



**HAL**  
open science

# Influence des traitements thermiques sur les performances et la tenue en service des instruments endodontiques

Ihssen Abdelmomen

► **To cite this version:**

Ihssen Abdelmomen. Influence des traitements thermiques sur les performances et la tenue en service des instruments endodontiques. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Lorraine, 2023. Français. NNT : 2023LORR0325 . tel-04708574

**HAL Id: tel-04708574**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-04708574v1>**

Submitted on 25 Sep 2024

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

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



**UNIVERSITÉ  
DE LORRAINE**

**BIBLIOTHÈQUES  
UNIVERSITAIRES**

## 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 bibliothèque : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)  
*(Cette adresse ne permet pas de contacter les auteurs)*

## 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>

# Influence des traitements thermiques sur les performances et la tenue en service des instruments endodontiques

## THÈSE

Présentée et soutenue publiquement le 15 décembre 2023

pour l'obtention du

**Doctorat de l'Université de Lorraine**

**(Spécialité Mécanique des matériaux)**

par

**Ihssen Abdelmomen**

### Composition du jury

*Présidente :* Shabnam Arbab-Chirani, Professeure, ENSTA Bretagne, Brest

*Rapporteurs :* Franck Diemer, Professeur, Université Paul Sabatier, Toulouse  
Karine Lavernhe, Maîtresse de conférences HDR, ENS Paris-Saclay

*Examineurs :* Florence Fioretti, Maîtresse de conférences HDR, Université de Strasbourg  
Tarak Ben Zineb, Professeur, Université de Lorraine, Nancy

*Membres invités :* Jean Sébastien Lecomte, Chargé de recherche HDR, CNRS, Metz  
Stéphane Claude, Directeur général, Coltène Micro-Mega, Besançon

*Encadrants :* Marc Engels-Deutsch, Professeur, Université de Lorraine, Nancy, Directeur de thèse  
Marin Vincent, Maître de conférences, Université de Lorraine, Nancy, Co-directeur de thèse  
Frédéric Thiébaud, Maître de conférences, Université de Lorraine, Nancy, Co-encadrant de thèse



# Remerciements

Cette thèse CIFRE est le résultat de la collaboration entre le Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécanique des Matériaux (LEM3) de l'Université de Lorraine (UL) et l'entreprise Coltène Micro-Mega.

Cette thèse a été pour moi une épreuve personnelle et professionnelle mais avant tout une riche expérience humaine. Elle représente également l'opportunité de dire merci à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réussite de ce travail.

Je souhaite tout d'abord présenter mes sincères remerciements aux membres du jury pour avoir accepté d'évaluer mes travaux. Merci à Shabnam Arbab Chirani d'avoir présidé cette soutenance de thèse. Merci à Karine Lavernhe et Franck Diemer qui ont accepté d'être les rapporteurs de cette thèse, ainsi qu'à Florence Fioretti, Tarak Ben Zineb et mes invités Jean Sébastien Lecomte et Stéphane Claude pour avoir porté de l'intérêt à mes travaux. La discussion avec l'ensemble du jury a fourni des échanges intéressants et fructueux qui constitueront sans doute des points pertinents à aborder lors de la poursuite de ce projet de recherche.

Je remercie également mon directeur de thèse, Marc Engels-Deutsch, pour son implication et son accompagnement tout au long de ce travail. J'adresse aussi mes plus sincères remerciements à mon co-directeur de thèse Marin Vincent pour tout ce que j'ai appris à ces côtés, pour son enthousiasme, son optimisme sans faille et surtout sa bonne humeur qui m'ont permis d'avancer durant les moments difficiles, ainsi qu'à mon encadrant de thèse Frédéric Thiébaud qui a su m'initier aux essais expérimentaux et me conseiller tout au long de mon travail. Des remerciements particuliers vont vers Tarak Ben Zineb, qui a grandement participé à l'aboutissement de mes travaux grâce à son aide et ses conseils précieux.

Mes remerciements s'adressent également à Coltène Micro-Mega en la personne de Stéphane Claude, sans qui ce projet n'aurait pas pu se construire, pour sa confiance et son soutien depuis plusieurs années.

Ce travail est aussi le fruit du soutien des équipes du LEM3 de Metz. Tout particulièrement, je souhaite remercier professeur Jean-Sébastien Lecomte pour son accompagnement et son aide ainsi que docteur Laurent Peltier pour sa disponibilité pour la réalisation des essais de DSC.

J'adresse mes remerciements à toute l'équipe du LEM3 de Polytech Nancy, Valérie Berry-Kromer et Céline Bouby pour leur gentillesse et les bons moments passés durant la thèse. Un grand merci à l'équipe des techniciens du EIT, pour leurs soutiens techniques et leurs savoir-faire ainsi qu'à Pascal Coulombe du SCI de Polytech Nancy pour avoir résolu certains problèmes informatiques.

