orthodontique
- $\alpha$  : angle formé par la diagonale d de la section du fil et le plancher de la gorge de l'attache
- $\beta$  : angle formé par la face inférieure du fil orthodontique et la diagonale d de la section du fil
- $\gamma$  : angle formé par la face inférieure du fil orthodontique et le plancher de la gorge de l'attache

### 2.2.3. Caractérisation de l'état de surface - Microscopie électronique à balayage

#### 2.2.3.1. Préparation des échantillons

- Etat de surface des faces horizontales des fils

La qualité des images obtenues en microscopie électronique à balayage dépend grandement de la qualité de préparation de l'échantillon analysé. Idéalement, celui-ci doit être absolument propre et doit conduire l'électricité afin de pouvoir évacuer les électrons. Toutes ces conditions imposent donc un travail préalable de découpe et de polissage. Les échantillons isolants doivent en plus être rendus conducteurs, c'est-à-dire recouverts d'une fine couche de carbone (Figure 6).

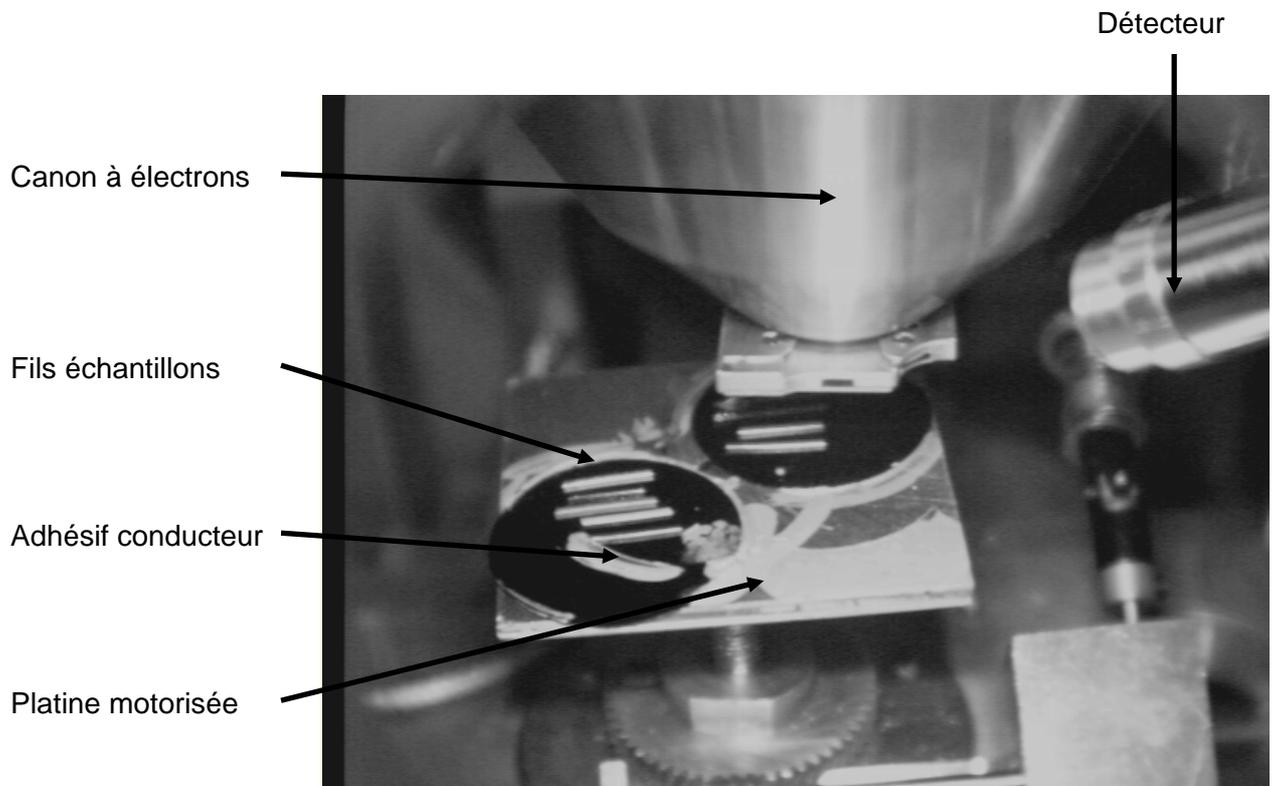


Figure 6 : échantillons sur platine

- Section perpendiculaire au grand axe des fils

Les échantillons ont été enrobés dans une résine epoxy bicomposant (résine DBF + durcisseur HY956 de la société ESCIL), polis au papier SiC (granulométrie de 120 à 4000) lubrifié à l'eau, puis à la suspension diamantée (1 $\mu$ m) avec lubrification sur drap tissé (Figure 7).

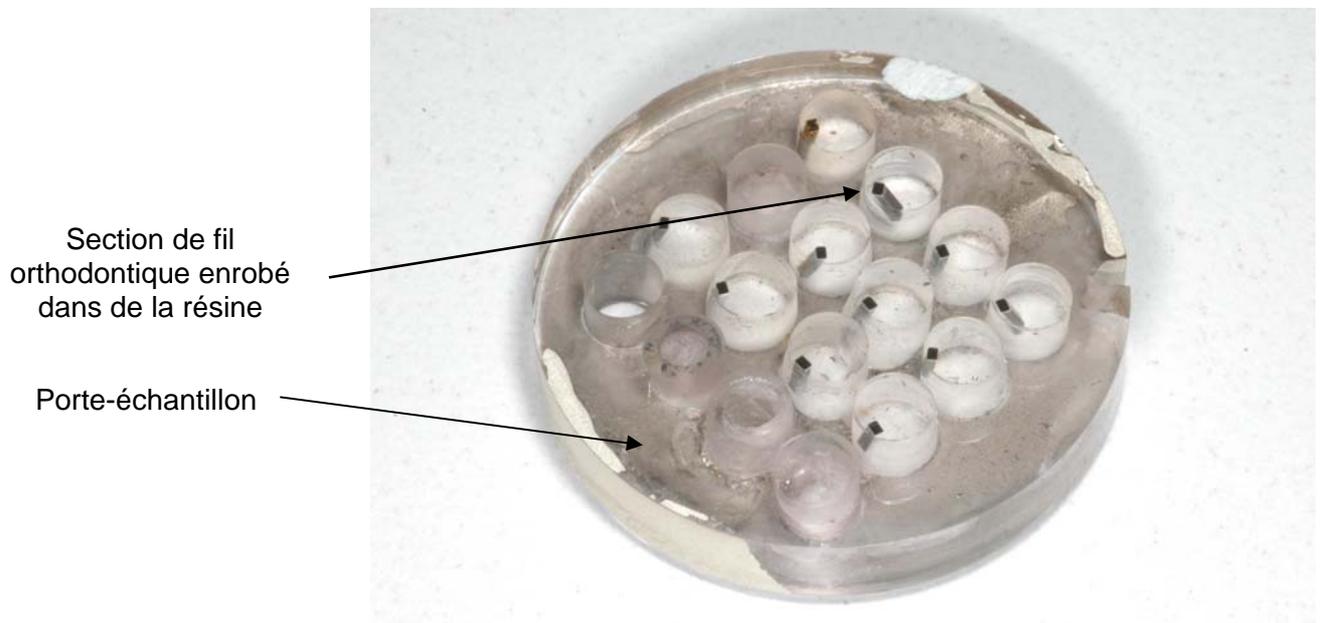


Figure 7 : préparation des échantillons en section polie

#### 2.2.3.2. Observation des échantillons

L'observation des échantillons a été réalisée grâce à un microscope électronique à balayage Philips XL 30 (Figure 8) sous une tension accélératrice de 20kV et à des grossissements de 500X, 1000X et 2000X.

La topographie des échantillons a été déterminée grâce à l'imagerie par électrons secondaires.

L'imagerie par électrons rétrodiffusés a par contre permis de mettre en évidence le contraste de phases au sein des échantillons. Ce procédé permet de vérifier l'homogénéité chimique des échantillons, de détecter les inclusions, les précipités et les résidus présents.



Figure 8 : microscope électronique à balayage Philips XL 30

#### 2.2.4. Composition

##### 2.2.4.1. Analyse semi-quantitative - microanalyse X

La microanalyse couplée au microscope électronique (en anglais Energy Dispersive Spectrometry ou EDS) a été mise à profit afin de réaliser une analyse semi-quantitative des composants de nos échantillons.

Le microscope électronique à balayage Philips XL 30, utilisé pour les l'observation de l'état de surface, est équipé d'un détecteur EDS Kevex. L'analyse a été réalisée dans la matrice des échantillons ainsi que dans les impuretés, précipités ou rayures éventuels, mis en évidence lors des observations.

##### 2.2.4.2. Analyse quantitative - Microsonde de Castaing

- Principe

La microsonde de Castaing (en anglais Electron Probe MicroAnalyser, EPMA) (Figure 9) est destinée à l'analyse élémentaire. Elle a été mise au point en 1951 par Raymond Castaing. La méthode consiste à bombarder un échantillon avec des électrons, et à analyser le spectre des rayons X émis par l'échantillon sous cette sollicitation.

Le but de la microanalyse X quantitative est d'obtenir à partir des intensités mesurées avec les mêmes conditions opératoires dans l'échantillon et dans un standard, les concentrations massiques et atomiques des différents éléments présents.



Figure 9 : microsonde de Castaing SX100 CAMECA

- Préparation des échantillons

La préparation est identique à celle utilisée en microscopie électronique à balayage pour les sections polies.

## 2.2.5. Analyse des températures de transformation

### 2.2.5.1. Calorimétrie différentielle à balayage

- Principe

La calorimétrie différentielle à balayage (en anglais, Differential Scanning Calorimetry ou DSC) est une méthode de caractérisation des matériaux. Elle mesure les différences des échanges de chaleur entre l'échantillon à analyser et une référence.

Elle permet de déterminer :

- la température de transition vitreuse ( $T_g$ )
- les températures de fusion, de cristallisation, et de changements de phase
- les enthalpies de réaction.

Les analyses sont réalisées sous balayage d'un gaz inerte (par exemple, l'azote ou l'argon) pour éviter toute réaction du matériau étudié avec l'atmosphère du four.

- Méthode expérimentale

L'appareil utilisé est un calorimètre Mettler 30 Système TA 4000 (Figure 10). La température est régulée avec de l'azote liquide, l'étude est faite sous flux d'argon type U. Le calorimètre a été préalablement étalonné avec un standard d'indium.



Figure 20 : calorimètre



Figure 11 : sertissage d'un creuset

- Préparation des échantillons

Cinq segments sont prélevés dans la portion rectiligne de chaque fil orthodontique. Ces échantillons sont placés dans un

creuset en aluminium et pesés (~ 30 à 35 mg). Le creuset est alors serti (Figure 11), puis placé dans la chambre du calorimètre (Figure 12).



Figure 12 : chambre du calorimètre avec creuset étalon

Les échantillons sont soumis aux cycles thermiques suivants (Figure 13) :

- passage de la température ambiante à  $-100^{\circ}\text{C}$
- puis cycle de chauffage de  $-100^{\circ}\text{C}$  à  $+100^{\circ}\text{C}$
- puis cycle de refroidissement de  $+100^{\circ}\text{C}$  à  $-100^{\circ}\text{C}$
- puis retour à la température ambiante.

La vitesse de chauffe ou de refroidissement a été fixée à + ou  $-10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

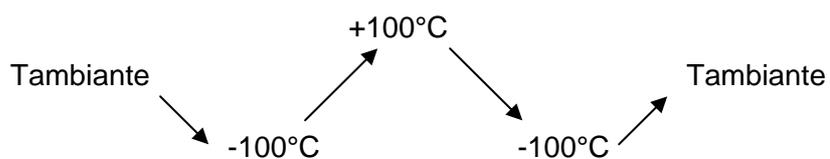


Figure 13 : cycle thermique

Les différentes transformations sont visualisées sous forme de pics sur les spectres. Dans le cas des NiTi, les transformations sont exothermiques au refroidissement et endothermiques au chauffage.

Intersection d'une tangente au pic de chauffage et de la ligne de base de DSC

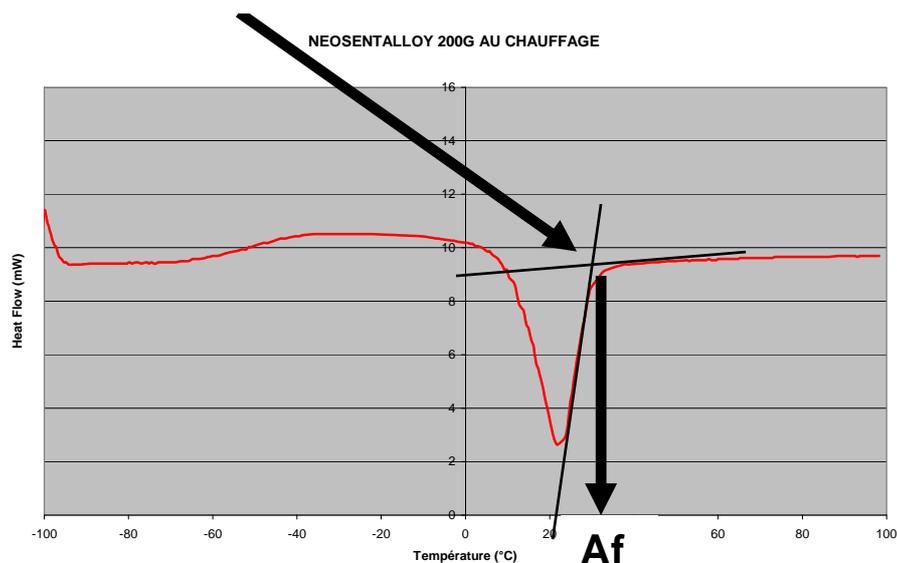


Figure 14 : exemple de détermination de la température Af (Austenite finish) du fil Neosentalloy 200g

Les températures de début et de fin de transformation ont été définies grâce à l'abscisse de l'intersection de tangentes aux pics et à la ligne de base de DSC (Figure 14).

#### 2.2.5.2. Diffraction des rayons X à différentes températures

La longueur d'onde des rayons X étant de l'ordre de grandeur des distances interatomiques (quelques angströms), les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructives ou destructives. Selon la direction de l'espace, on va donc avoir un flux important de photons X, ou au contraire très faible ; ces variations selon les directions forment le phénomène de diffraction X.

Les directions dans lesquelles les interférences sont constructives, appelées « pics de diffraction », peuvent être déterminées très simplement par la formule suivante, dite loi de Bragg :

$$2d \sin \theta = n \cdot \lambda$$

avec

- $d$  = distance interréticulaire, c'est-à-dire distance entre deux plans cristallographiques d'une même famille ;
- $\theta$  = demi-angle de déviation (moitié de l'angle entre le faisceau incident et la direction du détecteur) ;
- $n$  = ordre de réflexion (nombre entier) ;
- $\lambda$  = longueur d'onde des rayons X.

Comme les plans cristallographiques peuvent être repérés par les indices de Miller  $\{hkl\}$ , on peut indexer les pics de diffraction selon ces indices.

La caractérisation de différents échantillons a été réalisée par diffraction des rayons X en réflexion.

- Préparation des échantillons

Des segments de fil de 8 à 10 mm ont été préparés et ont été disposés à plat sur la platine de façon parallèle (Figure 15).

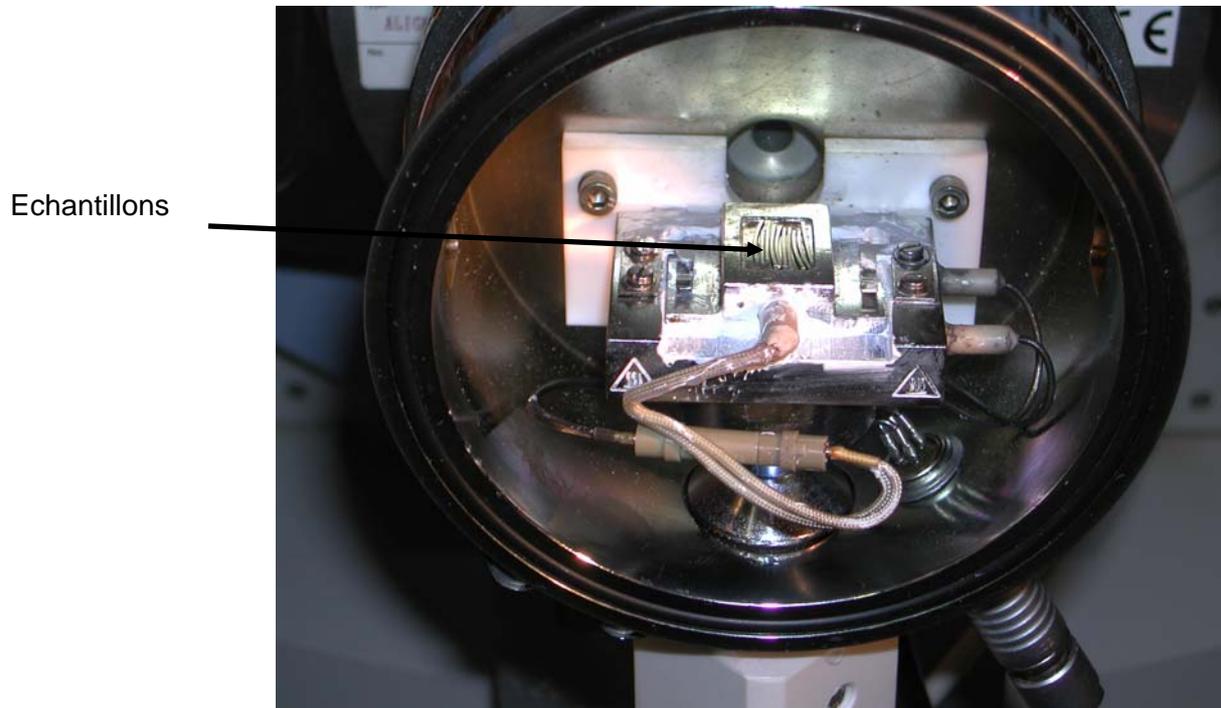


Figure 15 : chambre du diffractomètre

- Méthode expérimentale

L'enregistrement des spectres a été effectué sur un diffractomètre  $\theta$ - $2\theta$  type CGR  $\theta$  60 (X'PERT PRO commercialisé par Philips) (Figure 16), utilisant comme source la radiation  $K\alpha$  du cuivre ( $\lambda_{Cu} = 1,54058\text{\AA}$ ), à 40 kV et 40 mA.

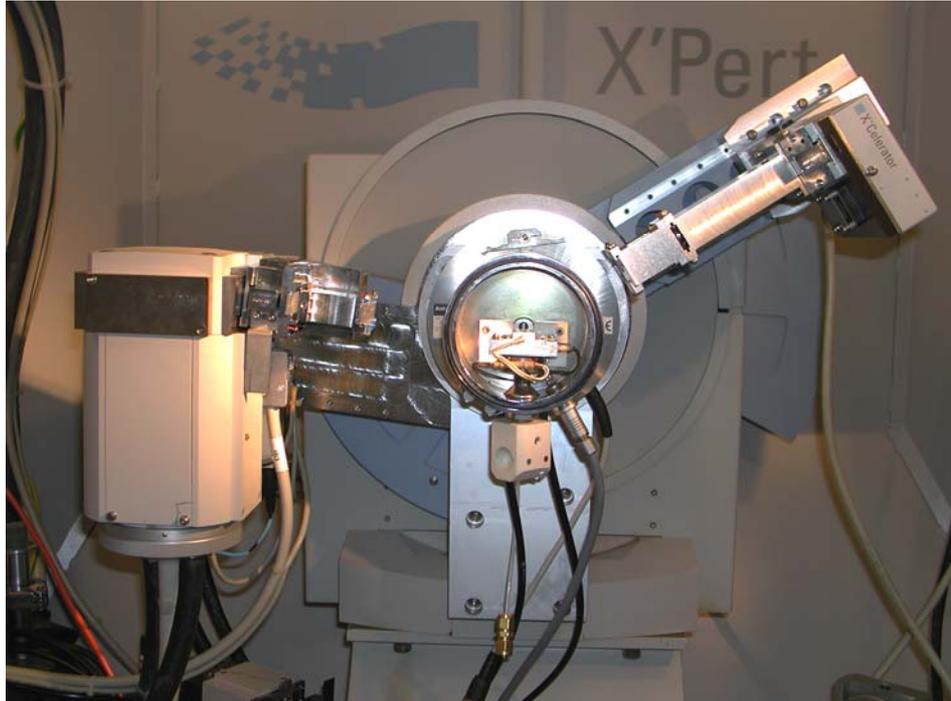


Figure 16 : diffractomètre  $\theta$ - $2\theta$  type CGR  $\theta$  60 (X'PERT PRO commercialisé par Philips)

Les diffractogrammes ont pu être réalisés à températures variables. Les échantillons ont en effet été soumis aux mêmes cycles thermiques que ceux utilisés en calorimétrie différentielle à balayage:

- refroidissement de l'échantillon de la température ambiante à  $-100^{\circ}\text{C}$
- puis cycle de chauffe de  $-100^{\circ}\text{C}$  à  $+100^{\circ}\text{C}$
- puis cycle de refroidissement de  $+100^{\circ}\text{C}$  à  $-100^{\circ}\text{C}$
- puis retour à la température ambiante.

Des thermogrammes de montée ou de descente en température ont pu être obtenus.

Afin de détecter les éventuelles transitions structurales, l'intervalle en température des spectres a été diminué dans les domaines de température déterminés par DSC.

Les diffractogrammes obtenus ont été exploités grâce au logiciel Diffract Plus – EVA 9.0 rev.0, Diffract Plus Release 2003, copyright SOCABIN 1996-2003.

#### 2.2.6. Analyse en torsion

Les échantillons de fils tels que reçus des différents distributeurs ont tous été soumis préalablement à un traitement thermique avant leur analyse mécanique. Ils ont tous été plongés dans un bain-marie à  $100^{\circ}\text{C}$  pendant quelques secondes.

Les propriétés mécaniques des fils de type nickel-titane ont été définies sous l'aspect de la torsion.

Un banc d'essai original (Filleul, 1989) (Figures 17 et 18) a tenté de reproduire au mieux les conditions d'une utilisation clinique de ces fils préformés.



Figure 17 : banc d'essai en torsion

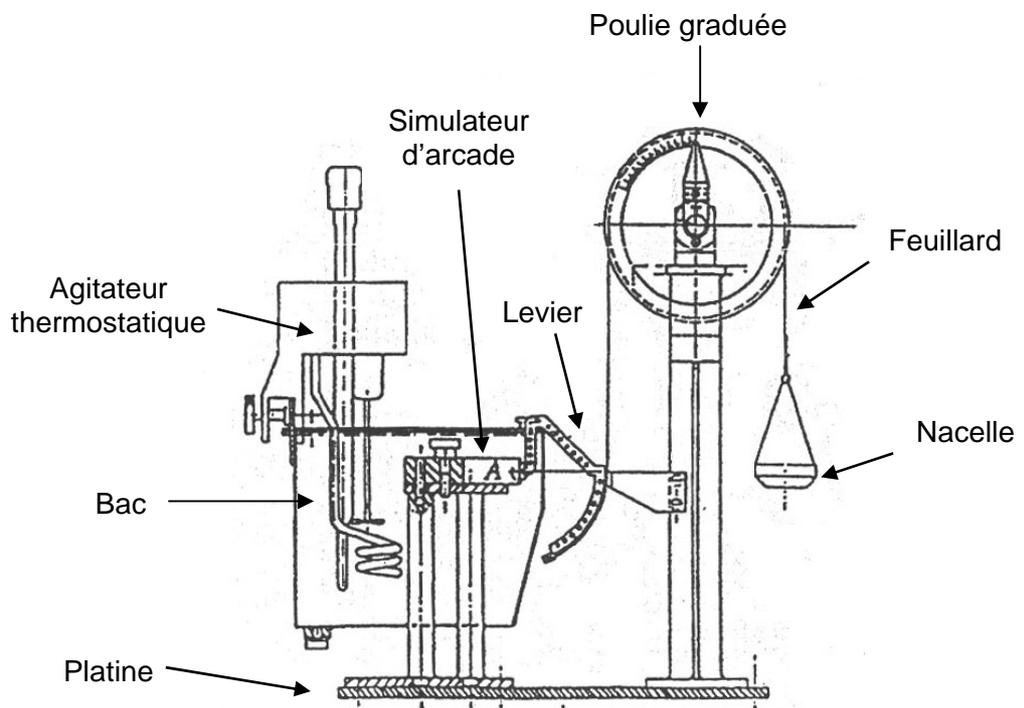


Figure 18 : schéma du banc d'essai en torsion

Des attaches  $0,046 \times 0,064$  mm ( $0,018 \times 0,025$  pouces), ni pré-angulées ni pré-torquées, ont été collées sur un simulateur ayant une forme d'arcade dentaire supérieure (Figure 19).

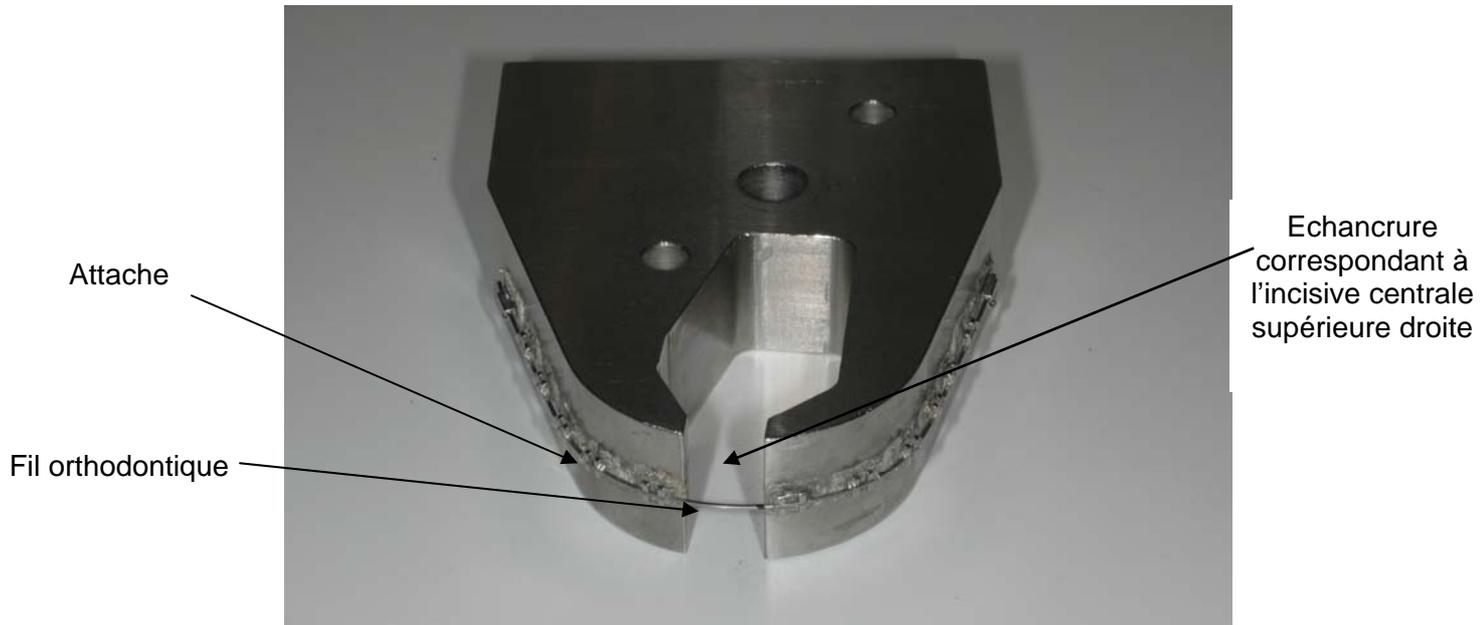


Figure 19 : simulateur d'arcade supérieure

L'arc testé a été solidarisé dans les attaches par des ligatures élastomériques (référence GAC : ligature las-ties 34-111-02) (Figure 20). La torsion a été transmise à l'arc grâce à une attache  $0,046 \times 0,064$  mm ( $0,018 \times 0,025$  pouces) située à l'extrémité d'un levier correspondant à l'emplacement de l'attache de l'incisive centrale supérieure droite.

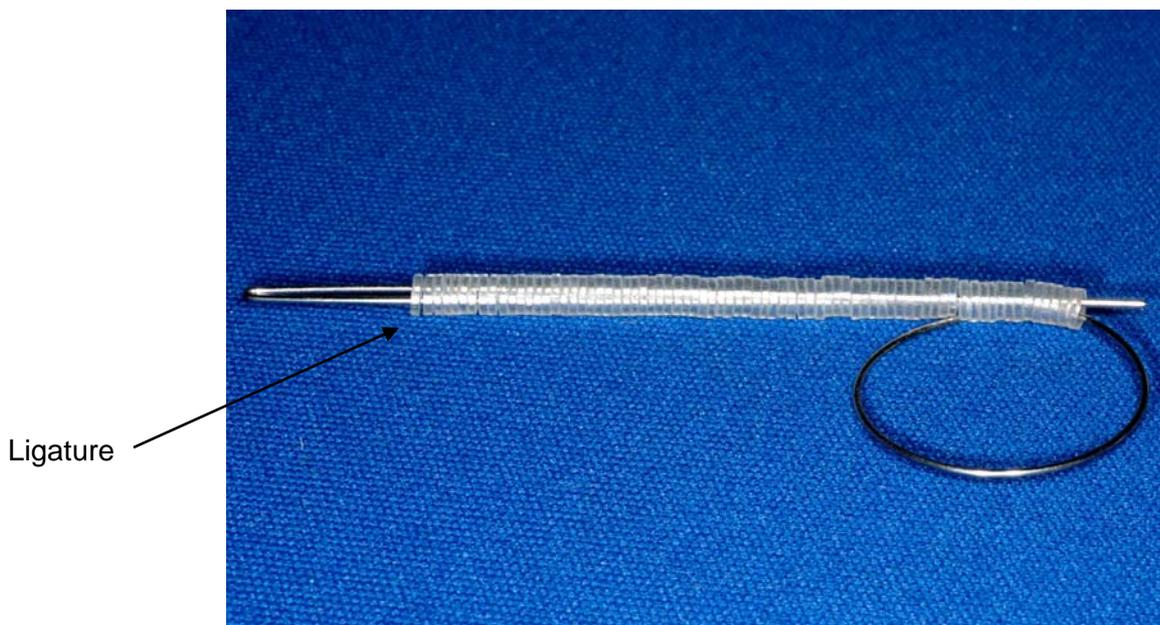


Figure 30 : ligatures élastomériques sur canne

Cette attache est fixée sur un levier (Figures 21 & 22) qui présente une configuration telle que son centre de résistance ne varie pas lorsqu'il tourne autour d'un axe matérialisé par l'arc dentaire.



Figure 21 : simulateur d'arcade et levier

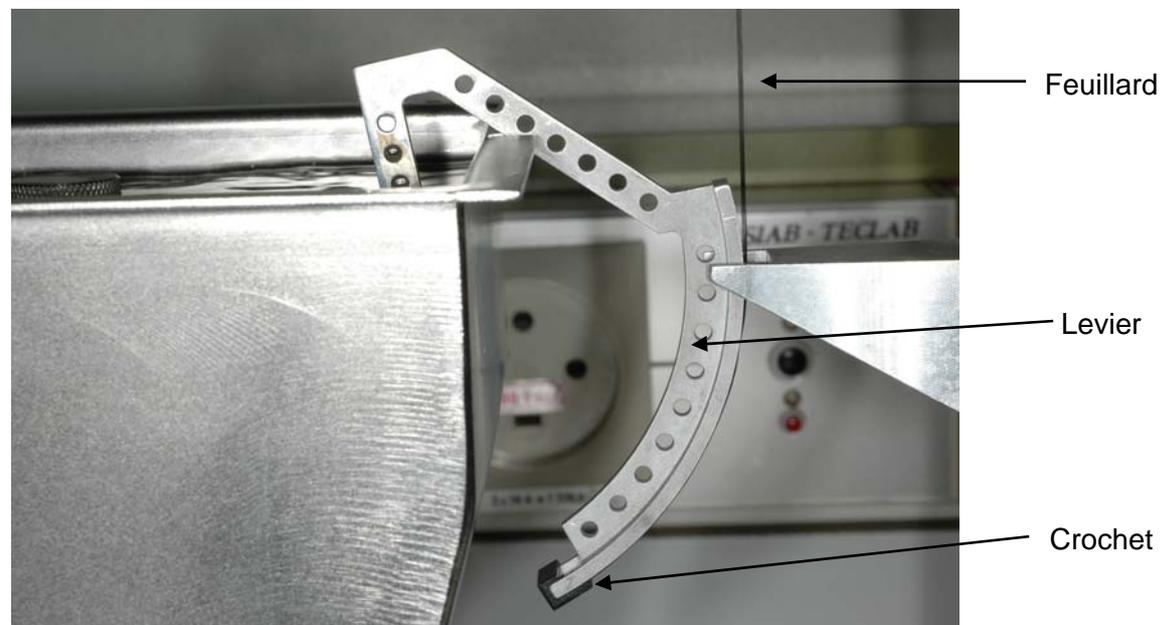


Figure 22 : levier reliant l'attache de l'incisive centrale supérieure droite et le crochet du feuillard en acier

L'autre extrémité du levier vient s'adapter sur un crochet. Un feuillard en acier relie ce crochet à une nacelle en passant par une poulie. Une platine

solidarise le support de poulie et le bac contenant le simulateur d'arcade dentaire (Figure 23).

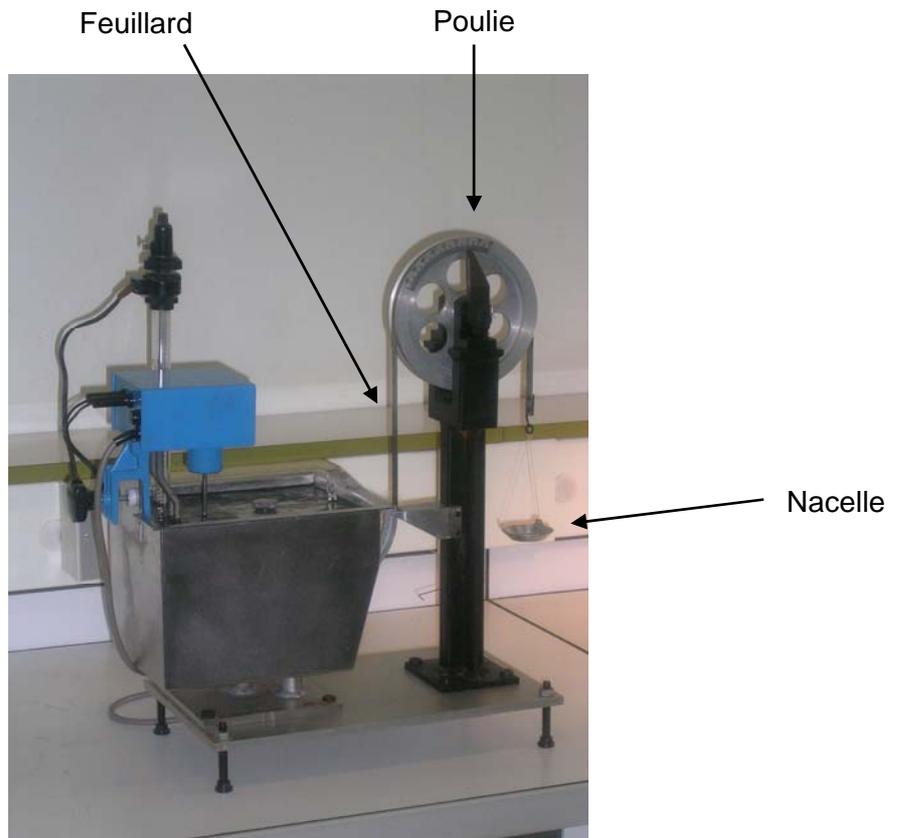


Figure 23 : platine portant le bac et le support de poulie

La poulie a un rayon de 70 mm, identique au rayon de la trajectoire du crochet (Figure 24).



Figure 24 : poulie et feuillard en acier

Le nombre de degrés de torsion de l'arc dentaire a été mesuré par le nombre de degrés de rotation de la poulie graduée (Figure 25). La lecture de la mesure a été réalisée avec une précision d'un demi-degré.

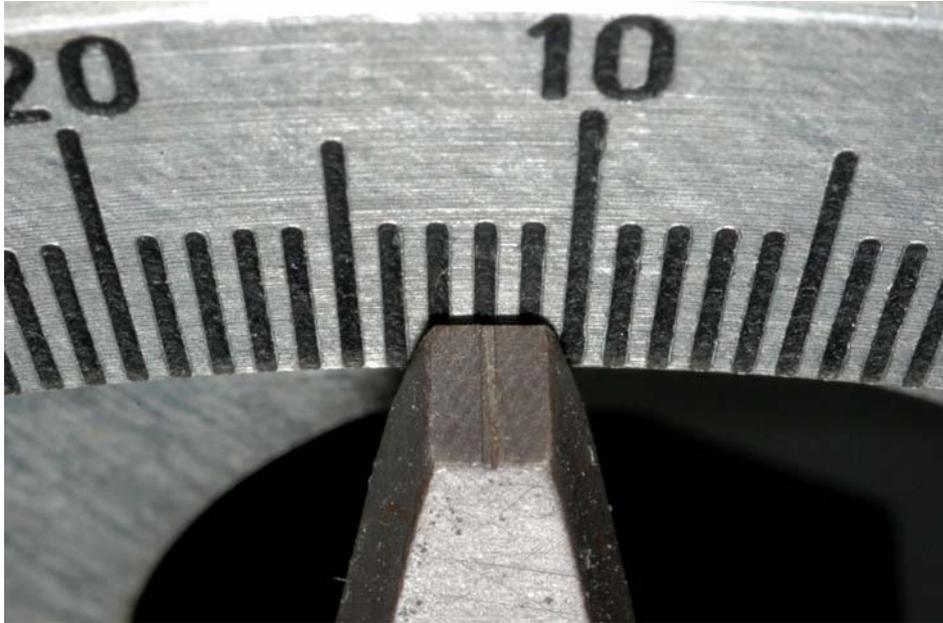


Figure 25 : graduation de la poulie

Le moment  $M$  imposé à l'arc lors du dépôt de poids de 1 gramme dans la nacelle a été déterminé par le calcul.

En effet le moment  $M$  d'une force  $F$  par rapport à un axe orthogonal à la direction de cette force est égal au produit de la distance  $d$  de l'axe à la ligne d'action de la force par l'intensité de la force,  $M=F \times d$ . Chaque arc orthodontique a ainsi été soumis dans l'expérimentation à des moments de torsion variant de 0 à 1540 g.mm.

Un agitateur chauffeur thermostatique a permis de maintenir l'eau du bac à température constante.

Les essais en torsion ont tenté de reproduire au mieux les conditions cliniques. La raideur en torsion des échantillons a ainsi été déterminée aux températures suivantes :

- 20°C, température intra-buccale transitoire après ingestion d'une glace ou d'une boisson fraîche,
- 35°C, température intra-buccale de référence légèrement inférieure à la température corporelle,
- et 55°C, température orale constatée après ingestion d'une boisson chaude telle qu'un chocolat chaud ou un café.

## CHAPITRE III : RESULTATS

### 3.1. Caractérisation des dimensions de la section

#### 3.1.1. Détermination de l'erreur aléatoire de la méthode

L'erreur aléatoire de la méthode (Houston, 1983) a été déterminée selon la formule de Dahlberg (1940). Nous avons réalisé 396 mesures d'épaisseur et 396 mesures de largeur à deux reprises sur 66 fils différents.

Cette erreur aléatoire s'est élevée à  $3,3 \mu\text{m}$  tant pour l'épaisseur que pour la largeur.

#### 3.1.2. Mesures

Des tests de Kolmogorov-Smirnov ont montré que les mesures d'épaisseur et de hauteur obéissaient à une distribution gaussienne pour chaque type de fil étudié ( $p > 0,05$ ). Un exemple des courbes obtenues est présenté en figure 1.

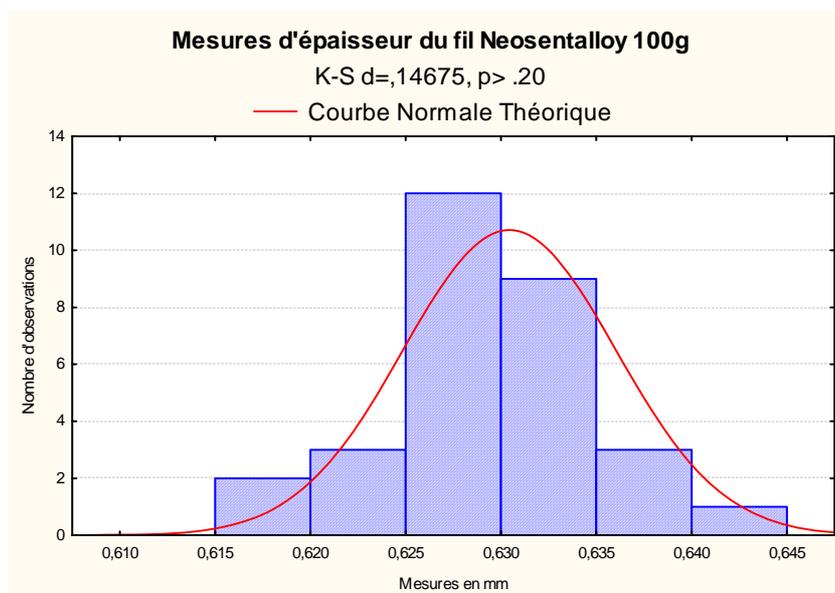


Figure 1 : histogramme des mesures d'épaisseur du fil Neosentalloy 100g

Les statistiques descriptives usuelles des mesures d'épaisseur et de largeur sont reportées dans les tableaux I et II :

- moyenne
- effectif
- valeur minimale
- valeur maximale
- écart-type
- étendue.

| Statistiques Descriptives par Groupes<br>N=330 |                   |                    |                   |                   |                   |                   |
|--|-------------------|--------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Type de fil                                    | Épaisseur Moyenne | Épaisseur Effectif | Épaisseur Minimum | Épaisseur Maximum | Épaisseur Ec-Type | Épaisseur Etendue |
| NEOSENTALLOY 100G                              | 0,416             | 30                 | 0,407             | 0,423             | 0,005             | 0,017             |
| NITINOL  | 0,417             | 30                 | 0,410             | 0,423             | 0,004             | 0,013             |
| NITINOL SE                                     | 0,417             | 30                 | 0,400             | 0,423             | 0,005             | 0,023             |
| D-RECT   | 0,423             | 30                 | 0,408             | 0,437             | 0,007             | 0,028             |
| COPPER NITI 27°C                               | 0,416             | 30                 | 0,407             | 0,423             | 0,005             | 0,017             |
| COPPER NITI 35°C                               | 0,415             | 30                 | 0,405             | 0,423             | 0,005             | 0,018             |
| NEOSENTALLOY 200G                              | 0,416             | 30                 | 0,407             | 0,427             | 0,005             | 0,020             |
| REMATITAN LITE                                 | 0,413             | 30                 | 0,405             | 0,425             | 0,006             | 0,020             |
| NITINOL HA                                     | 0,414             | 30                 | 0,403             | 0,420             | 0,004             | 0,017             |
| REMATITAN LITE WHITE                           | 0,434             | 30                 | 0,425             | 0,445             | 0,006             | 0,020             |
| COPPER NITI 40°C                               | 0,409             | 30                 | 0,390             | 0,420             | 0,007             | 0,030             |
| <b>TsGrpes</b>                                 | <b>0,417</b>      | <b>330</b>         | <b>0,390</b>      | <b>0,445</b>      | <b>0,008</b>      | <b>0,055</b>      |

Tableau I : statistiques descriptives des mesures d'épaisseur des différents types de fil (mm)

| Statistiques Descriptives par Groupes<br>N=330 |                 |                  |                 |                 |                 |                 |
|--|-----------------|------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Type de fil                                    | Largeur Moyenne | Largeur Effectif | Largeur Minimum | Largeur Maximum | Largeur Ec-Type | Largeur Etendue |
| NEOSENTALLOY 100G                              | 0,630           | 30               | 0,617           | 0,642           | 0,006           | 0,025           |
| NITINOL  | 0,627           | 30               | 0,620           | 0,635           | 0,003           | 0,015           |
| NITINOL SE                                     | 0,628           | 30               | 0,620           | 0,633           | 0,003           | 0,013           |
| D-RECT   | 0,609           | 30               | 0,590           | 0,617           | 0,007           | 0,027           |
| COPPER NITI 27°C                               | 0,601           | 30               | 0,590           | 0,613           | 0,005           | 0,023           |
| COPPER NITI 35°C                               | 0,602           | 30               | 0,585           | 0,613           | 0,006           | 0,028           |
| NEOSENTALLOY 200G                              | 0,627           | 30               | 0,617           | 0,635           | 0,005           | 0,018           |
| REMATITAN LITE                                 | 0,616           | 30               | 0,608           | 0,623           | 0,004           | 0,015           |
| NITINOL HA                                     | 0,627           | 30               | 0,620           | 0,638           | 0,004           | 0,018           |
| REMATITAN LITE WHITE                           | 0,694           | 30               | 0,657           | 0,715           | 0,020           | 0,058           |
| COPPER NITI 40°C                               | 0,602           | 30               | 0,588           | 0,613           | 0,007           | 0,025           |
| <b>TsGrpes</b>                                 | <b>0,624</b>    | <b>330</b>       | <b>0,585</b>    | <b>0,715</b>    | <b>0,026</b>    | <b>0,130</b>    |

Tableau II : statistiques descriptives des mesures de largeur des différents types de fil (mm)

Les moyennes des mesures d'épaisseurs ont été classées par ordre décroissant (Tableau III).

| Statistiques Descriptives par Groupes<br>N=330 |                      |
|--|----------------------|
| Type de fil                                    | Epaisseur<br>Moyenne |
| REMATITAN LITE WHITE                           | 0,434                |
| D-RECT   | 0,423                |
| <b>TsGrpes</b>                                 | <b>0,417</b>         |
| NITINOL  | 0,417                |
| NITINOL SE                                     | 0,417                |
| COPPER NITI 27°C                               | 0,416                |
| NEOSENTALLOY 200G                              | 0,416                |
| NEOSENTALLOY 100G                              | 0,416                |
| COPPER NITI 35°C                               | 0,415                |
| NITINOL HA                                     | 0,414                |
| REMATITAN LITE                                 | 0,413                |
| COPPER NITI 40°C                               | 0,409                |

Tableau III : types de fil selon l'épaisseur moyenne décroissante (mm)

Le Rematitan Lite White Copper NiTi 40°C constitue le fil le plus épais alors que le fil Copper NiTi 40°C se situe au bas de l'échelle.