Je remercie chaleureusement mes collègues doctorants Nicolas Uiff, Samuel Lemaire, Nishant Raj et Hamza El Khaddaji pour leur gentillesse et la bonne ambiance qu'ils ont su diffuser au quotidien. Je souhaite une bonne continuation à Samuel Lemaire et Hamza El Khaddaji pour la suite de leur thèse respective.

Enfin, j'adresse mes remerciements les plus sincères à ma famille et mes amis pour leur aide, leur soutien et leur gentillesse dans les bons comme dans les mauvais moments. Un merci tout particulier à ma mère et mon mari Rochdi qui m'ont aidé et supporté surtout dans les moments les plus difficiles. Merci à ma meilleure amie Azza qui m'a permis de m'échapper quand j'en avais besoin. Sans vous, ce manuscrit n'aurait jamais vu le jour.

# Sommaire

<b>Sommaire</b> .....	1
<b>Glossaire</b> .....	4
<b>Table des figures</b> .....	5
<b>Liste des tableaux</b> .....	12
<b>Introduction</b> .....	13
<b>Chapitre 1. Etat de l'art</b> .....	17
<b>1.1 La préparation canalaire</b> .....	18
<b>1.1.1 Définition et objectifs de la préparation canalaire</b> .....	18
<b>1.1.2 Instruments de mise en forme canalaire</b> .....	19
<b>1.1.3 Propriétés recherchées des instruments endodontiques</b> .....	19
<b>1.1.3.1 Flexibilité</b> .....	19
<b>1.1.3.2 Efficacité de coupe</b> .....	20
<b>1.1.3.3 Résistance à la fatigue</b> .....	20
<b>1.1.4 Rupture instrumentale</b> .....	21
<b>1.1.4.1 Généralités</b> .....	21
<b>1.1.4.2 Mécanismes de rupture instrumentale</b> .....	21
<b>1.1.4.3 Facteurs influençant la rupture instrumentale</b> .....	24
<b>1.2 Evolution des instruments endodontiques</b> .....	25
<b>1.2.1 Alliage à mémoire de forme à base de NiTi</b> .....	25
<b>1.2.1.1 Composition chimique</b> .....	25
<b>1.2.1.2 Structures cristallographiques</b> .....	26
<b>1.2.1.3 Propriétés</b> .....	28
<b>1.2.2 Géométrie instrumentale</b> .....	33
<b>1.2.3 Dynamique instrumentale et moteurs endodontiques</b> .....	35
<b>1.2.3.1 Dynamique instrumentale</b> .....	35
<b>1.2.3.2 Les moteurs endodontiques</b> .....	35
<b>1.2.4 Procédés de fabrication des instruments endodontiques</b> .....	36
<b>1.2.5 Traitements de surface des instruments endodontiques</b> .....	36
<b>1.2.6 Traitement thermique</b> .....	37
<b>1.3 Traitement thermique des instruments endodontiques en NiTi</b> .....	38
<b>1.3.1 Effets des traitements thermiques appliqués aux instruments endodontiques</b> .....	40

1.3.1.1 Effet sur les températures de transformation .....	40
1.3.1.2 Effet sur la nature des phases présentes .....	41
1.3.1.3 Effet sur les propriétés mécaniques des instruments endodontiques .....	43
1.3.2 Evolution des instruments endodontiques traités thermiquement .....	45
1.4 Essais de caractérisation de la réponse mécanique des instruments endodontiques.....	50
1.4.1 Tests de flexion.....	50
1.4.2 Tests de torsion .....	52
1.4.3 Tests de flexion-torsion combinées.....	53
1.4.4 Test de pénétration-retrait.....	54
<b>Chapitre 2. Analyse expérimentale de l'effet du traitement thermique sur la réponse mécanique des fils en NiTi.....</b>	<b>60</b>
2.1 Caractérisation de l'alliage à mémoire de forme étudié .....	61
2.1.1 Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC).....	61
2.1.2 Essais de traction uni-axiale .....	69
2.1.3 Discussion et conclusion.....	73
2.2 Etude de l'influence du traitement thermique sur la réponse des fils en NiTi.....	74
2.2.1 Introduction aux plans d'expériences.....	74
2.2.2 Définition des objectifs de l'étude .....	76
2.2.3 Détermination des facteurs et des niveaux de facteurs .....	76
2.2.4 Construction du plan d'expérience.....	77
2.2.5 Traitement thermique .....	78
2.2.6 Test de flexion .....	80
2.2.7 Analyse statistique .....	83
2.3 Résultats expérimentaux issus du plan d'expérience .....	84
2.3.1 Analyse exploratoire.....	84
2.3.2 Analyse statistique .....	92
2.3.3 Discussion et conclusion.....	94
<b>Chapitre 3. Analyse expérimentale de l'effet du traitement thermique sur la réponse mécanique des instruments endodontiques en NiTi .....</b>	<b>98</b>
3.1 Comparaison des réponses en flexion des prototypes et des instruments endodontiques du commerce traités thermiquement .....	99
3.1.1 Echantillons étudiés.....	99
3.1.2 Protocole expérimental .....	100
3.1.2.1 Traitement thermique.....	100
3.1.2.2 Test de flexion .....	100
3.1.3 Résultats expérimentaux.....	101