Les mesures d'épaisseur ont été également comparées à la valeur nominale théorique de 0,432 mm (0,017 in) (Figure 2).

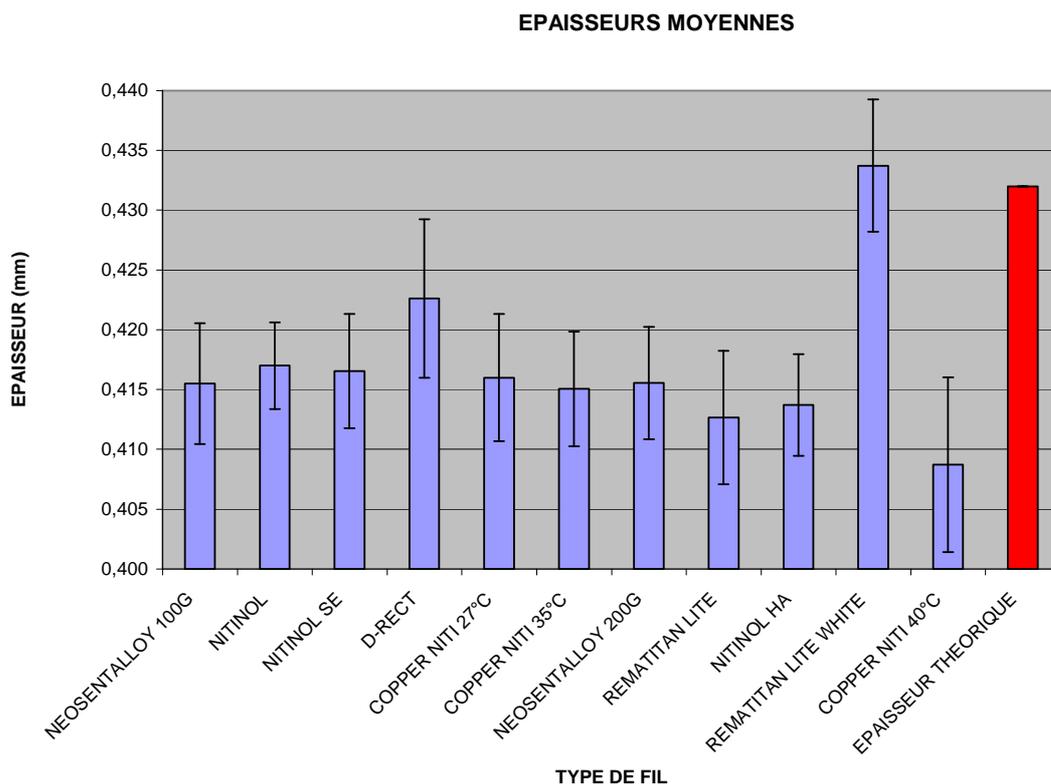


Figure 2 : épaisseurs moyennes et théorique et écart-types

Les épaisseurs moyennes des fils sont toutes inférieures à la valeur nominale à l'exception du fil Rematitan Lite White.

De la même manière, les différents types de fil ont été classés selon leur largeur moyenne décroissante (Tableau IV).

| Statistiques Descriptives par Groupes<br>N=330 |                 |
|--|-----------------|
| Type de fil                                    | Largeur Moyenne |
| REMATITAN LITE WHITE                           | 0,694           |
| NEOSENTALLOY 100G                              | 0,630           |
| NITINOL SE                                     | 0,628           |
| NITINOL HA                                     | 0,627           |
| NITINOL  | 0,627           |
| NEOSENTALLOY 200G                              | 0,627           |
| <b>TsGrpes</b>                                 | <b>0,624</b>    |
| REMATITAN LITE                                 | 0,616           |
| D-RECT   | 0,609           |
| COPPER NITI 40°C                               | 0,602           |
| COPPER NITI 35°C                               | 0,602           |
| COPPER NITI 27°C                               | 0,601           |

Tableau IV : types de fil selon la largeur moyenne décroissante (mm)

Le fil esthétique Rematitan Lite White est doté de la plus grande dimension alors que le fil Copper NiTi 27°C est le fil le plus étroit.

Les mesures de largeur ont été également comparées à la valeur nominale théorique de 0,635 mm (.025 in) (Figure 3).

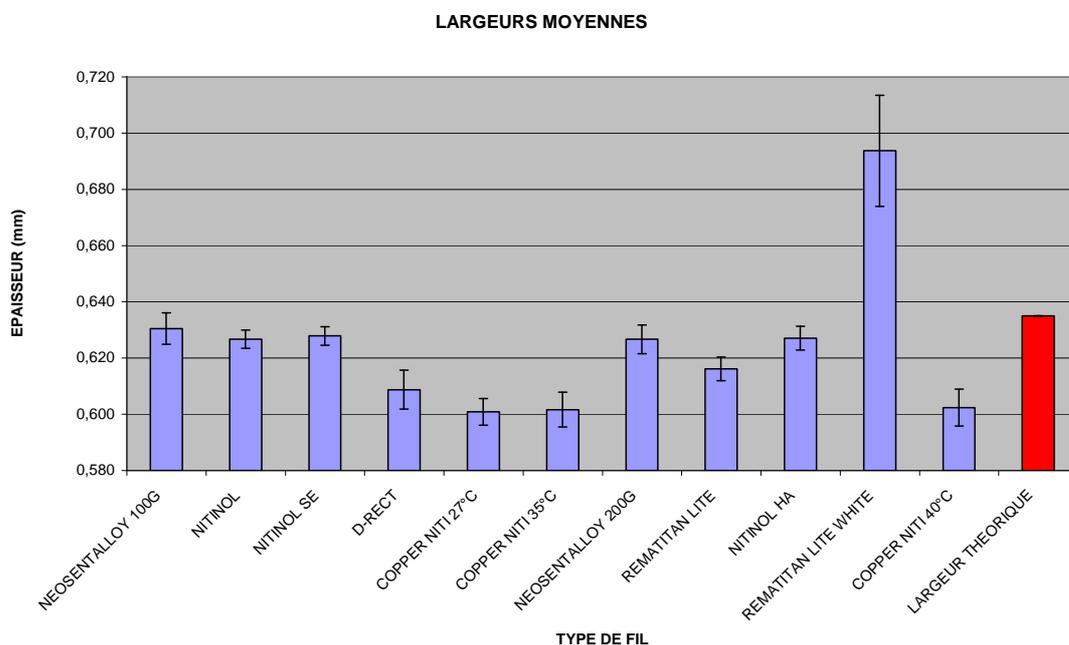


Figure 3 : largeurs moyennes et théorique et écart-types

Les épaisseurs moyennes des fils sont toutes inférieures à la valeur nominale à l'exception du fil Rematitan Lite White.

Nous avons reporté dans les tableaux V et VI les épaisseurs et largeurs moyennes ainsi que les écart-types correspondants.

| Moyennes et écart-types par groupes<br>N=330 |                   |                   |
|--|-------------------|-------------------|
| Type de fil                                  | Epaisseur Moyenne | Epaisseur Ec-Type |
| NITINOL                                      | 0,417             | 0,004             |
| NITINOL HA                                   | 0,414             | 0,004             |
| NEOSENTALLOY 200G                            | 0,416             | 0,005             |
| NITINOL SE                                   | 0,417             | 0,005             |
| COPPER NITI 35°C                             | 0,415             | 0,005             |
| NEOSENTALLOY 100G                            | 0,416             | 0,005             |
| COPPER NITI 27°C                             | 0,416             | 0,005             |
| REMATITAN LITE WHITE                         | 0,434             | 0,006             |
| REMATITAN LITE                               | 0,413             | 0,006             |
| D-RECT                                       | 0,423             | 0,007             |
| COPPER NITI 40°C                             | 0,409             | 0,007             |
| <b>TsGrpes</b>                               | <b>0,417</b>      | <b>0,008</b>      |

Tableau V : écart-types croissants des épaisseurs des différents types de fil (mm)

| Moyennes et écart-types par groupes<br>N=330 |                    |                    |
|--|--------------------|--------------------|
| Type de fil                                  | Largeur<br>Moyenne | Largeur<br>Ec-Type |
| NITINOL                                      | 0,627              | 0,003              |
| NITINOL SE                                   | 0,628              | 0,003              |
| REMATITAN LITE                               | 0,616              | 0,004              |
| NITINOL HA                                   | 0,627              | 0,004              |
| COPPER NITI 27°C                             | 0,601              | 0,005              |
| NEOSENTALLOY 200G                            | 0,627              | 0,005              |
| NEOSENTALLOY 100G                            | 0,630              | 0,006              |
| COPPER NITI 35°C                             | 0,602              | 0,006              |
| COPPER NITI 40°C                             | 0,602              | 0,007              |
| D-RECT                                       | 0,609              | 0,007              |
| REMATITAN LITE WHITE                         | 0,694              | 0,020              |
| <b>TsGrpes</b>                               | <b>0,624</b>       | <b>0,026</b>       |

Tableau VI : écart-types croissants des largeurs des différents types de fil (mm)

Si l'on considère les écart-types des deux dimensions, il apparaît que le fil Nitinol est caractérisé par un écart-type minime tant en épaisseur qu'en largeur (Tableaux V & VI). Le Copper NiTi 40°C présente quand à lui, l'écart-type le plus élevé en épaisseur. Le Rematitan Lite White est caractérisé par un écart-type conséquent en largeur.

Une analyse de la variance à un facteur a été menée afin de comparer les moyennes successivement d'épaisseur et de largeur entre les différents types de fil.

L'hypothèse nulle selon laquelle les moyennes des mesures d'épaisseur étaient toutes égales, quel que soit le type de fil, a été rejetée avec une valeur  $p < 0,001$  (Figure 4).

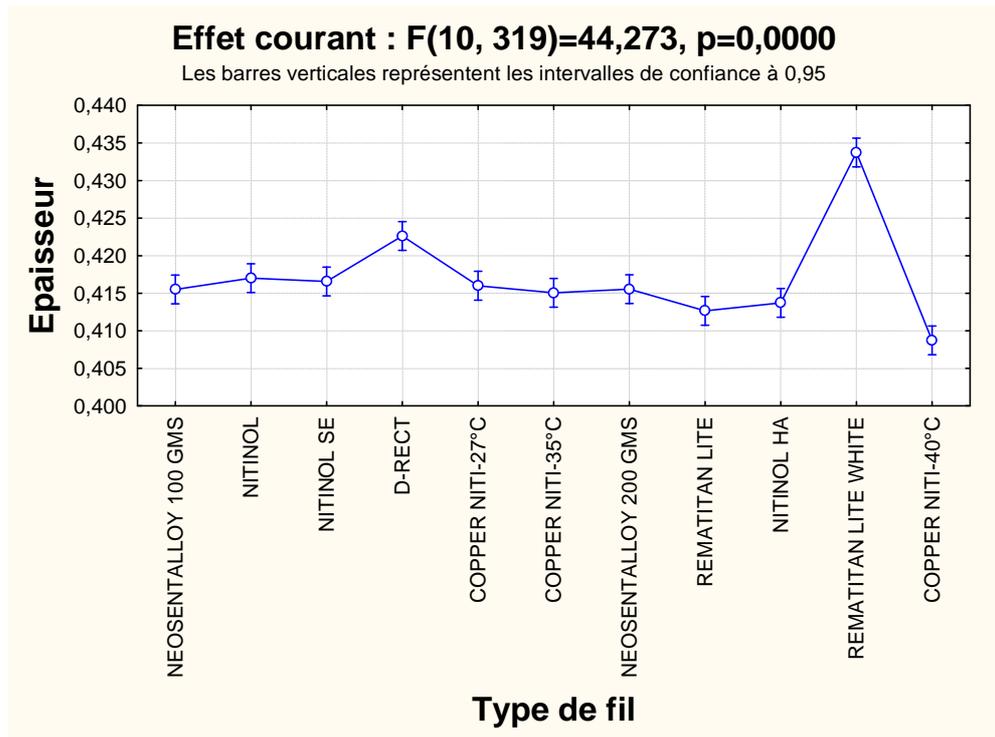


Figure 4 : analyse de la variance pour les mesures d'épaisseur

De même, il a pu être établi que les moyennes des mesures de largeur n'étaient pas toutes identiques quel que soit le type de fil (Figure 5).

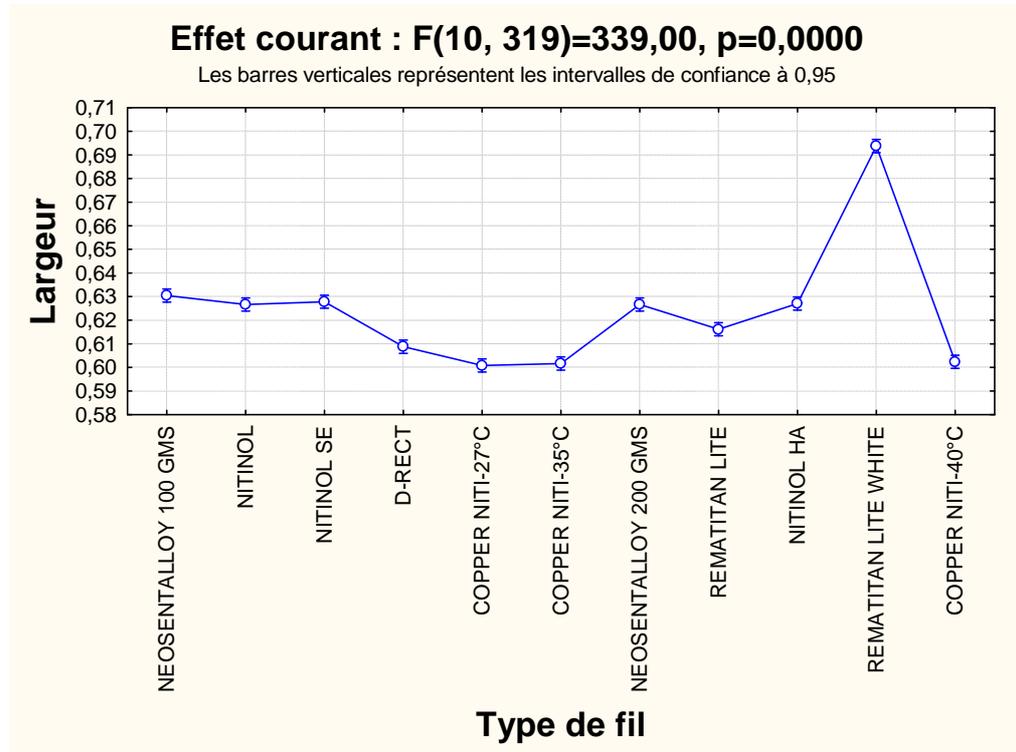


Figure 5 : analyse de la variance pour les mesures de largeur

Des tests post-hoc de Tukey (HSD) ont permis de comparer les moyennes deux à deux des différents types de fil. Les résultats sont résumés dans les tableaux VII et VIII.

| Type de fil              | Test HSD Tukey ; Variable <b>Epaisseur</b>    |          |          |          |          |          |          |          |          |          |          |
|--------------------------|---|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
|                          | Différences significatives marquées à p < ,05 |          |          |          |          |          |          |          |          |          |          |
|                          | {1}   | {2}      | {3}      | {4}      | {5}      | {6}      | {7}      | {8}      | {9}      | {10}     | {11}     |
|                          | l=,41550                                      | l=,41700 | l=,41656 | l=,42261 | l=,41600 | l=,41506 | l=,41556 | l=,41267 | l=,41372 | l=,43372 | l=,40872 |
| NEOSENTALLOY 100G {1}    |   | 0,991621 | 0,999564 | 0,000026 | 1,000000 | 1,000000 | 1,000000 | 0,605707 | 0,970244 | 0,000015 | 0,000056 |
| NITINOL {2}              | 0,991621                                      |          | 1,000000 | 0,002230 | 0,999731 | 0,945237 | 0,993783 | 0,061150 | 0,376877 | 0,000015 | 0,000015 |
| NITINOL SE {3}           | 0,999564                                      | 1,000000 |          | 0,000553 | 0,999999 | 0,991621 | 0,999731 | 0,147187 | 0,605707 | 0,000015 | 0,000015 |
| D-RECT {4}               | 0,000026                                      | 0,002230 | 0,000553 |          | 0,000092 | 0,000017 | 0,000029 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 |
| COPPER NITI 27°C {5}     | 1,000000                                      | 0,999731 | 0,999999 | 0,000092 |          | 0,999840 | 1,000000 | 0,350722 | 0,857443 | 0,000015 | 0,000021 |
| COPPER NITI 35°C {6}     | 1,000000                                      | 0,945237 | 0,991621 | 0,000017 | 0,999840 |          | 1,000000 | 0,816225 | 0,996754 | 0,000015 | 0,000224 |
| NEOSENTALLOY 200G {7}    | 1,000000                                      | 0,993783 | 0,999731 | 0,000029 | 1,000000 | 1,000000 |          | 0,576469 | 0,963126 | 0,000015 | 0,000048 |
| REMATITAN LITE {8}       | 0,605707                                      | 0,061150 | 0,147187 | 0,000015 | 0,350722 | 0,816225 | 0,576469 |          | 0,999564 | 0,000015 | 0,133020 |
| NITINOL HA {9}           | 0,970244                                      | 0,376877 | 0,605707 | 0,000015 | 0,857443 | 0,996754 | 0,963126 | 0,999564 |          | 0,000015 | 0,012422 |
| REMATITAN LITE WHITE {1} | 0,000015                                      | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 |          | 0,000015 |
| COPPER NITI 40°C {11}    | 0,000056                                      | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000021 | 0,000224 | 0,000048 | 0,133020 | 0,012422 | 0,000015 |          |

Tableau VII : comparaison post-hoc des moyennes d'épaisseur

Il ressort de la comparaison des épaisseurs (Tableau VII) que les fils Rematitan Lite White et D-Rect sont significativement plus épais (valeur

p<0,05) que les autres arcs, alors que le fil Copper NiTi 40°C se singularise par sa finesse.

| Type de fil              | Test HSD Tukey ; Variable <b>Largeur</b><br>Différences significatives marquées à p < ,05 |          |          |          |          |          |          |          |          |          |          |
|--------------------------|---|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
|                          | {1}   | {2}      | {3}      | {4}      | {5}      | {6}      | {7}      | {8}      | {9}      | {10}     | {11}     |
|                          | l=,63044  | l=,62667 | l=,62783 | l=,60878 | l=,60083 | l=,60167 | l=,62667 | l=,61617 | l=,62706 | l=,69372 | l=,60239 |
| NEOSENTALLOY 100G {1}    |   | 0,720860 | 0,967424 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,720860 | 0,000015 | 0,836079 | 0,000015 | 0,000015 |
| NITINOL {2}              | 0,720860  |          | 0,999963 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 1,000000 | 0,000022 | 1,000000 | 0,000015 | 0,000015 |
| NITINOL SE {3}           | 0,967424  | 0,999963 |          | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,999963 | 0,000015 | 0,999999 | 0,000015 | 0,000015 |
| D-RECT {4}               | 0,000015  | 0,000015 | 0,000015 |          | 0,003289 | 0,015919 | 0,000015 | 0,009627 | 0,000015 | 0,000015 | 0,052152 |
| COPPER NITI 27°C {5}     | 0,000015  | 0,000015 | 0,000015 | 0,003289 |          | 0,999999 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,999496 |
| COPPER NITI 35°C {6}     | 0,000015  | 0,000015 | 0,000015 | 0,015919 | 0,999999 |          | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 1,000000 |
| NEOSENTALLOY 200G {7}    | 0,720860  | 1,000000 | 0,999963 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 |          | 0,000022 | 1,000000 | 0,000015 | 0,000015 |
| REMATITAN LITE {8}       | 0,000015  | 0,000022 | 0,000015 | 0,009627 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000022 |          | 0,000017 | 0,000015 | 0,000015 |
| NITINOL HA {9}           | 0,836079  | 1,000000 | 0,999999 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 1,000000 | 0,000017 |          | 0,000015 | 0,000015 |
| REMATITAN LITE WHITE {1} | 0,000015  | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 |          | 0,000015 |
| COPPER NITI 40°C {11}    | 0,000015  | 0,000015 | 0,000015 | 0,052152 | 0,999496 | 1,000000 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 | 0,000015 |          |

Tableau VIII : comparaison post-hoc des moyennes de largeur

La plupart des moyennes de largeurs sont significativement différentes de leurs paires (Tableau VIII).

Nous avons comparé les mesures moyennes d'épaisseur et de largeur aux valeurs nominales (tableaux IX à XII).

| Variable         | Comparaison de moyennes à un standard |         |          |          |                     |          |     |       |
|------------------|---------------------------------------|---------|----------|----------|---------------------|----------|-----|-------|
|                  | Moyenne                               | Ec-Type | Effectif | Erreur-T | Valeur de Référence | Valeur t | dl  | p     |
| <b>Epaisseur</b> | 0,417                                 | 0,008   | 330      | 0,000446 | 0,432               | -33,6068 | 329 | 0,000 |

Tableau IX : comparaison de l'épaisseur moyenne par rapport à la valeur nominale (mm)

| Variable       | Comparaison de moyennes à un standard |         |          |          |                     |          |     |       |
|----------------|---------------------------------------|---------|----------|----------|---------------------|----------|-----|-------|
|                | Moyenne                               | Ec-Type | Effectif | Erreur-T | Valeur de Référence | Valeur t | dl  | p     |
| <b>Largeur</b> | 0,624                                 | 0,026   | 330      | 0,001427 | 0,635               | -7,82137 | 329 | 0,000 |

Tableau X : comparaison de la largeur moyenne par rapport à la valeur nominale (mm)

| Statistiques Descriptives par Groupes<br>N=330 |                    |  |   |
|--|--------------------|--|---|
| Type de fil                                    | Epaisseur Moyennes | Ecart d'épaisseur par rapport à la valeur nominale (mm) Moyennes | Ecart d'épaisseur par rapport à la valeur nominale (%) Moyennes |
| NEOSENTALLOY 100G                              | 0,416              | -0,016   | -3,8%   |
| NITINOL  | 0,417              | -0,015   | -3,4%   |
| NITINOL SE                                     | 0,417              | -0,015   | -3,5%   |
| D-RECT   | 0,423              | -0,009   | -2,1%   |
| COPPER NITI 27°C                               | 0,416              | -0,016   | -3,7%   |
| COPPER NITI 35°C                               | 0,415              | -0,017   | -3,9%   |
| NEOSENTALLOY 200G                              | 0,416              | -0,016   | -3,8%   |
| REMATITAN LITE                                 | 0,413              | -0,019   | -4,4%   |
| NITINOL HA                                     | 0,414              | -0,018   | -4,2%   |
| REMATITAN LITE WHITE                           | 0,434              | 0,002  | 0,4%  |
| COPPER NITI 40°C                               | 0,409              | -0,023   | -5,3%   |
| <b>TsGrpes</b>                                 | <b>0,417</b>       | <b>-0,015</b>  | <b>-3,4%</b>  |

Tableau XI : comparaison de l'épaisseur moyenne de chaque type de fil par rapport à la valeur nominale (mm)

| Statistiques Descriptives par Groupes<br>N=330 |                  |   |  |
|--|------------------|---|--|
| Type de fil                                    | Largeur Moyennes | Ecart de largeur par rapport à la valeur nominale (mm) Moyennes | Ecart de largeur par rapport à la valeur nominale (%) Moyennes |
| NEOSENTALLOY 100G                              | 0,630            | -0,005  | -0,7%  |
| NITINOL  | 0,627            | -0,008  | -1,3%  |
| NITINOL SE                                     | 0,628            | -0,007  | -1,1%  |
| D-RECT   | 0,609            | -0,026  | -4,1%  |
| COPPER NITI 27°C                               | 0,601            | -0,034  | -5,4%  |
| COPPER NITI 35°C                               | 0,602            | -0,033  | -5,2%  |
| NEOSENTALLOY 200G                              | 0,627            | -0,008  | -1,3%  |
| REMATITAN LITE                                 | 0,616            | -0,019  | -3,0%  |
| NITINOL HA                                     | 0,627            | -0,008  | -1,3%  |
| REMATITAN LITE WHITE                           | 0,694            | 0,059   | 9,2%   |
| COPPER NITI 40°C                               | 0,602            | -0,033  | -5,1%  |
| <b>TsGrpes</b>                                 | <b>0,624</b>     | <b>-0,011</b>   | <b>-1,8%</b>   |

Tableau XII : comparaison de la largeur moyenne de chaque type de fil par rapport à la valeur nominale (mm)

De manière générale, les fils étudiés se sont révélés sous-dimensionnés par rapport aux valeurs nominales (valeur  $p < 0,001$ ) tant en épaisseur (moyenne = -3,4%) (Tableau IX & XI) qu'en largeur (moyenne = -1,8%) (Tableau X & XII). Le fil Rematitan Lite White fait figure d'exception car il s'est avéré sur-dimensionné tant en épaisseur (+0,4%) qu'en largeur (+9,2%).

Les dimensions relevées en différents points d'un même fil ont été évaluées à l'aide de tests-t pour échantillons appariés. Il ressort de cette analyse une absence de variation entre les mesures d'épaisseur et de largeur selon le côté (gauche versus droit).

Des différences significatives ont toutefois été relevées entre les mesures médianes et postérieures (tableaux XIII à XVI).

| Variable                     | Test t pour des Echantillons Appariés (D-RECT)<br>Différences significatives marquées à $p < ,05$ |         |    |         |                 |          |    |          |
|------------------------------|---|---------|----|---------|-----------------|----------|----|----------|
|                              | Moyenne   | Ec-Type | N  | Différ. | Ec-Type Différ. | t        | dl | p        |
| <b>Epaisseur médiane</b>     | 0,439   | 0,010   |    |         |                 |          |    |          |
| <b>Epaisseur postérieure</b> | 0,415   | 0,006   | 30 | 0,024   | 0,007           | 18,22900 | 29 | 0,000000 |

Tableau XIII : comparaison des épaisseurs médiane et postérieure du fil D-Rect (mm)

En effet, le fil D-Rect est plus épais (+5,8%) au niveau médian par opposition aux mesures postérieures (Tableau XIII).

| Variable                   | Test t pour des Echantillons Appariés (NEOSENTALLOY 100G)<br>Différences significatives marquées à $p < ,05$ |         |    |         |                 |          |    |          |
|----------------------------|--|---------|----|---------|-----------------|----------|----|----------|
|                            | Moyenne  | Ec-Type | N  | Différ. | Ec-Type Différ. | t        | dl | p        |
| <b>Largeur médiane</b>     | 0,653  | 0,013   |    |         |                 |          |    |          |
| <b>Largeur postérieure</b> | 0,619  | 0,004   | 30 | 0,033   | 0,014           | 13,25341 | 29 | 0,000000 |

Tableau XIV : comparaison des largeurs médiane et postérieure du fil Neosentalloy 100g (mm)

| Variable                   | Test t pour des Echantillons Appariés (NEOSENTALLOY 200G)<br>Différences significatives marquées à $p < ,05$ |         |    |         |                 |          |    |          |
|----------------------------|--|---------|----|---------|-----------------|----------|----|----------|
|                            | Moyenne  | Ec-Type | N  | Différ. | Ec-Type Différ. | t        | dl | p        |
| <b>Largeur médiane</b>     | 0,646  | 0,011   |    |         |                 |          |    |          |
| <b>Largeur postérieure</b> | 0,617  | 0,004   | 30 | 0,030   | 0,010           | 15,58398 | 29 | 0,000000 |

Tableau XV : comparaison des largeurs médiane et postérieure du fil Neosentalloy 200g (mm)

| Variable                   | Test t pour des Echantillons Appariés (REMATITAN LITE WHITE)<br>Différences significatives marquées à $p < ,05$ |         |    |         |                 |          |    |          |
|----------------------------|---|---------|----|---------|-----------------|----------|----|----------|
|                            | Moyenne   | Ec-Type | N  | Différ. | Ec-Type Différ. | t        | dl | p        |
| <b>Largeur médiane</b>     | 0,711   | 0,023   |    |         |                 |          |    |          |
| <b>Largeur postérieure</b> | 0,681   | 0,022   | 30 | 0,029   | 0,014           | 11,07944 | 29 | 0,000000 |

Tableau XVI : comparaison des largeurs médiane et postérieure du fil Rematitan Lite White (mm)

Nous nous sommes intéressés aux mesures de largeur (Tableaux XIV à XVI).

Les fils Neosentalloy 100g, Neosentalloy 200g et Rematitan Lite White sont plus larges antérieurement de +5,5%, +4,7% et de +4,4% respectivement (Tableaux XIV, XV & XVI).

Le degré de liberté théorique des différents types de fil a été calculé selon Meling *et al.* (1993), et comparé au jeu nominal théorique de +/-2,3° d'un fil de section .017× .025 in. dans une gorge de .018 in. (Tableau XVII).

| FIL                  | JEU (°) |
|----------------------|---------|
| NEOSENTALLOY 100G    | +/-3,9  |
| NITINOL              | +/-3,8  |
| NITINOL SE           | +/-3,8  |
| D-RECT               | +/-3,3  |
| COPPER NITI 27°C     | +/-4,0  |
| COPPER NITI 35°C     | +/-4,1  |
| NEOSENTALLOY 200G    | +/-3,9  |
| REMATITAN LITE       | +/-4,3  |
| NITINOL HA           | +/-4,1  |
| REMATITAN LITE WHITE | +/-2,0  |
| COPPER NITI 40°C     | +/-4,7  |
| TsGrpes              | +/-3,8  |
| JEU THEORIQUE        | +/-2,3  |

Tableau XVII : jeu entre fil orthodontique et gorge de l'attache (degrés)

Il ressort de cette comparaison que ce jeu varie de +/-4,7° pour un fil Copper NiTi 40°C à +/-2,0° pour un arc Rematitan Lite White. De plus le degré de liberté moyen des fils (+/-3,8°) est de l'ordre du double du jeu théorique (+/-2,3°).

En conclusion, nous avons mis en évidence :

- un sous-dimensionnement de la section de la majorité des fils étudiés,
- un jeu théorique bien supérieur au jeu nominal,
- un sur-dimensionnement du seul fil Rematitan Lite White,
- des écarts dimensionnels entre les parties antérieure et postérieure de certains fils.

Après avoir caractérisé les dimensions des différents fils, nous nous sommes intéressés à leurs états microscopiques en surface et en volume.

### 3.2. Caractérisation de l'état de surface

#### 3.2.1. Etat de surface des faces horizontales des fils

Les fils ont été observés à différents grossissements (Figure 6). La comparaison des différents états de surface a été réalisée à un grossissement  $\times 1000$ .

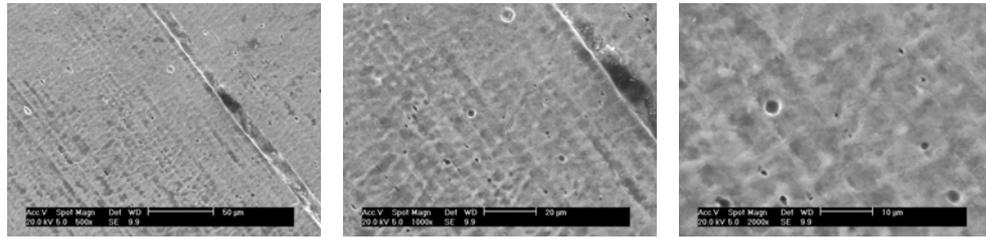


Figure 6 : imagerie secondaire du Nitinol SE aux 3 grossissements de  $\times 500$ ,  $\times 1000$ ,  $\times 2000$

L'observation des surfaces des fils au microscope électronique à balayage a permis de distinguer différents états de surface présentant :

- des pores (de quelques microns) (Figure 7)
- des rayures (de quelques microns) (Figure 8)
- des pores et rayures (de quelques microns) (Figure 9)
- un aspect de parchemin (Figure 10)
- des vaguelettes (de quelques microns) (Figure 11)
- des précipités (150 µm) (Figure 12)

Les figures suivantes illustrent la variabilité des états de surface rencontrés qui ne saurait être sans conséquence sur la friction des fils orthodontiques dans les gorges des attaches et sur leur résistance à la corrosion.

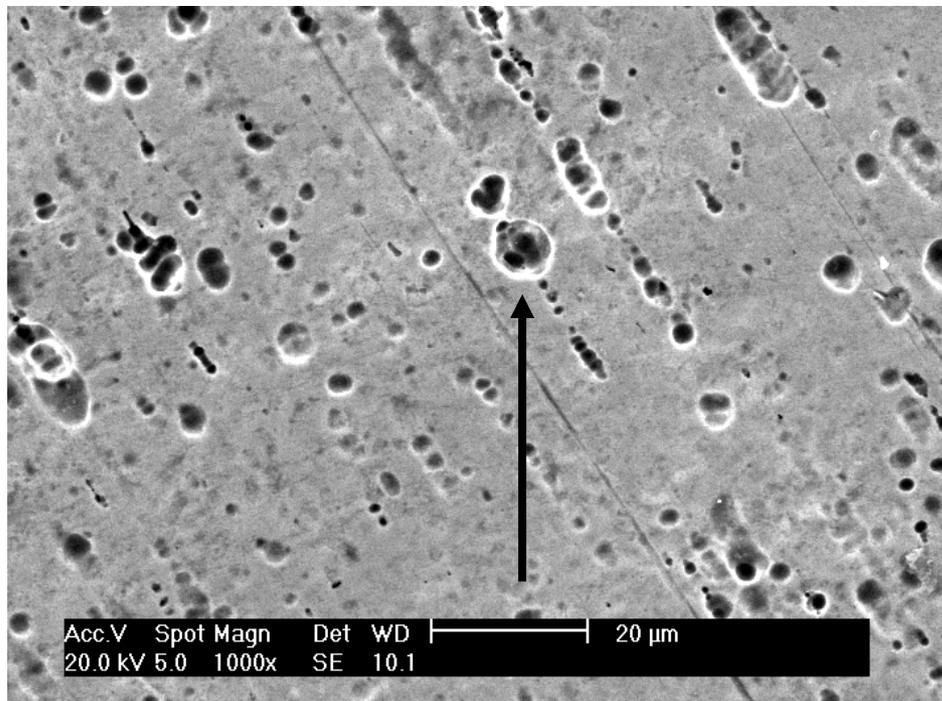


Figure 7 : présence de pores, Copper NiTi 35°C,  $\times 1000$ , électrons secondaires

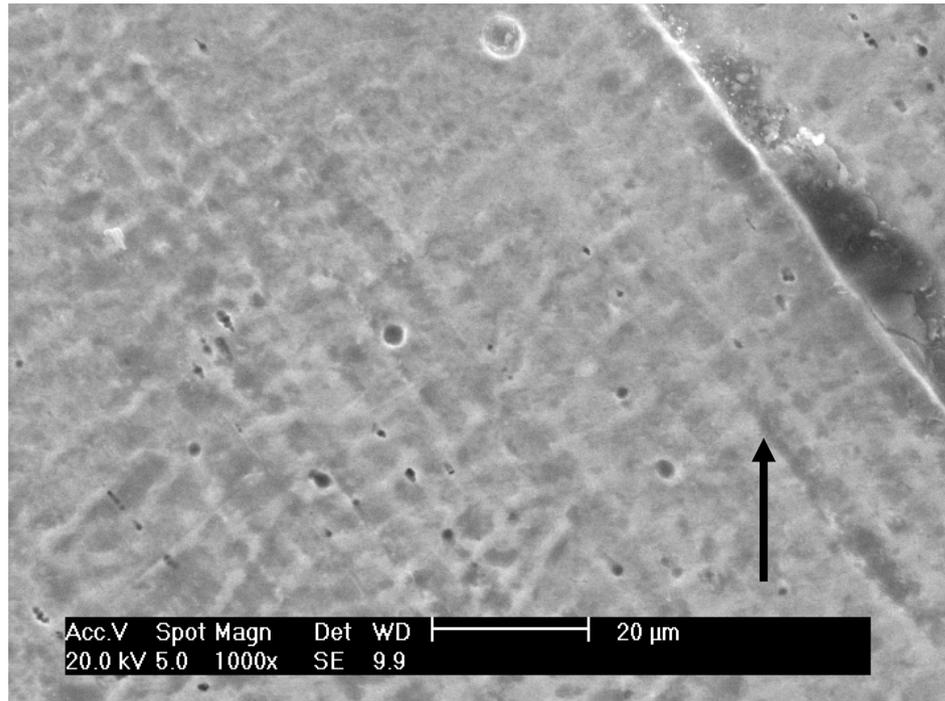


Figure 8 : présence de rayures, Nitinol SE,  $\times 1000$ , électrons secondaires

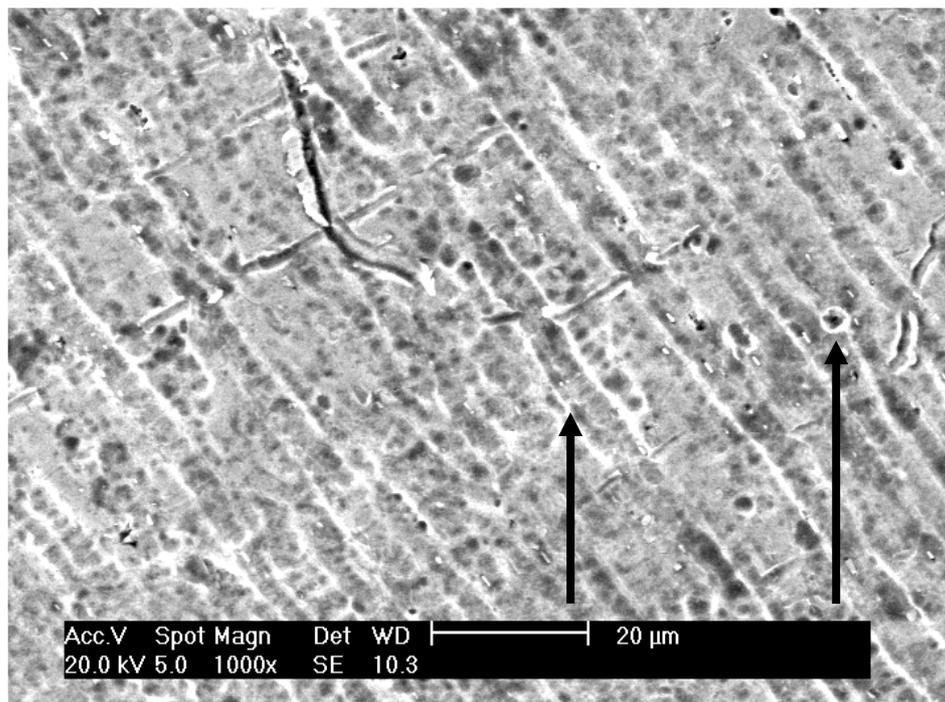


Figure 9 : présence de rayures et pores, Nitinol HA,  $\times 1000$ , électrons secondaires

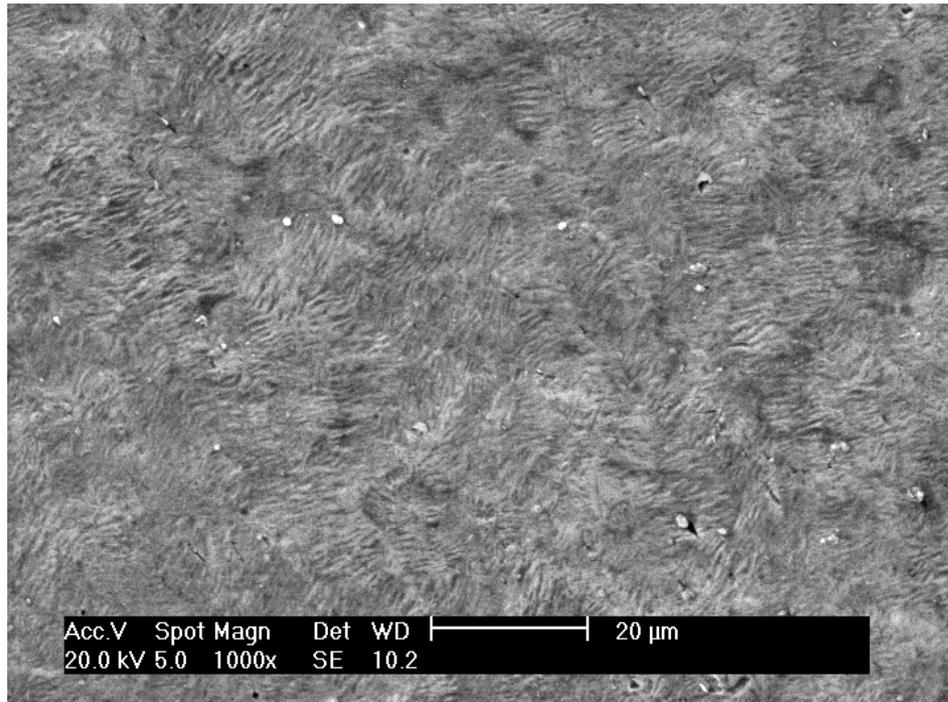


Figure 10 : aspect de parchemin, Neosentalloy 200g, ×1000, électrons secondaires

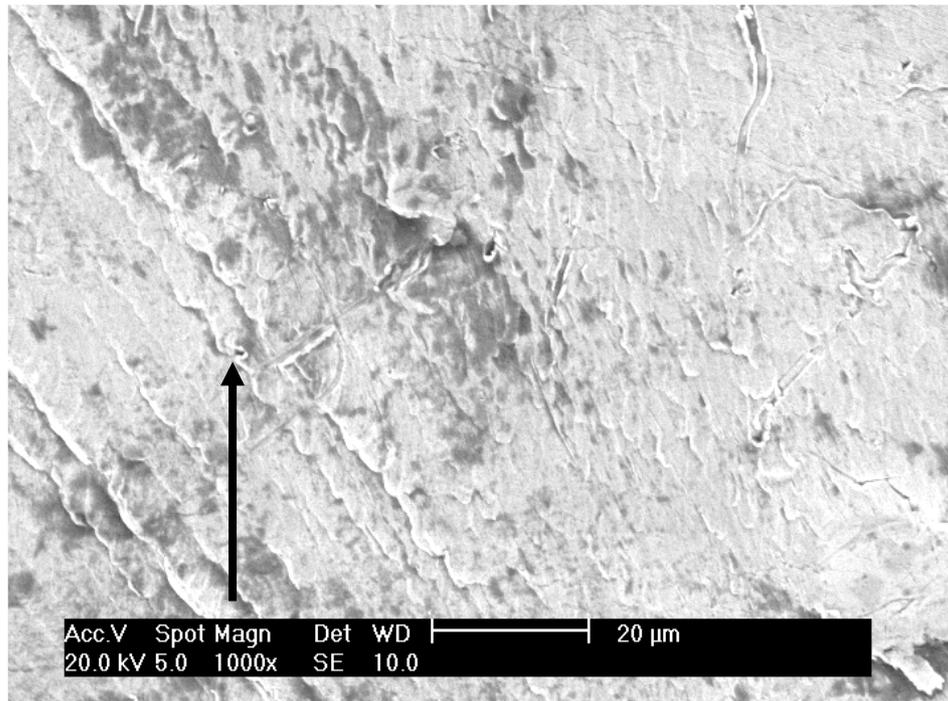


Figure 11 : présence de vaguelettes, D-Rect, ×1000, électrons secondaires

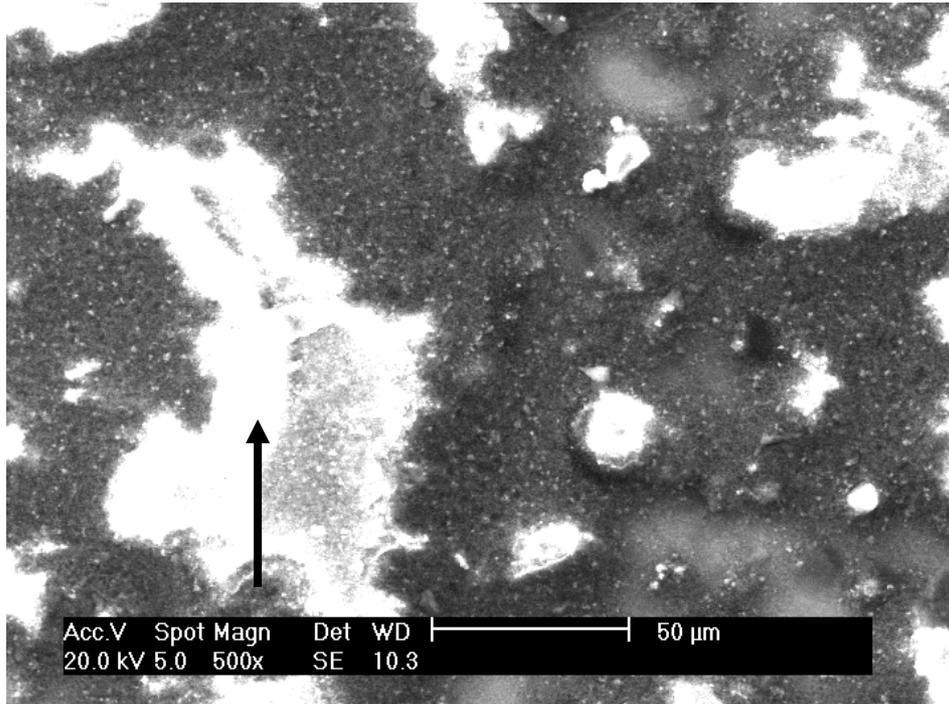


Figure 12 : présence de précipités, Rematitan Lite White,  $\times 500$ , électrons secondaires

En conclusion, les états de surface apparaissent relativement semblables selon les distributeurs.

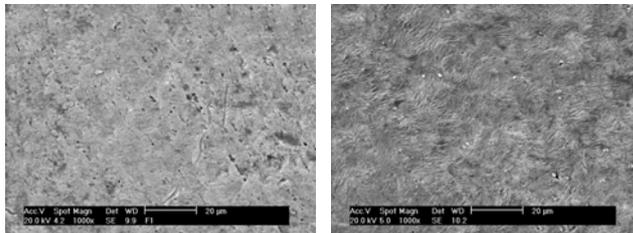


Figure 13 : fils Neosentalloy 100 g & 200g,  $\times 1000$ , électrons secondaires

- La surface des fils Neosentalloy est semblable à un parchemin (Figure 13).

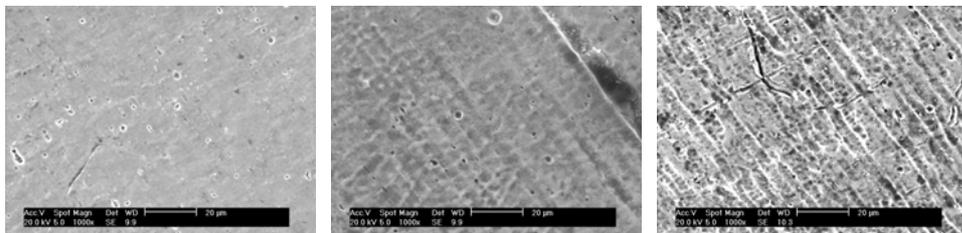


Figure 14 : fils Nitinol, Nitinol SE, Nitinol HA,  $\times 1000$ , électrons secondaires

- Les fils de la famille Nitinol présentent des pores, et des rayures qui apparaissent dans la version SE et s'accroissent à la surface du type HA (Figure 14).

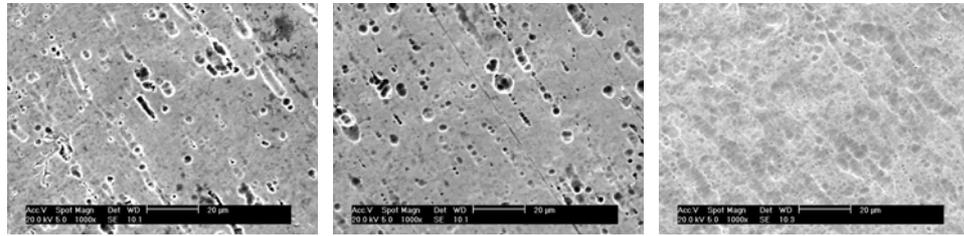


Figure 15 : fils Copper NiTi 25°C, 35°C & 40°C, ×1000, électrons secondaires

- Les surfaces des fils Copper NiTi sont caractérisées par des pores (Figure 15).
- Le fil D-Rect se singularise par la présence de vaguelettes (Figure 11)
- Le fil Rematitan Lite White est tout fait particulier en raison de son placage esthétique (Figure 12).

### 3.2.2. Etat de surface des sections polies des fils

L'examen des sections polies au microscope électronique à balayage à fort grossissement (×2000) et en imagerie par électrons rétrodiffusés, a permis de différencier les cas de figure suivants :

- Présence de précipités noirs (Figure 16)
- Présence de précipités plus volumineux gris (Figure 17)
- Présence d'un revêtement de surface (Figures 18 et 19)

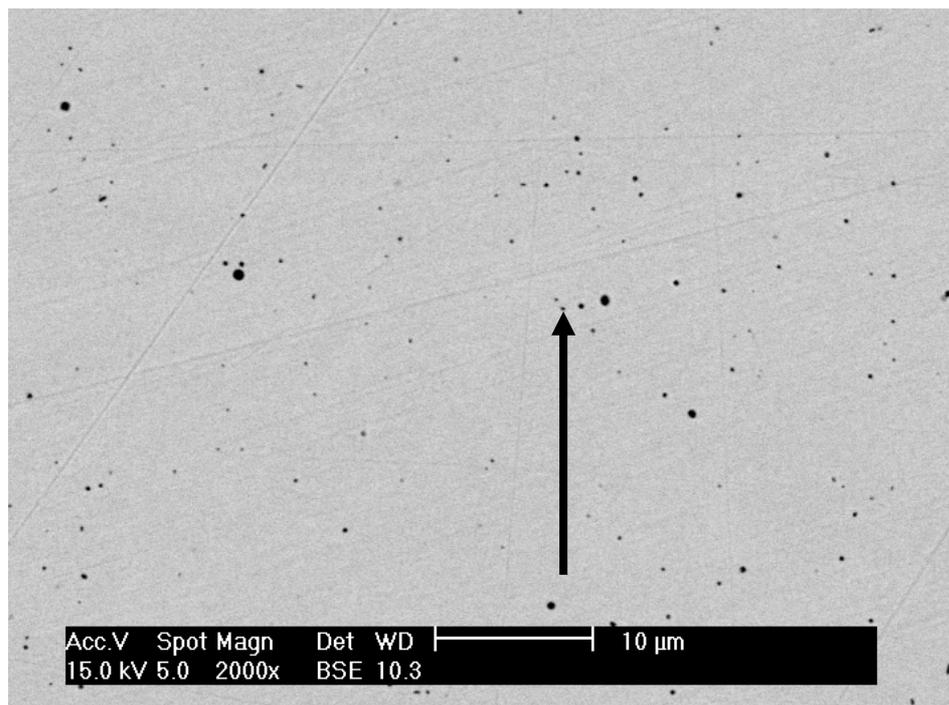


Figure 16 : présence de précipités noirs d'1  $\mu\text{m}$ , Neosentalloy 200g,  $\times 2000$ , électrons rétrodiffusés

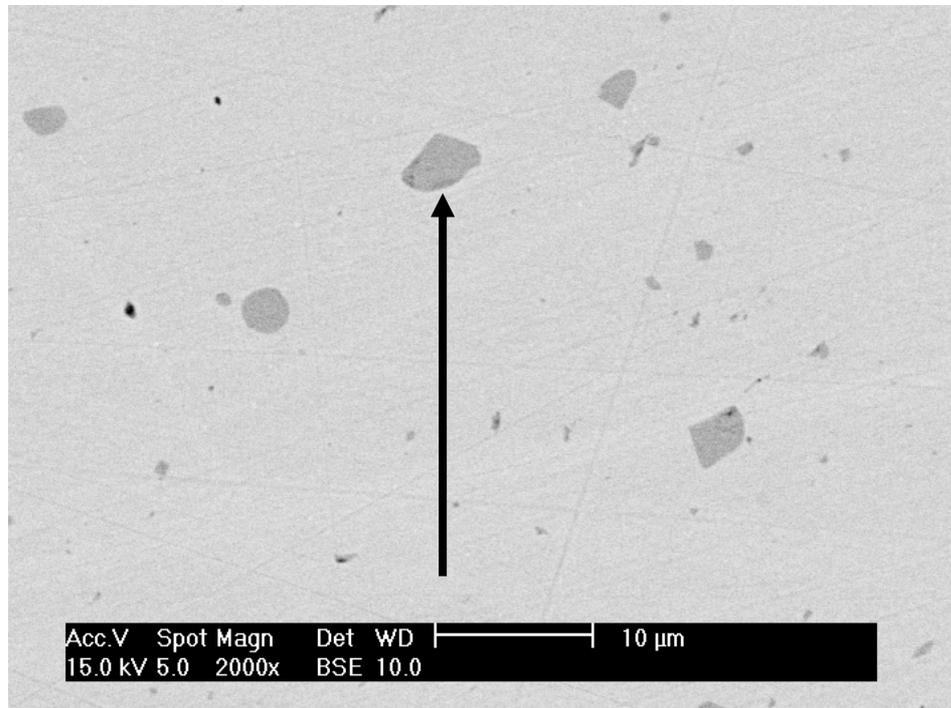


Figure 47 : présence de précipités gris (3-4  $\mu\text{m}$ ) Copper NiTi 27°C,  $\times 2000$ , électrons rétrodiffusés

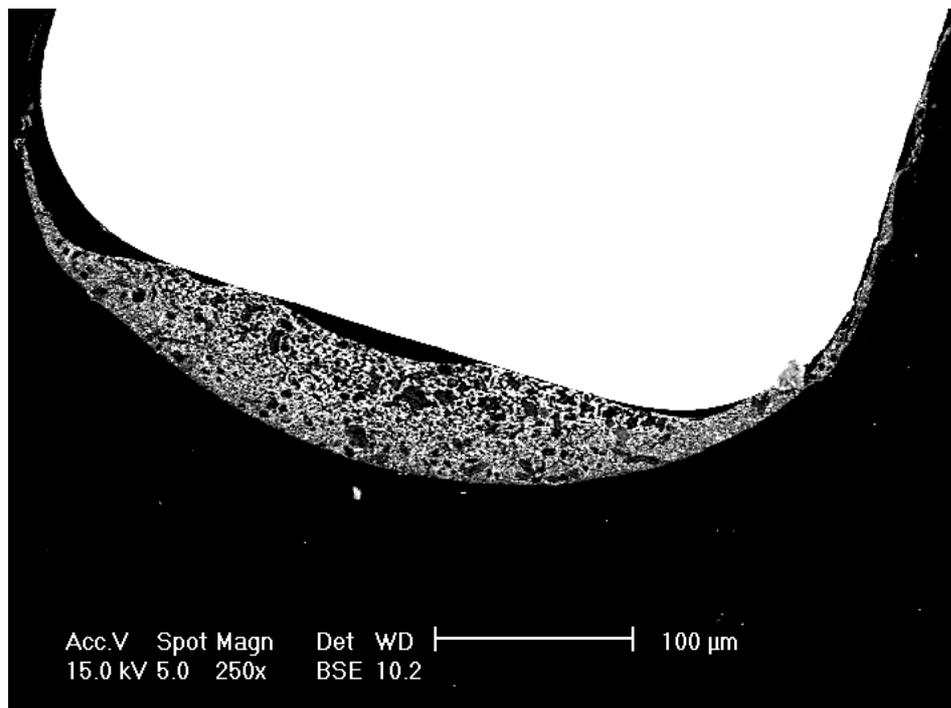


Figure 18 : présence d'un revêtement de surface

Rematitan Lite White, ×250, électrons rétrodiffusés

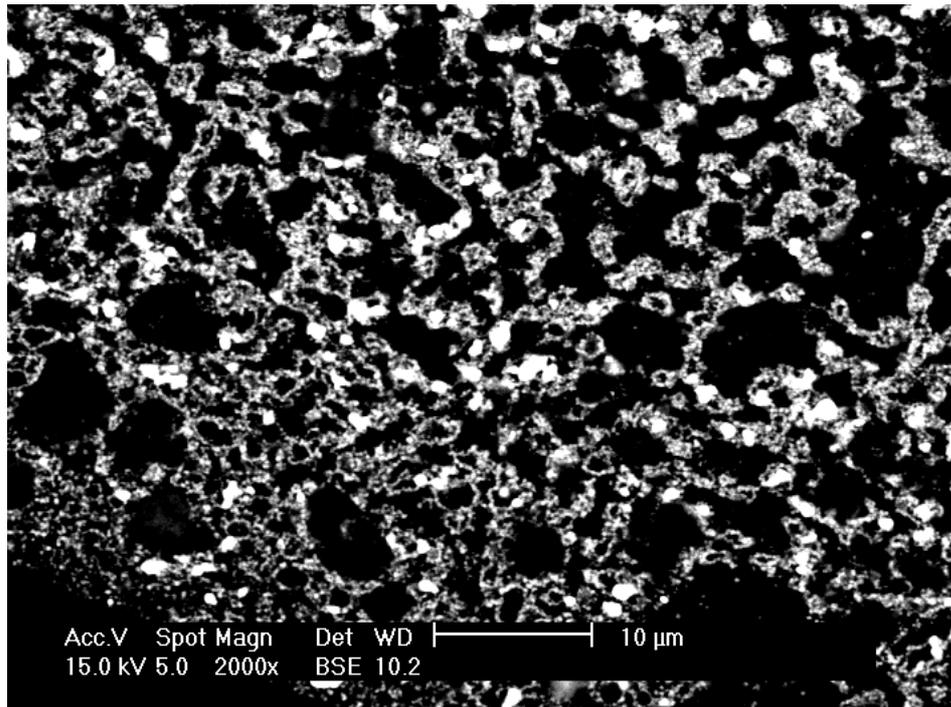


Figure 19 : placage  
Rematitan Lite White, ×2000, électrons rétrodiffusés

Après avoir caractérisé l'état de surface des fils, nous nous sommes intéressés à leur composition.

### 3.3. Composition

#### 3.3.1. Analyse semi-quantitative – Microanalyse X

##### 3.3.1.1. Surface horizontale des fils

Les spectres de microanalyse X ont confirmé la présence de nickel et de titane dans la matrice des fils (Figure 20).

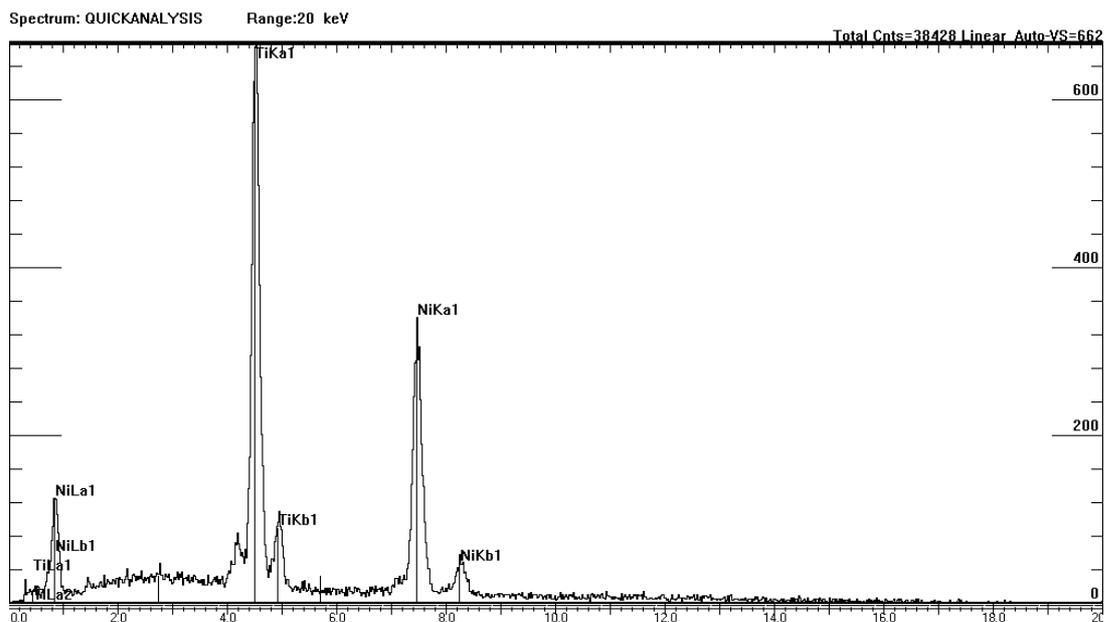


Figure 20 : spectre EDS de la matrice du fil Neosentalloy 100g

Des pics additionnels correspondant au cuivre sont apparus dans le spectre des fils de type Copper NiTi (Figure 21).

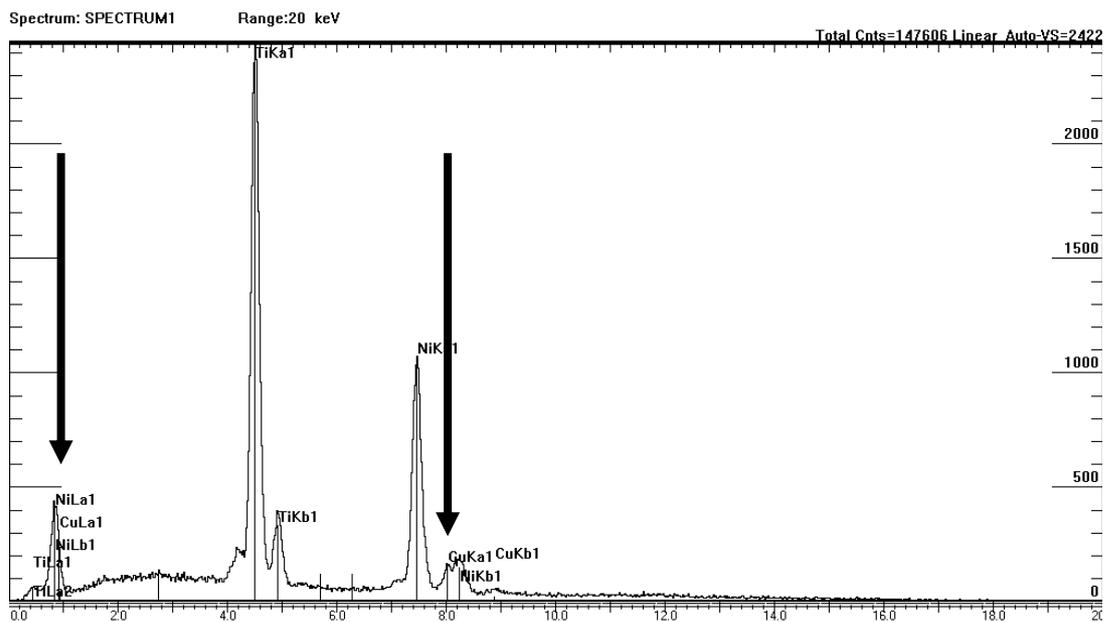


Figure 21 : spectre EDS de la matrice du fil Copper NiTi 27°C

L'examen particulier des contaminations et inclusions présentes à la surface des fils a mis en évidence de nombreux éléments (Tableau XVIII).

| Type de fil          | Observations de la surface des faces horizontales des fils       | Composition de la matrice et des inclusions de la surface des faces horizontales  |
|----------------------|--|---|
| Neosentalloy 100g    | Aspect parchemin + pores parsemés (1µm)                          | Présence de Ni et Ti dans la matrice  |
| Nitinol              | Pores peu nombreux (2-3µm)                                       | Présence de Ni et Ti dans la matrice  |
| Nitinol SE           | Rayures due au laminage  | Présence de Ni et Ti dans la matrice<br>Impuretés de Ca, Si dans rayures<br>Impuretés au bord de Fe, W et Al                        |
| D-Rect               | Vaguelettes (6µm)  | Présence de Fe, Cr, Ni et Si dans la matrice  |
| Copper NiTi 27°C     | Pores (4-5µm) et rayures   | Présence de Ni, Ti et Cu dans la matrice<br>Inclusions de Ca dans les rayures<br>Inclusions de Si de Fe et d'O dans les dépressions |
| Copper NiTi 35°C     | Pores (6µm)  | Présence de Ni, Ti et Cu dans la matrice<br>Inclusions de Ca, Si et K   |
| Neosentalloy 200g    | Etat de surface parfait, aspect de parchemin                     | Présence de Ni et Ti dans la matrice<br>Impuretés de Carbure de Titane<br>Autres impuretés de Si ou Mg                              |
| Rematitan Lite       | Inclusions sous formes de cristaux                               | Présence de Ni et Ti dans la matrice<br>Inclusions de KCl   |
| Nitinol HA           | Surface rugueuse   | Présence de Ni et Ti dans la matrice<br>Impuretés de KCl ou NaCl  |
| Rematitan Lite White | Revêtement polymère, phases brillante et sombre, relief accentué | Présence de Ni, Ti, Si et Al<br>Disparition du Ni dans les phases brillantes  |
| Copper NiTi 40°C     | Surface homogène   | Présence de Ni, Ti et Cu dans la matrice  |

Tableau XVIII : composition de la matrice et des inclusions de la surface des faces horizontales des fils

### 3.3.1.2. Section des fils

Tous les fils ont été observés en section. Les analyses effectuées ont permis de connaître les éléments présents dans les différents précipités observés. Le spectre obtenu pour les précipités présents dans la section du fil Copper NiTi 27°C est présenté, en exemple, sur la figure 22.

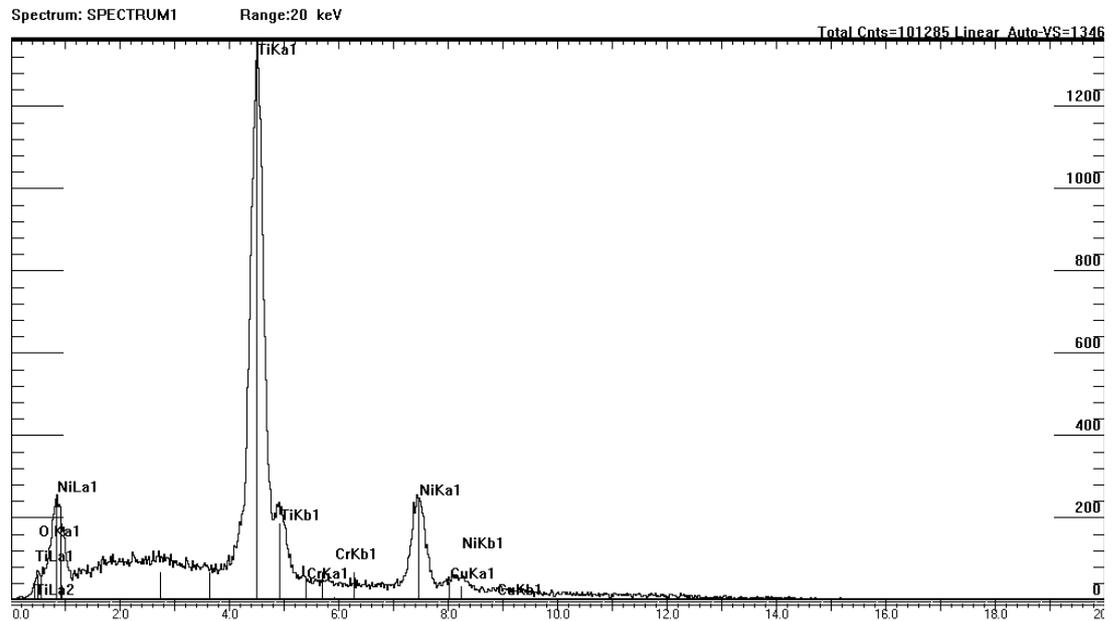


Figure 22 : Présence d'O, de Cr et de Cu dans les précipités gris présents dans la section du fil Copper NiTi 27°C

L'ensemble des résultats est présenté dans le tableau XIX.

| Type de fil          | Observations de la section des fils   | Composition des inclusions visibles en section  |
|----------------------|---|---|
| Neosentalloy 100g    | Formations noires d'1µm dues à la préparation<br>Formations grises de plus petite taille  |   |
| Nitinol              | Précipités gris de 3 µm   | Présence d'O dans les précipités  |
| Nitinol SE           | Précipités gris de 2 µm   | Présence d'O dans les précipités  |
| D-Rect               |   |   |
| Copper NiTi 27°C     | Précipités gris de 3-4 µm   | Présence dans les précipités de O et Cr et Cu   |
| Copper NiTi 35°C     | Précipités gris de 3-4 µm   |   |
| Neosentalloy 200g    | Précipités foncés d'1-2 µm  | Présence d'O dans les précipités  |
| Rematitan Lite       | Précipités gris de 4 µm   |   |
| Nitinol HA           | Précipités foncés d'1-2 µm et gris de 2-3 µm  |   |
| Rematitan Lite White | Précipités gris de 4-5 µm dans la matrice<br>Présence d'un placage à la surface du fil présentant une phase brillante et une phase sombre | Présence dans le placage d'O, Si, Ti<br>Présence d'O, Si, Ti et Ca dans les phases brillantes<br>Présence d'O, Si et Ti dans les phases sombres |
| Copper NiTi 40°C     | Précipités foncés de 2 µm   |   |

Tableau XIX: composition des précipités visibles en section

En conclusion, tous les précipités observés et analysés semblent être des oxydes de métaux comme le chrome, le silicium.

Le fil Rematitan Lite White présente une spécificité de par la présence de son placage. Les analyses ont révélé la présence de deux phases brillante et sombre dont la différence semble provenir de la présence ou non de calcium.

Toutes les observations réalisées au microscope électronique à balayage nous amènent à constater :

- une différence d'état surfacique,
- la présence de précipités en section,
- la présence d'un revêtement particulier dans le cas du fil Rematitan White Lite.

### 3.3.2. Analyse quantitative - Microsonde de Castaing

Afin de déterminer très précisément les compositions en éléments présents dans les différents fils étudiés, des analyses quantitatives à la microsonde de Castaing ont été effectuées. Les résultats obtenus sont reportés dans les

tableaux XX (fraction massique) et XXII (fraction atomique). Les écart-types des fractions massiques sont résumés dans le tableau XXI.

| Fraction massique des différents éléments (%) |      |      |     |      |      |     |       |
|---|------|------|-----|------|------|-----|-------|
|   | Ti   | Cr   | Mn  | Fe   | Ni   | Cu  | Total |
| <b>F2= Nitinol</b>                            | 45,6 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 54,6 | 0,0 | 100,2 |
| <b>F3= Nitinol SE</b>                         | 45,3 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 55,3 | 0,0 | 100,6 |
| <b>F9= Nitinol HA</b>                         | 45,4 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 55,0 | 0,0 | 100,4 |
| <b>F1= Neosentalloy 100 g</b>                 | 45,6 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 54,6 | 0,0 | 100,2 |
| <b>F7= Neosentalloy 200g</b>                  | 45,8 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 54,5 | 0,0 | 100,2 |
| <b>F5= Cu NiTi 27°C</b>                       | 45,9 | 0,2  | 0,0 | 0,0  | 48,4 | 5,7 | 100,3 |
| <b>F6= Cu NiTi 35°C</b>                       | 45,8 | 0,2  | 0,0 | 0,0  | 48,5 | 5,7 | 100,2 |
| <b>F11= Cu NiTi 40°C</b>                      | 46,1 | 0,2  | 0,0 | 0,0  | 48,4 | 5,8 | 100,6 |
| <b>F8= Rematitan Lite</b>                     | 45,5 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 54,8 | 0,0 | 100,3 |
| <b>F10= Rematitan Lite White</b>              | 43,7 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 54,3 | 0,0 | 98,0  |
| <b>F4= D-Rect</b>                             | 0,0  | 19,2 | 1,4 | 69,0 | 8,5  | 0,2 | 98,2  |

Tableau XX : Fraction massique des différents éléments (%)

| Ecart-type de la fraction massique des différents éléments (%) |      |      |      |      |      |      |
|--|------|------|------|------|------|------|
|  | Ti   | Cr   | Mn   | Fe   | Ni   | Cu   |
| <b>F2= Nitinol</b>   | 0,61 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 1,03 | 0,15 |
| <b>F3= Nitinol SE</b>  | 0,60 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 1,03 | 0,15 |
| <b>F9= Nitinol HA</b>  | 0,60 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 1,03 | 0,15 |
| <b>F1= Neosentalloy 100 g</b>                                  | 0,61 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 1,03 | 0,15 |
| <b>F7= Neosentalloy 200g</b>                                   | 0,61 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 1,02 | 0,15 |
| <b>F5= Cu NiTi 27°C</b>  | 0,61 | 0,08 | 0,06 | 0,06 | 0,96 | 0,38 |
| <b>F6= Cu NiTi 35°C</b>  | 0,61 | 0,08 | 0,06 | 0,06 | 0,96 | 0,38 |
| <b>F11= Cu NiTi 40°C</b>                                       | 0,61 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 0,96 | 0,38 |
| <b>F8= Rematitan Lite</b>                                      | 0,61 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 1,03 | 0,15 |
| <b>F10= Rematitan Lite White</b>                               | 0,59 | 0,07 | 0,06 | 0,06 | 1,03 | 0,15 |
| <b>F4= D-Rect</b>  | 0,05 | 0,42 | 0,11 | 0,90 | 0,41 | 0,17 |

Tableau XXI : Ecart-types des fractions massiques des différents éléments (%)

- Les fils Nitinol, Nitinol SE, Nitinol HA, Neosentalloy 100g et 200g, Rematitan Lite et Rematitan Lite White sont composés exclusivement de Ni (54 à 55% en fraction massique) et de Ti (45 à 46% en fraction massique) (Tableau XX). Ces alliages ne montrent que des différences minimales dans leur composition.
- Les alliages Cu NiTi se démarquent des fils précédents dans la mesure où leur fraction massique en Ni est diminuée à 48% environ et qu'ils sont pourvus de 5,7% de Cu et de traces de Cr (0,2%).
- Le fil D-Rect se caractérise par la composition d'un acier inoxydable.

| Fraction atomique des différents éléments (%) |      |      |     |      |      |     |       |
|---|------|------|-----|------|------|-----|-------|
|   | Ti   | Cr   | Mn  | Fe   | Ni   | Cu  | Total |
| F2= Nitinol                                   | 50,6 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 49,4 | 0,0 | 100,0 |
| F3= Nitinol SE                                | 50,1 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 49,9 | 0,0 | 100,1 |
| F9= Nitinol HA                                | 50,3 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 49,8 | 0,0 | 100,1 |
| F1= Neosentalloy 100 g                        | 50,6 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 49,4 | 0,0 | 100,1 |
| F7= Neosentalloy 200g                         | 50,8 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 49,3 | 0,0 | 100,1 |
| F5= Cu NiTi 27°C                              | 51,1 | 0,2  | 0,0 | 0,0  | 43,9 | 4,8 | 100,0 |
| F6= Cu NiTi 35°C                              | 51,0 | 0,2  | 0,0 | 0,0  | 44,0 | 4,8 | 100,0 |
| F11= Cu NiTi 40°C                             | 51,1 | 0,2  | 0,0 | 0,0  | 43,8 | 4,9 | 100,0 |
| F8= Rematitan Lite                            | 50,5 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 49,6 | 0,0 | 100,1 |
| F10= Rematitan Lite White                     | 49,7 | 0,0  | 0,0 | 0,0  | 50,4 | 0,0 | 100,1 |
| F4= D-Rect                                    | 0,0  | 20,8 | 1,4 | 69,5 | 8,1  | 0,2 | 100,0 |

Tableau XXII : Fraction atomique des différents éléments (%)

- Les alliages NiTi autres que les Copper NiTi sont équiatomiques en Ni et Ti alors que le Cu et le Cr constituent respectivement 4,8% et 0,2% des atomes des Copper NiTi aux dépens des atomes de Ni (Tableau XXII).

### 3.4. Analyse des températures de transformation

#### 3.4.1. Calorimétrie différentielle à balayage

Les transformations des alliages à base de nickel-titane qui sont endothermiques au chauffage et exothermiques au refroidissement, se traduisent par la présence de pics sur les courbes de calorimétrie différentielle à balayage.

L'analyse des spectres a permis de différencier deux catégories de fils : ceux dont les pics étaient inexistantes ou difficilement identifiables (Nitinol, Nitinol SE, Rematitan Lite, Rematitan Lite White), de ceux dont les transformations étaient sans équivoque (Neosentalloy 100g, Copper NiTi 27°C, Copper NiTi 35°C, Neosentalloy 200g, Nitinol HA, Copper NiTi 40°C).

Le fil D-Rect, quant à lui, se singularise par une courbe correspondant au comportement caractéristique d'un acier.

- Nous présentons deux exemples de courbes sur lesquelles les transformations ne peuvent être détectées ou sont peu distinctes : comportement des fils Nitinol (Figure 23) et Rematitan Lite (Figure 24).

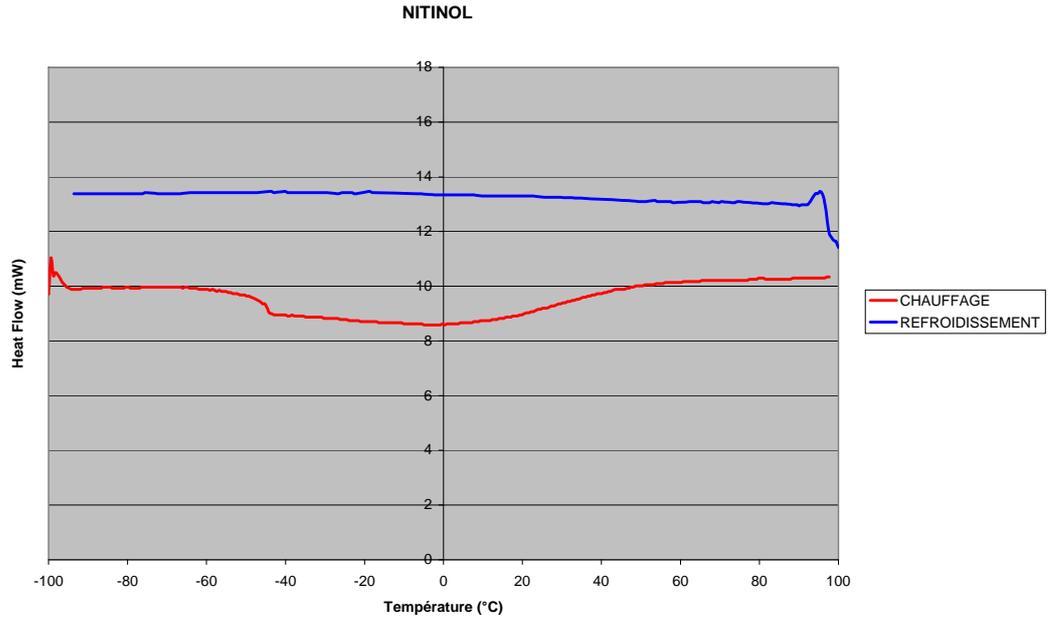


Figure 23 : Courbes de DSC au chauffage et refroidissement du fil Nitinol

La présence d'un pic large et fortement émoussé lors du chauffage du fil Nitinol correspond à la transformation directe de martensite en austénite (Figure 23). La température  $A_f$  de ce fil largement écroui est de 51°C.

Le Nitinol est donc sous forme martensitique tant à la température ambiante que buccale.

Aucun pic n'est décelable lors du refroidissement.

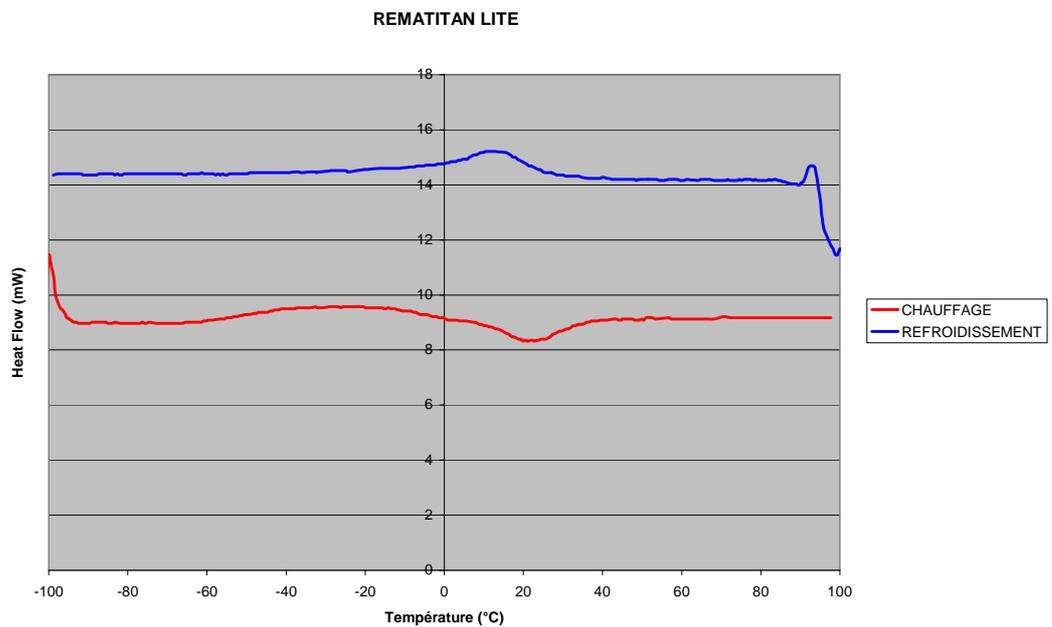


Figure 24 : Courbes de DSC au chauffage et refroidissement du fil Rematitan Lite

- Les courbes des Nitinol SE, Rematitan Lite et Rematitan Lite White ont permis d'identifier avec difficulté un pic au chauffage et un pic au refroidissement. Ces fils transitent donc directement de l'état martensitique à l'austénite lors du chauffage et inversement au refroidissement (Figure 24).

- Les autres fils présentent un profil calorimétrique dont les transitions sont sans équivoque. Plusieurs cas de figure sont constatés. Certains fils transitent directement de la martensite à l'austénite par opposition à ceux qui transitent par la phase-R intermédiaire. Tous les cas de figure de transition sont mis en évidence.

☞ La figure 25 montre la courbe obtenue pour le fil Copper NiTi 27°C, courbe caractérisée par un pic au chauffage et un pic lors du refroidissement.

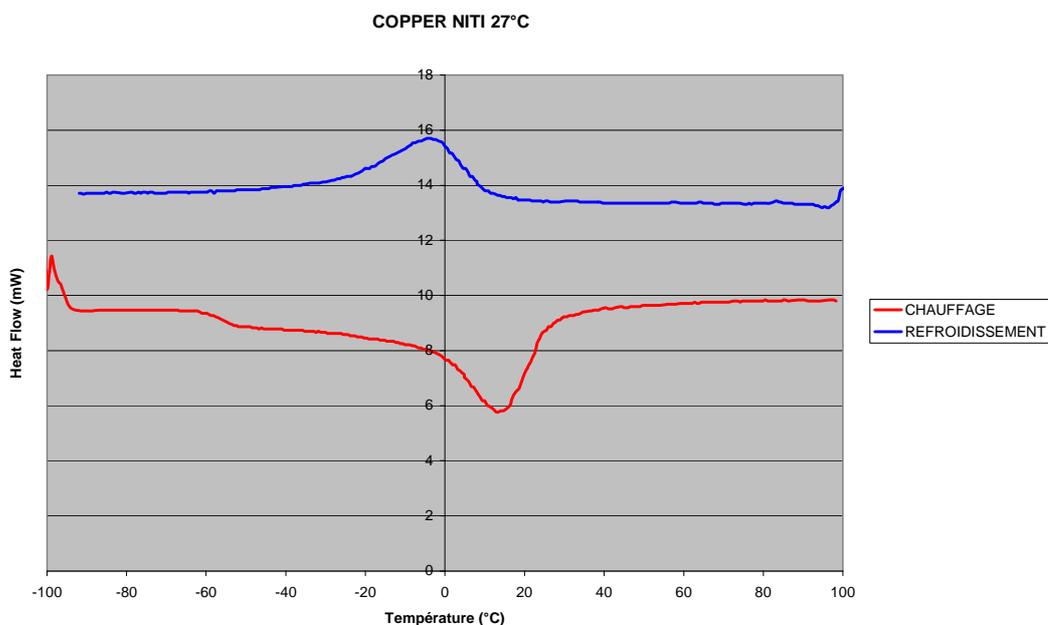


Figure 25 : Courbes de DSC au chauffage et refroidissement du fil Copper NiTi 27°C

Cette courbe, obtenue également pour le fil Copper NiTi 35°C (Figure 26) montre que ces deux fils transitent directement de l'état martensitique à l'état austénitique au chauffage et de manière réversible au refroidissement. Nous avons déterminé sur ces courbes les températures  $A_f$  de 27 et 31°C respectivement, pour les fils Copper NiTi 27°C et 35°C.

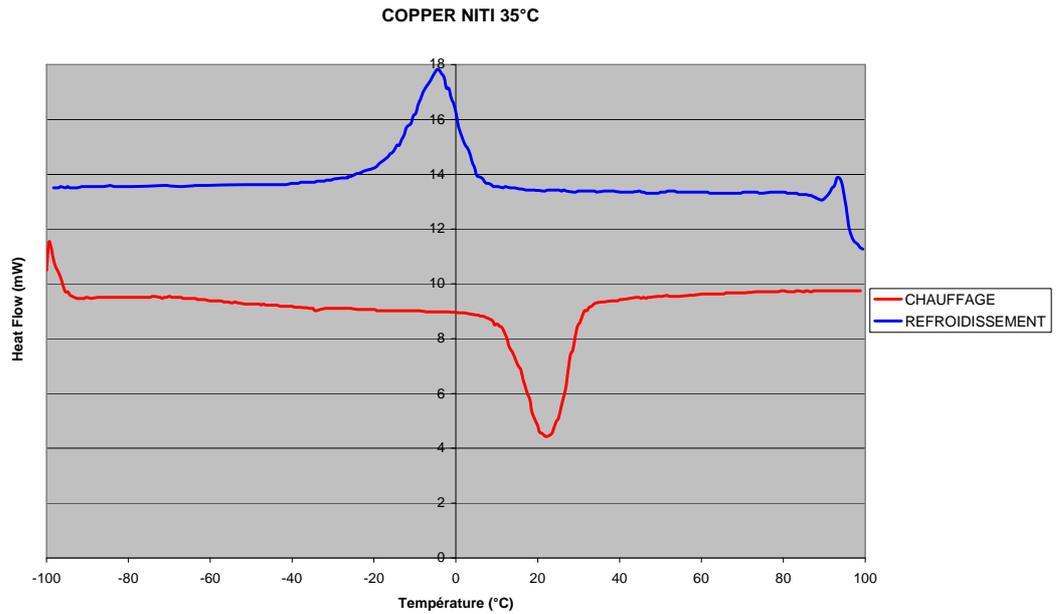


Figure 26 : Courbes de DSC au chauffage et refroidissement du fil Copper NiTi 35°C

☞ Un autre comportement a pu être mis en évidence avec le fil Copper NiTi 40°C dont la courbe, au chauffage, présente deux anomalies (Figure 27).

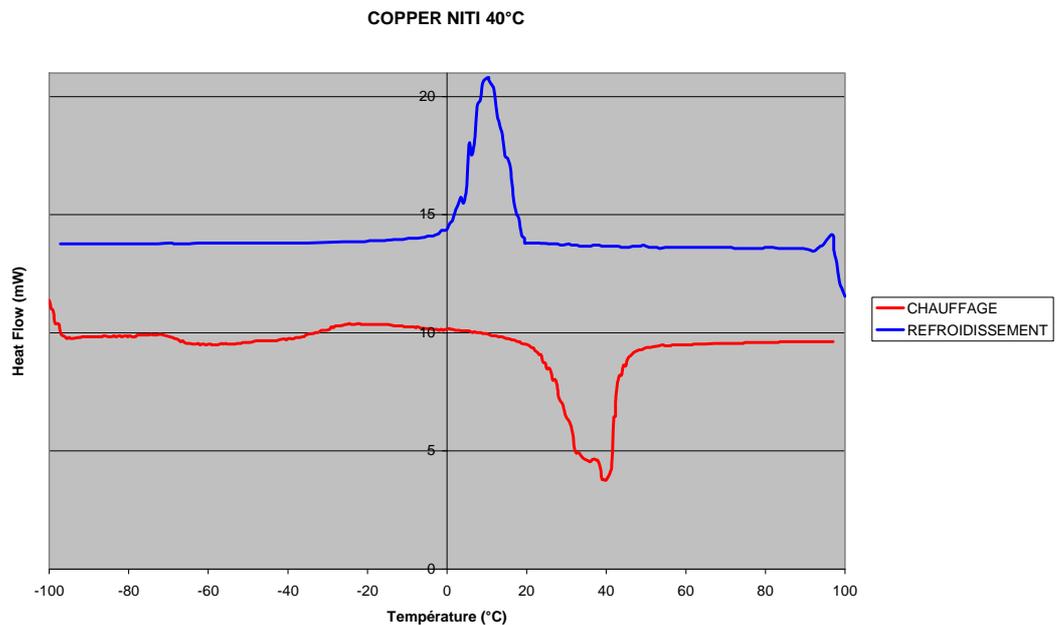


Figure 27 : Courbes de DSC au chauffage et refroidissement du fil Copper NiTi 40°C

Le fil Copper NiTi 40°C se singularise donc par la présence d'une phase-R intermédiaire lors du chauffage (Figure 27). En effet un double pic a pu être mis en évidence lors du passage de -100°C à +100°C. Son profil calorimétrique ainsi que ses températures  $R_s$  de 24°C et  $A_f$  de 44°C laissent à penser que ce fil est martensitique à température ambiante et sous forme d'un mélange de martensite et de phase-R à 35°C.

☞ Un troisième comportement concerne les fils Neosentalloy 200g et Nitinol HA dont les courbes présentent deux pics distincts lors du refroidissement alors qu'un seul pic est présent lors du chauffage (Figure 28).

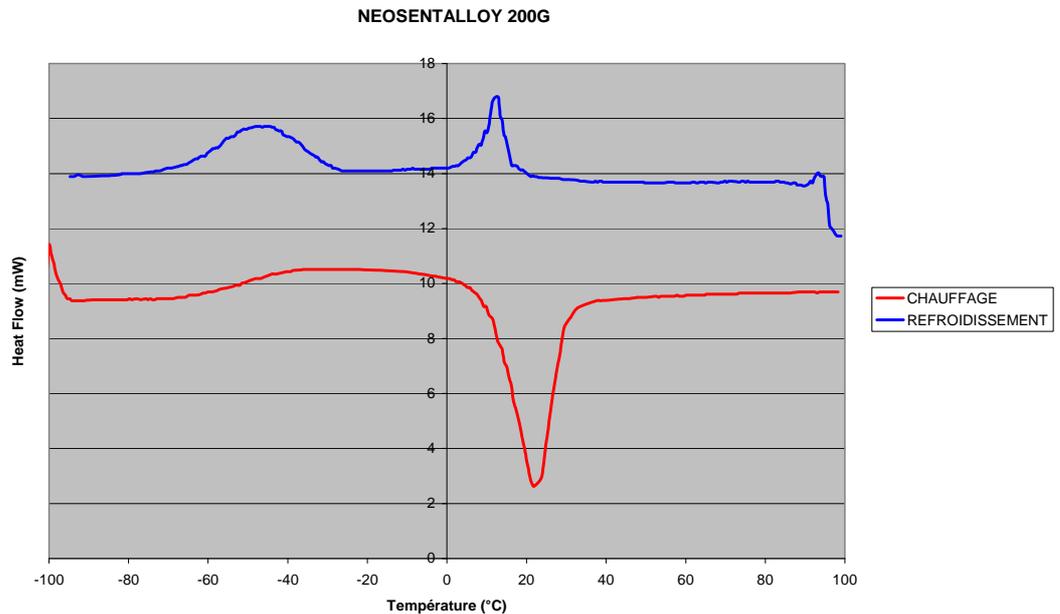


Figure 28 : Courbes de DSC au chauffage et refroidissement du fil Neosentalloy 200g

Les fils Neosentalloy 200g et Nitinol HA transitent directement de la martensite à l'austénite lors du chauffage alors qu'ils passent par une phase-R intermédiaire lors du refroidissement (Figure 28). Leurs courbes de DSC et leurs températures  $A_f$  respectives de 31 et 27°C indiquent qu'ils sont austénitiques à température buccale et sous forme d'un mélange de martensite et d'austénite à 20°C.

☞ Le dernier cas de figure est obtenu pour le fil Neosentalloy 100g dont la courbe est caractérisée par un double pic au chauffage et deux pics bien distincts au refroidissement (Figure 29).