<b>3.2 Etude de l'influence des paramètres du traitement thermique sur la réponse des instruments endodontiques en NiTi .....</b>	<b>104</b>
3.2.1 Echantillon étudié.....	104
3.2.2 Protocole expérimental .....	104
3.2.2.1 Plan d'expérience.....	104
3.2.2.2 Traitement thermique .....	105
3.2.2.3 Test de flexion .....	106
3.2.3 Analyse statistique.....	106
3.2.4 Résultats expérimentaux issus du plan d'expérience .....	106
3.2.4.1 Analyse exploratoire.....	106
3.2.4.2 Analyse statistique .....	114
3.2.5 Discussion et conclusion.....	116
<b>Chapitre 4. Analyse expérimentale de la performance en Pénétration-Retrait des instruments endodontiques traités thermiquement .....</b>	<b>118</b>
4.1 Matériels et méthodes .....	119
4.1.1 Echantillons étudiés.....	119
4.1.2 Traitements thermiques.....	119
4.1.3 Protocole de P/R en rotation continue .....	119
4.1.4 Protocole de déviation de trajectoire .....	125
4.1.5 Analyses statistiques.....	129
4.2 Résultats expérimentaux.....	129
4.2.1 Observation au profilomètre .....	129
4.2.2 Analyse en P/R.....	131
4.2.3 Analyse de la déviation de trajectoire.....	145
4.3 Discussion et perspectives .....	151
<b>Conclusions et perspectives .....</b>	<b>155</b>
<b>Annexe A .....</b>	<b>159</b>
<b>Annexe B .....</b>	<b>164</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>165</b>

# Glossaire

AMF : alliage à mémoire de forme

NiTi : alliage nickel-titane

Af : température de fin de transformation austénitique

As : température de début de transformation austénitique

Mf : température de fin de transformation martensitique

Ms : température de début de transformation martensitique

CuAlBe : alliage cuivre-aluminium-béryllium

CuAlNi : alliage cuivre-aluminium-nickel

FeMnSi : alliage fer-manganèse-silicium

DSC : Differential Scanning Calorimetry (calorimétrie différentielle à balayage)

MEB : microscope à balayage électronique

P/R : protocole de pénétration-retrait

PMMA : polyméthacrylate de méthyle

# Table des figures

**Figure 1.1** Préparation canalair en endodontie (Micro-Mega).

**Figure 1.2** A gauche : Image MEB montrant des déformations plastiques sur des instruments rompus en torsion (Sattapan et al., 2000). A droite : Image MEB (grossissement x200) du faciès de rupture des fragments rompus en torsion (Yum et al., 2011).

**Figure 1.3** Alternance des tension et compression induites par les forces de flexion sur un instrument canalair au niveau de la courbure canalair.

**Figure 1.4** Image MEB montrant un faciès de rupture présentant une zone de fatigue, zone de surcharge, fossettes et microvides sous faible grossissement ( $\times 200$ ) : (A) Protaper NEXT, (B) CricENDO. Sous un grossissement plus élevé ( $\times 800$ ) : le faciès de rupture apparaît comme irrégulière, alvéoles rugueuses constantes (flèche blanche), microporeuses, micro-vides (flèche noire) et stries de fatigue (flèche rouge) sans microfissures : (C) Protaper NEXT, (D) CricENDO (Pawar 2020).

**Figure 1.5** Vue macroscopique ( $\times 20$ ) latérale des limes rompues au microscope opératoire. Toutes les limes rompues présentaient une nette rupture sans déformation caractéristique de la rupture par fatigue. A : instruments testés à  $20 \pm 1$  °C ; B : instruments testés à  $37 \pm 1$  °C. ProTaper Universal (PTU ; en haut), ProTaper Gold (PTG ; au milieu) et EdgeTaper Platinum (ETP ; en bas) (Hiran-us and Morakul, 2023).

**Figure 1.6** Maille élémentaire de la phase austénitique (B2) du NiTi (Holec et al., 2005).

**Figure 1.7** Maille élémentaire de la phase martensitique (B'19) du NiTi (Holec et al., 2005).

**Figure 1.8** Maille élémentaire de la phase-R du NiTi (Holec et al., 2005).

**Figure 1.9** Représentation schématique du comportement superélastique d'un instrument endodontique (Zupanc et al., 2018).