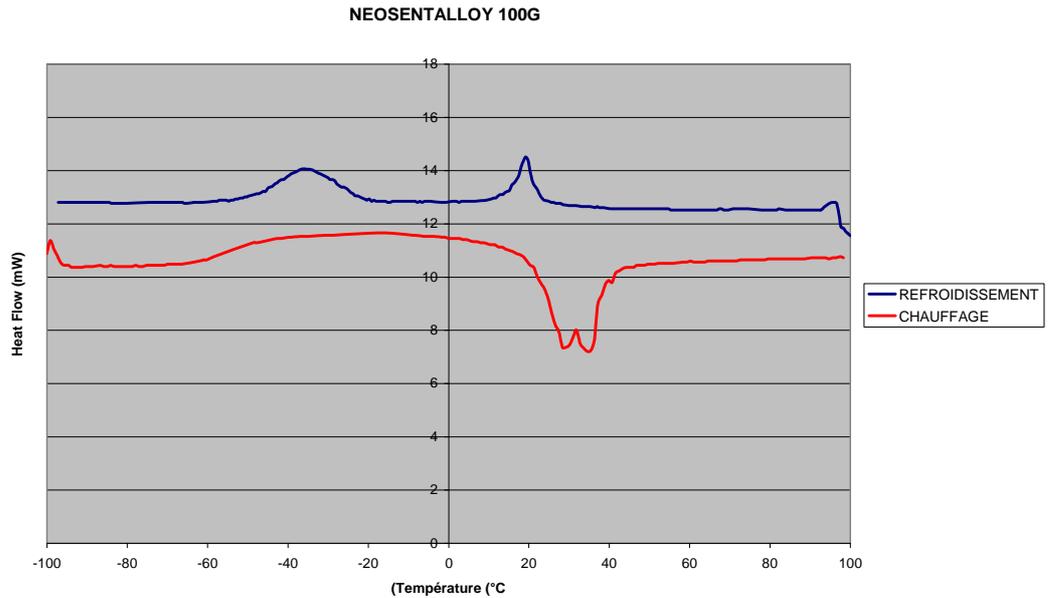


Figure 29 : Courbes de DSC au chauffage et refroidissement du fil Neosentalloy 100g

Le fil Neosentalloy 100g se singularise par sa transition par la phase-R intermédiaire tant au chauffage qu'au refroidissement. Sa courbe au chauffage et sa température Af de 39°C laissent supposer qu'à 35°C il est sous forme d'un mélange de phase-R et d'austénite, et à 20°C sous forme de martensite (Figure 29).

- Le fil en acier D-Rect n'a pas révélé de changement de phase dans les domaines de température étudiés (Figure 30).

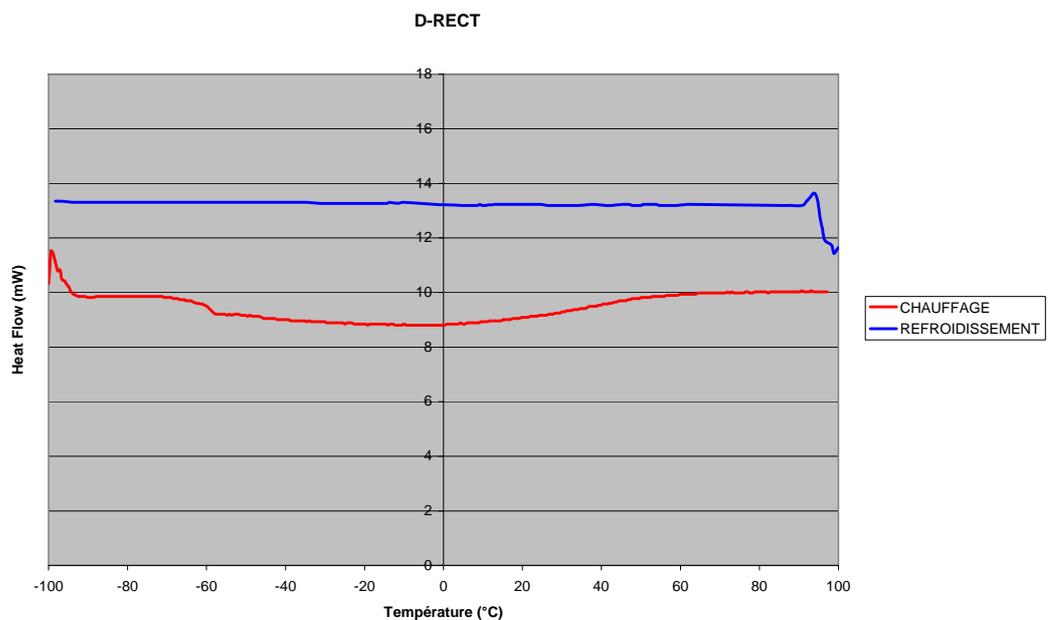


Figure 30 : Courbes de DSC au chauffage et refroidissement du fil en acier D-Rect

L'ensemble des courbes a permis de déterminer pour chaque fil les températures de transition qui sont résumées dans le tableau XXIII.

| Type de fil          | Chauffage      |                |                |                | Refroidissement |                |                |                |
|----------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-----------------|----------------|----------------|----------------|
|                      | R <sub>S</sub> | R <sub>F</sub> | A <sub>S</sub> | A <sub>F</sub> | R <sub>S</sub>  | R <sub>F</sub> | M <sub>S</sub> | M <sub>F</sub> |
| Nitinol              |                |                |                | 51°?           |                 |                |                |                |
| Nitinol SE           |                |                | ?              | 63°            |                 |                | 57°            | 17°            |
| Nitinol HA           |                |                | 9°             | 27°            | 23°             | -2°            | -41°           | -66°           |
| Neosentalloy 100g    | 20°            | ?              | ?              | 39°            | 23°             | 14             | -20°           | -50°           |
| Neosentalloy 200g    |                |                | 10°            | 31°            | 17°             | 7°             | -26°           | -68°           |
| Copper NiTi 27°C     |                |                | -1°            | 27°            |                 |                | 12°            | -25°           |
| Copper NiTi 35°C     |                |                | 12°            | 31°            |                 |                | 7°             | -18°           |
| Copper NiTi 40°C     | 24°            | ?              | ?              | 44°            |                 |                | 20°            | 1°             |
| Rematitan Lite       |                |                |                | 37°            |                 |                | 29°            | -5°            |
| Rematitan Lite White |                |                | ?              | 41°            |                 |                | 31°            | -8°            |

Tableau XXIII : températures de transition des différents fils à base de nickel-titane

Les températures de transition des fils nickel-titane reflètent les changements de phase variés. Les températures A<sub>F</sub> minimale et maximale relevées ont été de 27 et de 63°C. Les fils Nitinol, Nitinol SE, Neosentalloy 100g, Copper NiTi 40°C, Rematitan Lite et Rematitan Lite White sont tous caractérisés par une température A<sub>F</sub> supérieure à 35°C.

Les transitions variées des fils constatées lors du chauffage sont illustrées par la Figure 31.

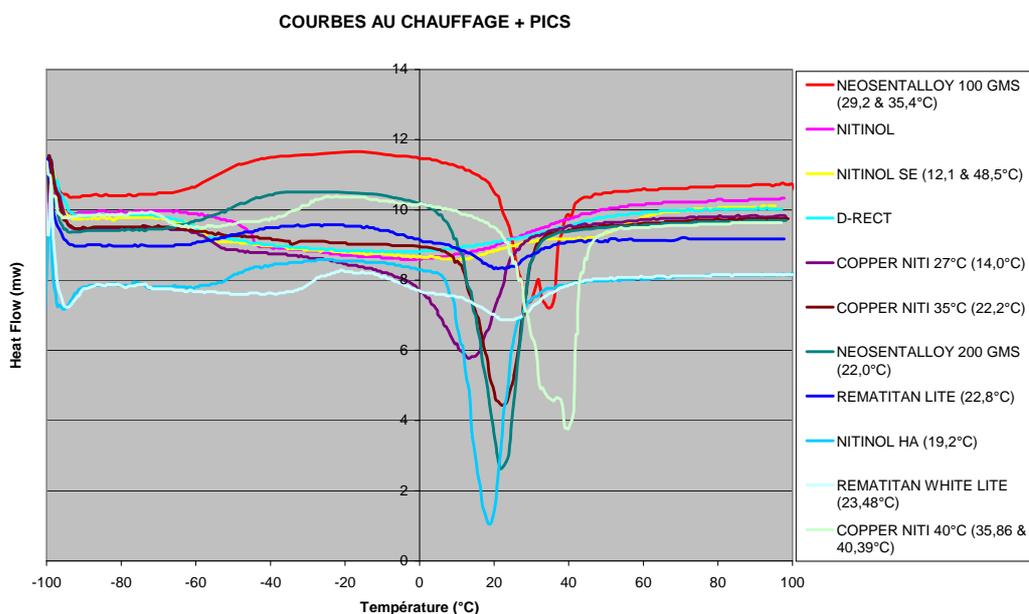


Figure 31 : Superposition des courbes de DSC au chauffage

Les pics de transformation ont été confrontés aux températures (20, 35 et 55°C) utilisées lors des tests en torsion (Figure 32). Cette figure illustre la

nature variée des phases en présence dans les différents fils lors des tests mécaniques simulant leur utilisation clinique.

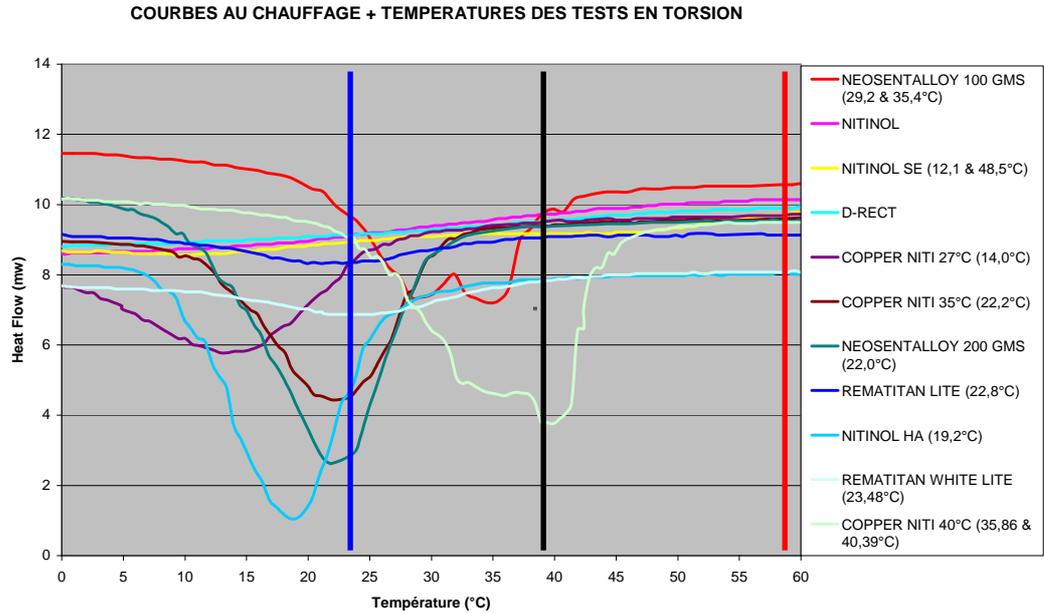


Figure 32 : Superposition des courbes de DSC au chauffage et des températures de 20, 35 et 55°C utilisées lors des tests en torsion

De la même manière, la superposition des courbes au refroidissement ont confirmé cette variabilité constatée dans les transitions de phase (Figure 33).

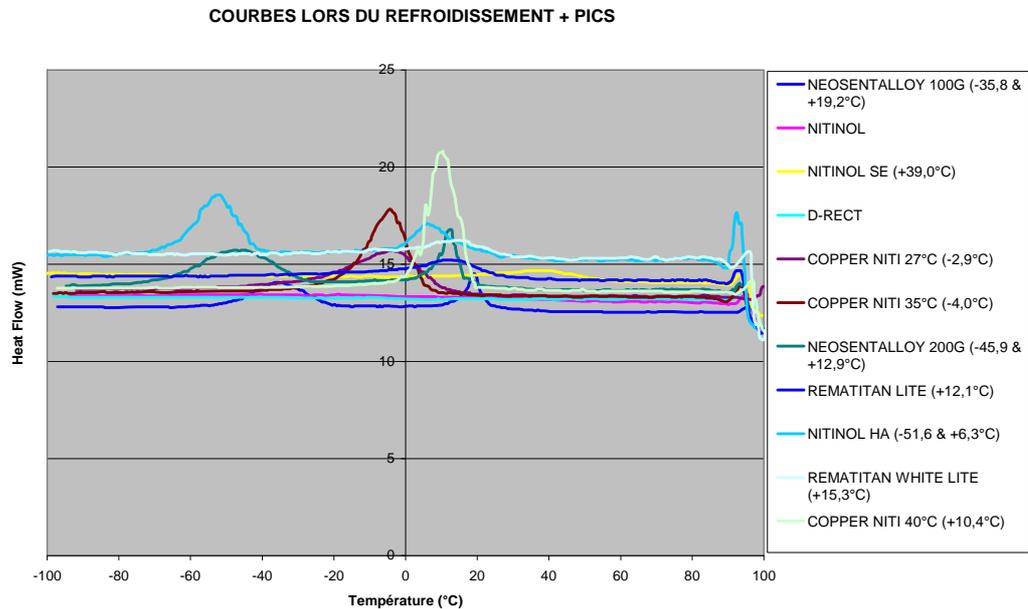


Figure 33 : Superposition des courbes de DSC lors du refroidissement

### 3.4.2. Diffraction des rayons X

Afin de vérifier la présence des différentes phases cristallines en fonction de la température, nous avons sélectionné deux fils orthodontiques : les Neosentalloy

100g et Copper NiTi 35°C que nous avons caractérisés par diffraction des rayons X en fonction de la température.  
 Avant de présenter les résultats obtenus, nous rappelons les données cristallographiques des trois phases classiquement présentes dans des alliages NiTi : phase austénitique, phase-R et phase martensitique.

### 3.4.2.1. Données cristallographiques des différentes phases des alliages NiTi

#### 3.4.2.1.1. Phase austénitique

- Système et groupe d'espace  
 Système cubique  
 Groupe d'espace  $P m \bar{3} m$
- Paramètres de maille  
 $a = b = c = 3,001 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$   
 (Van Loo FJJ, Bastin GF, Leenen AJH. Phase relations in the ternary Ti-Ni-Cu system at 800 and 870°C. Journal of less common metals 1978;57:111-121.)
- Structure en 3D

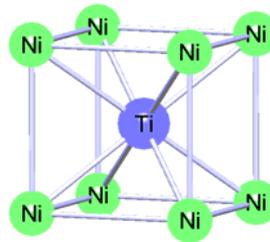


Figure 34: structure en 3D de l'austénite

- Diffractogramme calculé

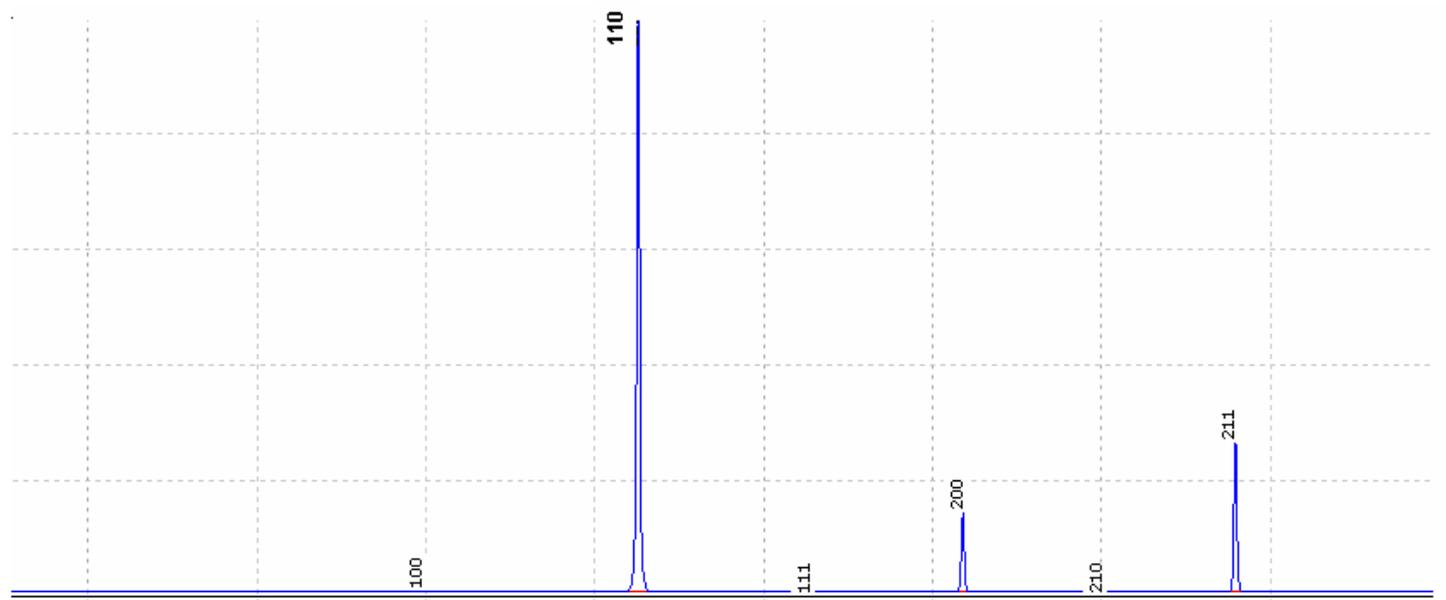


Figure 35 : diffractogramme calculé ( $\lambda=1,5406 \text{ \AA}$ ) de l'austénite

### 3.4.2.1.2. Phase R

- Système et groupe d'espace  
Système trigonal  
Groupe d'espace : P-3
- Paramètres de maille  
 $a = b = 0,73541(9)$ ,  $c = 0,52834(7)$  nm,  $\alpha = 90$ ,  $\beta = 90$ ,  $\gamma = 120^\circ$   
(Goryczka T, Morawiec H. Structure studies of the R-phase using diffraction methods. Journal of alloys and compounds 2004;367:137-141.)
- Structure en 3D

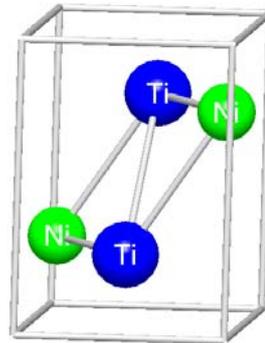


Figure 36 : structure en 3D de la phase R

- Diffractogramme calculé

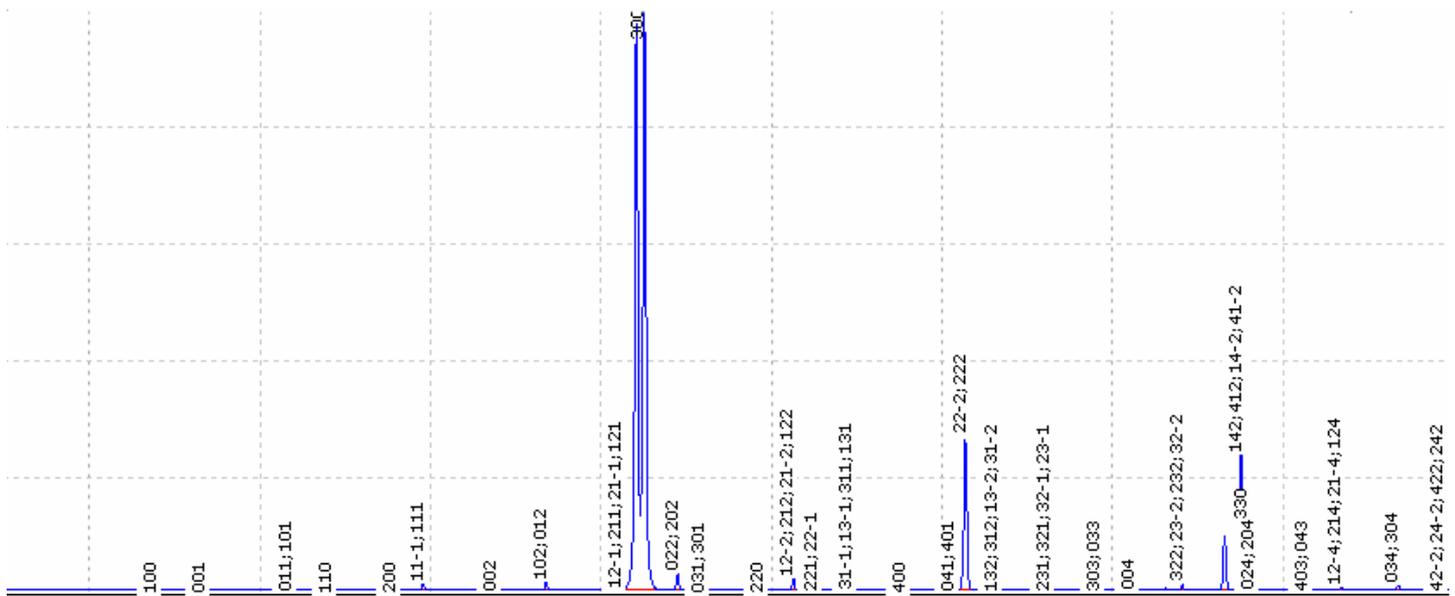


Figure 37 : diffractogramme calculé ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) de la phase R

### 3.4.2.1.3. Phase martensitique

- Système et groupe d'espace  
Système monoclinique  
Groupe d'espace :  $P 1 2_1/m 1$
- Paramètres de maille  
 $a = 2,885(4) \text{ \AA}$ ,  $b = 4,120(5) \text{ \AA}$ ,  $c = 4,622(5) \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \gamma = 90^\circ$ ,  $\beta = 96,8(10)^\circ$   
(Michal GM, Sinclair R. The structure of TiNi martensite. Acta Crystallographica Section B 1981;37:1803-1807.)
- Structure en 3D

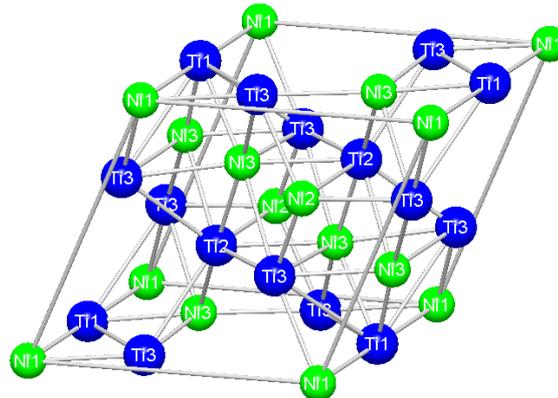


Figure 38 : structure 3D de la martensite

- Diffractogramme calculé

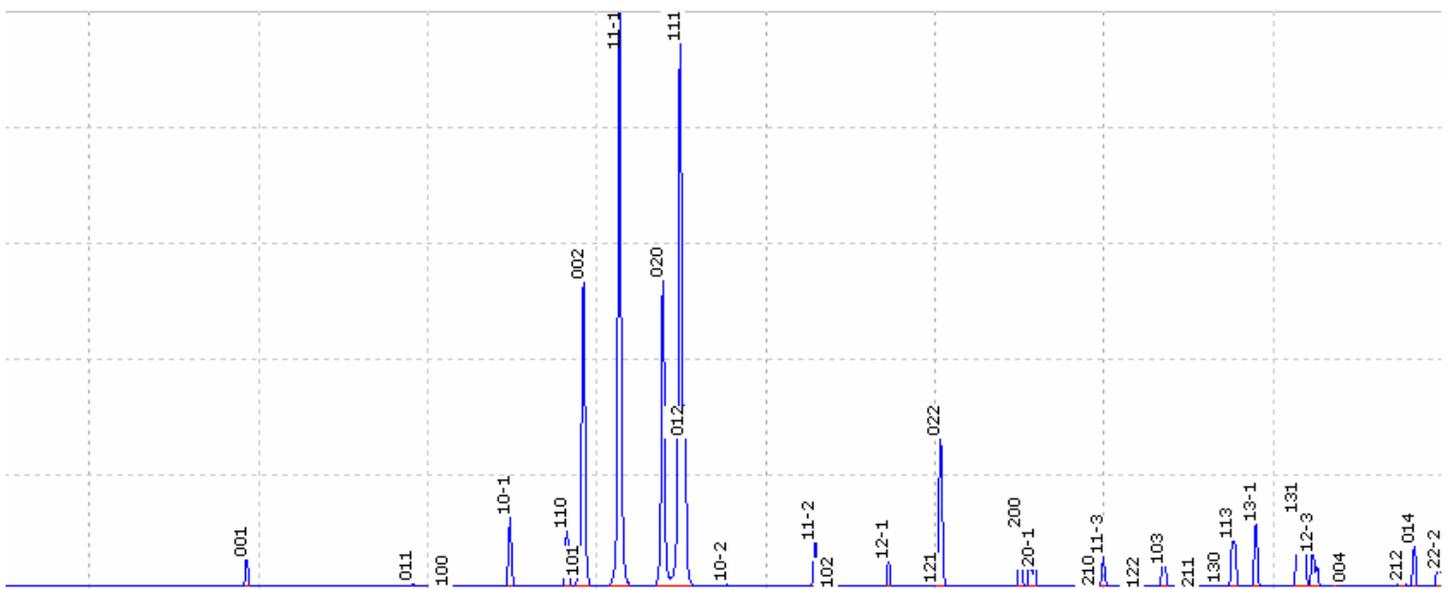


Figure 39 : diffractogramme calculé ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) de la martensite

Si l'on se concentre sur les raies de diffraction principales, on décèle dans le même domaine angulaire un simple pic pour l'austénite, un double pic pour la phase-R, et enfin un quadruple pic pour la martensite.

### 3.4.2.2. Diffraction des rayons X des fils orthodontiques

Deux échantillons représentatifs des Neosentalloy et des Copper NiTi ont été sélectionnés afin d'illustrer les transitions en 1 ou 2 temps : les fils Neosentalloy 100g et Copper NiTi 35°C.

#### 3.4.2.2.1. Diffraction des rayons X du fil Neosentalloy 100g

Rappelons nous que, suivant les résultats de calorimétrie différentielle à balayage, le fil Neosentalloy 100 g illustre les transitions en 2 temps. En effet, ce fil transite au chauffage de -100°C à +100°C d'un état martensitique à une phase-R intermédiaire pour atteindre ultimement le domaine austénitique, et suit les transformations inverses lors du refroidissement.

- Diffraction des rayons X du fil Neosentalloy 100g à température ambiante

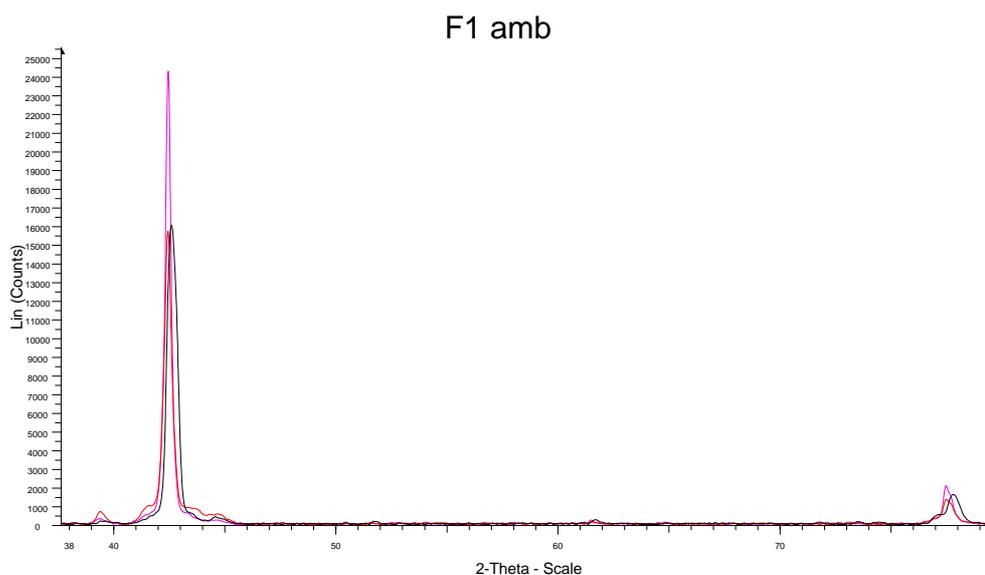


Figure 40 : Diffractogrammes du fil Neosentalloy 100g à température ambiante avant cycle thermique (tracé noir), après chauffage (tracé rose), après refroidissement (tracé rouge)

Les pics présents sur les spectres du Neosentalloy 100g à température ambiante correspondent à ceux de la phase mère austénitique (texture 110) (Figure 40).

- Diffraction des rayons X du fil Neosentalloy 100g lors du chauffage de -100°C à +100°C

Rappelons que nous avons observé sur la courbe DSC en chauffage, un double pic qui débute à 20°C (Rs) pour finir à 39°C (Af). Ce double pic peut être attribué à deux

transformations très proches de martensite vers la phase-R puis vers l'austénite.

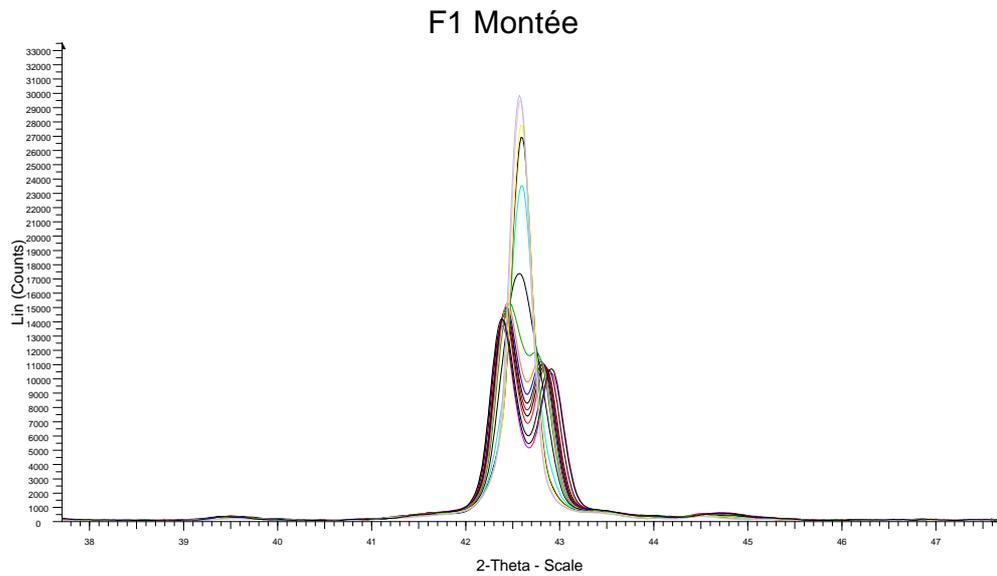


Figure 41 : thermogramme du fil Neosentalloy 100g lors du chauffage de -100°C à +100°C ( $2\theta=38\sim 48^\circ$ )

Le thermogramme (Figure 41) montre l'évolution d'un double pic vers un pic unique.

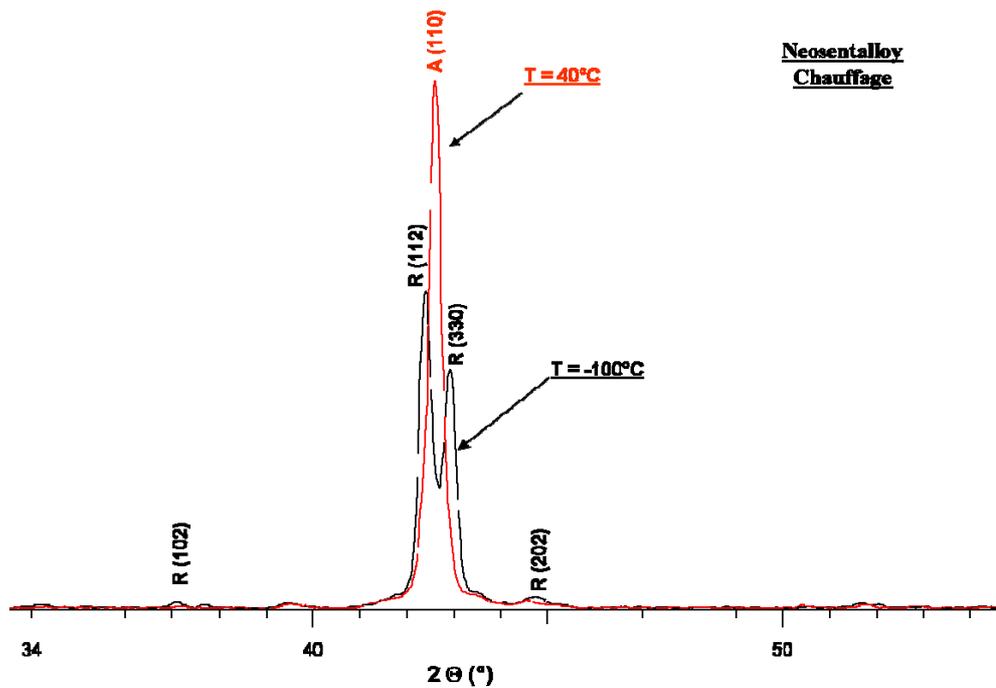


Figure 42 : diffractogrammes à -100°C et 40°C du Neosentalloy 100g lors du chauffage ( $2\theta=34\sim 54^\circ$ )

L'indexation révèle qu'à -100°C, la phase-R est majoritaire et la martensite est absente ou peu représentée. En température, on

constate une évolution vers l'austénite quand la température est supérieure à 39°C (Figure 42).

Donc, nos mesures montrent que lorsque l'on passe rapidement de Tamb à -100°C, le fil Neosentalloy 100g reste majoritairement en phase R. Lors du chauffage à 10°C/min, il repasse sous forme austénitique ce qui est en accord avec nos résultats de calorimétrie différentielle à balayage.

- Diffraction des rayons X du Neosentalloy 100g lors du refroidissement de +100°C à -100°C

On distingue sur la courbe DSC deux pics bien distincts avec un pic que l'on attribue à la transformation austénite vers la phase- R ( $R_s = 23^\circ\text{C}$  et  $R_f = 14^\circ\text{C}$ ) et un autre qui correspond à transition de la phase-R vers la martensite ( $M_s = -20^\circ\text{C}$  et  $M_f = -50^\circ\text{C}$ ).

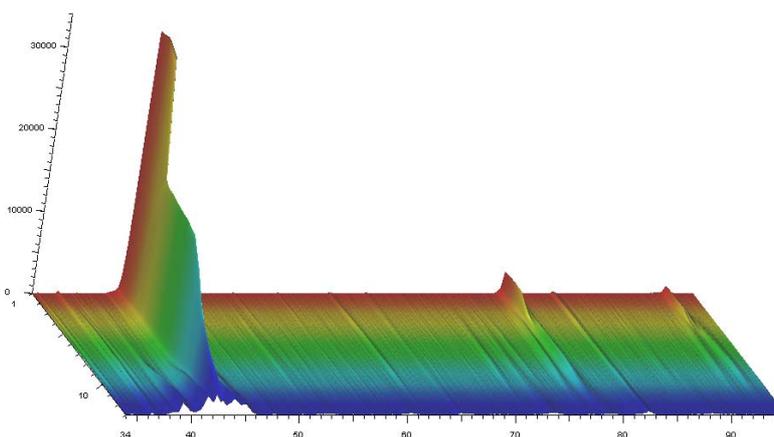


Figure 43 : thermogramme du Neosentalloy 100g lors du refroidissement de +100°C à -100°C

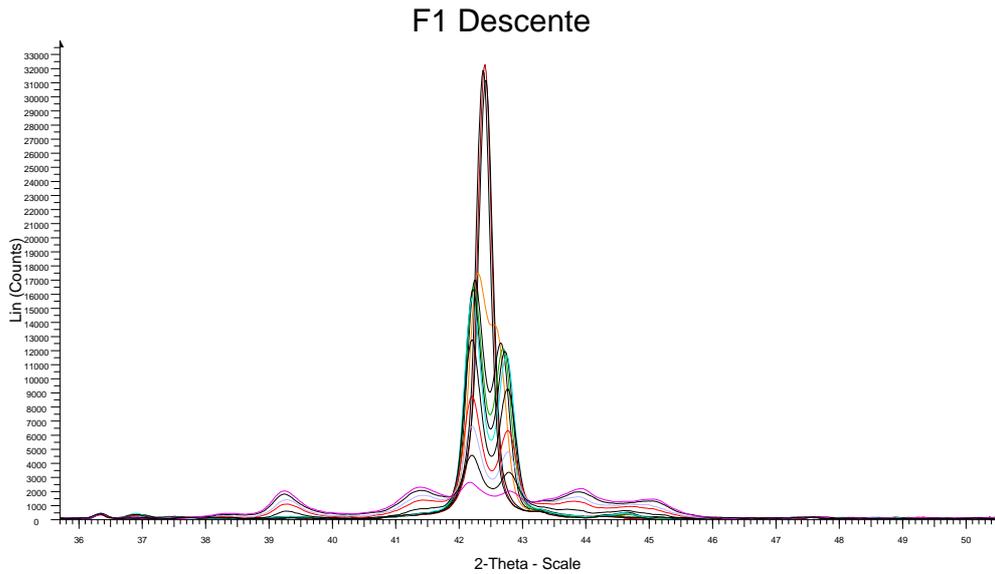


Figure 44 : thermogramme du fil Neosentalloy 100g lors du refroidissement de +100°C à -100°C ( $2\theta=36\sim 50^\circ$ )

Les figures 43 et 44 présentent le thermogramme obtenu pour le fil Neosentalloy 100g lors du refroidissement de +100°C à -100°C. Ce thermogramme est caractérisé dans le domaine angulaire  $36^\circ < 2\theta < 50^\circ$  par l'évolution d'un pic simple vers un double pic puis vers un pic quadruple.

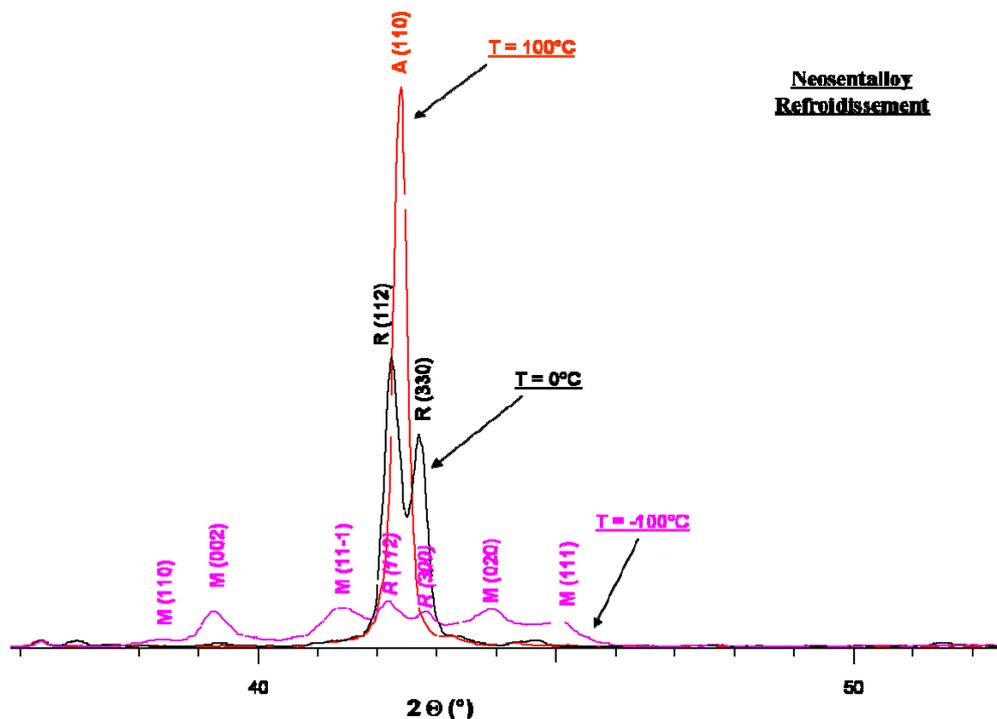


Figure 45 : diffractogrammes du Neosentalloy 100g lors du refroidissement, zoom de  $2\theta=36^\circ$  à  $52^\circ$

L'indexation des diffractogrammes à différentes températures choisies judicieusement permet de montrer (Figure 45) :

- à 100°C la présence d'austénite
- à 0°C, température inférieure à  $R_f$  (+14°C), présence de phase R
- à -100°C (au-dessous de  $M_f$ ), présence de martensite et de phase-R.

Ces résultats sont en accord avec les mesures effectuées en DSC puisque les températures de transition déterminées sont :  $R_S = 23^\circ\text{C}$ ,  $R_f = 14^\circ\text{C}$ ,  $M_S = -20^\circ\text{C}$  et  $M_f = -50^\circ\text{C}$ .

La présence de phase R pourrait être due au fait que, lorsque l'on réalise les thermogrammes X, la thermalisation des fils n'est pas identique à celle des mêmes fils dans leur capsule de DSC.

### 3.4.2.2.2. Diffraction des rayons X du fil Copper NiTi 35°C

Selon les résultats de la calorimétrie différentielle à balayage, le fil Copper NiTi 35°C change d'état au chauffage et au refroidissement sans transiter par la phase-R intermédiaire.

- Diffraction des rayons X du fil Copper NiTi 35°C à température ambiante

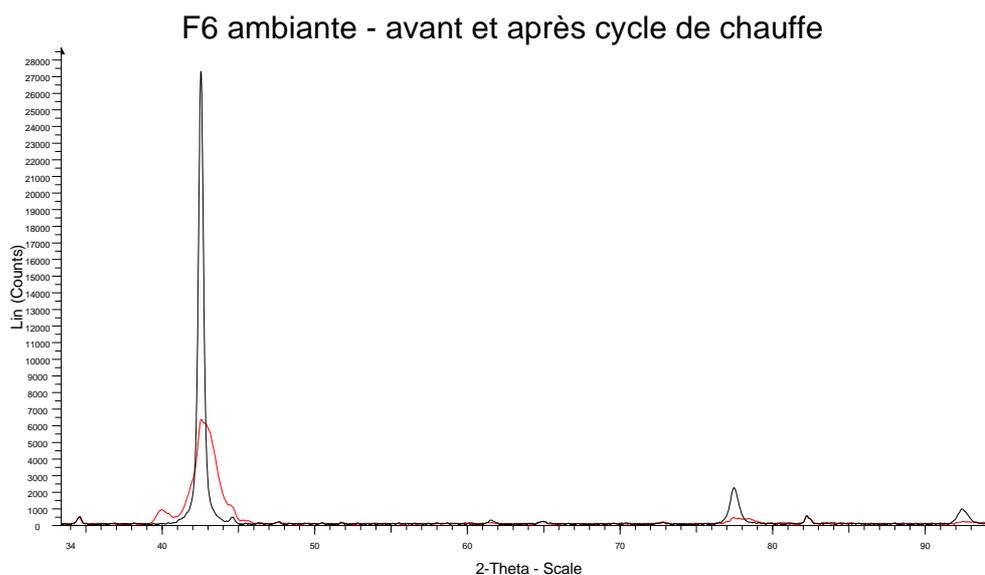


Figure 46 : diffractogrammes du Copper NiTi 35°C à température ambiante avant cycle thermique (tracé noir) et après chauffage (tracé rouge)

Les pic présents sur le spectre du Copper NiTi 35°C à température ambiante avant tout cycle thermique, correspondent bel et bien à ceux de la phase mère austénitique (texture 110) (Figure 46).

- Diffraction des rayons X du fil Copper NiTi 35°C lors du chauffage de -100 à +100°

On observe sur la courbe DSC en chauffage un seul pic qui débute à 12°C ( $A_s$ ) et finit à 31°C ( $A_f$ ) que l'on peut attribuer à la transformation de la martensite vers l'austénite.

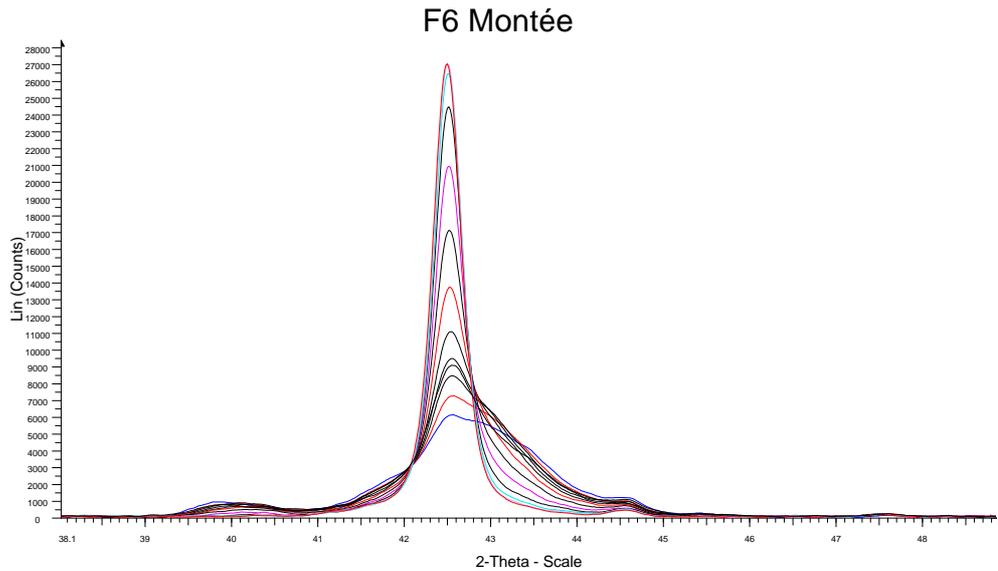


Figure 47: Superposition des diffractogrammes du fil Copper NiTi 35°C lors du chauffage de -100°C à +100°C ( $2\theta=38^\circ$  à  $49^\circ$ )

Les pics de diffraction de la martensite sont moins bien définis que dans l'échantillon Neosentalloy 100g (Figure 47). De ce fait, le quadruplé attendu est en fait une raie très large aux alentours de  $2\theta = 42^\circ$ . Afin d'appréhender le passage de la martensite vers l'austénite, il faut observer l'évolution de la raie caractéristique de la martensite (raie M(110) dont l'angle de diffraction est environ  $2\theta = 40^\circ$ ) (Figure 48). Le passage vers l'austénite s'accompagne aussi par le pic le plus intense autour de  $2\theta = 42^\circ$  qui « s'affine » pour devenir unique à température croissante.