**Figure 1.10** Mise en évidence de la phase-R dans un NiTi lors d'un essai de traction (Zhang and Sehitoglu, 2004).

**Figure 1.11** (a) Comportement fonctionnel à l'échelle atomique. Monocristal d'austénite original, (b) martensite auto-accommodée, (c, d) déformation d'orientation dans la martensite avec différentes variantes qui convergent progressivement, (e) lors du chauffage la martensite orientée revient à l'état initial d'austénite (Wang and Korsunsky, 2020).

**Figure 1.12** Illustration schématique du comportement des AMF en NiTi. Le bloc rouge représente la phase austénitique cubique, le bloc bleu représente phase martensitique monoclinique. Les états de phase pendant le comportement fonctionnel et la direction de la transformation sont indiqués par des flèches (Wang and Korsunsky, 2020).

**Figure 1.13** Représentation 2D simplifiée du mécanisme de la superélasticité et de l'effet mémoire de forme (Maroof et al., 2022).

**Figure 1.14** Représentation schématique d'un instrument endodontique à l'état martensitique (déformation persistante après décharge) (Zupanc et al., 2018).

**Figure 1.15** Différentes formes de section de coupe des instruments endodontiques en NiTi.

**Figure 1.16** Stries d'usinage d'un instrument endodontique observées en Microscopie Electronique à Balayage (Peters et al., 2012).

**Figure 1.17** Illustration schématique du procédé de fabrication des fils en NiTi (Kocich et al., 2013, Filho, 2020).

**Figure 1.18** Diagramme de transformation de phase mettant en évidence le décalage des températures de transformation  $M_s$  et  $A_f$  suite à un traitement thermique (Duval, 2009).

**Figure 1.19** Courbe représentative de chauffage (flèche rouge) et de refroidissement (flèche bleue) issue de la calorimétrie différentielle à balayage du Récipro Blue R25. Notez la présence de 2 pics lors du chauffage (Oh et al., 2020).

**Figure 1.20** Courbes de calorimétrie différentielle à balayage des instruments en nickel-titane. La température  $A_f$  indiquée par la ligne pointillée verte est de  $17^\circ\text{C}$  pour une lime superélastique « conventionnelle » (A) et  $55^\circ\text{C}$  pour la lime NiTi traitée thermiquement représentée par une ligne pointillée rouge (B). La barre verte représente la plage de température entre température ambiante et température corporelle (Kwak et al., 2021).

**Figure 1.21** L'essai de flexion « cantilever » (Ismail et al., 2020).

**Figure 1.22** Banc d'essai de flexion avec un bain d'eau chaude (Oh et al., 2020).

**Figure 1.23** (a) Aperçu du banc d'essai ; (b) L'appareil mobile avec le rapporteur pour le calcul de l'angle de courbure (Miccoli et al., 2020).

**Figure 1.24** Représentation schématique du banc d'essai de torsion (Pawar et al., 2020).

**Figure 1.25** (a) Le banc d'essai de torsion utilisé par Park et al. (2010) ; (b) Vue globale du banc d'essai utilisé par Yum et al. (2011) avec une représentation schématique de la direction de la charge de torsion appliquée.

**Figure 1.26** CAO du dispositif d'essais. 1 : Actionneur de flexion ; 2 : Palier de flexion ; 3 : Capteur de couple de flexion ; 4 Actionneur de torsion ; 5 : Palier de torsion ; 6 : Capteur de torsion ; 7 : Glissière ; 8 : Bras de flexion (Xolin, 2020).

**Figure 1.27** Appareil AEndoS utilisé pour les différents essais. A : Essai de torsion avec des blocs de polycarbonate. B : Essai de fatigue cyclique avec un canal artificiel en acier inoxydable de 17 mm de longueur avec un rayon de 3 mm et une courbure de  $90^\circ$ . C : Test de pénétration-retrait utilisant un canal avec une courbure en forme de J dans un bloc de résine (Kwak et al., 2016).

**Figure 1.28** Les longueurs de pénétration et de retrait (Ha et al., 2017).

**Figure 1.29** (A) Le dispositif de test spécialement fabriqué pour évaluer l'efficacité de coupe ; (B) l'instrument en contact avec le bloc de plexiglas ; (C) une autre vue de l'instrument lors de la découpe du bloc de plexiglas (Plotino et al., 2014a).

**Figure 1.30** Image micro-CT représentative des coupes transversales de racines avant et après préparation dans les groupes : PTN (ProTaper Next), RCB (Reciproc Blue), RC (Reciproc), TRN (TruNatomy) et XPS (XP-endo Shaper). Les sections transversales correspondent aux niveaux de 3, 5 et 7 mm du foramen apical (Kabil et al., 2021).

**Figure 1.31** (a) Bloc de résine avec canal en S (A) encre noire injectée avant instrumentation et (B) injecté de l'encre rouge après instrumentation. (b) Images de superposition de pré et post-instrumentation de chaque groupe : (A) ProTaper GOLD, (B) WaveOne GOLD, (C) TruNatomy, (D) ligne perpendiculaire tracée vers l'axe central du canal de 1 mm d'intervalle à partir du foramen apical. Le premier point de mesure est à 1 mm de l'extrémité apicale, et le dernier point est à 9 mm de l'extrémité apicale. M, mésial ; D, distal (Kim et al., 2021).

**Figure 2.1** Thermogrammes DSC de du fil non traité thermiquement (« sans HT »).

**Figure 2.2** Thermogrammes DSC du fil traité à 325°C.

**Figure 2.3** Thermogrammes DSC du fil traité à 375°C.

**Figure 2.4** Thermogrammes DSC du fil traité à 425°C.

**Figure 2.5** Thermogrammes DSC du fil traité pendant 15 minutes.

**Figure 2.6** Thermogrammes DSC du fil traité pendant 30 minutes.

**Figure 2.7** Thermogrammes DSC du fil traité pendant 45 minutes.

**Figure 2.8** Variation des températures de transformation pour une température donnée. (a) 325°C, (b) 475°C et (c) 425°C. Les losanges rouges correspondent aux valeurs de  $A_f$  et  $M_s$  du fil non traités thermiquement.  $A_s$  et  $M_f$  ne sont pas mentionnées puisqu'elles correspondent à des valeurs négatives.

**Figure 2.9a** Evolution des températures de transformation pour un traitement thermique d'une durée de 15 minutes. Le trait rouge correspond aux valeurs de  $A_f$  et  $M_s$  du fil non traités thermiquement.  $A_s$  et  $M_f$  ne sont pas mentionnées puis qu'elles correspondent à des valeurs négatives.

**Figure 2.9b** Evolution des températures de transformation pour un traitement thermique d'une durée de 30 minutes. Le trait rouge correspond aux valeurs de  $A_f$  et  $M_s$  du fil non traités thermiquement.  $A_s$  et  $M_f$  ne sont pas mentionnées puis qu'elles correspondent à des valeurs négatives.

**Figure 2.9c** Evolution des températures de transformation pour un traitement thermique d'une durée de 45 minutes. Le trait rouge correspond aux valeurs de  $A_f$  et  $M_s$  du fil non traité thermiquement.  $A_s$  et  $M_f$  ne sont pas mentionnées puis qu'elles correspondent à des valeurs négatives.

**Figure 2.10** Machine de traction uni-axiale Zwick/Roell® (cellule force de 10KN).

**Figure 2.11** Représentation schématique du cycle thermique programmé.

**Figure 2.12** Réponse moyenne des différents fils traités thermiquement (7<sup>e</sup> cycle) soumis à 7 cycles de traction.

**Figure 2.13** Réponse moyenne des fils traités thermiquement (a) à 350°C (7<sup>e</sup> cycle) avec une déformation de transformation inverse récupérée en partie par le chauffage (à partir de 3% de déformation) et (b) à 400°C (7<sup>e</sup> cycle) avec une déformation de transformation inverse récupérée en quasi-totalité par le chauffage.

**Figure 2.14 (a)** Réponse du fil traité à 300°C (b) Comparaison entre le 1<sup>er</sup> et le 7<sup>e</sup> cycle de traction cyclique isolés.

**Figure 2.15** Les différentes stratégies d'un plan d'expérience (Pillet, 2011).

**Figure 2.16:** Four utilisé pour le traitement thermique des échantillons testés avec le support en acier-inoxydable. A : Éléments chauffants en disiliciure de molybdène (MoSi<sub>2</sub>) ; B : Thermocouple ; C : chambre du four avec une isolation en matériau fibreux.

**Figure 2.17** Protocole du traitement thermique appliqué.

**Figure 2.18** Banc d'essai de flexion-torsion. A : Vue d'ensemble du dispositif (1 : Capteur de couple de flexion ; 2 : Capteur de couple de torsion) ; B : Mors de pointe et mandrin de tige ; C : Echantillon mis en place.

**Figure 2.19** Le programme LabView.

**Figure 2.20** Chargement simple de flexion appliqué au fil en NiTi.

**Figure 2.21** Schéma des réponses étudiées dans le plan d'expérience.

**Figure 2.22** Réponses moyennes des fils FWM traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison, pour chaque méthode de refroidissement, des fils traités thermiquement pendant différentes durées (a) à 325°, (b) à 375°C et (c) à 425°C. La courbe en noir correspond au fil non traité thermiquement.