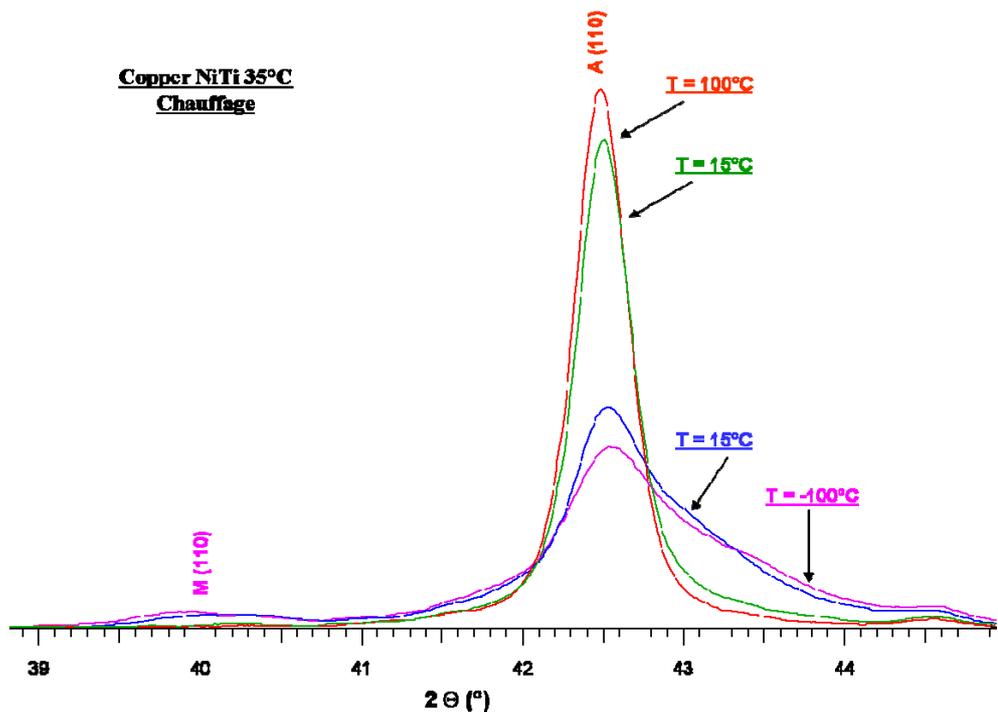


Figure 48 : diffractogrammes du Copper NiTi 35°C lors du chauffage, zoom de  $2\theta=39^{\circ}$  à  $45^{\circ}$

Grâce à l'évolution de l'intensité de la raie M(110) (Figure 48), on observe en effet que l'intensité de cette raie diminue sur les diffractogrammes aux alentours de la température de  $15^{\circ}\text{C}$  (correspondant à  $A_s$ ). Cette raie disparaît sur les diffractogrammes réalisés aux températures supérieures ou égales à  $35^{\circ}\text{C}$  (correspondance avec  $A_f$ ). Il y a bon accord entre les résultats de calorimétrie (DSC) et de diffraction (DRX).

- Diffraction des rayons X du fil Copper NiTi 35°C lors du refroidissement de  $+100$  à  $-100^{\circ}\text{C}$

Un seul pic peut être mis en évidence sur la courbe DSC, débutant à  $+7^{\circ}\text{C}$  pour finir à  $-18^{\circ}\text{C}$ . Ce pic correspond à la transformation de l'austénite vers la martensite.

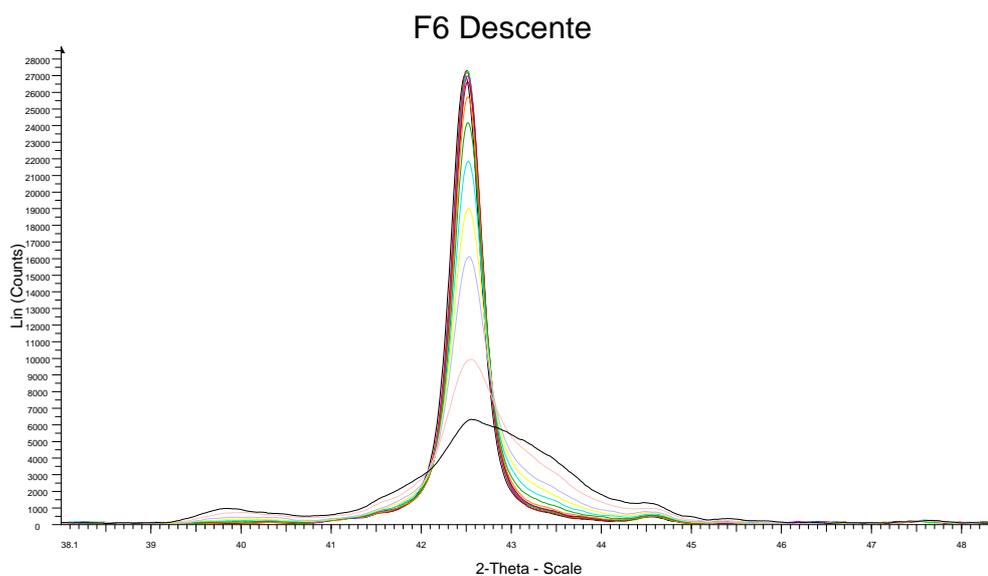


Figure 49: superposition des diffractogrammes du fil Copper NiTi 35°C lors du refroidissement de +100°C à -100°C

Le fil Copper NiTi 35°C va transiter directement de l'état austénitique à la martensite en se refroidissant de +100 à -100°C (Figure 49). Comme précédemment, les pics de la martensite sont mal définis. Pour comprendre l'évolution, on regarde comment le pic autour de 40°C évolue et comment se passe l'élargissement du pic intense en  $2\theta = 42^\circ$ .

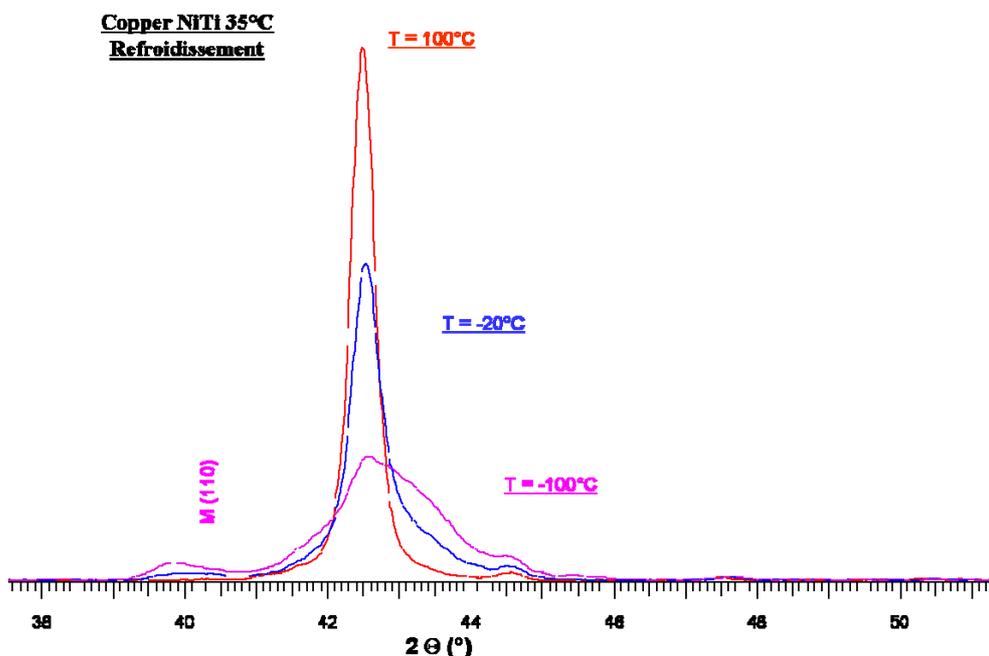


Figure 50 : diffractogrammes du Copper NiTi 35°C lors du refroidissement, zoom de  $2\theta=38^\circ$  à  $51^\circ$

Sur ce zoom (Figure 50), l'évolution des intensités et largeur des raies de diffraction confirme les résultats DSC avec une

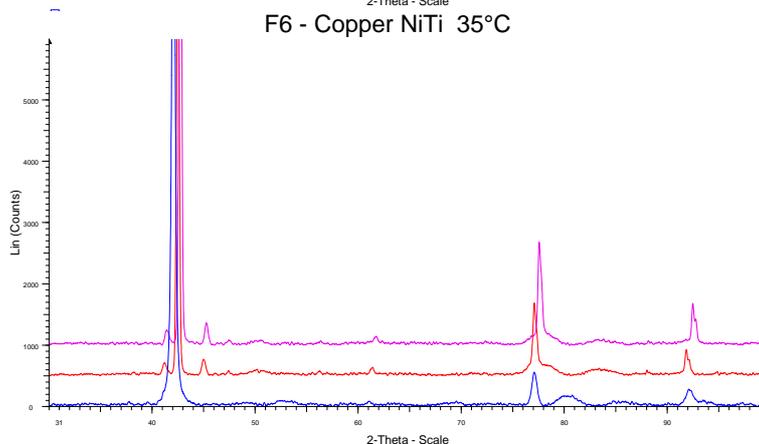
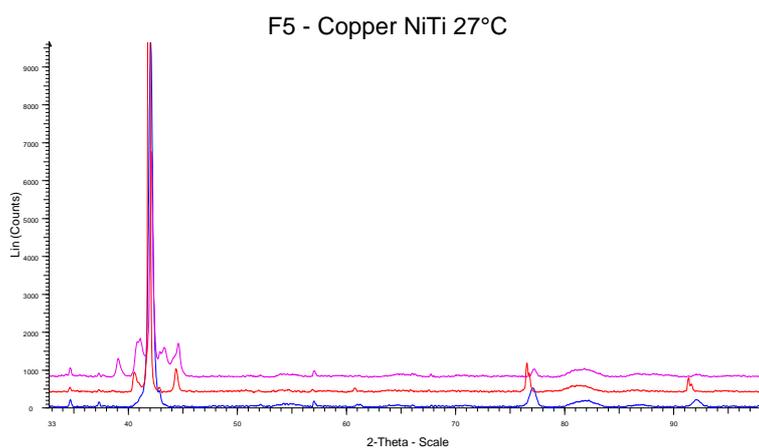
transition de l'austénite vers la martensite aux mêmes températures.

### 3.4.2.2.3. Comparaison des diffractogrammes aux rayons X des fils Copper NiTi 27, 35 et 40°C à température ambiante, après un recuit à 500°C, et à température ambiante après recuit.

Un traitement thermique de recuit a été réalisé à 500°C sur les trois versions des Copper NiTi (25, 35 et 40°C). Un diffractogramme a été réalisé successivement pour chacun de ces fils à température ambiante avant recuit, à 500°C après recuit, puis à température ambiante après recuit.

L'objet de cette expérimentation a été de vérifier si le recuit permettait de retrouver le même diffractogramme dans les trois déclinaisons des Copper NiTi (Figure 51).

Une similitude des spectres bleus nous laisse penser que ces trois déclinaisons de Copper NiTi, possédant une composition pondérale similaire, ne diffèrent entre eux que par leur passé mécanique et thermique que le fabricant leur a fait subir. Le recuit à 500°C nous permettrait de retrouver ainsi un même produit.



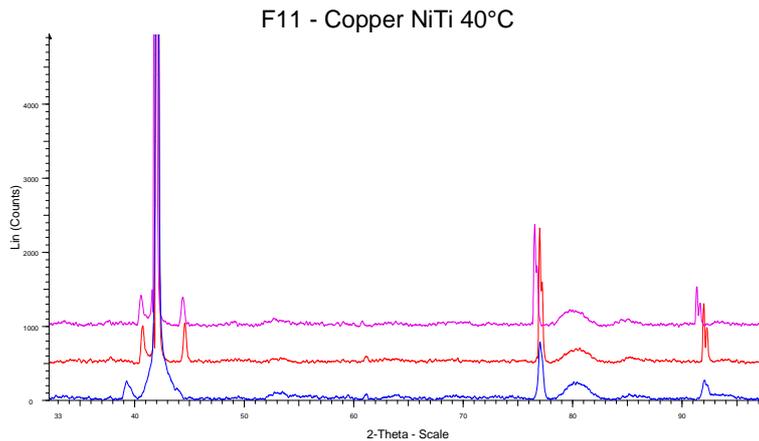


Figure 51 : diffractogrammes des Copper NiTi 27, 35 et 40°C, respectivement à température ambiante avant recuit (tracé rouge), à 500°C après recuit (tracé rose), à température ambiante après recuit (tracé noir)

### 3.5. Analyse en torsion

Les fils orthodontiques ont été testés dans des conditions reproduisant au mieux leur utilisation clinique. Ils ont ainsi été soumis à des torsions à :

- 20°C, température transitoire de la cavité buccale lors de l'ingestion d'une boisson froide ou d'une glace
- 35°C, température de référence intra-buccale
- 55°C, température passagère que l'on peut constater en bouche après ingestion d'une boisson chaude telle qu'un chocolat chaud ou un café.

#### 3.5.1. Tests en torsion des fils orthodontiques à 20°C

Tous les fils de type nickel-titane inclus dans l'étude sont commercialisés comme étant dotés de propriétés superélastiques, à l'unique exception de l'alliage le plus ancien : le fil Nitinol.

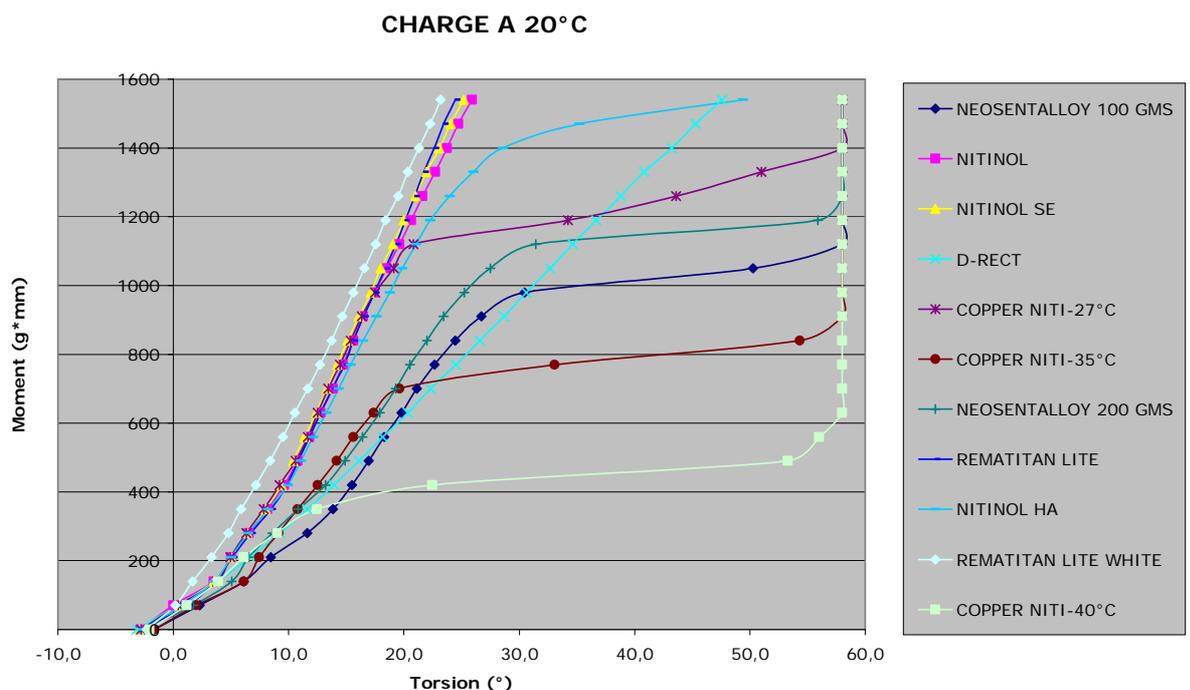
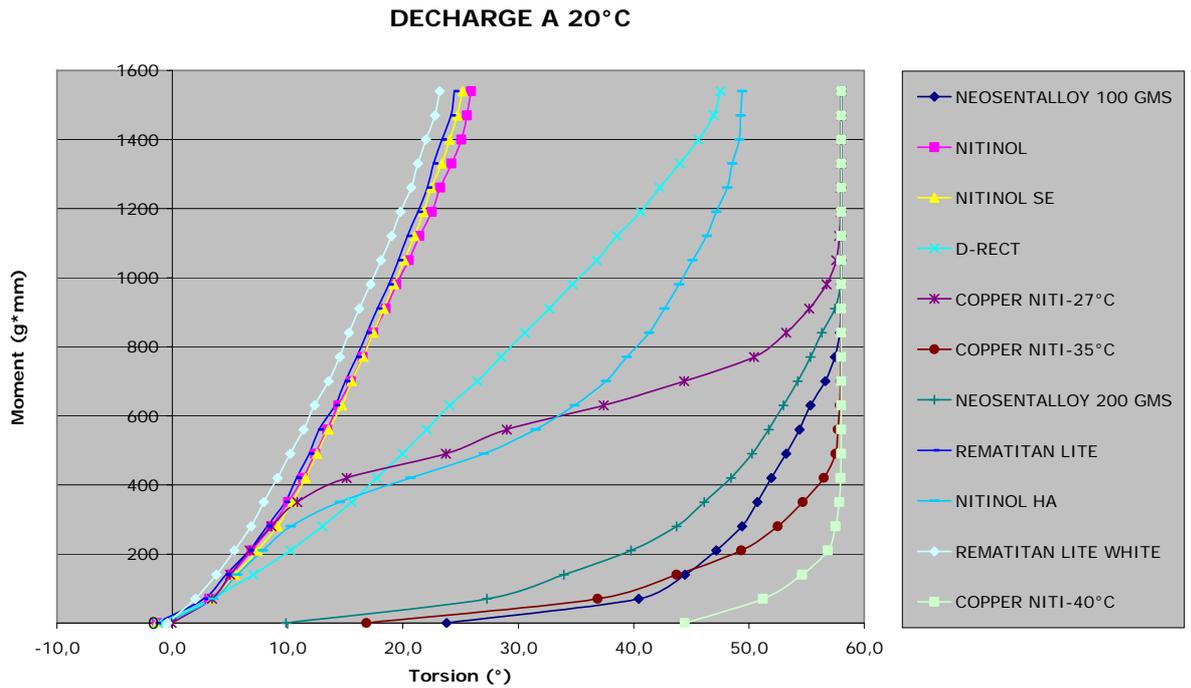


Figure 52 : Charge en torsion des fils orthodontiques à 20°C



Force est de constater qu'à 20°C (Figures 52 & 53) :

- ❖ seuls 6 fils NiTi sur 9 possèdent des propriétés de superélasticité : les fils Nitinol HA, Copper NiTi 27°C, Neosentalloy 200g, Neosentalloy 100g, Copper NiTi 35°C et Copper NiTi 40°C. De plus, la plupart de ces fils conservent une déformation permanente lors de leur désactivation.
- ❖ 4 fils de type nickel-titane ne sont pas superélastiques : ce sont par ordre de rigidité décroissante les Rematitan Lite White, Rematitan Lite, Nitinol SE, Nitinol. La pente Moment/Torsion de tous ces fils est élevée. Les fils Rematitan Lite White, Rematitan Lite, Nitinol SE ne possèdent pas les propriétés vantées par leurs distributeurs.
- ❖ 1 fil de raideur intermédiaire non-superélastique traverse en diagonale notre schéma contrainte-déformation: le fil en acier tressé D-Rect. Ce dernier présente un rapport Moment/Torsion inférieur aux 4 fils sus-nommés et donc des propriétés mécaniques plus favorables.

### 3.5.2. Tests en torsion des fils orthodontiques à 35°C

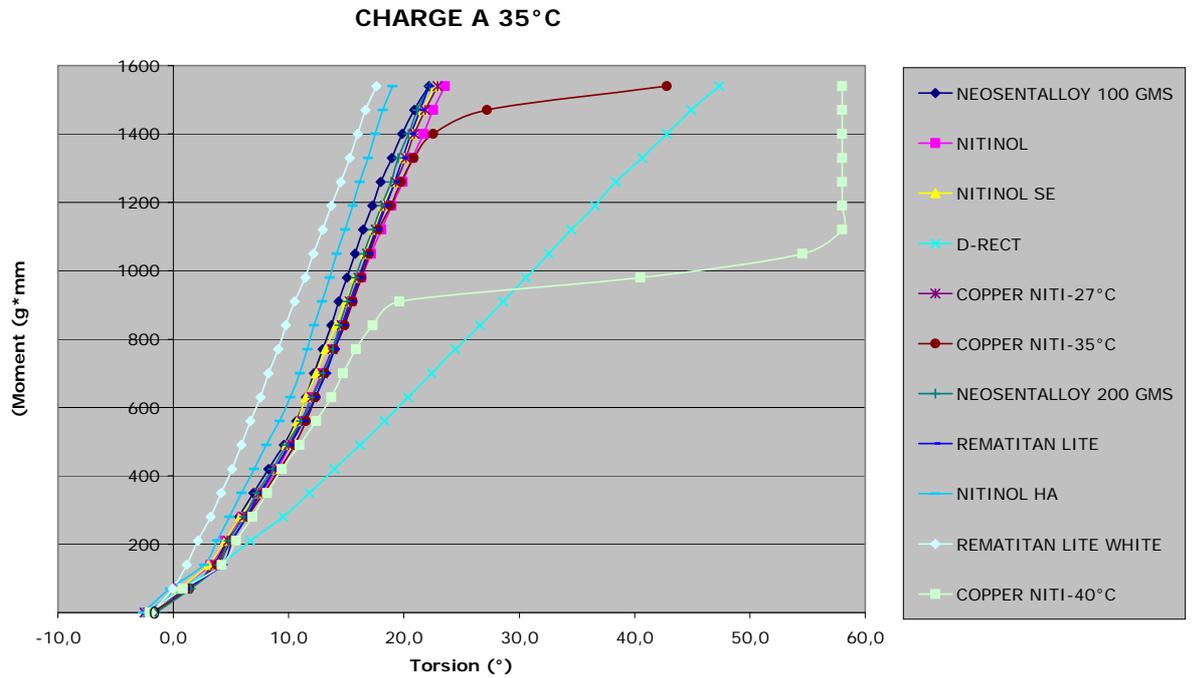


Figure 54 : Charge en torsion des fils orthodontiques à 35°C

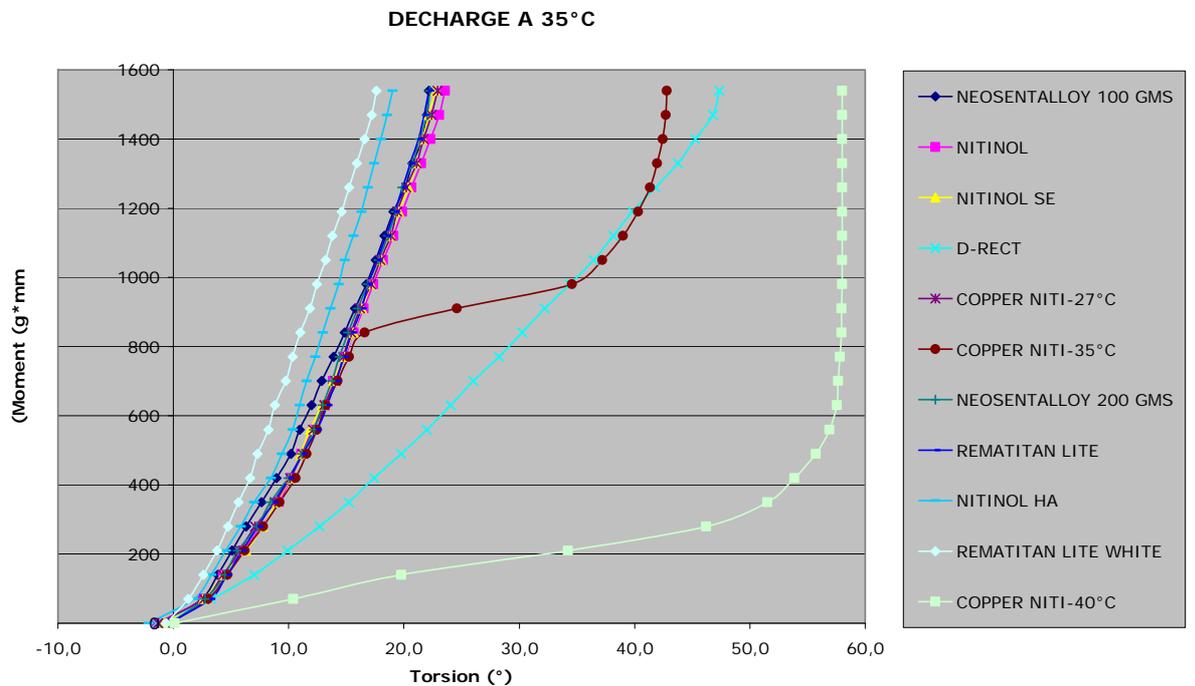


Figure 55 : Décharge en torsion des fils orthodontiques à 35°C

Les tests en torsion à la température de 35°C qui correspond à leur principale utilisation clinique, nous mènent à des résultats peu encourageants (Figures 54 & 55) :

- ❖ Seuls 2 fils sur 9 demeurent superélastiques dans les conditions de l'étude : les Copper NiTi 35°C et 40°C. De plus les fils Copper NiTi 35°C ne sont superélastiques que dans 5 cas sur les 10 testés.
- ❖ 8 fils NiTi rigides ne sont dotés d'aucune superélasticité : les Rematitan Lite White, Nitinol HA, Neosentalloy 100g, Neosentalloy 200g, Rematitan Lite, Nitinol SE, Copper NiTi 27°C, Nitinol.
- ❖ Le fil en acier tressé D-Rect tire à nouveau bien son épingle du jeu car il présente une pente bien inférieure (rapport Moment/torsion) aux 8 fils sus-nommés.

L'échantillon des 10 fils Copper NiTi 35°C peut cependant être décomposé en deux sous-groupes (Figure 56) :

- un 1<sup>er</sup> groupe de 5 fils dépourvus d'effet superélastique
- un 2<sup>ème</sup> groupe de 5 fils dotés de superélasticité.

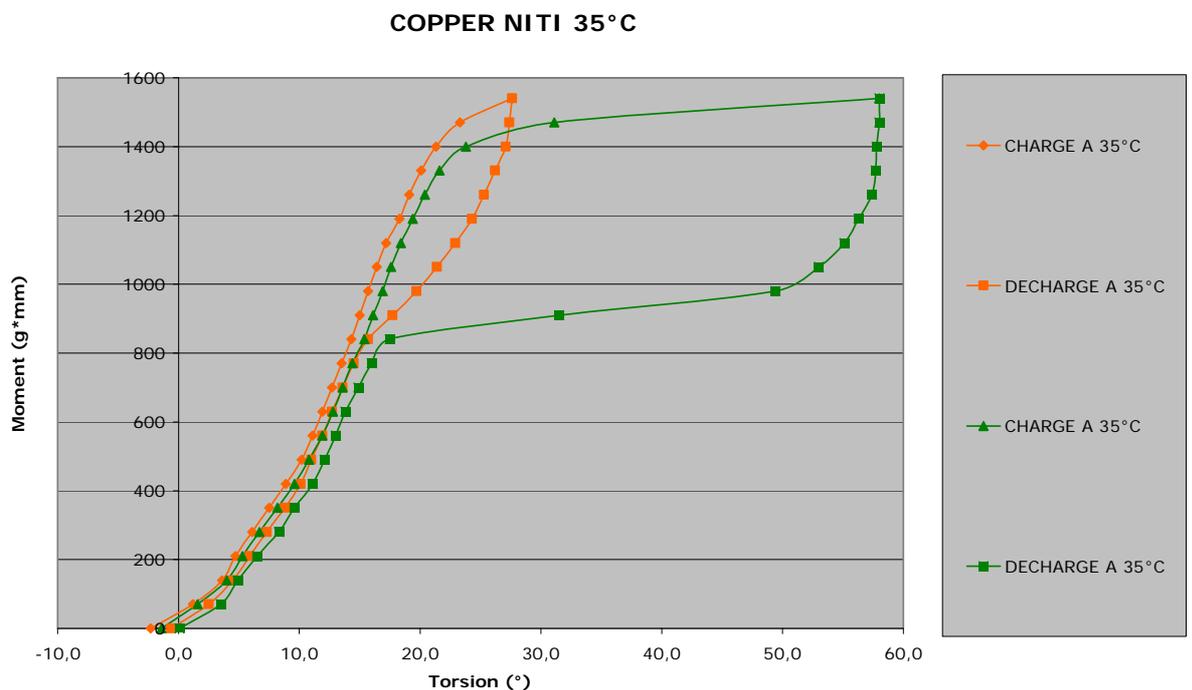


Figure 56 : Courbes en torsion des deux sous-groupes de fils Copper NiTi 35°C à la température de 35°C

Il est ainsi remarquable de constater que la moitié de l'échantillon des fils Copper NiTi 35°C est doté de propriétés superélastiques idéales. En effet lors de la désactivation, un plateau de superélasticité permet de développer un moment idéal de l'ordre de 900 à 1000g×mm. Il est cependant à regretter que ce comportement soit inconstant dans l'échantillon soumis aux tests.

### 3.5.3. Tests en torsion des fils orthodontiques à 55°C

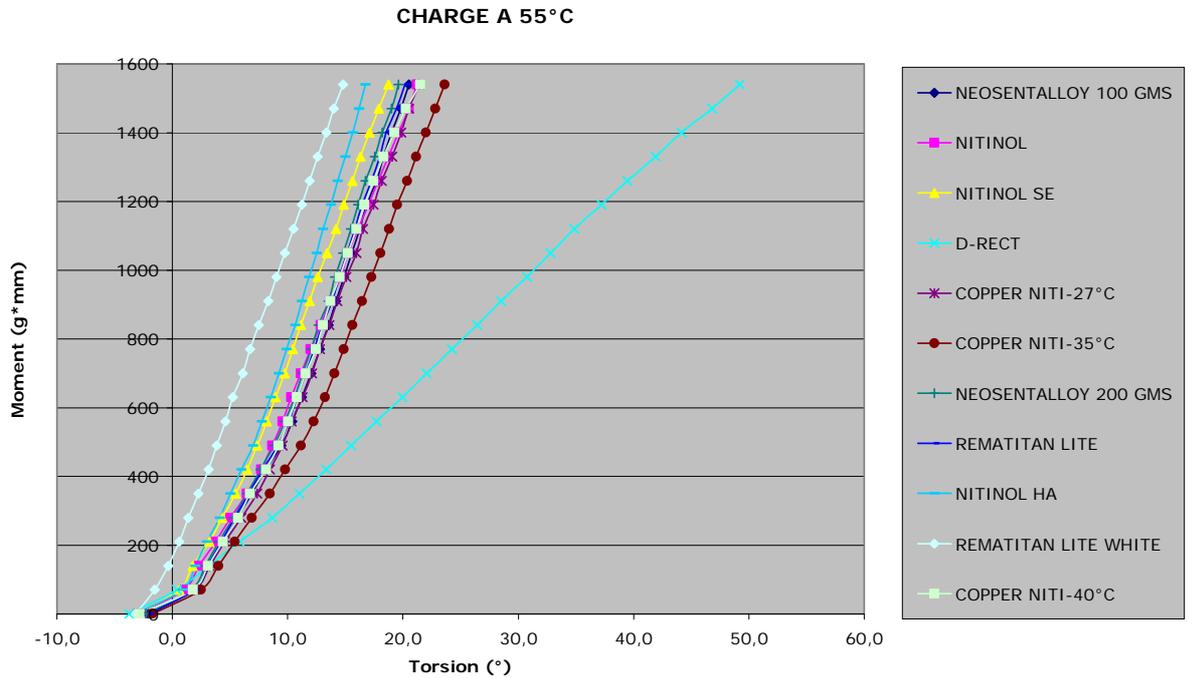


Figure 57 : Charge en torsion des fils orthodontiques à 55°C

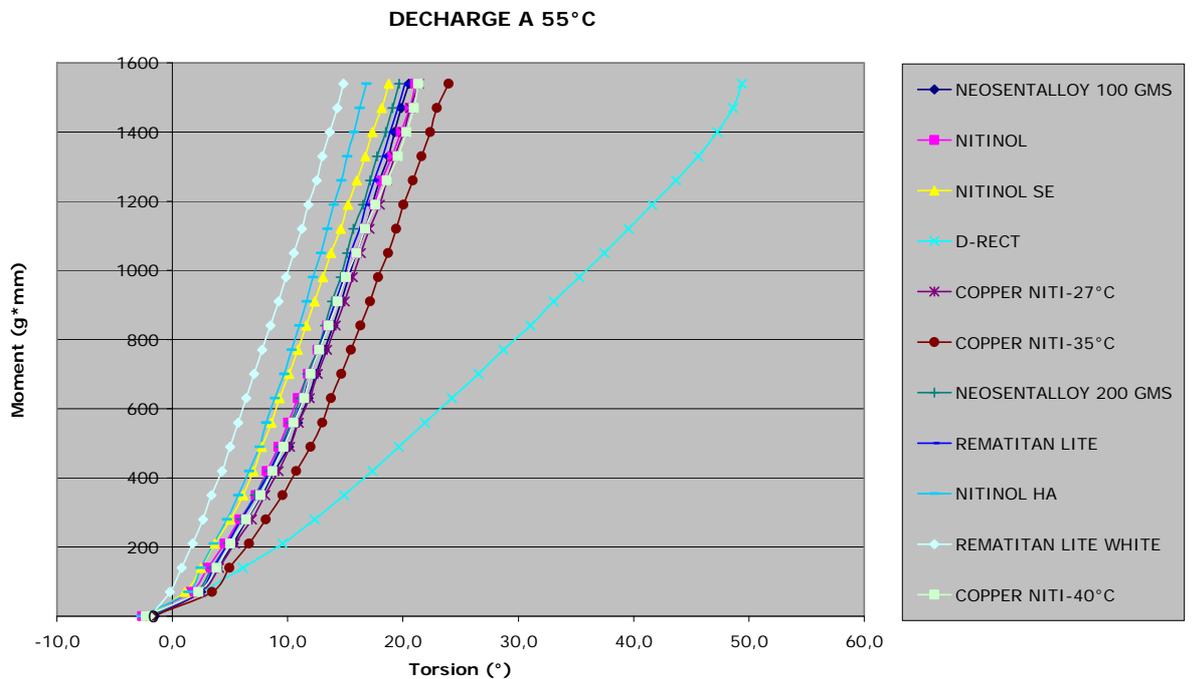


Figure 58 : Décharge en torsion des fils orthodontiques à 55°C

Les résultats des tests en torsion à 55°C sont décevants (Figures 57 & 58) :

- ❖ aucun fil n'est doté de superélasticité

- ❖ les 10 fils de type nickel-titane font preuve d'une rigidité certaine : ce sont par ordre de rapport Moment/torsion décroissant les Rematitan Lite White, Nitinol HA, Nitinol SE, Copper NiTi 40°C, Rematitan Lite, Nitinol, Neosentalloy 100g, Neosentalloy 200g, Copper NiTi 27°C et Copper NiTi 35°C
- ❖ 1 fil de raideur intermédiaire présente de meilleures propriétés mécaniques : le fil en acier tressé D-Rect.

### 3.5.4. Comparaison des comportements individuels des fils aux trois températures de 25, 35 et 55°C

Nous avons comparé les comportements de chaque fil aux trois températures de 20°C, 35°C et 55°C.

- Absence d'effet superélastique

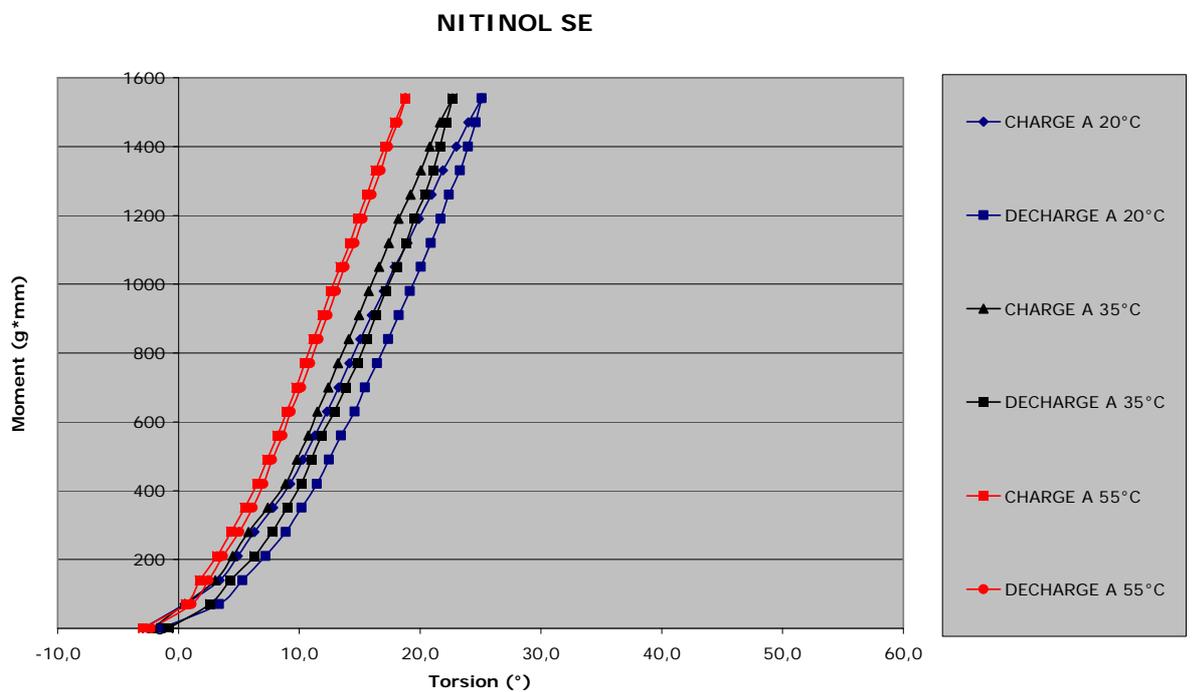


Figure 59 : Courbes de torsion du fil Nitinol SE aux trois températures de 20, 35 et 55°C

Les fils suivants ne sont dotés d'aucun effet superélastique quelle que soit la température considérée : ce sont les fils Nitinol, Nitinol SE (Figure 59), Rematitan Lite, Rematitan Lite White. On peut cependant noter que la pente Moment/Torsion augmente pour chacun de ces fils avec la température des tests.

- Un effet superélastique uniquement à 20°C

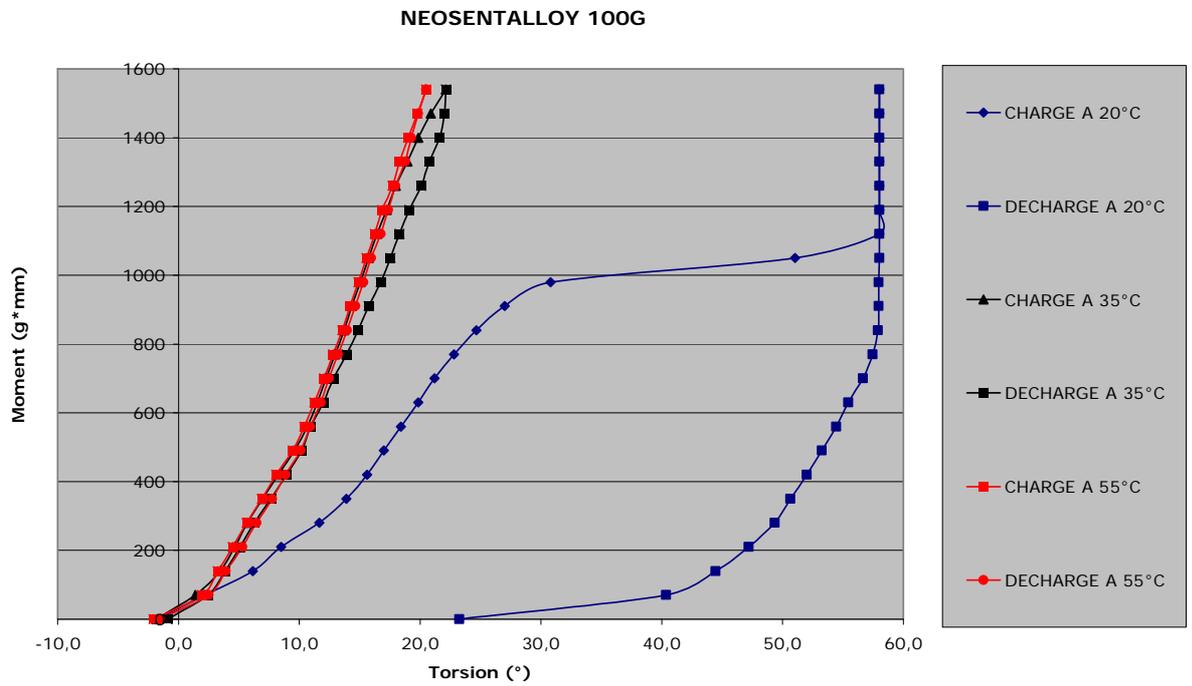


Figure 60 : Courbes de torsion du fil Neosentalloy 100g aux trois températures de 20, 35 et 55°C

Certains fils n'ont présenté d'effet superélastique qu'à la seule température de 20°C : Neosentalloy 100g (Figure 60), Copper NiTi 27°C, Neosentalloy 200g, Nitinol HA.

- Un effet superélastique aux deux températures de 20 et 35°C

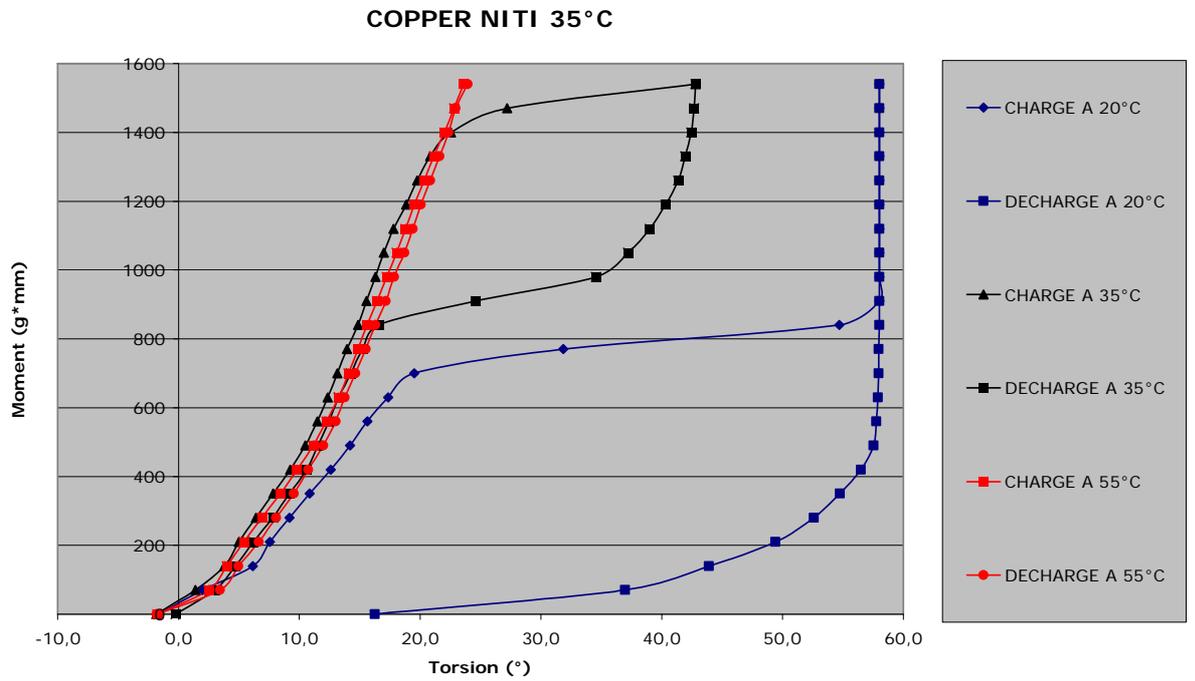


Figure 59 : Courbes de torsion du fil Copper NiTi 35°C aux trois températures de 20, 35 et 55°C

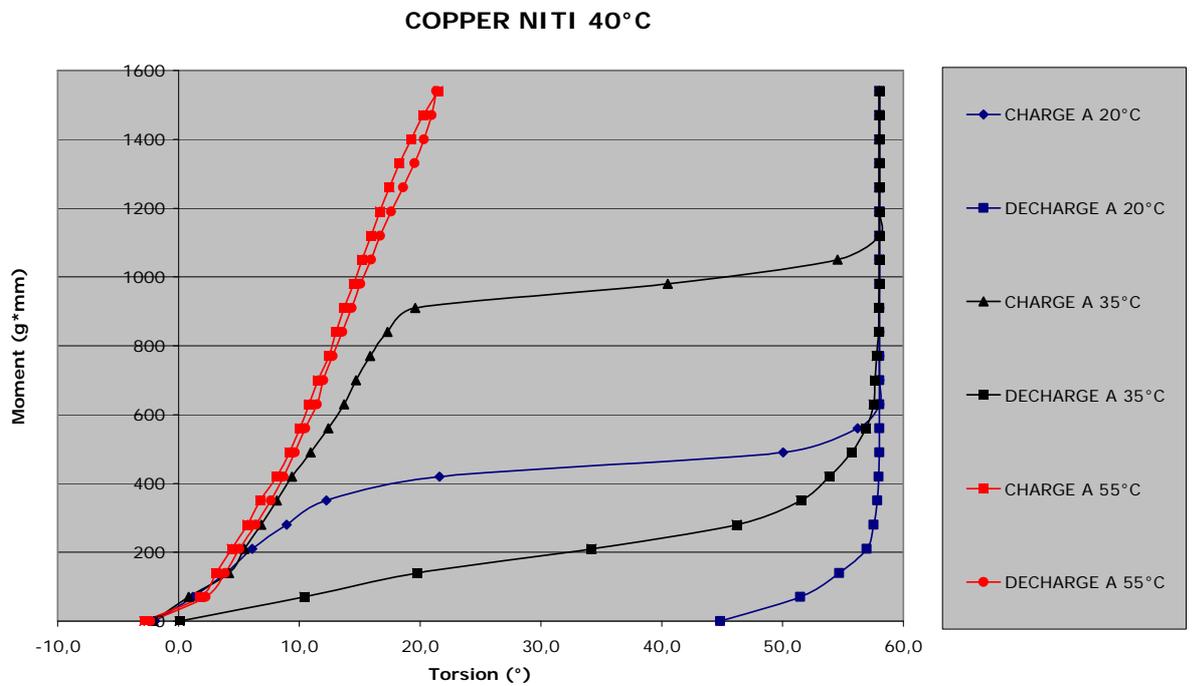


Figure 60 : Courbes de torsion du fil Copper NiTi 40°C aux trois températures de 20, 35 et 55°C

Les deux fils Copper NiTi 35°C (Figure 59) et Copper NiTi 40°C (Figure 60) sont les seuls à faire preuve de superélasticité aux deux températures de 20 et 35°C.