**Figure 2.23** Réponses moyennes des fils FWM traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison, pour chaque méthode de refroidissement, des fils traités à des températures différentes (a) pendant 15 min (b) 30 min et (c) 45 min. La courbe en noir correspond au fil non traité thermiquement.

**Figure 2.24** Réponses moyennes des fils FWM traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison de la méthode de refroidissement pour chaque température et chaque durée de traitement.

**Figure 2.25** Visualisation graphique (boite à moustache) des réponses moyennes des différents niveaux de (a) la température, (b) la durée et (c) la méthode de refroidissement sur la réponse en couple à rotation maximale. Chaque boîte à moustache montre la médiane (trait central) et quartiles (traits inférieur et supérieur) et les points noirs représentent les valeurs extrêmes. Les données sont représentées par les cercles vides et le losange rouge représente la moyenne.

**Figure 2.26** Visualisation graphique (Boite à moustache) des réponses moyennes des différents niveaux de (a) la température, (b) la durée et (c) la méthode de refroidissement sur la taille de l'hystérésis. Chaque boîte à moustache montre la médiane (trait central) et quartiles (traits inférieur et supérieur). Les données sont représentées par les cercles vides et le losange rouge représente la moyenne.

**Figure 2.27** Visualisation graphique (Boite à moustache) des réponses moyennes des différents niveaux de (a) la température, (b) la durée et (c) la méthode de refroidissement sur la réponse en rigidité durant la transformation directe. Chaque boîte à moustache montre la médiane (trait central) et quartiles (traits inférieur et supérieur) et les points noirs représentent les valeurs extrêmes. Les données sont représentées par les cercles vides et le losange rouge représente la moyenne.

**Figure 2.28** Graphiques d'interaction pour chaque paire de facteurs. Chaque point représente la moyenne de (a) couple à rotation maximale, (b) la taille de l'hystérésis, (c) la rigidité durant la transformation pour une combinaison de deux modalités. Les extrémités des lignes verticales représentent les quartiles 25% et 75%.

**Figure 3.1** Les échantillons testés. (A) le prototypes VS1, (B) le prototype VF1, (C) le ProTaper Gold S1 et (D) le ProTaper Gold F1.

**Figure 3.2** Mise en place de l'échantillon à tester sur le banc d'essai de flexion-torsion : (a) Serrage de la tige de la lime, (b) Serrage de la pointe de la lime à 3mm entre les mors en laiton, (c) lime fixée entre les deux mors.

**Figure 3.3** Réponse moyenne en flexion simple des prototypes (a) VS1 et (b) VF1 traités thermiquement. La courbe noire correspond au prototype non traité thermiquement.

**Figure 3.4** Comparaison de la réponse moyenne en flexion simple des prototypes traités thermiquement pendant 15 minutes et le Protaper Gold. (a) VS1 versus PG-S1 ; (b) VF1 versus PG-F1.

**Figure 3.5** Prototype en NiTi 25.06.

**Figure 3.6** Réponses moyennes des prototypes traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison, pour chaque température de chauffe, différentes durées de traitement thermique (a) à 325°C, (b) à 350°C, (c) à 375°C, (d) à 400°C et (e) à 425°C. La courbe en noir correspond au fil non traité thermiquement.

**Figure 3.7** Effet simple de la durée de traitement thermique pour une température donnée

**Figure 3.8** Effet simple global de la durée de traitement thermique.

**Figure 3.9** Réponses moyennes des prototypes traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison, pour chaque durée de traitement thermique, des températures de chauffe différentes (a) pendant 5 min (b) 15 min, (c) 30 min, (d) 45 min et (e) 60 min. La courbe en noir correspond au fil non traité thermiquement.

**Figure 3.10** Effet simple de la température de chauffe pour une durée donnée.

**Figure 3.11** Effet simple global de la température de chauffe.

**Figure 3.12** Graphique d'interaction température-durée de traitement thermique. U2= durée de traitement thermique.

**Figure 3.13** Surface de réponse de Y avec l'ensemble des niveaux.

**Figure 3.14** Surface de réponse de Y dans une perspective 3D.

**Figure 4.1** Profilomètre Micro-Vu SOL™ 161 (Micro-Vu, Windsor, California, USA).

**Figure 4.2** Banc d'essai de P/R utilisant une machine de traction Zwick/Roell®.

**Figure 4.3** À droite : contre-angle endodontique Dual Move utilisé lors des essais de P/R (source Micro-Mega). À gauche : position initiale de l'instrument endodontique avec une cale de 1 mm en place (document personnel).

**Figure 4.4** Bloc de résine Dentsply Maillefer utilisé lors des essais expérimentaux.

**Figure 4.5** Courbe de P/R d'une lime endodontique dans un bloc en résine donnée par le logiciel TestExpert II. Flèche rouge : valeur maximale de la force de pénétration pour le 9e groupe de cycle ; Flèche verte : valeur maximale de la force en retrait pour le 9e groupe de cycle.

**Figure 4.6 (A)** Microscope Dino-Lite utilisé pour l'analyse de la déviation de trajectoire ; (B) Bloc coloré maintenu sur le support ; (C) Boîte noire et guirlande Led.

**Figure 4.7** Exemple de cliché d'un même bloc pris par le logiciel DinoCapture après coloration à l'encre de chine. À gauche, bloc pré-préparé avec le HeroShaper® 20.04 ; A droite : bloc préparé par un prototype traité thermiquement.

**Figure 4.8** Photos après traitement sur Gimp. En blanc : canal pré-préparé ; En rouge : canal travaillé avec un prototype traité thermiquement.

**Figure 4.9** Superposition de 2 photos retouchées sur le logiciel PowerPoint : photo canal pré-préparé comparé à un canal travaillé avec un prototype traité thermiquement.

**Figure 4.10** Mise à l'échelle de l'image analysée.

**Figure 4.11** Variation du diamètre à la pointe des prototypes. Les 3 points représentent le diamètre à la pointe des 3 échantillons à tester pour chaque traitement thermique.

**Figure 4.12f** Observation de l'effet de vissage lors de l'analyse d'une courbe de P/R à une longueur de pénétration  $L = 15$  mm ( $L = 16$  mm avec la cale de 1 mm) au cours du septième groupe de cycle. Cercles bleus : « effet de vissage » en fin de pénétration (= aspiration) ; Cercle vert : « effet de vissage » au cours du retrait (Vincent, 2017).

**Figure 4.12a** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 5 minutes. En rose : le prototype non traité thermiquement est en rose.

**Figure 4.12b** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 15 minutes.

**Figure 4.12c** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 30 minutes.

**Figure 4.12d** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 45 minutes.

**Figure 4.12e** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 60 minutes.

**Figure 4.13a** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 325°C.

**Figure 4.13b** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 350°C.

**Figure 4.13c** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 375°C.

**Figure 4.13d** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 400°C.

**Figure 4.13e** Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 425°C.

**Figure 4.14a** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 325°C.

**Figure 4.14b** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 350°C.

**Figure 4.14c** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 375°C.

**Figure 4.14d** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 400°C.

**Figure 4.14e** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 425°C.

**Figure 4.15a** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 5 minutes.

**Figure 4.15b** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 15 minutes.

**Figure 4.15c** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 30 minutes.

**Figure 4.15d** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 45 minutes.

**Figure 4.15e** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 60 minutes.

# Liste des tableaux

**Tableau 1.1** Les caractéristiques de conception des instruments fabriqués par le traitement thermique R-phase.

**Tableau 2.1** Les températures de transformation des fils en NiTi traités thermiquement.

**Tableau 2.2** Traitements thermiques appliqués sur les fils en NiTi.

**Tableau 2.3** Facteurs et niveaux retenus pour le plan d'expérience.

**Tableau 2.4** Table orthogonale sélectionnée pour le plan d'expérience.

**Tableau 2.5a** Qualité des modèles sur Y1 (U1 = température, U2 = durée et U3 = méthode de refroidissement).

**Tableau 2.5b** Qualité des modèles sur Y2 (U1 = température, U2 = durée et U3 = méthode de refroidissement).

**Tableau 2.5c** Qualité des modèles sur Y3 (U1= température, U2 = durée et U3 = méthode de refroidissement).

**Tableau 3.1** Caractéristiques géométriques des prototypes sélectionnés.

**Tableau 3.2** Traitements thermiques appliqués aux prototypes.

**Tableau 3.3** Facteurs et niveaux retenus pour le plan d'expérience.

**Tableau 3.4** Table orthogonale sélectionnée pour le plan d'expérience.

**Tableau 3.5** Estimation des coefficients du modèle pour Y1.

**Tableau 4.1a** Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 10 à 14 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.

**Tableau 4.1b** Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 14 à 16 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.

**Tableau 4.1c** Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 16 à 18 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.

**Tableau 4.2** Les différentes étapes du protocole de P/R.

**Tableau 4.3** Valeurs de la conicité et diamètre à la pointe des prototypes traités thermiquement à tester en P/R.

# Introduction

L'endodontie est une discipline complexe et exigeante de l'odontologie. Son objectif est la prévention, le diagnostic et le traitement des maladies de la pulpe dentaire et de ses complications inflammatoires périapicales. Le traitement endodontique consiste en une préparation, une désinfection et une obturation canalaire tridimensionnelle. L'étape de préparation canalaire fait intervenir les notions de mise en forme et de nettoyage canalaire et constitue ainsi une des étapes clef du traitement endodontique. Sur le plan mécanique, la mise en forme canalaire par les instruments endodontiques doit permettre de mettre en place une conicité croissante sur toute la longueur du canal sans déviation de sa trajectoire originelle. L'évasement obtenu doit être régulier est homothétique et doit préserver le foramen apical dans sa position initiale. La préparation doit s'accorder à la forme originelle du canal et être confinée à la portion dentaire de celui-ci (Vincent, 2017).