En conclusion, les résultats des tests en torsion ont montré que:

- les fils démontrent en torsion un comportement très différent de celui classiquement décrit en flexion dans la littérature. En effet, nos résultats n'ont pas permis de mettre en évidence de façon consistante l'effet superélastique démontré traditionnellement en flexion.
- les propriétés en torsion sont variables selon la température étudiée. Les fils délivrent ainsi des moments d'intensité variable selon les différentes températures rencontrées dans la cavité buccale.
- la quasi-totalité des fils de type nickel-titane ne possède pas en torsion de propriétés superélastiques à la température buccale moyenne (35°C).
- seuls les fils Copper NiTi 35°C et 40°C sont dotés de superélasticité à 35°C.
- le fil Copper NiTi 35°C est à même de développer des moments idéaux de l'ordre de 800 à 1000g×mm lors de la désactivation. Malheureusement une certaine inconstance dans les processus de fabrication a pu être constatée dans la mesure où seuls 5 fils sur les 10 arcs de notre échantillon présentent des plateaux de superélasticité à 35°C. De plus, une torsion minimale de 17° est nécessaire avant d'atteindre le plateau recherché.
- à l'inverse, le fil Copper NiTi 40°C est superélastique dès les premiers degrés de torsion, mais il ne vient à développer que des moments faibles inférieurs à 400g×mm.

## CHAPITRE IV : DISCUSSION

### 4.1. Matériel

La technique orthodontique de l'arc droit (Andrews, 1976) a permis l'introduction :

- d'une part d'attaches dotées d'informations dans les trois sens de l'espace propres à chaque type de dent,
- et d'autre part de fils orthodontiques dépourvus théoriquement de courbures de compensation.

Le développement presque simultané de fils de type nickel-titane (Andreasen *et al.* 1971 & 1972) a été célébré en son temps par la profession car il permettait pour la première fois l'utilisation de fils rectangulaires de forte section dès les phases initiales de traitement. Leur utilisation reposait sur la double hypothèse suivante :

- ces fils de section élevée génèrent, a contrario des fils d'acier utilisés jusqu'à lors, des niveaux de force faibles malgré leurs dimensions
- ces arcs permettent d'assurer dès le début du traitement un contrôle tridimensionnel des unités dentaires de par le faible jeu entre le fil et la gorge de l'attache.

Ce contexte nous a amené à étudier les fils de type nickel-titane de section  $0,432 \times 0,635$  mm ( $0,017 \times 0,025$  pouces) insérés dans des attaches de  $0,457 \times 0,711$  mm ( $0,018 \times 0,028$  pouces). Cette section de fil a été retenue car elle est largement usitée en clinique et est de plus disponible auprès de tous les fournisseurs. Les différents types de fil étudiés ont été sélectionnés sur la base de leur fréquente utilisation clinique et leur mention cumulée dans la littérature. Il n'a pas été possible de tester tous les fils présents sur le marché mais une sélection de trois manufacturiers américains et d'un producteur allemand a tenté de bien représenter l'offre disponible.

### 4.2. Discussion des méthodes

- Caractérisation des dimensions de la section

La mesure des dimensions de la section des fils a été réalisée à l'aide d'un pied à coulisse électronique dont la précision est de  $10\mu\text{m}$ . Quoique d'autres études aient eu recours à un micromètre dont la résolution est de  $1\mu\text{m}$  (Meling, Ødegaard & Meling 1994 ; Meling & Ødegaard 1998a ; Meling & Ødegaard 1998d, Verstryngne *et al.* 2006), nos résultats nous ont toutefois permis de différencier de façon statistiquement significative les sections de nos échantillons de fil.

Certains auteurs se sont attachés à décrire les sections de fils vendus en portion rectiligne (Meling, Ødegaard & Meling 1994, Meling & Ødegaard 1998a), d'autres investigateurs ont prélevé la partie rectiligne postérieure d'arcs préformés afin de réaliser leurs mesures (Meling & Ødegaard 1998d). Cette étude se singularise par le fait que nous ayons relevé sur des arcs préformés les sections des fils tant au niveau du plan sagittal médian que de deux points postérieurs correspondant aux premières molaires supérieures.

- Caractérisation de l'état de surface

La méthode de caractérisation de l'état de surface est en tout point comparable à celle mise en œuvre par Fischer-Brandies *et al.* (2003). L'imagerie par électrons secondaires et rétrodiffusés a permis de déterminer la topographie et le contraste de phases, et la microanalyse a été mise à profit afin de réaliser une analyse semi-quantitative des échantillons. La microscopie électronique à balayage associée à la microanalyse X est souvent mise à profit afin de caractériser la corrosion *in vivo* de fils de type nickel-titane (Oshida *et al.* 1990 & 1992, Grimsdottir & Hensten-Pettersen 1997 ; Eliades, Eliades, Athanasiou & Bradley 2000 ; Iijima *et al.* 2001 ; Eliades, Zinelis *et al.* 2003).

- Composition

La composition des fils a été traditionnellement réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage doté d'un détecteur de rayons X par analyse dispersive en énergie (EDS) (Quo *et al.* 1994 ; Bradley, Mitchell & Brantley 1996 ; Mitchell, Bradley & Brantley 1996). Nous avons utilisé la microsonde de Castaing par analyse dispersive en longueur d'onde (WDS), afin de déterminer avec une plus grande précision la composition des fils à base de nickel-titane.

- Calorimétrie différentielle à balayage

La méthodologie à laquelle nous avons eu recours en calorimétrie différentielle à balayage est semblable à celles publiées antérieurement dans la littérature.

Cinq segments de fil orthodontique ont été placés dans un creuset tout comme dans les études de Bradley *et al.* (1996), Brantley, Iijima et Grentzer (2002 & 2003).

La plage de température balayée lors de nos essais (-100°C à +100°C et inversement) est identique à celle de Yoneyama *et al.* (1992, 1993), de Jordan *et al.* (1994), de Coluzzi *et al.* (1996) et de Iijima, Ohno *et al.* (2002). Certains auteurs ont cependant retenu des plages plus amples de balayage : -170°C à +100°C (Bradley *et al.* 1996), -130°C à +100°C (Brantley, Iijima & Grentzer 2002), -125°C à +100°C (Brantley, Iijima & Grentzer 2003), -100°C à +150°C Biermann *et al.* (2007). D'autres investigateurs se sont concentrés sur des plages de température plus limitées et proches de celles rencontrées dans la cavité buccale : -20°C à +60°C (Barwart, Rollinger & Burger 1999), -80°C à +80°C (Fischer-Brandies *et al.* 2003). Aucun cycle thermique partiel comme ceux décrits par Jordan *et al.* en 1995 et 1997, n'a été réalisé dans la présente étude.

La vitesse de chauffage et de refroidissement de 10°C/mn utilisée est identique à celle utilisée par Fletcher *et al.* (1992), Bradley *et al.* (1996), McCoy *et al.* (1997), Iijima, Ohno *et al.* (2002), Fischer-Brandies *et al.* (2003) et Biermann *et al.* 2007. Cette vitesse de balayage a été d'1°C/mn pour Yoneyama *et al.* (1992 & 1993), de 2°C/mn pour Brantley, Iijima & Grentzer (2002 & 2003), et de 5°C/mn pour Jordan *et al.* (1994, 1995 & 1997) et Barwart *et al.* (1999).

Les montée et descente en température ont été réalisées de façon linéaire comme l'a été la majorité des cycles thermiques cités dans les articles ci-dessus. Brantley, Iijima et Grentzer (2002, 2003) ont cependant mis en œuvre une nouvelle technique de calorimétrie : la calorimétrie différentielle à balayage modulée en température. Une oscillation thermique sinusoïdale d'amplitude 0,318°C et d'une période de 60s est alors superposée à la courbe linéaire de chauffage et de refroidissement et permet une résolution plus fine des pics.

Enfin, il semble que Yoneyama *et al.* (1992) aient répété leur expériences puisqu'ils indiquent des moyennes de températures de transformation avec écart-types associés. Jordan *et al.* (1994) ont, quant à eux, fait subir à leurs échantillons des

cycles répétés de chauffage et de refroidissement, jusqu'à ce que les phénomènes observés ne varient plus d'un cycle de température à un autre.

- Diffraction des rayons X

La plupart des études par diffraction des rayons X des fils à base de nickel-titane publiées antérieurement a été réalisée à température ambiante (Khier *et al.* 1989, Leu *et al.* 1990, Thayer *et al.* 1993, Quo *et al.* 1994, Thayer *et al.* 1995 ; Brantley, Webb *et al.* 1997 & 1998). Seules certaines expériences dont la nôtre ont été entreprises à température variable (Jordan *et al.* 1995, Iijima *et al.* 2002a, 2002b & 2004).

La préparation des échantillons est similaire à celle de Quo *et al.* (1994). Tout comme dans notre étude, l'enregistrement des spectres a été effectué sur un diffractomètre utilisant comme source la radiation  $K\alpha$  du cuivre pour Quo *et al.* (1994), Jordan *et al.* (1995), Thayer *et al.* (1995) et Iijima *et al.* (2002b).

Des traitements de recuit ont été réalisés sur certains échantillons (Khier *et al.* 1989, Leu *et al.* 1990, Jordan *et al.* 1995, Brantley 2001). D'autres ont été soumis à des contraintes mécaniques (Leu *et al.* 1990, Thayer *et al.* 1993 & 1995, Iijima *et al.* 2002a, 2002b & 2004).

Quoique la calorimétrie différentielle à balayage et la diffraction des rayons X permettent toutes deux de définir les phases cristallographiques présentes dans les échantillons, il nous faut garder à l'esprit que la diffraction des rayons X fournit des informations concernant la partie superficielle des fils (50 premiers  $\mu\text{m}$  de profondeur), alors que la calorimétrie différentielle à balayage détecte les phases présentes dans la masse de l'échantillon.

- Tests en torsion

Les propriétés mécaniques des fils orthodontiques sont la plupart du temps décrites sous l'aspect de la flexion. Un nombre limité d'études s'est attaché à décrire les moments développés en torsion (Filleul & Bourgoïn 1984 & 1985 ; Filleul 1989 ; Ødegaard, Meling & Meling 1994 & 1996; Filleul & Jordan 1997 ; Filleul, Portier & Jordan 1997 ; Jordan, Filleul & Portier 1997 ; Meling, Ødegaard & Meling 1997 ; Meling & Ødegaard 1998a, 1998b, 1998c, 1998d & 1998e; Filleul & Constant 1999 ; Gurgel, Stephen *et al.* 2001). Les contraintes sont de nature différente en flexion par opposition à la torsion. En effet, la figure 1 représente un fil orthodontique soumis à une flexion purement élastique (Brantley *et al.*, 2001).

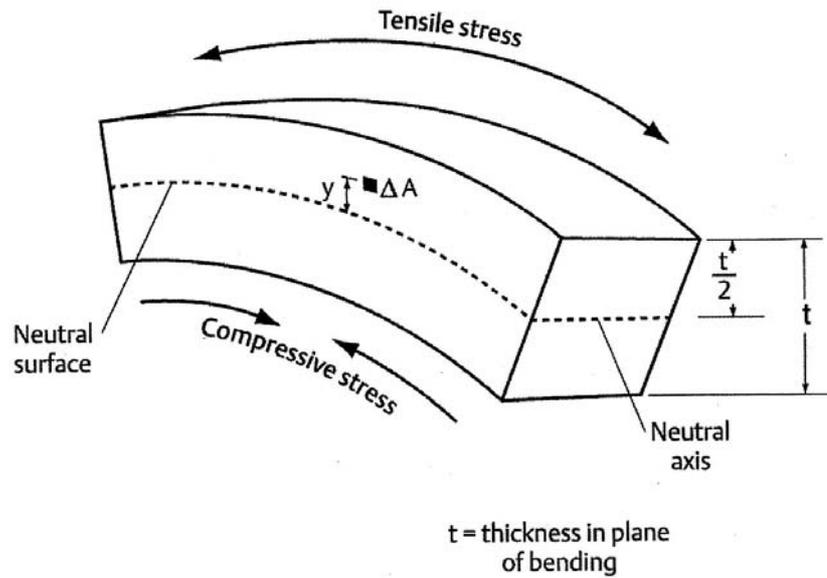


Figure 1 : Portion de poutre de section rectangulaire et d'épaisseur  $t$  soumise à une flexion purement élastique. Les localisations des surface neutre (neutral surface) et axe neutre (neutral axis) sont indiquées. Un élément surfacique ( $\Delta A$ ) situé à une distance ( $y$ ) est également représenté.

Il apparaît qu'à sa surface supérieure et inférieure, la poutre a subi respectivement une elongation et une compression parallèles à la surface neutre. Le matériau situé au niveau de la surface neutre ne subit, quant à lui, aucune déformation. La figure 2 montre que la contrainte dans la poutre varie de façon linéaire en fonction de la distance la séparant de la surface neutre.

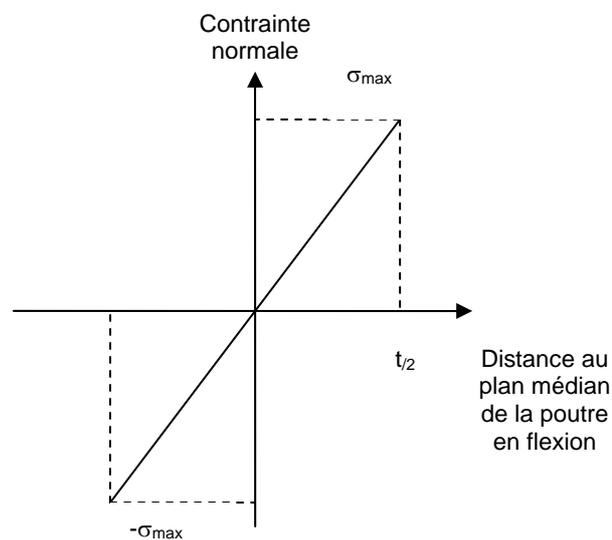


Figure 2 : Variation de la contrainte compressive ou tensile en fonction de la distance au plan médian de la poutre en flexion

Les contraintes sont de toute autre nature en torsion (Figure 3, d'après Popov 1968). Les sections planes perpendiculaires à l'axe de la poutre sont gauchies.

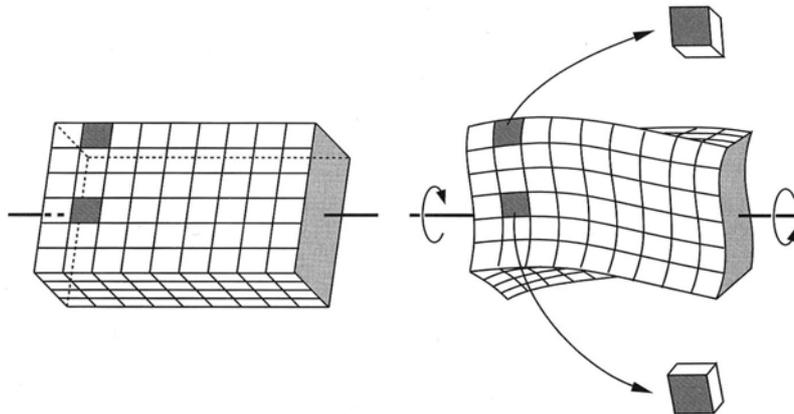


Figure 3 : Gauchissement d'une poutre rectangulaire soumise à torsion

La distribution des contraintes de cisaillement présentes à l'intérieur de la poutre soumise à torsion est illustrée à la figure 4. Il est important de constater que les contraintes de cisaillement sont nulles aux angles de la poutre et maximales au milieu des faces horizontales.

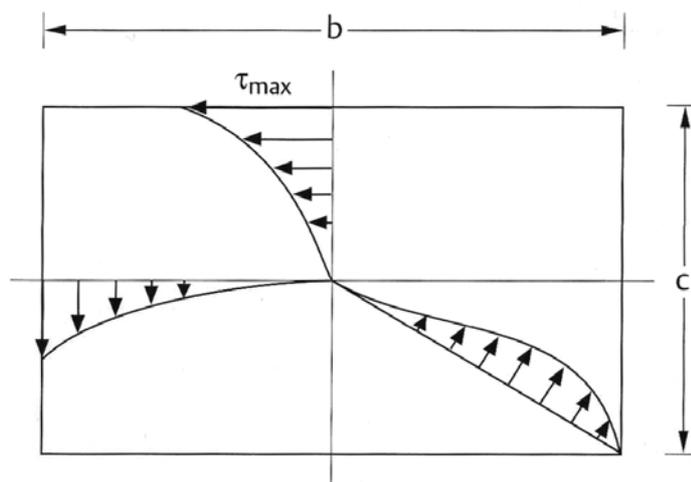


Figure 4 : Distribution des contraintes de cisaillement dans la section d'une poutre rectangulaire soumise à torsion (d'après Popov, 1968)

$b$  = largeur de la poutre

$c$  = épaisseur de la poutre

$\sigma_{\max}$  = contrainte maximale de cisaillement

Quoique dans cette étude, tous les efforts aient porté à simuler l'effet de torsion du fil orthodontique au niveau d'une incisive centrale supérieure droite, il nous faut admettre que les fils courbes testés l'ont été sous l'aspect principal de la torsion mais que des contraintes de 1<sup>er</sup> (horizontales) et de deuxième ordre (verticales) se sont ajoutées à celles en torsion (Meling & Ødegaard 1998e).

En comparant le banc d'essai en torsion utilisé dans l'étude aux méthodologies publiées antérieurement, il est légitime de penser que ces conditions de mesures se rapprochent davantage des conditions cliniques d'utilisation. En effet aucune autre étude n'a utilisé d'arcade dentaire complète pourvue de toutes ses attaches.

Ødegaard *et al.* (1993, 1994) puis Meling et Ødegaard (1998c, 1998d) ont disposé d'un système de trois ou cinq brackets colinéaires (Figure 5), où l'attache médiane

demeurait immobile alors que les attaches situées aux extrêmes étaient soumises à une torsion identique.

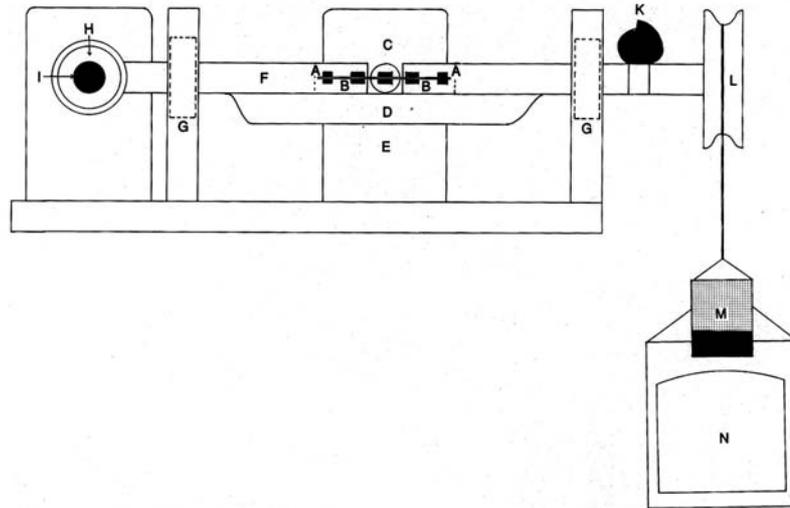


Figure 5 : Banc d'essai en torsion d'Ødegaard *et al.* (1994). Système de cinq brackets colinéaires où l'attache centrale C demeure immobile alors que les brackets périphériques A et B sont soumis à la même torsion.

- D : pièce de plastique solidarisant les extrémités de la barre transversale
- E : support portant l'attache C
- F : barre transversale
- G : roulements à bille
- H : miroir
- I : lampe laser
- L : poulie
- N : nacelle destinée à recevoir des masses

Gurgel *et al.* (2001) ont utilisé un torsiomètre (Figure 6) dépourvu de toute attache où un fil de 5 mm, contraint à une extrémité, était soumis à une torsion croissante à son autre extrémité.

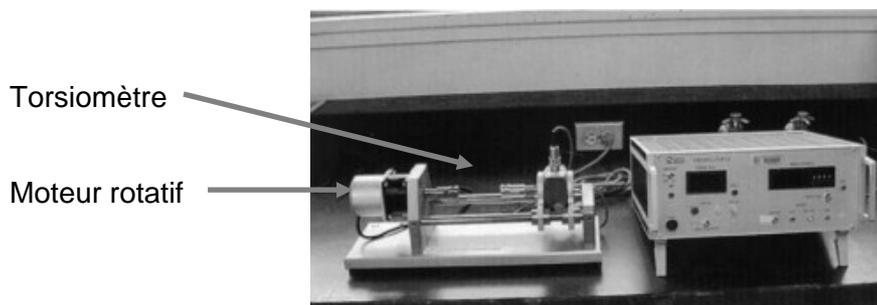


Figure 6 : Torsiomètre utilisé par Gurgel *et al.* (2001)

De plus, ces deux équipes ont eu recours à des portions rectilignes de fils et non pas à des arcs préformés utilisés dans leur totalité.

Les températures auxquelles ont été réalisés les tests en torsion ont été choisies afin de reproduire au mieux l'environnement intra-buccal.

Longman et Pearson (1987) ont déterminé une température moyenne de 33,1°C à la surface vestibulaire des incisives centrales supérieures. Volchansky et Cleaton-Jones

(1994) ont, quant à eux, détecté une température moyenne de 35,7°C au niveau des incisives mandibulaires. Cette température diminue d'un degré Celsius lorsque l'on demande aux patients de conserver la bouche ouverte pendant 10 mn.

Moore *et al.* (1999) ont pu établir sur une période de 24 heures que la température médiane relevée au niveau des incisives centrales supérieures de 20 sujets différents s'élève à 34,9°C, et que cette température ne dépasse 37°C qu'un pour cent du temps.

Dès 1948, Brim et Chandler ont établi des variations de température intra-buccale suite à l'ingestion de boissons chaudes ou froides, et à l'usage de cigarettes ou de chewing-gum. Nelsen *et al.* ont pu déterminer en 1952 des températures intra-buccales extrêmes de 52°C et 4°C lors d'ingestion de café chaud ou d'eau glacée.

Longman et Pearson ont également étudié les variations de température intra-buccale lors d'ingestion de boissons chaudes de température différente. La température maximale relevée au niveau des incisives supérieures s'est élevée à 74°C, alors que les températures les plus fréquentes étaient de l'ordre de 55 à 68°C.

Airoldi *et al.* (1997) ont établi que les écarts de température les plus importants étaient détectés au niveau des espaces interproximaux séparant les incisives centrales. Des valeurs extrêmes de 7,1°C et 57,4°C ont pu être notées au niveau des incisives centrales supérieures lors d'ingestion de thé glacé (à 5°C) ou chaud (à 60°C). Les températures changeaient soudainement après ingestion du liquide, atteignaient une valeur maximale ou minimale et retournaient à leur valeur de base de façon exponentielle en quelques minutes.

Les valeurs de moment utilisées dans nos tests en torsion sont similaires à celles mentionnées dans la littérature.

Feldner *et al.* (1994) cite la valeur idéale de 1000 à 2000 g×mm afin de torquer les quatre incisives supérieures. Nikolai (1995) mentionne la valeur de 1020g×mm afin de torquer idéalement une canine supérieure. Burstone (1995) quantifie à 1000g×mm le moment nécessaire pour torquer une incisive supérieure par côté et à 1500 g×mm le moment utilisé afin de torquer deux incisives supérieures par côté.

Casa *et al.* en 2001 appliquent *in vivo* des moments de 300cN×mm (306g×mm) et 600cN×mm (612g×mm) sur des premières prémolaires pendant 3 ou 4 semaines avant que de procéder à leur extraction. Leur étude par microscopie électronique à balayage met en évidence des lésions de résorption radiculaire malgré ces moments de faible magnitude. Rappelons que dans nos tests, le moment maximal (1540g×mm) que nous avons utilisé afin de torquer une incisive centrale supérieure est donc a priori supérieur aux valeurs citées ci-dessus et que notre expérimentation recouvre bien les conditions physiologiques usuelles.

#### 4.3. Discussion des résultats

- Dimensions de la section des fils

Les résultats de tests en torsion d'un fil orthodontique dépendent de la composition du matériau du fil ainsi que de la géométrie de sa section.

Les producteurs de fils orthodontiques se différencient selon la précision avec laquelle ils génèrent les arcs (Sernetz 1993 ; Meling *et al.* 1994, 1997, 1998a, 1998b). En général les fils orthodontiques sont malheureusement dotés de chanfreins (Figure 7) qui augmentent de façon significative le degré de jeu en torsion (Sebanç *et al.* 1984, Meling *et al.* 1994, 1997, 1998b). Les manufacturiers ne communiquent cependant aucune information quant à la précision des mesures des sections des fils ou aux chanfreins.

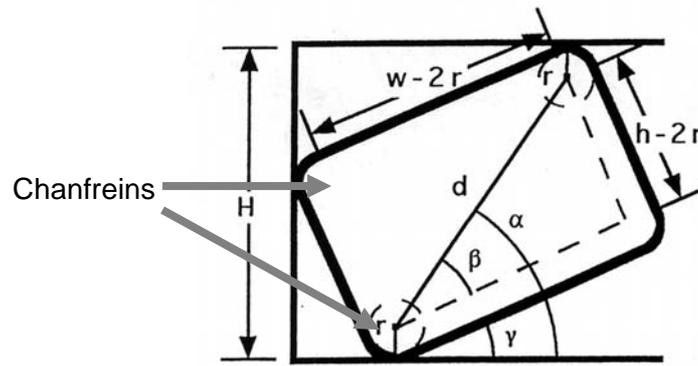


Figure 7 : Jeu  $\gamma$  d'un arc rectangulaire pourvu d'un chanfrein de rayon  $r$  dans une attache orthodontique de hauteur  $H$  (Meling TR, Ødegaard J, Segner D, 1998)

La présence de ces chanfreins et la déviation des mesures d'épaisseur et de largeur par rapport à leur valeur nominale viennent à affecter négativement le comportement clinique de ces fils orthodontiques. Du fait que le degré de jeu en torsion entre d'une part le fil et d'autre part la gorge de l'attache dépend intimement de la hauteur de la gorge, des dimensions de la section du fil et de l'importance des chanfreins, le sous-dimensionnement de l'arc va résulter en un mauvais ajustage du fil dans la gorge et un moindre contrôle du mouvement dentaire.

Les fils de type nickel-titane de notre étude se sont tous révélés sous-dimensionnés tant en épaisseur qu'en largeur, à la seule exception du fil Rematitan Lite White. Ces résultats sont en opposition avec ceux de Meling *et al.* (1994) propres à des fils en acier de même dimension nominale. Des mesures ultérieures de fils de type chrome-cobalt (Meling et Ødegaard, 1998a) ou à base de nickel-titane (Meling et Ødegaard, 1998b) ont conclu cependant à un même sous-dimensionnement des fils. Une comparaison des nouveaux fils de type molybdène de titane disponibles à présent sur la marché ont mis en évidence une épaisseur moyenne supérieure à la valeur nominale alors que la largeur moyenne était sous-dimensionnée (Verstryngne *et al.*, 2006).

La comparaison des mesures antérieures et postérieures a permis de constater pour certains fils, des valeurs accrues d'épaisseur ou de largeur au niveau du plan sagittal médian par opposition aux mesures postérieures. La profession demeurerait jusqu'alors persuadée à tort, de disposer de fils de section régulière. Ces écarts dimensionnels doivent vraisemblablement trouver leur origine dans les processus de fabrication et s'accompagnent d'un moindre contrôle tri-dimensionnel postérieur par opposition à la partie antérieure de l'arcade dentaire.

L'International Standard Organization (ISO) a rédigé en 2006 une norme (ISO 15841) propres aux « Fils pour utilisation en orthodontie ». Il y est stipulé que les dimensions de la section des fils devraient être indiquées sur leur emballage par le distributeur avec une précision de 0,01 mm. Ces mesures doivent être réalisées au micromètre ou grâce à un instrument équivalent dont la précision doit être de 5  $\mu\text{m}$ . Il faut regretter le fait que ces normes ne soient respectées ni par les manufacturiers ni par les distributeurs.

L'information concernant le traitement des fils (tréfilage, réduction par passage, nombre de passages, matériau de lubrification, traitements thermiques) demeure un secret de production et n'est pas disponible dans le cadre de cette étude.

Il faut reconnaître que le sous-dimensionnement des fils nickel-titane que nous avons constaté, ne constitue qu'un des deux éléments influant sur le jeu entre attache et fil orthodontique. Force est de constater dans la littérature que face à ces fils sous-dimensionnés se trouvent a priori des gorges de brackets qui sont elles supérieures aux valeurs nominales.

En effet, Kusy et Whiley (1999) ont examiné les gorges de 24 attaches provenant de 8 distributeurs différents : trois attaches étaient dotées de dimensions inférieures aux valeurs nominales alors que 20 autres étaient sur-dimensionnées. Cet accroissement des dimensions a atteint +16% pour certaines attaches. De la même manière Cash *et al.* (2004) ont pu constater des dimensions supérieures aux valeurs nominales au niveau de tous les 11 brackets étudiés. L'écart maximal par rapport à la valeur affichée par le distributeur a été de +24%.

Il est donc certain que face d'une part au sous-dimensionnement des sections des fils et d'autre part au sur-dimensionnement de la gorge des attaches, l'orthodontiste se voit confronté à une perte de contrôle involontaire et non maîtrisée du mouvement dentaire (Siatkowski, 1999). L'hypothèse selon laquelle, en technique d'arc droit, les arcs de forte section de type nickel-titane permettent de contrôler dès les phases initiales d'alignement les unités dentaires dans les trois dimensions de l'espace, est donc illusoire.

- Caractérisation de l'état de surface

Si l'on considère les états de surface des fils selon les distributeurs, on peut aisément leur reconnaître une parenté commune qui est vraisemblablement due aux mêmes procédés de fabrication.

En effet les fils Nitinol, Nitinol SE et Nitinol HA (Figure 8) distribués par 3M-Unitek se caractérisent par la présence de pores, et de rayures.

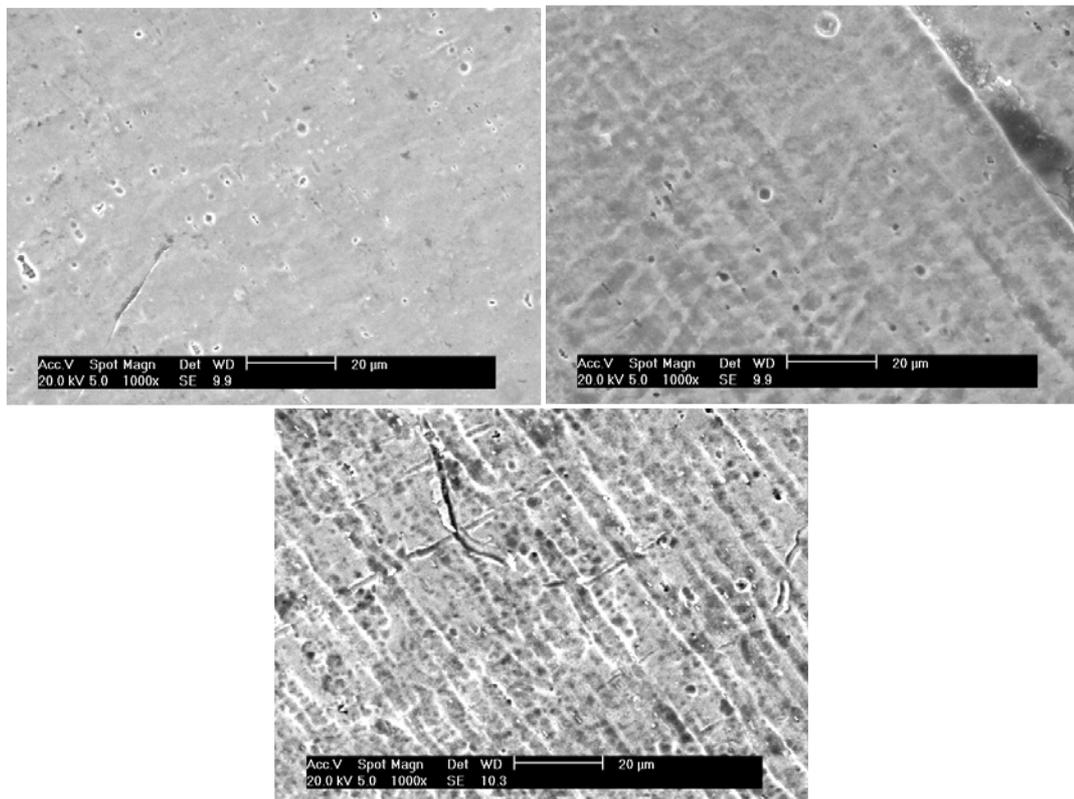


Figure 8 : Nitinol, Nitinol SE, Nitinol HA, microscopie électronique à balayage, électrons secondaires,  $\times 1000$

Ces rayures apparaissent dans la version Nitinol SE et deviennent plus marquées dans la déclinaison Nitinol HA. Ces rayures pourraient être dues à un étirage ou laminage à froid qui seraient plus accentués dans la version HA.

La surface des fils Neosentalloy 100g et 200g présente un aspect similaire de parchemin (Figure 9).

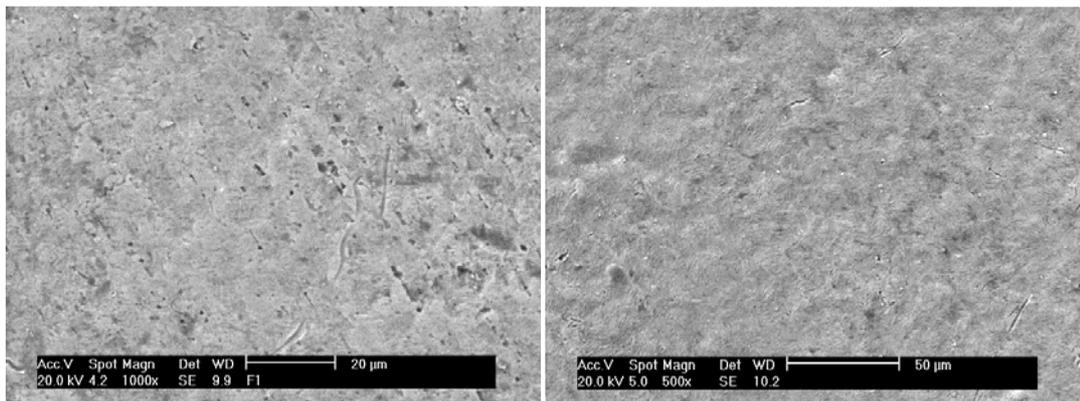


Figure 9: Neosentalloy 100g ( $\times 1000$ ) & 200g ( $\times 500$ ), microscopie électronique à balayage, électrons secondaires

Les fils Copper NiTi quand à eux présentent des pores (Figure 10).

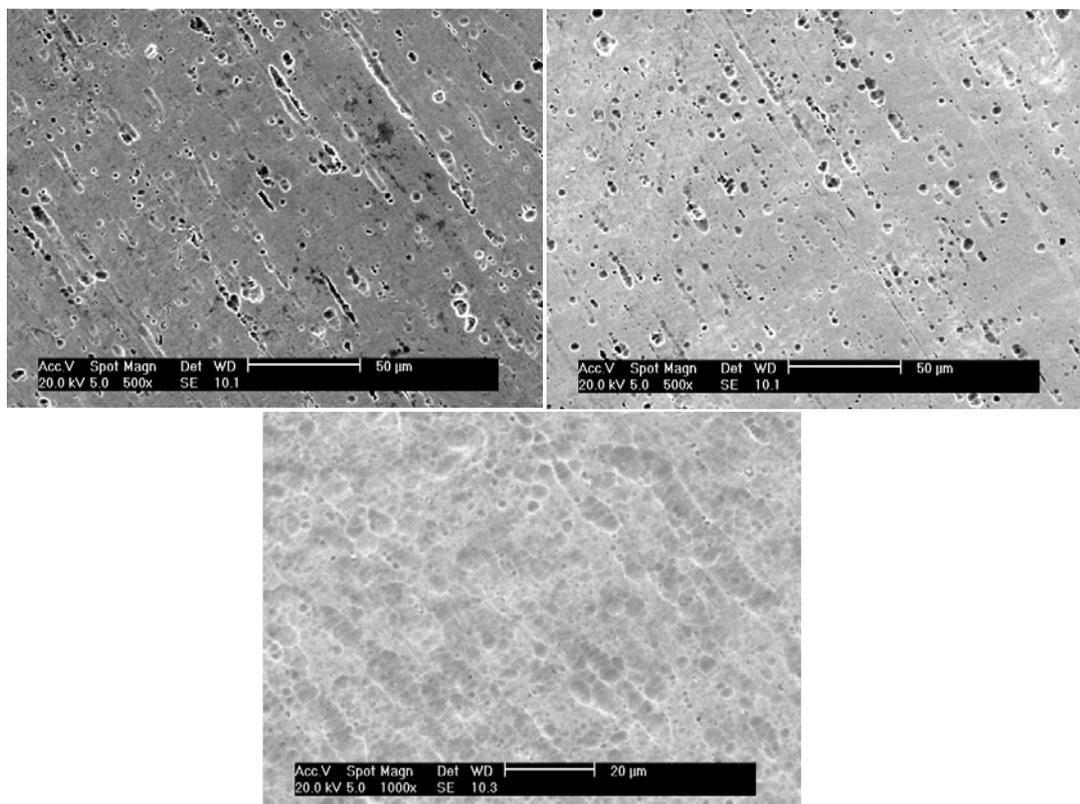


Figure 10 : Copper NiTi 27°C ( $\times 500$ ), Copper Niti 35°C ( $\times 500$ ) et Copper NiTi 40°C ( $\times 1000$ ), microscopie électronique à balayage, électrons secondaires

L'étude de Fischer-Brandies *et al.* (2003) nous permet de confronter les images relativement semblables des fils Neosentalloy et Copper NiTi 35°C qui ont toutes été réalisées à l'aide d'un même microscope électronique à balayage Philips XL 30 et à un grossissement identique ( $\times 2000$ ) (Figures 11 & 12).

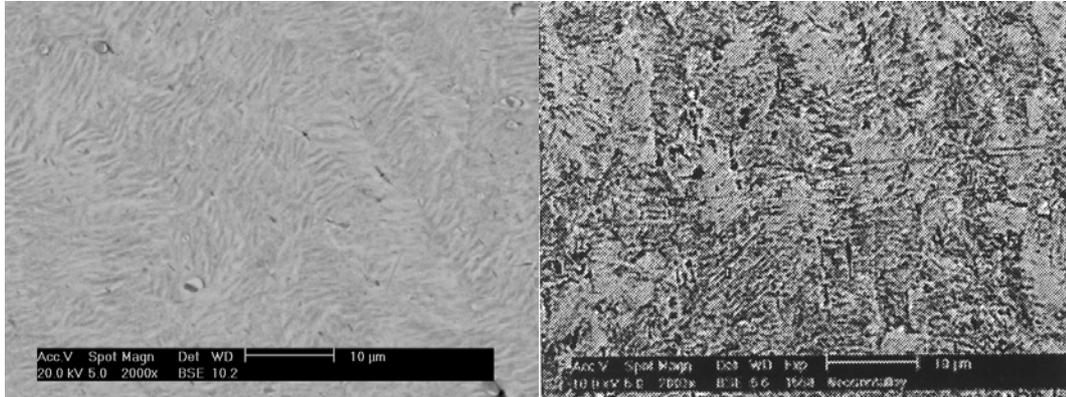


Figure 11 : Neosentalloy 200g étudié à gauche et Neosentalloy 80g de l'étude de Fischer-Brandies *et al.* à droite, microscopie électronique à balayage, électrons rétrodiffusés,  $\times 2000$

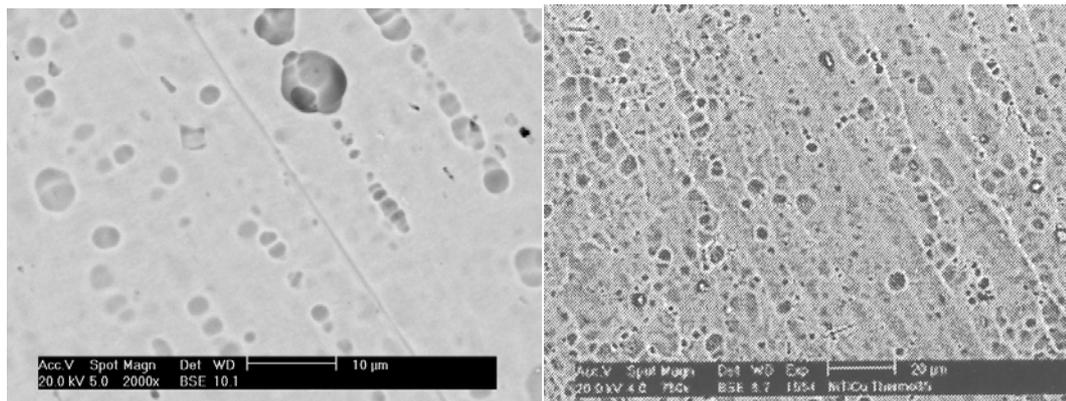


Figure 12 : Copper NiTi 35°C de notre étude à gauche et de l'étude de Fischer-Brandies *et al.* à droite, microscopie électronique à balayage, électrons rétrodiffusés,  $\times 2000$

En conclusion, il faut admettre que cette diversité d'états de surface ne saurait être sans conséquence sur la friction engendrée par les fils à l'intérieur des attaches.

- Composition des fils

Les différences minimales de composition équiatomique des fils laissent à penser que les différences constatées au niveau de leurs températures de transition ou de leur comportements mécaniques sont essentiellement dues au passé mécano-thermique que le fabricant leur a fait subir. Seuls les alliages Copper NiTi se démarquent des autres fils dans la mesure où ils sont pourvus de 4,8% de Cu (en fraction atomique) et de traces de Cr (0,2%).

Ces compositions sont à comparer avec celles publiées antérieurement dans la littérature. Il faut reconnaître que les mentions bibliographiques suivantes partagent

la même méthodologie afin de définir la composition des fils : la spectrométrie à dispersion d'énergie (EDS). Cette méthode semi-quantitative est malheureusement moins précise que la spectrométrie par dispersion de longueur d'onde (Microsonde de Castaing, WDS) utilisée dans cette étude.

Quo *et al.* (1994) ont étudié à l'aide d'un microscope électronique à balayage équipé d'un détecteur EDS deux types de fils à base de nickel-titane. Ces deux alliages étaient de composition atomique analogue et étaient tous deux riches en titane ( $51,1 \pm 1,2$  % at Ti,  $46,5\% \pm 1,4$  % at Ni ;  $51,7\% \pm 2,8\%$  at Ti,  $46,1\% \pm 2,9\%$  at Ni). Ces résultats sont en accord avec nos investigations qui mettent en évidence des fractions atomiques de 50,5% environ pour le titane et de 49,5% pour le nickel pour les fils autres que les Copper NiTi.

De même les études de Bradley, Mitchell et Brantley (1996) et Mitchell, Bradley et Brantley (1996) ont détecté des fractions atomiques en titane similaires aux nôtres (Tableau I).

| Type de fil            | Fraction atomique en titane superficielle | Fraction atomique en titane de la masse de l'échantillon |
|------------------------|---|--|
| Bioforce (GAC)         | $50,5 \pm 0,1$                            | $50,7 \pm 0,4$   |
| Ni-Ti (Ormco)          | $49,9 \pm 0,1$                            | $50,2 \pm 0,2$   |
| Nitinol (3M-Unitek)    | $50,1 \pm 0,2$                            | $51,2 \pm 0,2$   |
| Nitinol SE (3M-Unitek) | $50,0 \pm 0,2$                            | $50,4 \pm 0,2$   |
| Nitinol XL (3M-Unitek) | $50,0 \pm 0,3$                            | $50,6 \pm 0,2$   |
| Titanal (Lancer)       | $49,3 \pm 0,2$                            | $50,2 \pm 0,3$   |

Tableau I : Fractions atomiques en titane de différents fils de type nickel-titane, analyse EDS (Bradley, Mitchell et Brantley 1996 et Mitchell, Bradley et Brantley 1996)

Nos résultats se démarquent par rapport à ceux décrits en 1998 par Bourauel *et al.* (Tableau II).

| Type de fil       | Présente étude |        |        | Bourauel <i>et al.</i> 1998 |        |        |
|-------------------|----------------|--------|--------|-----------------------------|--------|--------|
|                   | Ti %at         | Ni %at | Cr %at | Ti %at                      | Ni %at | Cr %at |
| Neosentalloy 100g | 45,6           | 54,6   | 0,0    | 47,1                        | 52,9   |        |
| Neosentalloy 200g | 45,8           | 54,5   | 0,0    | 47,1                        | 52,9   |        |
| Nitinol           | 45,6           | 54,6   | 0,0    | 45,0                        | 52,0   | 3,0    |
| Nitinol SE        | 45,3           | 55,3   | 0,0    | 47,2                        | 52,8   |        |
| Rematitan Lite    | 45,5           | 54,8   | 0,0    | 46,5                        | 53,5   |        |

Tableau II : Fractions atomiques en titane, nickel et chrome de différents fils de type nickel-titane

Nos données sont également en accord avec les fractions massiques de Fischer-Brandies *et al.* de 2003 (Tableau III).

| Type de fil       | Présente étude |             |             | Fischer-Brandies <i>et al.</i> 2003 |             |             |
|-------------------|----------------|-------------|-------------|-------------------------------------|-------------|-------------|
|                   | Ti<br>%mass    | Ni<br>%mass | Cu<br>%mass | Ti<br>%mass                         | Ni<br>%mass | Cu<br>%mass |
| Neosentalloy 100g | 45,6           | 54,6        | 0,0         |                                     |             |             |
| Neosentalloy 80g  |                |             |             | 42,4                                | 57,6        |             |
| Copper NiTi 35°C  | 45,8           | 48,5        | 5,7         | 42,4                                | 50,7        | 6,9         |
| Rematitan Lite    | 45,5           | 54,8        | 0,0         | 41,8                                | 58,2        |             |

Tableau III : Fractions massiques en titane, nickel et cuivre de différents fils de type nickel-titane

- Calorimétrie différentielle à balayage

Il nous a été très difficile de déterminer des pics sur les courbes de DSC du fil Nitinol fortement écroui.

Un pic se distinguait difficilement lors du chauffage et une température  $A_f$  de 51°C a été déterminée. Il y a donc, à une température relativement élevée par rapport à la température intra-buccale, transformation directe lors du chauffage de martensite en austénite. Nous n'avons cependant pas été en mesure de déceler les trois pics lors du refroidissement qui ont été identifiés par Bradley, Brantley WA et Culberston (1996).

Nos observations montrent que le fil Nitinol est dépourvu de superélasticité et est majoritairement sous forme martensitique à température ambiante, conclusions en accord avec les études antérieures (Miura *et al.* 1986, Khier *et al.* 1991, Yonemana *et al.* 1992, Bradley, Brantley WA, Culberston 1996). La température Austénite Finish de 51°C est proche de la valeur de 55°C publiée par Bradley, Brantley WA et Culberston (1996).

Comme dans le cas du fil Nitinol, nous avons eu peine à distinguer les pics correspondants aux transitions structurales du fil Nitinol SE. Un pic largement émoûsé a été identifié tant au chauffage que lors du refroidissement (Figure 13). Ceci est à comparer avec les courbes définies pour le même fil par Bradley, Brantley WA et Culberston (1996). Les températures  $A_f$  de 63°C sont identiques dans les deux études.

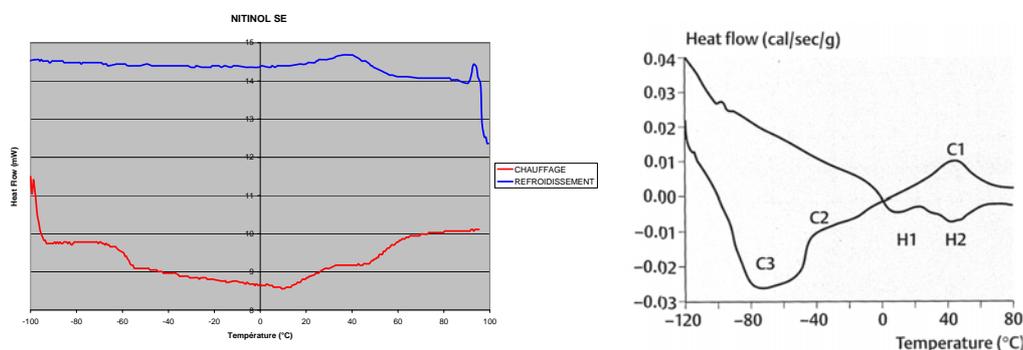


Figure 13 : Courbes de DSC du fil Nitinol SE déterminées à gauche lors de notre expérimentation, et à droite par Bradley, Brantley WA et Culberston en 1996

Les courbes de DSC des fils Neosentalloy (Figure 14) ont révélé des pics bien plus distincts que ceux des fils Nitinol et Nitinol SE.

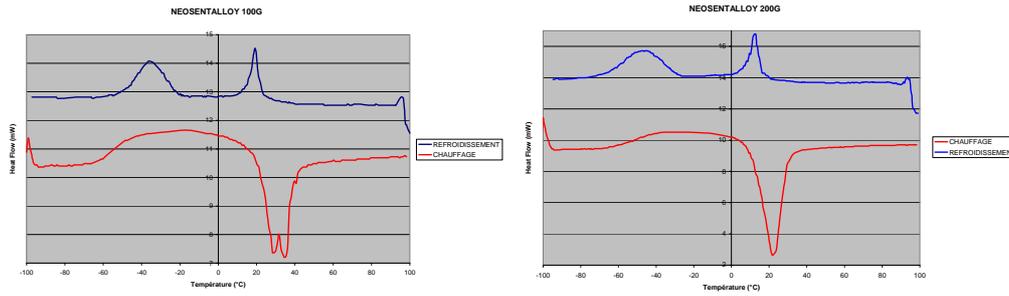


Figure 14 : Courbes DSC des fils Neosentalloy 100g (à gauche) et Neosentalloy 200g (à droite)

Le fil Neosentalloy 100g transite à la fois au chauffage et au refroidissement par la phase-R intermédiaire (Figure 15).

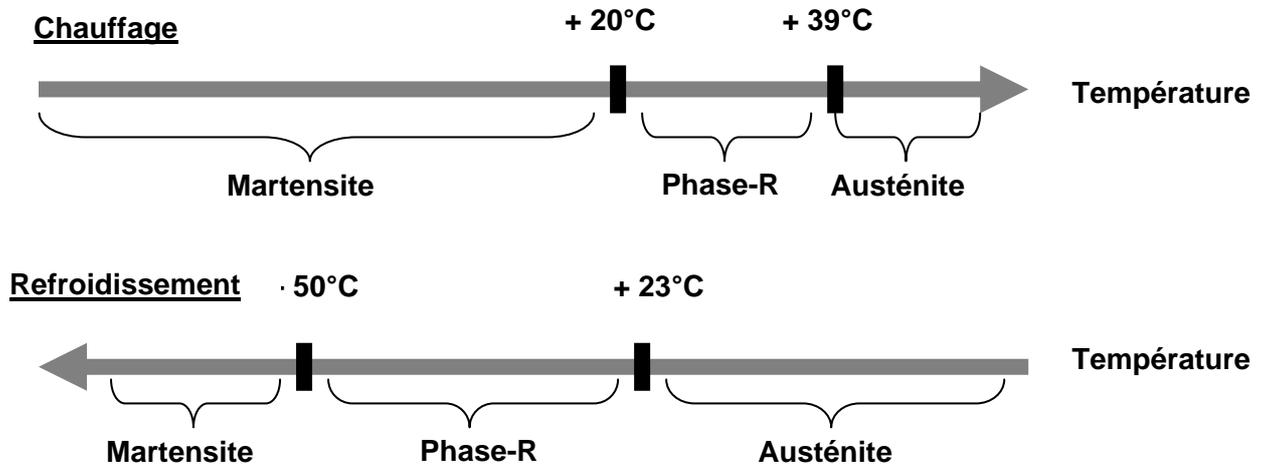


Figure 15 : transitions du fil Neosentalloy 100g au chauffage et lors du refroidissement

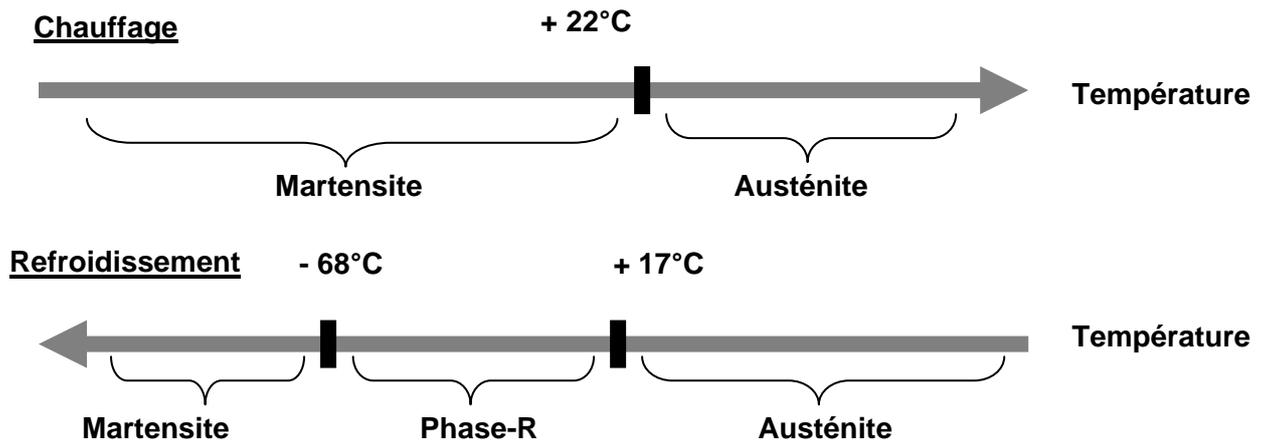


Figure 16 : transitions du fil Neosentalloy 200g au chauffage et lors du refroidissement

Le fil Neosentalloy 200g passe apparemment de la martensite à l'austénite lors du chauffage alors qu'au refroidissement apparaît la phase-R intermédiaire (Figure 16).

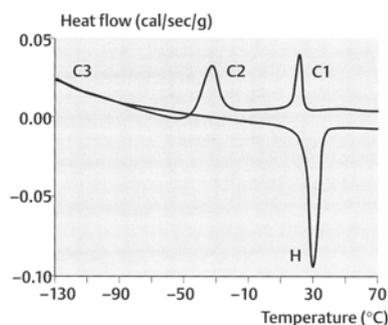


Figure 57 : courbes DSC du fil Neosentalloy étudié par Bradley, Brantley WA et Culberston en 1996

Ces dernières courbes de DSC sont analogues à celles concernant le Neosentalloy publiées par Bradley, Brantley WA et Culberston en 1996 (Figure 17).

Les températures de transition déterminées pour le fil Neosentalloy 200g sont relativement proches de celles du fil Neosentalloy mentionnées par Bradley, Brantley WA et Culberston en 1996, et de celles du fil Neosentalloy 200g indiquées par Jordan *et al.* en 1997 (tableau IV).

| Type de fil                                    | Chauffage |    |     |     | Refroidissement |     |      |      |
|--|-----------|----|-----|-----|-----------------|-----|------|------|
|  | Rs        | Rf | As  | Af  | Rs              | Rf  | Ms   | Mf   |
| Neosentalloy 100g<br>Bolender 2008             | 20°       | ?  | ?   | 39° | 23°             | 14° | -20° | -50° |
| Neosentalloy 200g<br>Bolender 2008             |           |    | 10° | 31° | 17°             | 7°  | -26° | -68° |
| Neosentalloy<br>Bradley <i>et al.</i> 1996     |           |    | 19° | 36° | 22°             | 13° | -22° | -49° |
| Neosentalloy 200g<br>Jordan <i>et al.</i> 1997 |           |    | 18° | 25° | 21°             | 12° | -20° | -61° |

Tableau IV : Températures de transition des Neosentalloy dans notre étude et dans celle de Bradley, Brantley WA et Culberston de 1996

Les courbes de DSC des fils Copper NiTi ont révélé un passage direct de la martensite à l'austénite et vice-versa, à l'exception du chauffage du Copper NiTi 40°C lors duquel une phase-R intermédiaire apparaît (Figure 18).

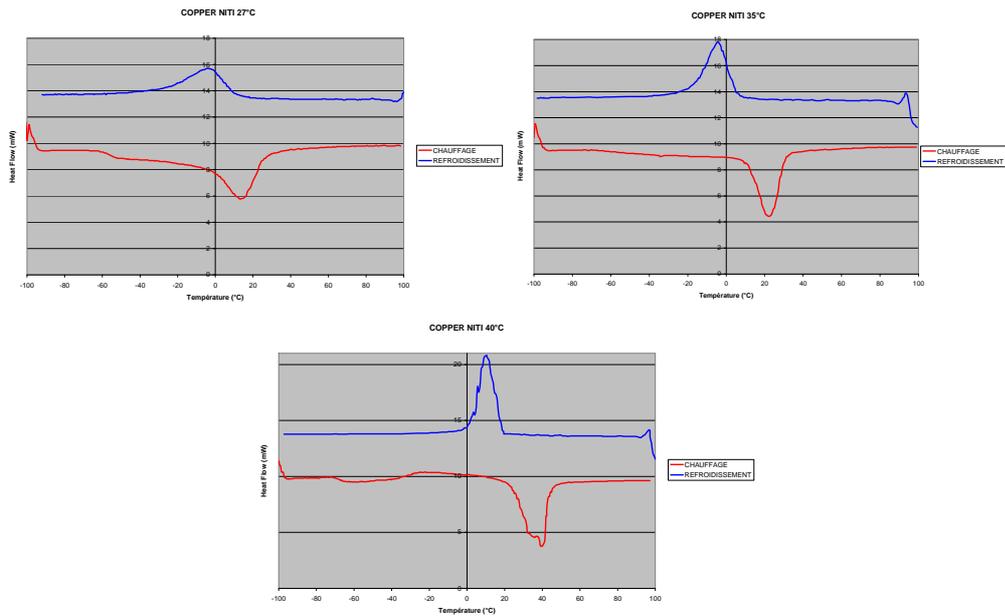


Figure 18 : Courbes de DSC des fils Copper NiTi 27°C (en haut à gauche), Copper NiTi 35°C (en haut à droite), Copper NiTi 40°C (en bas)

Brantley (2001) avance des résultats similaires, mais détecte lors du chauffage des deux Copper NiTi 35°C et Copper NiTi 40°C le passage par une phase-R intermédiaire (Figure 19).

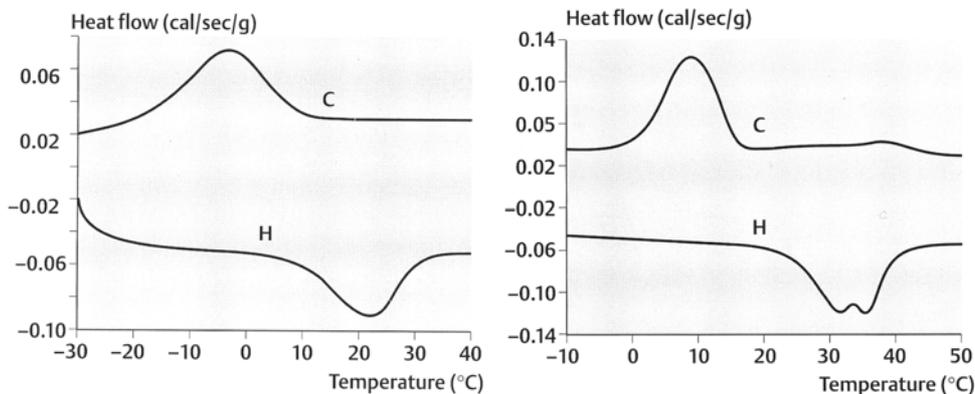


Figure 19 : Courbes de DSC des fils Copper NiTi 27°C (à gauche) et Copper NiTi 40°C (à droite) d'après Brantley (2001)

Fisher-Brandies *et al.* (2003) étudient parmi d'autres fils le fil Copper NiTi 35°C, mais ne parviennent pas à détecter de phase-R ni lors du chauffage ni lors du refroidissement.

Plus récemment, un comportement variable des fils Copper NiTi lors du chauffage a été mis en évidence par Biermann *et al.* en 2007. En effet, cette équipe note que :

- 6 fils Copper NiTi 40°C/6 fils étudiés se caractérisent par un pic double lors du chauffage
- 5 fils Copper NiTi 35°C/6 fils étudiés possèdent un pic double lors du chauffage
- 2 fils Copper NiTi 27°C/6 fils étudiés passent par une phase-R lors du chauffage

- tous les fils Copper NiTi étudiés se caractérisent par la présence d'un pic unique lors du refroidissement.

McCoy *et al.* affirment en 1997 que les températures Austenite Finish des trois variantes des fils Copper NiTi sont bel et bien, à 3° près, celles indiquées par le distributeur (i.e. 27, 35 et 40°C).

Les températures de transition des fils Copper NiTi, publiées depuis 1997, sont mentionnées dans le tableau V. Il nous faut reconnaître une certaine variation dans les valeurs citées, qui peut avoir pour origine :

- un traitement thermique variable
- un étirage à froid différent
- un rapport Ni:Ti inconstant
- ou d'autres variables de fabrication qui peuvent influencer sur les températures de transition (Miyazaki & Otsuka 1986, Todoroki & Tamura 1987, Abujudom *et al.* 1990).

| Type de fil  | Chauffage |    |     |     | Refroidissement |    |    |      |
|--|-----------|----|-----|-----|-----------------|----|----|------|
|  | Rs        | Rf | As  | Af  | Rs              | Rf | Ms | Mf   |
| Copper NiTi 27°C<br>Bolender 2008                          |           |    | -1° | 27° |                 |    | 12 | -25° |
| Copper NiTi 35°C<br>Bolender 2008                          |           |    | 12° | 31° |                 |    | 7  | -18° |
| Copper NiTi 40°C<br>Bolender 2008                          | 24°       | ?  | ?   | 44° |                 |    | 20 | 1°   |
| Copper NiTi 35°C<br>Jordan <i>et al.</i> 1997              |           |    | 14° | 36° |                 |    | 18 | -9°  |
| Copper NiTi 40°C<br>Iijima <i>et al.</i> 2002b             |           |    |     | 37° |                 |    |    |      |
| Copper NiTi 35°C<br>Fischer-Brandies<br><i>et al.</i> 2003 |           |    | 18° | 34° |                 |    | 14 | -4°  |
| Copper NiTi 27°C<br>Biermann <i>et al.</i> 2007            |           |    | 3°  | 29° |                 |    |    | -20° |
| Copper NiTi 35°C<br>Biermann <i>et al.</i> 2007            | 11°       |    |     | 36° |                 |    |    | -10° |
| Copper NiTi 40°C<br>Biermann <i>et al.</i> 2007            | 18°       |    |     | 36° |                 |    |    | -3°  |

Tableau V: Températures de transition des Copper NiTi 27, 35 et 40°C selon les études.

La température Austénite Finish du Copper NiTi 40°C a été établie à 44°C dans notre étude. Cette valeur accrue peut nous valoir en clinique des forces plus légères ou plus intermittentes que celles qui peuvent être anticipées.

#### • Diffraction des rayons X

A température ambiante les fils Neosentalloy 100g (Figure 20) et Copper NiTi 35°C (Figure 21) sont majoritairement sous forme austénitique. Ceci est en accord avec les études de Khier *et al.* (1989), Thayer *et al.* (1993), Thayer *et al.* (1995) et Brantley, Webb *et al.* (1997 & 1998).

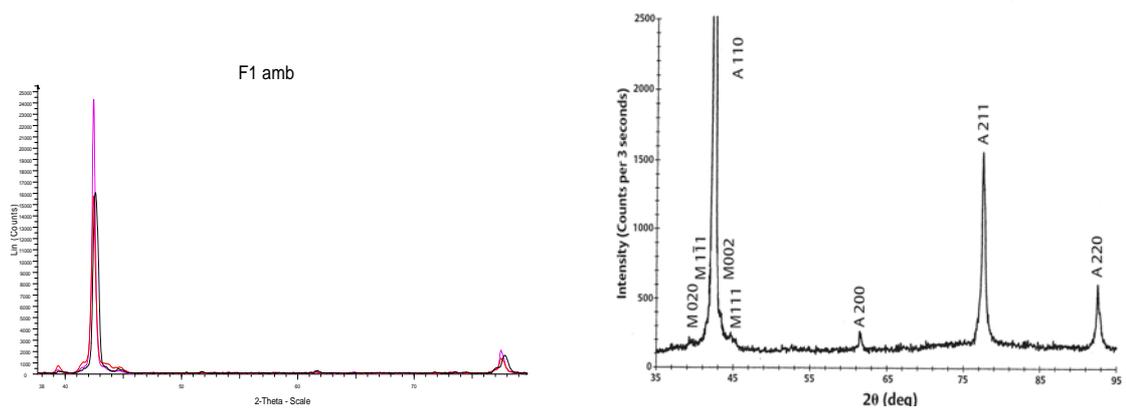


Figure 20 : diffractogrammes du fil Neosentalloy 100g étudié à gauche et du Neosentalloy de l'étude de Brantley *et al.* de 1998 à droite.

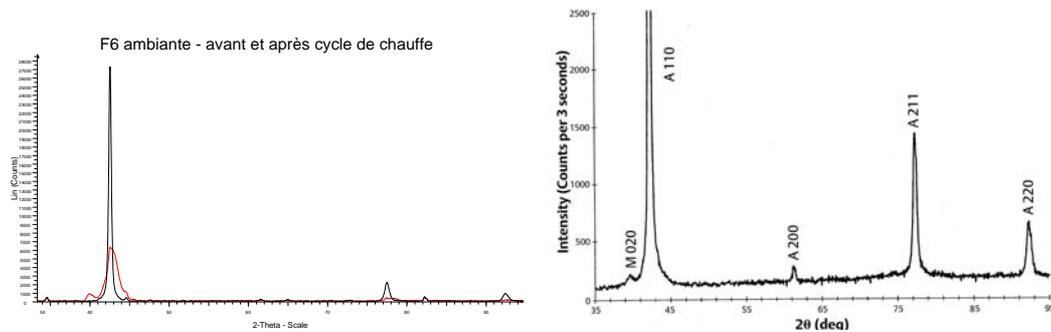


Figure 61: diffractogrammes du fil Copper NiTi 35°C étudié à gauche et de l'étude de Brantley *et al.* de 1998 à droite.

Les résultats obtenus en diffraction des rayons X lors des cycles thermiques corroborent les changements de phase mis en évidence par calorimétrie différentielle à balayage.

Les différences cependant que nous observons au début du cycle de chauffage entre la DRX et la DSC sont peut être dues à un refroidissement initial différent. En effet, les échantillons sont introduits à température ambiante puis refroidis à  $-100^{\circ}\text{C}$ , température à laquelle débutent les cycles de mesure pour les deux techniques. Ce refroidissement n'a pas lieu à la même vitesse selon l'appareillage utilisé.

De plus la masse de nos échantillons est plus importante en DRX par rapport à la DSC. L'inertie thermique de nos échantillons pourrait être en conséquence différente. Les nombreux fragments utilisés en DRX ne sont peut-être pas tous homogènes et de même phase.

Il faut de plus remarquer que les échantillons utilisés en DSC et de DRX ne proviennent pas du même fil original et qu'une variation peut donc exister d'un fil de Copper NiTi 35°C à un autre fil Copper NiTi 35°C. Cette variation a d'ailleurs été constatée en DSC par Biermann *et al.* (2007) sur ce type de fil.

Il nous faut finalement rappeler que ces deux techniques d'investigation sont différentes dans la mesure où la diffraction des rayons X caractérise plutôt la « surface » des échantillons alors que la calorimétrie différentielle à balayage décrit les changements de phase dans la masse des échantillons.

Les changements de phase et leurs températures de transition ont bien été illustrés en DRX comme le montre le refroidissement du fil Neosentalloy 100g (Figure 22), où l'on passe distinctement d'un pic unique caractéristique de l'austénite, à un pic double signant la présence de phase-R, pour obtenir les 4 pics de la martensite (dans le domaine angulaire  $35^\circ < 2\theta < 50^\circ$ ,  $\lambda=1,54055 \text{ \AA}$ ).

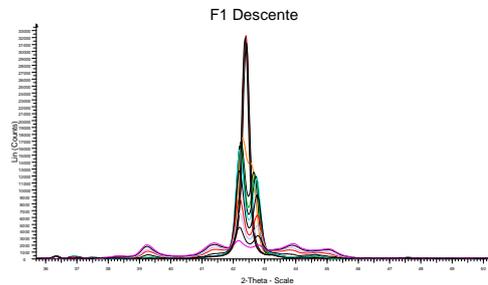


Figure 22 : superposition des diffractogrammes du fil Neosentalloy 100g lors du refroidissement de  $+100^\circ\text{C}$  à  $-100^\circ\text{C}$

- Analyse en torsion

Les tests mécaniques des alliages à base de nickel-titane cités le plus couramment dans la littérature ont été réalisés en flexion. Les articles les plus anciens ont décrit le comportement de ces alliages à la seule température ambiante (Lopez, Goldberg & Burstone 1979 ; Goldberg, Burstone & Koenig 1983 ; Khier, Brantley & Fournelle 1991 ; Kapila, Reichhold *et al.* 1991 ; Chen, Zhi & Arvystas 1992 ; Kapila, Haugen & Watanabe 1992 ; Smith *et al.* 1992 ; Oltjen *et al.* 1997).

L'hypothèse que les alliages les plus récents soient dotés de propriétés superélastiques est traditionnellement acceptée par la profession orthodontique. La plupart des résultats des tests en flexion viennent d'ailleurs étayer cette assertion (Burstone, Qin & Morton 1985 ; Andreasen, Heilmann & Krell 1985 ; Miura *et al.* 1986 & 1988 ; Khier, Brantley & Fournelle 1991 ; Kapila, Reichhold *et al.* 1991 ; Chen, Zhi & Arvystas 1992 ; Kapila, Haugen & Watanabe 1992 ; Tonner & Waters 1994 ; Mullins *et al.* 1996 ; Oltjen *et al.* 1997 ; Nakano *et al.* 1999 ; Meling & Ødegaard 2001 ; Gurgel, Kerr *et al.* 2001 ; Wilkinson *et al.* 2002 ; Sakima *et al.* 2005 ; Garrec *et al.* 2005, Bartzela *et al.* 2007).

Nos résultats viennent cependant s'inscrire en faux par rapport à ces conclusions en flexion et aux arguments de vente des distributeurs. Le distinguo classique que l'on établit entre les différentes générations de fils à base de nickel-titane n'a pas été confirmé par notre étude.

En effet, nous n'avons pas pu différencier sur notre banc d'essai les fils originaux de type martensitique écrouis à froid de leurs homologues austénitiques superélastiques. En effet, seuls les Copper NiTi 37 et 40°C se sont révélés superélastiques à température buccale lors des tests en torsion. Ces résultats sont en accord avec les études en torsion de Meling et Ødegaard (1998c & 1998d). Aucun des fils testés par ces auteurs n'était doté de superélasticité lorsqu'ils étaient soumis à une torsion croissante jusqu'à une valeur maximale de  $25^\circ$ . Seul le fil Copper NiTi 27°C se caractérisait par une ébauche de plateau de superélasticité.

Les fils superélastiques ne sont supérieurs aux alliages martensitiques écrouis que si leur désactivation correspond au plateau de superélasticité. Quoique la technique de Ricketts recommande  $22^\circ$  de torque radiculo-palatin pour une incisive centrale supérieure, la vaste majorité des techniques orthodontiques ne suggère que des valeurs de  $10$  à  $14^\circ$  de torque (Proffit, 2007).

Or si l'on considère les fils Copper NiTi 35°C qui se sont montrés superélastiques, il nous faut constater que leur plateau de superélasticité ne débute que pour une valeur approximative de 17° de torsion. En conséquence la présence de ce plateau ne procurerait pas d'avantage clinique significatif en raison de la valeur élevée de cet angle de torsion minimal. En d'autres termes, l'utilisation quotidienne de ce fil ne permettrait d'atteindre que rarement ce domaine de superélasticité.

Le fil Copper NiTi 40°C est avantageusement doté, quant à lui, d'un plateau de désactivation qui débute dès les premiers degrés de torsion. Il nous faut toutefois constater qu'à contrario du fil Copper NiTi 35°C développant des moments optimaux de 800 à 1000g×mm, le fil Copper NiTi 40°C ne génère que des moments faibles de l'ordre de 0 à 400g×mm qui se révèlent peut-être insuffisants pour engendrer un déplacement dentaire.

L'absence de superélasticité de la plupart des arcs testés pourrait être en partie due à la difficulté qu'éprouvent les producteurs à fabriquer des fils à températures de transition constantes. Comme l'a mentionné Sachdeva (1990), les propriétés mécaniques de ces alliages sont particulièrement sensibles à des variations minimales du mode de fabrication. On compte parmi les facteurs d'importance : la composition en nickel, la composition en oxygène, les traitements thermiques et le degré d'érouissage à froid.

L'absence de superélasticité est peut être due également à la valeur maximale de moment que nous avons retenue pour notre étude (1540 g×mm). En effet, en augmentant cette valeur lors de nos tests à 3000 g×mm, nous aurions vraisemblablement pu mettre en évidence des plateaux de superélasticité à 35°C pour la plupart des fils à base de nickel-titane. Toutefois, ce faisant, nous aurions de loin dépassé les valeurs physiologiques de moment proposées par les différents auteurs, et atteint des valeurs de torsion supérieures à 20°. Rappelons que des forces ou moments élevés peuvent entraîner en orthodontie des phénomènes incontrôlés de destruction spontanée des racines appelés rhizolyse (Reitan 1964, Casa *et al.* 2001, Hohmann *et al.* 2007). Casa *et al.* et Hohmann *et al.* ont montré de telles lésions en appliquant *in vivo* des moments relativement faibles de 300cN×mm (306g×mm) et 600cN×mm (612g×mm) sur des prémolaires. Nous sommes demeurés ainsi lors de notre expérimentation, dans les domaines physiologiques reconnus dans la littérature.

Le fil D-Rect possède à température buccale une pente Moment/Torsion inférieure aux fils NiTi dépourvus de superélasticité. Il démontre ainsi des propriétés mécaniques supérieures à la plupart des alliages à base de nickel-titane. Cette supériorité mécanique des fils en acier tressé a été en outre confirmée par Fuck & Drescher (2006) sur un montage simulant une arcade dentaire.

De plus, le fil D-Rect dispose d'un avantage marqué par rapport aux fils NiTi : il peut en effet être conformé aux dimensions transversales des arcades dentaires. En d'autres termes, ces fils D-Rect peuvent être adaptés grâce à une pince orthodontique aux dimensions des arcades de chaque patient. Il nous faut rappeler qu'augmenter les dimensions transversales des arcades dentaires est généralement un mouvement proscrit et condamné à une récurrence relativement certaine et que les fils NiTi nous imposent malheureusement des dimensions transversales déterminées par le fabricant.

Un avantage additionnel du fil D-Rect est celui de son coût (Figure 23). En effet les fils à base de nickel-titane sont en général bien plus onéreux que leur homologue en acier (170 à 200% / prix du D-Rect). Seul le Rematitan Lite offre une alternative avantageuse ( 77% du prix du D-Rect).

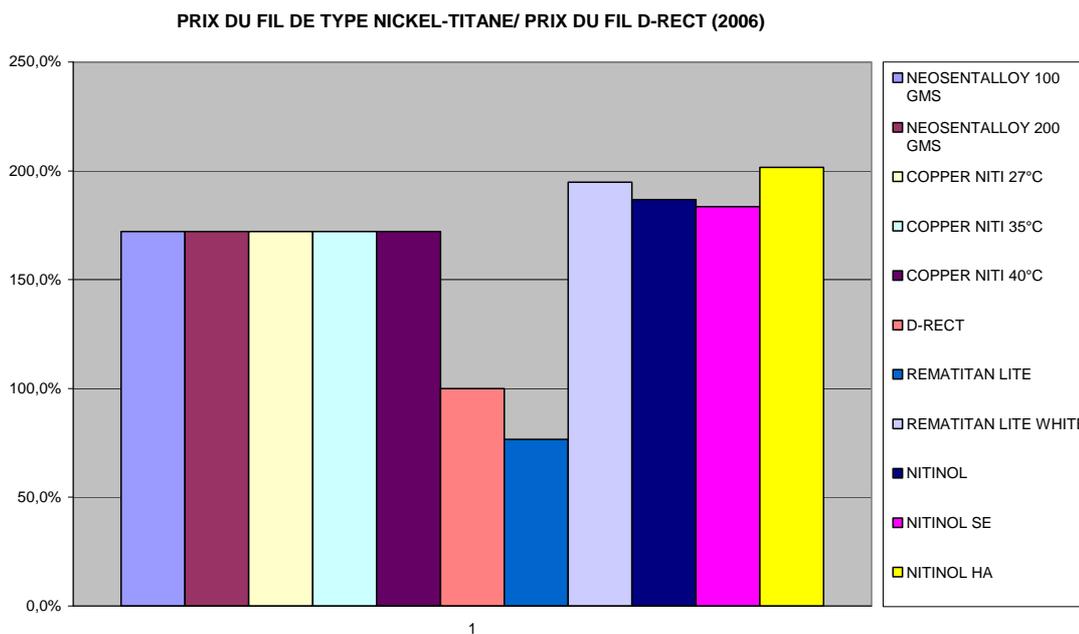


Figure 23 : Comparatif des prix des fils à base de nickel-titane par rapport au prix du fil en acier D-Rect

Enfin, des essais cliniques ont été menés afin de comparer l'utilisation de fils tressés en acier par opposition à des fils de type nickel-titane dans des phases initiales d'alignement (Jones *et al.* 1990, West *et al.* 1995, Cobb *et al.* 1998, Evans *et al.* 1998). Ces études n'ont pas pu mettre en évidence de différence de qualité de l'alignement dentaire obtenu ou de temps nécessaire afin de l'obtenir.

La superélasticité des alliages à base de nickel-titane est due à l'apparition de martensite induite par la contrainte. En théorie, de tels alliages devraient posséder une température  $A_f$  inférieure à la température buccale. Ce raisonnement ne nous permet pas cependant de différencier les différents fils de notre étude selon leur température  $A_f$ , en alliages dotés ou non de superélasticité. En effet, les deux fils Neosentalloy 200g et Copper NiTi 35°C ont tous deux une température Austenite Finish de 31°C, mais se comportent différemment sur notre banc d'essai. De plus, le fil superélastique Copper NiTi 40°C est pourvu d'un  $A_f$  de 44°C alors que fil non-superélastique Neosentalloy 100g possède un  $A_f$  de 39°C.

L'utilisation de calorimétrie différentielle à balayage modulée en température a révélé des transitions de phase plus élaborées que celles que l'on connaissait jusqu'alors (Brantley, Iijima *et al.* 2002 & 2003). L'interaction entre superélasticité et transitions de phases des fils orthodontiques demeure un phénomène complexe qui nécessitera des études ultérieures.

## CONCLUSIONS

Les fils de type nickel-titane sont largement utilisés en Orthodontie en raison des propriétés spécifiques qu'on leur prête : faible raideur d'abord, important effet-détente, puis superélasticité et enfin mémoire de forme. De nouvelles versions viennent enrichir régulièrement les catalogues des différents distributeurs. L'orthodontiste éprouve des difficultés à juger de la véracité des qualités dont sont dotés ces produits. Notre étude a tenté de caractériser dix fils de type nickel-titane parmi ceux les plus fréquemment utilisés par la profession et de vérifier l'influence des variations de température sur leur structure et leurs propriétés mécaniques. Nos conclusions s'articulent selon les points suivants :

- L'une des raisons qui poussent un praticien à utiliser ces fils de type nickel-titane, est la possibilité qui lui est offerte d'avoir recours à des fils de forte section dès les stades initiaux de traitement. Ces arcs lui permettent ainsi de remplir la gorge des attaches et de contrôler les unités dentaires dans les trois dimensions de l'espace. Force est de constater que ce contrôle tri-dimensionnel n'est que relatif en raison du sous-dimensionnement significatif de la section des fils tant en épaisseur (-3,4%) qu'en largeur (-1,8%). Le jeu généré par le fil orthodontique maintenu dans l'attache peut atteindre une valeur double ( $\pm 4,7^\circ$ ) du jeu théorique ( $\pm 2,3^\circ$ ). Le fil esthétique Rematitan Lite White est le seul à présenter des dimensions supérieures aux valeurs nominales. Kusy et Whiley (1999) et Cash *et al.* (2004) ont en outre mis en évidence un sur-dimensionnement significatif des dimensions des gorges des attaches. Il découle de ce double écart par rapport aux valeurs nominales que le contrôle tri-dimensionnel prôné par la majeure partie des techniques orthodontiques actuelles est une illusion. De plus, nous avons constaté non seulement un sous-dimensionnement généralisé des fils à base de nickel-titane, mais aussi des écarts dimensionnels tant en épaisseur qu'en largeur entre les parties antérieure et postérieure d'un arc préformé, écarts ignorés par la profession jusqu'alors.
- Les états de surface que nous avons mis en évidence sont variés et représentent des modes de fabrication différents. L'origine exacte de ces fils est toujours demeurée un mystère pour les orthodontistes. Il est postulé qu'une poignée de fabricants mondiaux approvisionnent les distributeurs et le marché. La diversité des états de surface observés nous laisse à penser qu'il existe peut-être un ou deux producteurs de lingot mais différents fabricants de fils orthodontiques. Nous avons pu mettre en évidence un certain lien de parenté entre les fils distribués par le même revendeur.
- L'analyse de la composition des fils a permis de dégager une homogénéité certaine entre deux catégories de fils : les alliages de type nickel-titane qui sont quasiment équiatomiques, et les alliages cuivre-nickel-titane constitués de 4,8% (at) de cuivre et de 0,2% (at) de chrome aux dépens du nickel. La microsonde de Castaing ne nous a pas permis de différencier la composition des fils à l'intérieur des deux catégories. Il apparaît donc que le comportement mécanique différent des fils au sein de chacune de ces catégories est dû au traitement thermo-mécanique que les fabricants leur font subir avant commercialisation.
- Classiquement, les arcs à base de nickel-titane sont classés en trois catégories apparues successivement sur le marché (Tonner & Waters, 1994) : les fils les plus anciens martensitiques et fortement écrouis à froid, la deuxième génération de fils superélastiques dépourvus de mémoire de forme aux températures buccales, et enfin la troisième génération de fils dotés de superélasticité et une mémoire de forme utilisable en clinique. Nos résultats ne nous ont pas permis de confirmer cette

classification. Aucun des fils étudiés ne présentent de mémoire de forme. La diversité des types de transition et des températures de transformation observés confirme l'hétérogénéité de notre échantillon et illustre les différents traitements thermo-mécaniques subis par les fils. Il est difficile de corréliser les résultats de calorimétrie différentielle à balayage avec ceux des tests mécaniques. L'aspect complexe des transitions de phase ne constitue peut-être qu'un élément expliquant le comportement des fils en torsion. Une nouvelle technique de calorimétrie à balayage et à température modulée (Brantley, Iijima et Grentzer, 2002, & 2003) a d'ailleurs révélé des transitions de phase inconnues jusqu'alors au sein des alliages à base de nickel-titane.

- La diffraction des rayons X des fils Neosentalloy 100g et Copper NiTi 35°C, fils représentatifs des deux groupes de composition de notre échantillon, a démontré la nature austénitique de ces arcs à température ambiante. Cette technique a de plus confirmé les transitions en deux et un temps de ces alliages mises en évidence par la calorimétrie différentielle à balayage. De minimes divergences de résultats entre diffraction des rayons X et calorimétrie différentielle à balayage, ont été mises à jour et sont peut-être dues au fait que la diffraction ne s'intéresse qu'à la surface des échantillons alors que la calorimétrie détermine les changements de phase dans la masse des échantillons.
  
- L'un des résultats majeurs de notre étude a été de constater un comportement des fils en torsion très différent des propriétés en flexion classiquement décrites dans la littérature. En effet, nos résultats n'ont pas permis de mettre en évidence de façon constante l'effet superélastique démontré traditionnellement en flexion. La nature différente des contraintes générées en torsion et flexion doit vraisemblablement être à l'origine de ce comportement.  
De plus, nos résultats en torsion se sont révélés très différents selon la température étudiée. Les fils délivrent ainsi des moments d'intensité variable selon les différentes températures rencontrées dans la cavité buccale alors que les orthodontistes cherchent à déplacer les dents grâce à des forces légères et constantes. Il faut souligner le fait que la quasi-totalité des fils de notre échantillonnage ne possède pas en torsion des propriétés superélastiques à la température buccale moyenne (35°C). Seuls les fils Copper NiTi 35°C et 40°C sont dotés de superélasticité à 35°C.  
Le fil Copper NiTi 35°C est à même de développer des moments idéaux de l'ordre de 800 à 1000g×mm lors de la désactivation. Malheureusement une certaine inconstance dans les processus de fabrication a pu être constatée dans la mesure où seuls 5 fils sur les 10 arcs de notre échantillon présentaient des plateaux de superélasticité à 35°C. De plus, une torsion minimale en moyenne de 17° est nécessaire avant d'atteindre le plateau recherché.  
A l'inverse, le fil Copper Niti 40°C est superélastique dès les premiers degrés de torsion, mais il ne vient à développer que des moments inférieurs à 400g×mm. Ces moments sont-ils suffisants pour induire des déplacements dentaires ?

Les fils à base de nickel-titane ont remplacé dans les années 70-80 les fils en acier multi-brins alors que ces derniers présentent : un comportement mécanique stable quelles que soient les températures buccales, une constance de comportement à l'intérieur d'un même lot, un rapport charge/déformation plus faible que celui des alliages à base nickel-titane et surtout pour l'orthodontiste la possibilité de le conformer à la forme d'arcade du patient. Ces fils multi-brins en acier inoxydable semblent actuellement offrir un bon compromis pendant les phases initiales d'alignement.

Ce travail peut être poursuivi selon différents axes de recherche :

- Cette étude du comportement des fils en torsion pourrait être complétée par des travaux portant sur la flexion des fils. Le banc d'essai original utilisé dans nos expérimentations pourrait être adapté afin de recevoir une machine d'essais Instron® permettant de développer soit des forces horizontales ou verticales (Parvizi & Rock 2003). Les comportements en flexion et torsion des fils pourraient être ainsi confrontés dans un environnement reproduisant au mieux les conditions cliniques.
- Un plus grand nombre d'échantillons pourrait être soumis à la calorimétrie différentielle à balayage pour chaque catégorie de fil afin de vérifier la constance des températures de transition et des processus de fabrication (Biermann *et al.* 2007).
- Des cycles thermiques partiels pourraient être utilisés en calorimétrie différentielle à balayage afin de vérifier l'unicité des pics constatés dans notre étude (Jordan *et al.* 1997).
- Les études de calorimétrie différentielle et de diffraction des rayons X pourraient être répétées en ayant recours à des cycles thermiques reproduisant les variations rencontrées dans la cavité buccale (Iijima, Brantley, Kawashima *et al.* 2004). L'identification des phases cristallines présentes en bouche en serait ainsi facilitée.
- Enfin, une étude de la corrosion intra-buccale des fils de type nickel-titane et du relargage du nickel dans la cavité buccale pourrait venir compléter ce travail (Eliades & Athanasiou 2002).

## BIBLIOGRAPHIE :

- Abujudom DN, Thoma PE, Fariabi S. The effect of cold work and heat treatment on the phase transformations of near equiatomic NiTi shape memory alloy. *Mater Sci Forum* 1990;56-58:565-570.
- Afnor NF A 51-080. Alliages à mémoire de forme (AMF). Vocabulaire et mesures, Avril 1991.
- Airoldi G, Riva G, Vanelli M, Filippi V, Garattini G. Oral environment temperature changes induced by cold/hot liquid intake. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1997;112:58-63.
- Andreasen GF. Method and system for orthodontic moving teeth. US patent # 4 037 324, 26 Juillet 1977.
- Andreasen GF, Brady PR. A use hypothesis for 55 nitinol wire for orthodontics. *Angle Orthod* 1972;42:172-177.
- Andreasen GF, Hilleman TB. An evaluation of 55 cobalt substituted nitinol wire for use in orthodontics. *J Am Dent Assoc* 1971;82:1373-1375.
- Andreasen GF, Heilmann H, Krell D. Stiffness changes in thermodynamic nitinol with increasing temperature. *Angle Orthod* 1985;55:120-126.
- Andreasen GF, Montanago L, Krell D. An investigation of linear dimensional changes as a function of temperature in an 0.010 inch 55 cobalt-substituted annealed nitinol alloy wire. *Am J Orthod* 1982;82:469-472.
- Andreasen GF, Morrow RE. Laboratory and clinical analyses of nitinol wire. *Am J Orthod* 1978;73:142-151.
- Andreasen GF, Wass K, Chan KC. A review of super-elastic and thermodynamic nitinol wire. *Quintessence Int* 1985;9:623-626.
- Andrews LF. The straight-wire appliance, origin, controversy, commentary. *J Clin Orthod* 1976;10:99-114.
- Angle EH. The latest and best in orthodontic mechanisms. *Dent Cosmos* 1928;70:1143-1158.
- Barat Y, Bias G, Dautrey J, Démogé PH, Flageul F, Ingrand R, Kolf J, Loreille JP, Merville L, Philippe J, Planché P, Talmant J, Van Besien Y. Dictionnaire Orthognathodontie (Orthopédie Dento-Faciale). SFODF 2007.
- Bartzela TN, Senn C, Wichelhaus A. Load-deflection characteristics of superelastic nickel-titanium wires. *Angle Orthod* 2007;77:991-998.
- Barwart O, Rollinger JM, Burger A. An evaluation of the transition temperature range of super-elastic orthodontic NiTi springs using differential scanning calorimetry. *Eur J Orthod* 1999;21:497-502.

- Biermann MC, Berzins W, Bradley TG. Thermal analysis of as-received and clinically retrieved Copper-nickel-titanium archwires. *Angle Orthod* 2007;77:499-503.
- Bourauel C, Fries T, Drescher D, Plietsch R. Surface roughness of orthodontic wires via atomic force microscopy, laser specular reflectance, and profilometry. *Eur J Orthod* 1998;20:79-92.
- Bradley TG, Brantley WA, Culbertson BM. Differential scanning calorimetry (DSC) analyses of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1996;109:589-597.
- Bradley TG, Mitchell JC, Brantley WA. Surface composition and microtopography of Nickel-Titanium orthodontic wires. *J Dent Res* 1996;75:61, Abst# 346.
- Brantley WA. Orthodontic wires. In : Brantley WA, Eliades T, eds. *Orthodontic materials . Scientific and clinical aspects*. Stuttgart : Thieme Verlag, 2001:77-103.
- Brantley WA, Eliades T, Litsky AS. Mechanics and mechanical testing of orthodontic materials. In : Brantley WA, Eliades T, eds. *Orthodontic materials . Scientific and clinical aspects*. Stuttgart : Thieme Verlag, 2001:27-47.
- Brantley WA, Iijima M, Grentzer TH. Temperature-modulated DSC study of phase transformations in nickel-titanium orthodontic wires. *Thermochimica Acta* 2002;392-393:329-337.
- Brantley WA, Iijima M, Grentzer TH. Temperature-modulated DSC provides new insight about nickel-titanium wire transformations. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2003;124:387-394.
- Brantley WA, Webb CS, Soto U, Cai Z, McCoy BP. X-ray diffraction analyses of Copper NiTi orthodontic wires. *J Dent Res* 1997;76:401 Abst# 3097.
- Brantley WA, Webb CS, Soto U, Wu Q, Cassinelli A. X-ray diffraction and Vickers hardness of titanium-containing orthodontic wires. *J Dent Res* 1998;77:108 Abst# 24.
- Brim K, Chandler BA. Changes in oral temperature. *Am J Nurs* 1948;48:772-773.
- Buehler WJ: Proceedings of seventh Navy Science Symposium ONR-16 Office of Technical Services, US Department of Commerce, Washington, DC, unclassified, 1963;1:1-30.
- Buehler WJ, Cross WB. 55-Nitinol unique wire alloy with a memory. *Wire J* 1969;2:41-49.
- Buehler WJ, Gilfrich JV, Wiley RC. Effect of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near the composition of TiNi. *J Appl Phys* 1963;34:1475-1477.
- Buehler WJ, Wang FE. A summary of recent research on the nitinol alloys and their potential application in ocean engineering. *Ocean Eng* 1968;1:105-120.

- Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955;34:849-853.
- Burstone CJ. Modern edgewise mechanics and the segmented arch technique. Glendora, California : Ormco Corporation, 1995.
- Burstone CJ, Goldberg AJ. Beta titanium: a new orthodontic alloy. *Am J Orthod* 1980;77:121-132.
- Burstone CJ, Goldberg AJ. Orthodontic appliance of titanium alloy. US patent # 4 197 643, 15 Avril 1980.
- Burstone CJ, Goldberg AJ. Maximum forces and deflections from orthodontic appliances. *Am J Orthod* 1983;84:95-103.
- Burstone CJ, Qin B, Morton JY. Chinese NiTi wire – a new orthodontic alloy. *Am J Orthod* 1985;87:445-452.
- Casa MA, Faltin RM, Faltin K, Sander FG, Arana-Chavez VE. Root resorptions in upper first premolars after application of continuous torque moment. *J Orofac Orthop* 2001;62:285-295.
- Cash AC, Good SA, Curtis RV, McDonald F. An evaluation of slot size on orthodontic brackets - Are standards as expected ? *Angle Orthod* 2004;74:450-543.
- Chen BR, Zhi YF, Arvystas MG. Advanced Chinese NiTi alloy wire and clinical observations. *Angle Orthod* 1992;62:59-66.
- Cobb NW 3rd, Kula KS, Phillips C, Profitt WR. Efficiency of multi-strand steel, superelastic Ni-Ti and ion-implanted Ni-Ti archwires for initial alignment. *Clin Orthod Res* 1998;1:12-19.
- Coluzzi B, Biscarini A, Di Masso L, Mazzoliai FM, Staffolani N, Guerra M, Santoro M, Ceresara S, Tuissi A. Phase transition features of NiTi orthodontic wires subjected to constant bending strains. *J Alloys Compounds* 1996;233:197-205.
- Cuinet M, Guivarch J, Huet AP, Morgon L. Les fils orthodontiques au début du troisième millénaire. Innovation ou amelioration. *Orthod Fr* 2001;72:221-291.
- Dahlberg G. Statistical methods for medical and biological students. New York : Interscience Publications, 1940.
- Deblock L, Lucht M. Contribution au choix du fil orthodontique. *Orthod Fr* 1986;57:809-822.
- De Coster L. The use of rustless steel in dentofacial orthopedics. *Int J Orthodontia* 1932;18:1191-1195.
- Drake SR, Wayne DM, Powers J, Asgar K. Mechanical properties of orthodontic wires in tension, bending and torsion. *Am J Orthod* 1982;82:206-210.
- Eliades T, Athanasiou AE. In vivo aging of orthodontic alloys: implications for corrosion potential, nickel release, and biocompatibility. *Angle Orthod* 2002;72:222-237.

Eliades T, Eliades G, Athanasiou AE, Bradley TG. Surface characterization of retrieved NiTi orthodontic archwires. *Eur J Orthod* 2000;22:317-326.

Eliades T, Zinelis S, Papadopoulos MA, Eliades G, Athanasiou AE. Nickel content of as-received and retrieved NiTi and stainless steel arch wires : assessing the nickel release hypothesis. *Angle Orthod* 2004;74:151-154.

Evans TJ, Jones ML, Newcombe RG. Clinical comparison and performance perspective of three aligning arch wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1998;114:32-39.

Feldner JC, Sarkar NK, Sheridan JJ, Lancaster DM. In vitro torque-deformation characteristics of orthodontic polycarbonate brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1994;106:265-272.

Filleul MP. Banc d'essai permettant de soumettre les arcs orthodontiques à une torsion sur chant. Brevet N°089/06480.

Filleul MP. Comparaison des couples de rappel restitués par le Nitinol, le NiTi Ormco et le Tru-chrome lorsqu'ils sont soumis à une torsion sur chant de 20°, 25°, 30° et 35° à une température de 37° Celsius. *Orthod Fr* 1989;60:851-60.

Filleul MP, Bourgoïn G. Comparaison de la rigidité en torsion des fils couramment utilisés en orthodontie. *Rev Orthop Dento Faciale* 1984;18:67-75.

Filleul MP, Bourgoïn G. Comparaison de la raideur en torsion des fils couramment utilisés en orthodontie. *Rev Orthop Dento Faciale* 1985;19:537-546.

Filleul MP, Constant S. Torsional properties of Ni-Ti orthodontic archwires. *Mat Sci Eng* 1999;A273-275:775-779.

Filleul MP, Jordan L. Torsional properties of Ni-Ti and Copper Ni-Ti wires : the effect of temperature on physical properties. *Eur J Orthod* 1997;19:637-646.

Filleul MP, Portier R, Jordan L. Effect of temperature on torsional properties of Ni-Ti and Copper Ni-Ti orthodontic wires. *J Phys IV France* 1997;7:661-665.

Fillmore GM, Tomlinson JL. Heat-treatment of cobalt-chromium alloy. *Angle Orthod* 1976;46:187-195

Fischer-Brandies H, Es-Souni M, Koch N, Raetzke K, Bock O. Transformation behavior, chemical composition, surface topography and bending properties of five selected 0.016×0.022 NiTi archwires. *J Orofac Orthop* 2003;64:88-99.

Fletcher ML, Miyake S, Brantley WA, Culberston BM. DSC and bending studies of a new shape-memory orthodontic wire. *J Dent Res* 1992;71:169 Abst# 505.

Garrec P, Tavernier B, Jordan L. Evolution of flexural rigidity according to the cross-sectional dimension of a superelastic nickel titanium orthodontic wire. *Eur J Orthod* 2005;27:402-407.

Ghanbaya J, Ravaux Y. Microscopie électronique à balayage, cours, UHP, 2007.

- Gill FJ, Planell JA. Effect of copper addition on the superelastic behavior of Ni-Ti shape memory alloys for orthodontic applications. *J Biomed Mater Res (Appl Biomater)* 1999;48:682-688.
- Goldberg J, Burstone CJ. An evaluation of  $\beta$  titanium alloys for use in orthodontic appliances. *J Dent Res* 1979;58:593-599.
- Goldberg AJ, Burstone CJ. Advanced thermoplastics for orthodontics. US patent # 7 186 115, 6 Mars 2007.
- Goryczka T, Morawiec H. Structure studies of the R-phase using diffraction methods. *Journal of Alloys and Compounds* 2004;367:137-141.
- Grimsdottir MR, Hensten-Pettersen A. Surface analysis of nickel-titanium archwire used *in vivo*. *Dent Mater* 1997;13:163-167.
- Gurgel JA, Kerr S, Powers J, LeCrone V. Force-deflection properties of superelastic nickel-titanium archwires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2001;120:378-382.
- Gurgel JA, Stephen S, Powers JM, Pinzan A. Torsional properties of commercial nickel-titanium wires during activation and deactivation. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2001;120:76-79.
- Hamanaka H, Watanabe K, Miura I. New ultra-elastic NiTi orthodontic wire. *DE J Dent Eng* 1982;60:28-33.
- Hohmann A, Wolfram U, Geiger M, Boryor A, Sander C, Faltin R, Faltin K, Sander FG. Periodontal ligament hydrostatic pressure with areas of root resorption after application of a continuous torque moment. *Angle Orthod* 2007;77:653-659.
- Houston WJB. The analysis of error in orthodontic measurements. *Am J Orthod* 1983;83:382-390.
- Jones ML, Staniford H, Chan C. Comparison of superelastic NiTi and multistranded stainless steel wires in initial alignment. *J Clin Orthod* 1990;24:611-613.
- Kapila S, Reichhold GW, Anderson RS, Watanabe LG: Effects of clinical recycling on mechanical properties of nickel-titanium alloy wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1991;100:428-435.
- Kapila S, Sachdeva R. Mechanical properties and clinical applications of orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofac Orthop* 1989;96:100-109.
- Kapila S, Haugen JW, Watanabe LG. Load-deflection characteristics of nickel-titanium alloy wires after clinical recycling and dry heat sterilization. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1992;102:120-126.
- Khier SE. Structural characterization, biomechanical properties, and potentiodynamic polarization behaviour of nickel-titanium orthodontic wire alloys [Ph D Dissertation]. Milwaukee, WI: Marquette University, 1988.

Khier SE, Brantley WA, Fournelle RA. Bending properties of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontics wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1991;99:310-318.

Kusy RP, Whitley JQ. Assessment of second-order clearances between orthodontic archwires and bracket slots via the critical contact angle for binding. *Angle Orthod* 1999;69:71-80.

Iijima M, Brantley WA, Kawashima I, Ohno H, Guo W, Yonekura Y, Mizoguchi I. Micro-X-ray diffraction observation of nickel-titanium orthodontic wires in simulated oral environment. *Biomaterials* 2004;25:171-176.

Iijima M, Endo K, Ohno H, Yonekura Y, Mizoguchi I. Corrosion behaviour and surface structure of orthodontic Ni-Ti alloy wires. *Dent Mat J* 2001;20:103-113.

Iijima M, Ohno H, Kawashima I, Endo K, Brantley WA, Mizoguchi I. Micro X-ray diffraction study of superelastic nickel-titanium orthodontic wires at different temperatures and stresses. *Biomaterials* 2002;23:1769-1774.

Iijima M, Ohno H, Kawashima I, Endo K, Mizoguchi I. Mechanical behaviour at different temperatures and stresses for superelastic nickel-titanium orthodontic wires having different transformation temperatures. *Dent Mat* 2002;18:88-93.

International Standard - ISO 15841 :2006 (E). Dentistry - Wires for use in orthodontics.

Jordan L, Chandrasekaran M, Masse M, Bouquet G. Study of the phase transformations in NiTi based shape memory alloys. *J Phys IV France* 1995;5;C2:489-494.

Jordan L, Filleul MP, Portier R. Les arcs orthodontiques à mémoire de forme : structures et propriétés. *Rev Orthop Dento Faciale* 1997;31:199-211.

Khier S, Brantley W, Fournelle R, Ehlert T. XRD and DSC studies of NiTi orthodontic wire alloys. *J Dent Res* 1989;68:386, Abst # 1638.

Jordan L, Masse M, Collier JY, Bouquet G. Etude comparative des évolutions structurales intervenant dans des alliages à mémoire de forme du type NiTi et Ni-Ti-Co. *J Phys IV France* 1994;4;C3:157-162.

Leu L, Fournelle R, Brantley W, Ehlert T. Evidence of R structure in superelastic NiTi orthodontic wires. *J Dent Res* 1990,69:313, Abst # 1633.

Longman CM, Pearson GJ. Variations in tooth surface temperature in the oral cavity during fluid intake. *Biomaterials* 1987;8:411-414.

Lopez I, Goldberg J, & Burstone CJ. Bending characteristics of nitinol wire. *Am J Orthod* 1979;75:569-575.

Goldberg AJ, Burstone CJ, Koenig HA. Plastic deformation of orthodontic wires. *J Dent Res* 1983;62:1016-1020.

McCoy BP. Comparison of compositions and differential scanning calorimetric analyses of the new copper-nickel-titanium orthodontic wires [MS thesis]. Columbus, OH:Ohio State University, 1996.

McCoy BP, Brantley WA, Culberston BM, Mitchell JC. DSC and EDS analyses of new Copper NiTi orthodontic wires. *J Dent Res* 1997;76:400, Abst # 3096.

Meling T, Ødegaard J. The effect of cross-sectional dimensional variations of square and rectangular chrome-cobalt archwires in torsion. *Angle Orthod* 1998;68:239-248.

Meling TR, Ødegaard J. The effect of temperature on the elastic responses to longitudinal torsion of rectangular nickel titanium archwires. *Angle Orthod* 1998;68:357-368.

Meling TR, Ødegaard J. The effect of short-term temperature changes on the mechanical properties of rectangular nickel titanium archwires tested in torsion. *Angle Orthod* 1998;68:369-376.

Meling T, Ødegaard J. On the variability of cross-sectional dimensions and torsional properties of rectangular nickel-titanium arch wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1998;113:546-557.

Meiling T, Ødegaard J. The effect of second-order couple on the application of torque. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1998;113:256-262.

Meiling T, Ødegaard J. The effect of short-term temperature changes on superelastic nickel-titanium archwires activated in orthodontic bending. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2001;119:263-273.

Meling T, Ødegaard J, Meling E. A theoretical evaluation of the influence of variation in bracket slot height and wire rounding on the amount of torsional play between bracket and wire. *Kieferorthop Mittlg* 1993;7:41-48.

Meling T, Ødegaard J, Meling E. Cross-sectional stability of square and rectangular stainless steel wires. *Kieferorthop Mittlg* 1994;8:41-54.

Meling T, Ødegaard J, Meling E. On the mechanical properties of square and rectangular stainless steel wires tested in torsion. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1997;111:310-320.

Meling TR, Ødegaard J, Segner D. On bracket slot height : a methodologic study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1998;113:387-393.

Michal GM, Sinclair R. The structure of TiNi martensite. *Acta Crystallographica Section B* 1981;37:1803-1807.

Miura F, Mogi M, Ohura Y, Hamanaka H. The super-elastic property of the Japanese NiTi alloy wire for use in orthodontics. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1986;90:1-10.

Miura F, Mogi M, Ohura Y, Karibe M. The super-elastic Japanese NiTi alloy wire for use in orthodontics. Part III. Studies on the Japanese NiTi alloy coil springs. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1988;94:89-96.

Miura F, Mogi M, Ohura Y. Japanese NiTi alloy wire: use of the direct electric resistance heat treatment method. *Eur J Orthod* 1988;10:187-191.

- Miyazaki S, Otsuka K. Deformation and transition behaviour associated with the R-phase in Ti-Ni alloys. *Metallurgical transactions* 1986;17A:53-63.
- Moore RJ, Watts JTF, Hood JAA, Burritt DJ. Intra-oral temperature variation over 24 hours. *Eur J Orthod* 1999;21:249-261.
- Mullins WS, Bagby MD, Norman TL. Mechanical behaviour of thermo-responsive orthodontic wires. *Dent Mat* 1996;12:308-314.
- Nakano H, Satoh K, Norris R, Jin T, Kamegai T, Ishikawa F, Katsura H. Mechanical properties of several nickel-titanium alloy wires in three-point bending tests. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1999;115:390-395.
- Nelsen RJ, Wolcott RB, Paffenbarger GC. Fluid exchange at the margins of dental restorations. *J Am Dent Assoc* 1952;44:288-295.
- Nikolai RJ. Response of dentition and periodontium to force. In : Nikolai RJ, ed. *Bioengineering analysis of orthodontics mechanics*. Philadelphia : Lea & Febiger, 1985:146-193.
- Ødegaard J, Meling T, Meling E, Segner D. A new instrument to measure torsional moments in orthodontic appliances. *Kieferorthop Mittlg* 1993;6:53-61.
- Ødegaard J, Meling E, Meling T. An evaluation of the torsional moments developed in orthodontic applications. An in vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1994;105:392-400.
- Ødegaard J, Meling T, Meling E. The effects of loops on the torsional stiffnesses of rectangular wires : an in vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1996;109:496-505.
- Ohura Y. Orthodontic studies on super elastic NiTi wire. 1. Mechanical properties. *J Jpn Orthod Soc* 1984;43:71-80.
- Ohura Y. Orthodontic studies on super-elastic NiTi alloy wire. 2. Bending and controlling the amount of force. *Nippon Kyosei Shika Gakkai Zasshi* 1988;47:92-104.
- Oltjen JM, Duncanson MG, Ghosh J, Nanda R, Currier GF. Stiffness-deflection behaviour of selected orthodontic wires. *Angle Orthod* 1997;67:209-218.
- Oshida Y, Miyasaki S, Sachdeva R. Microanalytical studies of orthodontic archwire. *J Dent Res* 1990; 69:313. Abst #1633.
- Oshida Y, Sachdeva RL, Miyazaki S. Microanalytical characterization and surface modification of TiNi orthodontic archwires. *Biomed Mater Eng* 1992;2:51-69.
- Parvizi F, Rock WP. The load/deflection characteristics of thermally activated orthodontic archwires. *Eur J Orthod* 2003;25:417-421.
- Popov EP. *Introduction to mechanics of solids*. Englewood Cliffs, New Jersey, U.S.A. : Prentice-Hall, 1968.

Profitt WR. Contemporary orthodontic appliances. In: Profitt WR, Fields HW & Sarver DM, eds. Contemporary Orthodontics. 4<sup>th</sup> edition. St-Louis: Mosby Elsevier, 2007:395-430.

Quo SD, Marshall SJ, Marshall GW. Chemical and phase contents analysis of Ni-Ti wires. J Dent Res 1994;73:413, Abst # 2492.

Reitan K. Some factors determining the evaluation of forces in orthodontics. Am J Orthod 1957;43:32-45.

Rocky Mountain Dental Products Company. Orthodontic wires, a product information publication, 1957.

Sachdeva R. L'orthodontie à température de transition variable . Maintenant une réalité avec le copper NiTi. Ormco News, 1994.

Sachdeva RCL, Miyazaki S. Superelastic NiTi alloys in orthodontics. In: Duerig TW, ed. Engineering aspects of shape memory alloys. 1<sup>st</sup> edition. London:Butterworth-Heinemann,1990:452-469.

Sachdeva RCL, Miyazaki S, Farzin-Nia F. Orthodontic archwire and method of moving teeth. US patent# 5 044 947, 3 Septembre 1991.

Sakima MT, Dalstra M, Melsen B. How does temperature influence the properties of rectangular nickel-titanium wires? Eur J Orthod 2006;28:282-291.

Sebanc J, Brantley WA, Pincsak JJ, Conover JP. Variability of effective root torque as a function of edge bevel on orthodontic arch wires. Am J Orthod 1984;86:43-50.

Segner D, Ibe D. Properties of superelastic wires and their relevance to orthodontic treatment. Eur J Orthod 1995;17:395-402.

Sernetz F. Qualität und Normung orthodontischer Produkte aus der Sicht des Herstellers. Kieferorthop Mittlg 1993;7:13-26.

Siatkowsky RE. Loss of anterior torque control due to variations in bracket slot and archwire dimensions. J Clin Orthod 1999;33:508-510.

Silverman E, Cohen M, Gianelly AA , Dietz VS. A universal direct bonding system for both metal and plastic brackets. Am J Orthod 1972;62:236-244.

Simon ML. Technic for construction of one piece stainless steel arches with auxiliary springs (without soldering or welding). Int J Orthodontia 1935;21:841-846.

Smith GA, Fraunhofer JA, Casey GR. The effect of clinical use and sterilization on selected orthodontic wires. Am J Orthod Dentofacial Orthop 1992;102:153-159.

Thayer TA, Bagby MD, Moore RN, DeAngelis R. X-ray diffraction of NiTi orthodontic archwires. J Dent Res 1993;72:139, Abst # 288.

Thayer TA, Bagby MD, Moore RN, DeAngelis RJ. X-ray diffraction of nitinol orthodontic arch wires. Am J Orthod Dentofacial Orthop 1995;107:604-612.

- The Elgin National Watch Company. The Elgiloy story, a product information publication, 1957.
- Todoroki T, Tamura H. Effect of heat treatment after cold working on the phase transformation in TiNi alloys. *Trans Jap Inst Metals* 1987;28:83-94.
- Tonner RIM, Waters NE. The characteristics of super-elastic NiTi wires in three-point bending. Part I: the effect of temperature. *Eur J Orthod* 1994;16:409-419.
- Tweed CH. Soldering technic for steel arch wire. *Angle Orthod* 1941;11:68-69.
- Verstryngge A, Humbeeck VV, Willems G. In-vitro evaluation of the material characteristics of stainless steel and beta-titanium orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2006;130:460-470.
- Van Loo FJJ, Bastin GF, Leenen AJH. Phase relations in the ternary Ti-Ni-Cu system at 800 and 870°C. *Journal of less common metals* 1978;57:111-121.
- Volchansky A, Cleaton-Jones P. Variations in oral temperature. *J Oral Rehab* 1994;21:605-611.
- Wagner HJ, Jackson CM. What can you do with that "memory alloy". *Materials Eng* 1969;70:28.
- Watanabe K. Studies on new superelastic NiTi orthodontic wire. (Part 1) Tensile and bend test. *Shika Rikogaku Zasshi* 1982;23:45-57.
- Watanabe K, Hamanaka H. Use of NiTi alloy in dentistry. *Kokubyo Gakkai Zasshi* 1981;48:249.
- West AE, Jones ML, Newcombe RG. Mutliflex versus superelastic: a randomized clinical trial of the tooth alignment ability of initial arch wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1995;108:464-471.
- Wilkinson JV. Some metallurgical aspects of orthodontic stainless steel. *Am J Orthod* 1962;48:192-206.
- Wilkinson PD, Dysart PS, Hood JAA, Herbison GP. Load-deflection characteristics of superelastic nickel-titanium orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2002;121:483-495.
- Yoneyama T, Doi H, Hamanaka H. Bending properties and transformation temperatures of heat-treated NiTi alloy wire for orthodontic appliances. *J Biomed Mater Res* 1993;27:399-402.
- Yoneyama T, Doi H, Hamanaka H, Okamoto Y, Mogi M, Miura F. Super-elasticity and thermal behaviour of Ni-Ti alloy orthodontic arch wires. *Dent Mat J* 1992;11:1-10.

## ANNEXE

### 1. Microscopie électronique à balayage

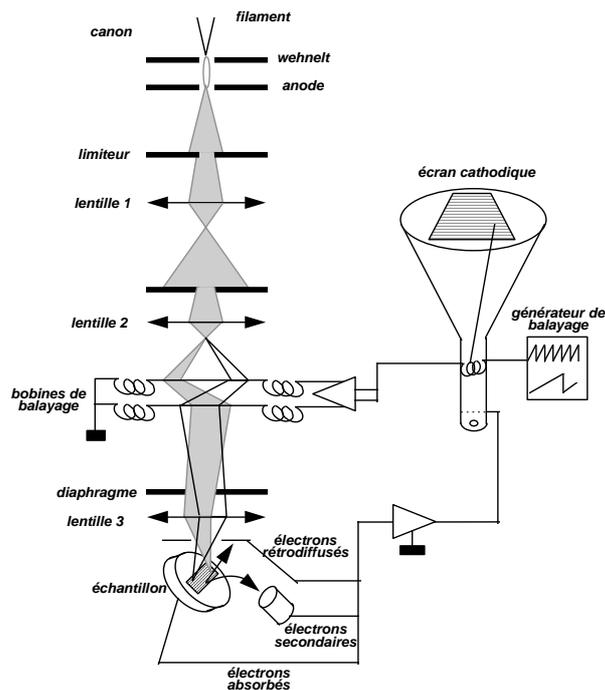
#### 1.1. Introduction

Le microscope électronique est une enceinte sous vide secondaire, où un canon à électrons produit un faisceau électronique mis en forme par des lentilles électroniques pour exciter l'objet à étudier. Par un dispositif approprié, ce faisceau peut balayer selon deux directions la surface de l'échantillon. Le signal en chaque point de l'objet est détecté par un système approprié, puis est transmis à un écran vidéo dont le balayage est synchrone avec celui du faisceau.

La première application du microscope électronique à balayage est la réalisation des images à fort grandissement et forte profondeur de champ.

#### 1.2. Instrumentation

Figure 1: schéma de principe du fonctionnement du microscope électronique à balayage.

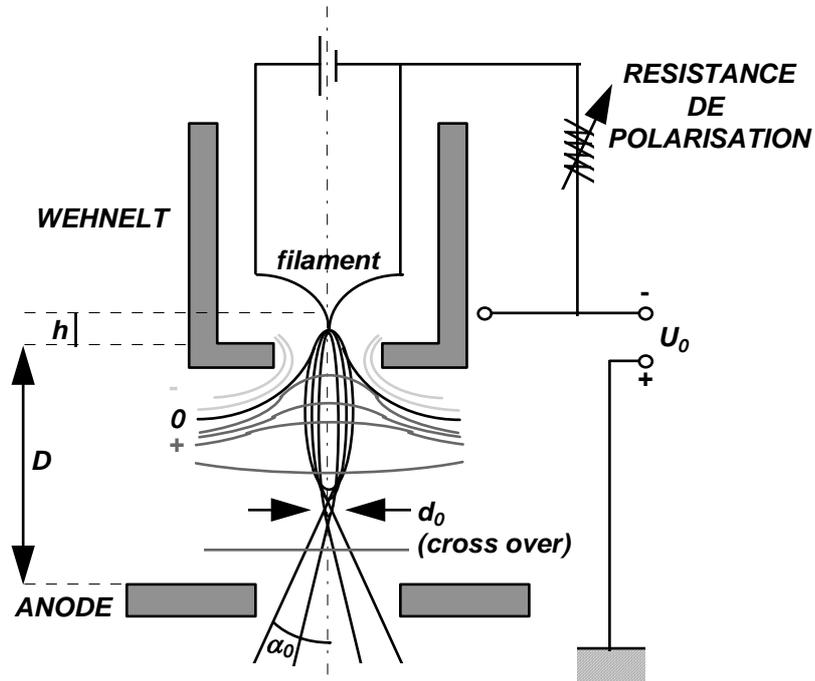


La source est constituée d'un fil de tungstène ayant la forme d'un V, qui est chauffé directement par effet Joule, d'une électrode wehnelt polarisée négativement par rapport au filament, et d'une anode polarisée positivement. Le système triode filament-wehnelt-anode forme un point source nommé "cross-over" au voisinage immédiat de la cathode (voir Figure 1 ).

Le fil de la cathode a un diamètre de 100 à 130  $\mu\text{m}$  et est porté à une température d'environ 2600°C. La différence de potentiel  $E_0$  entre la cathode et l'anode

représente l'énergie du faisceau, et peut varier de quelques centaines de V à 30 kV.

Figure 2 : schéma d'un canon à filament de tungstène.



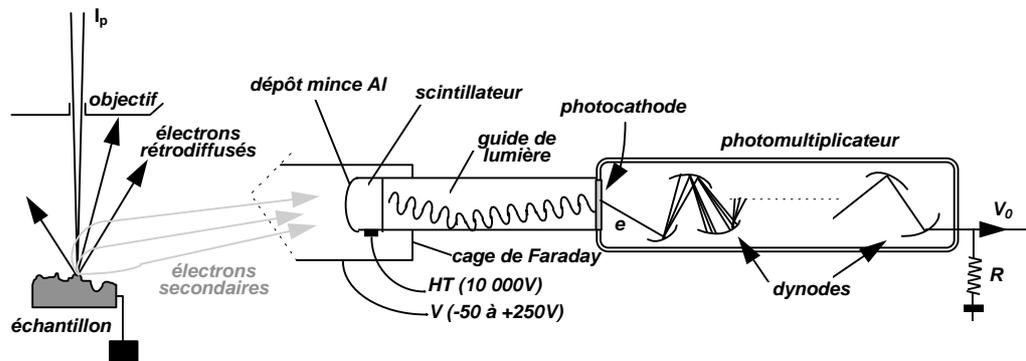
### 1.3. Modes de détection des différents signaux

Dans un microscope électronique à balayage, les différents détecteurs sont placés dans la chambre au dessus de l'échantillon. La détection des différents signaux se fait donc en mode réflexion

#### 1.3.1. Détection des électrons secondaires

Le détecteur d'Everhart-Thornley associant un scintillateur et un photomultiplicateur est utilisé pour la détection des électrons secondaires. Son schéma de principe est donné sur la figure 3.

Figure 3: Schéma de principe du détecteur d'Everhart-Thornley.



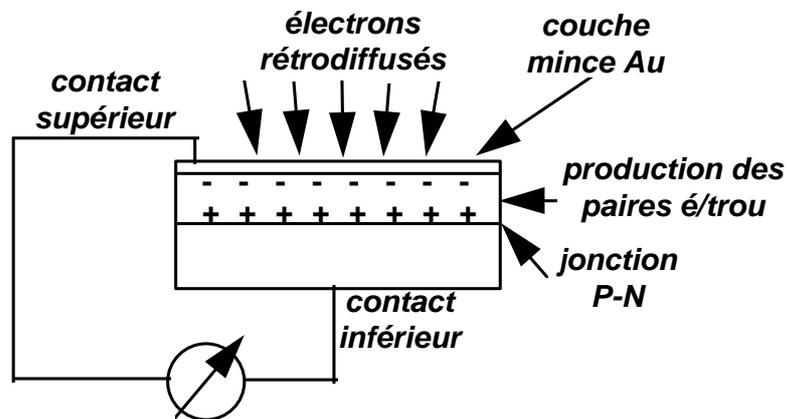
En polarisant la grille du détecteur à +300 V, on collectera surtout les électrons secondaires, même ceux émis par des zones qui ne sont pas en vue directe du détecteur.

En polarisant la grille à -50 V, on collectera surtout les électrons rétrodiffusés de forte énergie. Dans ce cas, l'angle de détection étant faible, il est préférable de tilter (incliner) l'échantillon vers le détecteur. Des détecteurs plus performants ont été développés pour les électrons rétrodiffusés.

### 1.3.2. Détection des électrons rétrodiffusés

Afin d'améliorer l'angle de détection des électrons rétrodiffusés, des détecteurs solides à semi-conducteur (Si dopé n) ont été développés. Du fait de leur petite taille, ceux-ci peuvent être logés sous la lentille objectif, position favorable pour la détection des rétrodiffusés. Sous l'effet ionisant des électrons, il y a création de paires électron-trou dans le silicium (énergie de formation de cette paire,  $E_f = 3,6$  eV). En polarisant la diode, les charges migrent et sont collectées aux bornes de la diode. Pour des électrons de 35 kV, le gain sera d'environ  $10^4$ . Ce type de détecteur a une bonne efficacité pour la collection des électrons rétrodiffusés.

Figure 4: Schéma de principe du détecteur solide à semi-conducteur.



Une autre particularité de ce détecteur est qu'il peut être formé de plusieurs secteurs circulaires (2 à 4 en général). Chaque secteur voit l'échantillon sous un angle solide différent. En additionnant ou en retranchant les signaux reçus par les différents secteurs, on mettra en évidence soit le contraste de composition, soit le contraste de topographie de l'échantillon.

## 2. Analyse qualitative - microanalyse X

La microanalyse couplée au microscope électronique va être mise à profit afin de réaliser une analyse qualitative des composants de nos échantillons.

### 2.1. Principe de fonctionnement

Détecteur de rayons X : Les interactions inélastiques entre les électrons incidents et les électrons de la cible peuvent conduire à l'émission de photons X lorsque l'interaction électron/matière provoque l'ionisation de niveaux électroniques profonds des atomes et au freinage des électrons incidents dans les champs coulombiens des atomes. Pour l'analyse X, les microscopes électroniques à balayage sont généralement équipés de spectromètres X à dispersion d'énergie : Energy Dispersive Spectrometer (EDS).

## 2.2. Principe du spectromètre à dispersion d'énergie

Les photons X émis par l'échantillon sont recueillis par un détecteur semi-conducteur (Si dopé au Li, Ge). Dans la zone intrinsèque de ce détecteur, les photons absorbés par effet photoélectrique provoquent l'émission de photo-électrons qui vont créer des paires électron-trou. Sous l'effet d'un champ électrique créé par polarisation inverse de la diode, les charges vont migrer. La charge collectée aux bornes du détecteur est convertie en tension par un préamplificateur. Cette tension est préamplifiée et mise en forme gaussienne, puis convertie en un signal numérique par un analyseur multicanal. La figure 10 montre une coupe du détecteur. Le détecteur est isolé de la chambre du microscope par une fenêtre ultra fine transparente aux photons X et étanche au vide. Il est maintenu à la température de l'azote liquide pour éviter la diffusion du Li.

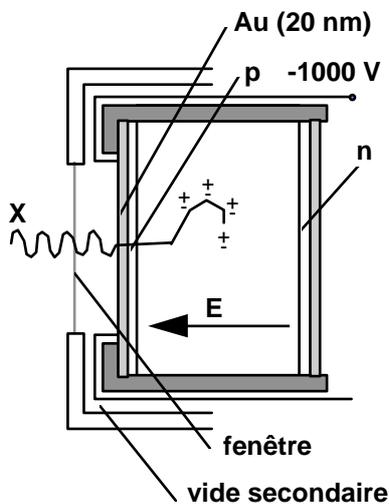


Figure 5: Coupe du détecteur de photons X en dispersion d'énergie

L'analyse quantitative de la composition de la zone analysée est fiable pour les éléments dont la concentration massique élémentaire est supérieure à 1-2%.

## 3. Analyse quantitative - Microsonde de Castaing

### 3.1. Principe

La microsonde de Castaing (en anglais electron probe microanalyser, EPMA) est une méthode d'analyse élémentaire inventée en 1951 par Raimond Castaing. Elle consiste à bombarder un échantillon avec des électrons, et à analyser le spectre des rayons X émis par l'échantillon sous cette sollicitation.

Le but de la microanalyse X quantitative est d'obtenir à partir des intensités X mesurées avec les mêmes conditions opératoires dans l'échantillon et dans un standard, les concentrations massiques des différents éléments de l'échantillon. Il s'agit donc, pour chaque élément  $i$ , de déterminer  $C_i$  à partir des rapports  $k_i$  d'intensité émergente pour l'échantillon et pour le standard :

$$k_i = \frac{I_i^{\theta} \text{ échantillon}}{I_i^{\theta} \text{ standard}} \rightarrow C_i$$

Le rapport  $k_i$  est appelé intensité relative ou, si le standard est un élément pur, concentration apparente ou k ratio. Ces rapports, dans le cas d'analyse de raies d'énergie assez élevée, sont une approximation assez raisonnable de la concentration réelle  $C_i$ . L'origine de cet écart est lié aux interactions électron

incidents - photons générés / matière qui sont différentes dans l'échantillon et dans le standard. Ces interactions concernent la rétrodiffusion, la perte d'énergie des électrons, l'absorption des photons et la production du rayonnement X secondaire de fluorescence. Elles sont regroupées sous le nom d'effet de matrice. Le calcul des concentrations à partir des  $k_i$  devra prendre en compte ces paramètres. Le traitement de ces effets sera effectué par un calcul de correction des  $k_i$ . Cet effet de matrice devra être évalué quantitativement par un terme que nous appellerons  $\Phi$ . Alors, on aura une relation entre  $k_i$ , la concentration  $C_i$  et  $\Phi$  telle que :  $k_i = C_i \Phi$ .

### 3.2. Mesure des intensités émergentes

L'intensité  $I_i^0$  du rayonnement caractéristique de l'élément  $i$  analysé est la mesure de base de l'analyse quantitative. Cette valeur est obtenue par mesure de la hauteur ou de l'intégrale du pic caractéristique choisi. A l'intensité brute ainsi mesurée, il faut retrancher le bruit de fond, qui peut être obtenu de part et d'autre du pic, ou plus rapidement par mesure unique et interpolation linéaire. Sa mesure est très importante dans le cas d'analyse d'éléments en faibles concentrations (traces ou mineurs).

### 3.3. Base physique des calculs de correction

Diverses méthodes ont été proposées.

#### 3.3.1. Méthode ZAF

Le succès de la méthode ZAF a justifié son intégration dans des logiciels d'analyse qui font partie des systèmes d'analyse X. Cependant, les limites théoriques de la méthode, notamment pour les éléments légers, ont amené à développer un meilleur paramétrage de la fonction  $\varphi(\rho, z)$  donnant la distribution de la génération des X en profondeur.

#### 3.3.2. Méthode $\varphi(\rho, z)$

Si les courbes de distribution de l'émission X en profondeur sont connues, on peut directement déterminer Z et A. Depuis une dizaine d'années, de nombreux auteurs ont développé des modèles de  $\varphi(\rho, z)$  permettant de calculer ces courbes.  $\varphi(\rho, z)$  est caractérisée par un paramètre d'aire et des paramètres de forme. Le paramètre d'aire F, qui est l'intégrale de la distribution doit représenter le nombre d'ionisations primaires par électron incident. Les paramètres de forme caractérisent la forme de la distribution  $\varphi(\rho, z)$  qui varie avec Z. Ces paramètres de forme ont été ajustés pour donner des représentations réalistes de  $\varphi(\rho, z)$  en accord avec les données expérimentales, les calculs Monte-Carlo, l'analyse d'échantillons connus. Un exemple de modèle de  $\varphi(\rho, z)$  est celui développé par Pouchou et Pichoir (modèle PAP).

Du fait de la bonne connaissance des distributions  $\varphi(\rho, z)$ , des calculs représentant de manière réaliste ces courbes ont été développés. Les modèles de correction basés sur le calcul de  $\varphi(\rho, z)$  sont beaucoup plus universels que le modèle ZAF. Ils sont adaptés pour l'analyse des éléments légers et performants à tous les taux d'excitation.

#### 4. Diffraction aux rayons X

Technique de base de la caractérisation des matériaux, la diffraction de rayons X permet la détermination des phases minérales micro et poly-cristallines des matériaux. Cette méthode n'est applicable qu'à des matériaux composés d'un nombre relativement important de cristaux aux orientations non préférentielles (céramiques, roches et monocristaux).

##### 4.1. Principe de la méthode

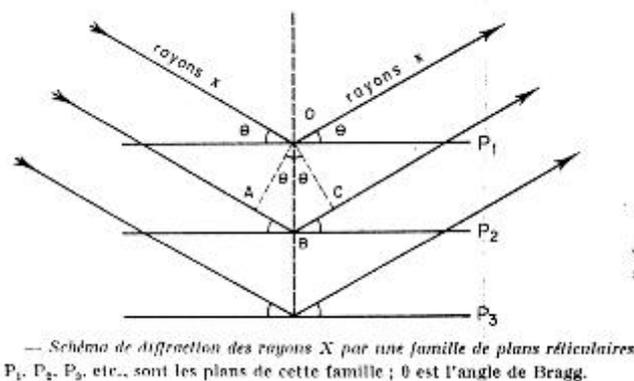
L'état cristallin est caractérisé par la répartition tri périodique dans l'espace d'un motif atomique. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants que l'on nomme plans réticulaires  $\{h,k,l\}$ . Les distances interréticulaires sont de l'ordre de 0.15 Å- 15 Å et dépendent de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin. Elles sont constantes, caractéristiques du cristal et peuvent être calculées grâce à la diffraction de rayons X.

Un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle qui frappe un cristal est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou loi de Bragg est réalisée :

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$
 : ordre de la diffraction

$\lambda$  : longueur d'onde du faisceau de rayons X,  
 $d$  : distance de deux plans réticulaires,  
 $\theta$  : angle d'incidence des rayons X.

Figure 6: Schéma de diffraction de rayons X par une famille de plans réticulaires.

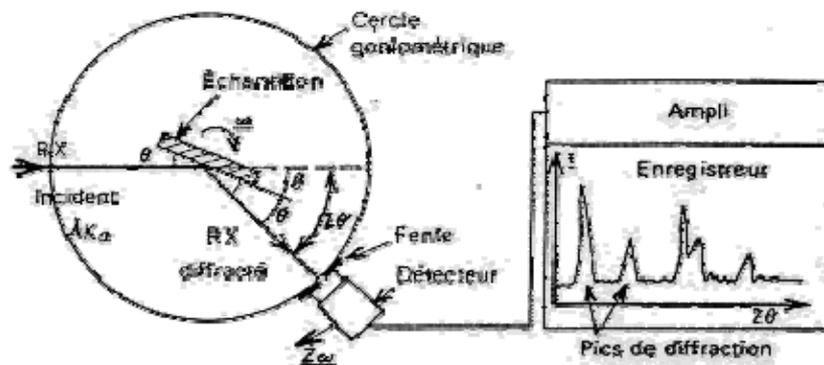


P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub>, P<sub>3</sub>, sont les plans de cette famille ;  $\theta$  est l'angle de Bragg. La différence de marche entre deux plans consécutifs est ici égale à AB+BC. Or AB+BC = 2 OB sin  $\theta$ . Comme OB est la distance interréticulaire  $d$  et que AB+BC doit être égale à un nombre entier de longueur d'onde  $\lambda$ , en posant  $n$  = nombre entier, on retrouve la formule de Bragg :  $n\lambda = 2d \sin \theta$ .

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est à dire que la différence de marche (Figure 6) des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier. Dans ce cas, l'angle suivant lequel le faisceau de rayons X est dévié est égal à l'angle d'incidence  $\theta$  et est caractéristique de la distance interplanaire ou interréticulaire  $d$ . Si l'on connaît la longueur d'onde  $\lambda$  du faisceau de rayons X, on peut mesurer à partir de l'angle  $\theta$  l'équidistance  $d$  et ainsi identifier la nature du cristal.

#### 4.2. Diagrammes de poudres de Debye-Scherrer - Protocole et appareillage

Figure 7 : Schéma d'un diffractomètre à compteur.



Le matériau est bombardé par un faisceau de rayons X monochromatique et parallèles de longueur d'onde connue, produit grâce à une anticathode de cuivre (Energie du rayonnement : 8047 eV ; Longueur d'onde ( $K\alpha_1$ ) : 1,5405 Å). Le rayonnement émis est défini par un système de fentes (fentes Soller) et de fenêtres situées avant et après l'échantillon. Ce dernier est étalé sous forme de poudre (15 mg) sur une lame de verre qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan (cercle goniométrique), permettant ainsi d'augmenter le nombre d'orientations possibles des plans réticulaires. Les particules étant orientées au hasard, il y aura toujours une famille de plans donnant lieu à la diffraction, de telle sorte que l'on obtiendra simultanément tous les faisceaux susceptibles de diffracter : ces faisceaux forment des cônes de demi-angle au sommet  $2\theta$ .

Un détecteur ou compteur (Geiger-Müller ou compteur à scintillation) mesure l'intensité du rayonnement X diffracté dans certaines directions. Il tourne autour du même axe mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence  $\theta$ , l'angle mesuré par le déplacement du compteur sera donc  $2\theta$ . Un diaphragme à couteau permet d'éliminer l'effet parasite du faisceau incident dans les petits angles ( $2\theta < 10^\circ$ ). L'enregistrement réalisé est la courbe de l'intensité des rayons X diffractés en fonction des angles de diffraction.

L'acquisition est effectuée par une unité de contrôle et le traitement des diffractogrammes ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les données des fiches ASTM (American Society for Testing and Materials), faisant correspondre les distances interréticulaires  $d$  aux angles  $2\theta$  enregistrés. La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé. La position des pics peut également

servir à identifier des transformations ordre-désordre tandis que la forme du pic peut permettre d'identifier des micro-déformations (taux d'écroûissage).

L'un des principaux intérêts de cette méthode est la mesure précise d'intensité et la possibilité d'effectuer des estimations semi-quantitatives, en considérant que le pourcentage d'une espèce minérale est proportionnelle à l'aire des pics enregistrés sur le diffractogramme. Ces valeurs sont utilisées dans l'établissement des diagrammes d'équilibre.



**Résumé** : les fils à base de nickel-titane sont largement utilisés en Orthodontie en raison des propriétés spécifiques qu'on leur prête : faible raideur d'abord, important effet-détente, superélasticité et mémoire de forme. Notre étude a tenté de caractériser dix fils à base de nickel-titane de section 0,017×0,025 pouces parmi les plus courants et de vérifier l'influence des variations de température sur leur structure et leurs propriétés mécaniques.

Les fils se sont révélés sous dimensionnés tant en épaisseur (-3,4%) qu'en largeur (-1,8%). Le jeu fil/attache peut atteindre une valeur double (+/-4,7°) du jeu théorique (+/-2,3°). Les états de surface variés représentent des modes de fabrication différents. Un certain lien de parenté se dégage entre les fils distribués par le même revendeur. Deux catégories de fils se distinguent par leur composition : les alliages de type nickel-titane qui sont quasiment équiatomiques, et les alliages cuivre-nickel-titane constitués de 4,8% (at) de cuivre et de 0,2% (at) de chrome aux dépens du nickel. La diversité des types de transition et des températures de transformation observés en calorimétrie différentielle à balayage confirme l'hétérogénéité de notre échantillon. La diffraction des rayons X des fils Neosentalloy 100g et Copper NiTi 35°C, a démontré la nature austénitique de ces arcs à température ambiante et confirmé les transitions en deux et un temps de ces alliages mises en évidence par la calorimétrie différentielle à balayage. Le comportement des fils en torsion s'est révélé très différent selon la température étudiée. La quasi-totalité des fils de notre échantillonnage ne possède pas en torsion de propriétés superélastiques à la température buccale moyenne (35°C). Seuls les fils Copper NiTi 35°C et 40°C sont dotés de superélasticité à cette température. Le fil en acier tressé D-Rect présente un rapport charge/déformation plus faible que celui de la plupart des alliages à base nickel-titane et peut être conformé selon les dimensions de l'arcade du patient. Ces fils multi-brins en acier inoxydable semblent offrir un bon compromis pendant les phases initiales d'alignement.

**Abstract** : NiTi archwires are widely used in orthodontics because of their remarkable properties : decreased rigidity, high spring-back, superelasticity and shape memory. This study aims to characterize ten of the most commonly used .017×.025 in. NiTi archwires and to test the influence of temperature on their structure and mechanical properties.

Archwires height and width are -3,4% and -1,8% respectively below nominal values. The third-order clearance between archwire and bracket (+/-4,7°) can be twice of the theoretical value (+/-2,3°). Surface characteristics are quite diverse and illustrate different fabrication processes. However, different wire types distributed by the same vendor display similar surface characteristics. Two different compositions are identified : the nearly equiatomic NiTi alloys, and the Copper NiTi alloys made of 4,8% (at) copper and 0,2% (at) chromium. The diverse transition types and transformation temperatures defined by differential scanning calorimetry confirm the heterogeneity of the sample. X-ray diffraction of the Neosentalloy 100g and Copper NiTi 35°C wires shows that these alloys are austenitic at ambient temperature and confirms the two and one-step transitions displayed by these wires in differential scanning calorimetry. Torsional properties are temperature-dependent. Most archwires do not display superelasticity at mean buccal temperature (35°C). Copper NiTi 35°C and 40°C are the only wires to be superelastic at this temperature. The stainless steel multibraided D-Rect displays a lower load/deflection rate than most NiTi archwires do and can be adapted to the patient dental arch dimensions. These multi-braided stainless steel wires seem to offer a good compromise during the initial leveling phase of treatment.

**Mots-clefs** : orthodontie, fils orthodontiques, Nickel, Titane, microscopie électronique à balayage, microsonde de Castaing, calorimétrie différentielle à balayage, diffraction des rayons X, torsion, élasticité.

**Key-words** : orthodontics, orthodontic wires, Nickel, Titanium, scanning electronic microscopy, energy-dispersive spectrometry, wavelength-dispersive spectrometry, differential scanning calorimetry, X-ray diffraction, mechanical phenomena; torsion, mechanical; elasticity.