Cette préparation mécanique est assurée par des limes endodontiques. Les premiers instruments utilisés étaient en acier inoxydable, essentiellement utilisés de façon manuelle. Les contraintes cliniques liées à ce matériau ont permis, à la fin des années 80, de mener des études sur un nouveau type d'alliage pour les instruments endodontiques : les alliages à mémoire de forme (AMF), plus précisément le Nickel-Titane (NiTi). L'introduction du NiTi associé à la mécanisation de la préparation canalaire ont été les premiers pas vers une nouvelle ère en endodontie. Ces changements ont marqué le début de nombreux progrès en endodontie avec une recherche scientifique et d'entreprise axée sur le développement d'instruments capables de répondre aux besoins des praticiens pour une préparation canalaire (i) plus anatomiquement prévisible, (ii) reproductible (iii) réalisable en moins de temps et (iv) plus ergonomique pour le dentiste comme pour le patient. Cela est principalement dû aux propriétés intéressantes du NiTi telles que la superélasticité et l'effet mémoire de forme qui jouent un rôle clef dans la réponse des instruments rotatifs (Thompson, 2000 ; Anil et al., 2017 ; Tabassum et al., 2019).

Toutefois, le défaut majeur des instruments en NiTi réside dans leur faible résistance à la rupture en raison de leur mécanisation. Cet inconvénient est à considérer en raison de sa capacité à compromettre le pronostic du traitement endodontique (Zanza et al., 2021). Les deux principales causes de rupture étudiées dans la littérature concernent la rupture en flexion et en torsion (Sattapan et al., 2000 ; Gambarini et al., 2020 ; Micolli et al., 2020).

Différentes stratégies visant à accroître l'efficacité, la sécurité et la fiabilité des limes endodontiques en NiTi ont été proposées, tant par les fabricants que par les scientifiques, afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques. Au cours des dernières années, de nombreuses modifications ont été observées, notamment des innovations dans la conception géométrique des instruments, l'incorporation et l'hybridation de nouveaux mouvements de rotation instrumentale, ainsi que l'amélioration des procédés de fabrication tel que l'application de traitements de surface et les traitements thermiques (Gavini et al., 2018 ; Hou et al., 2020).

Les traitements thermiques sont généralement effectués lors de la production des fils en NiTi mais peuvent également être effectués avant, pendant et après leur fabrication (Testarelli et al., 2011). Le traitement thermique est l'une des approches fondamentales utilisée pour modifier la disposition cristalline de l'alliage et pour changer le comportement de transformation de phase du NiTi (Shen et al., 2013a ; Plotino et al., 2014b ; Hayashi et al., 2007 ; Choi et al., 2016). Pour répondre aux exigences cliniques, les fabricants doivent ainsi constamment améliorer leurs process pour proposer des instruments avec de meilleures performances mécaniques, notamment en termes de flexibilité. Effectivement, la flexibilité des instruments NiTi joue un rôle crucial dans la réussite du traitement endodontique, en particulier dans les canaux très courbés. Elle permet à l'instrument de réaliser un élargissement approprié du canal tout en préservant son anatomie initiale (Zanza et al., 2021).

Il a été montré, à travers différentes études, que les instruments en NiTi traités thermiquement ont une plus grande flexibilité et une plus grande résistance à la fatigue cyclique que les instruments conventionnels. Cependant, ces études comparent essentiellement des instruments du commerce (i) de la même marque avec la même géométrie, dans des conditions de traitement thermique différentes (Hou et al., 2020 ; Hieawy et al., 2015 ; De-Deus et al., 2017) ou (ii) de différentes marques avec différentes conceptions géométriques, différents mouvements de rotation et différents traitements thermiques (Özyürek et al., 2017 ; Oh et al., 2019,2020). Ces études ont démontré que de nombreux facteurs peuvent influencer la résistance mécanique en plus du traitement thermique tel que la géométrie, les mouvements opérationnels et les procédés de fabrication (usinage *versus* torsion). Concernant les quelques études portés uniquement sur l'effet de certains paramètres du traitement thermique, ces dernières n'ont testées que des échantillons coniques (Yahata et al., 2009 ; Miyara et al., 2014).

Ce manque de données est expliqué par le fait que les procédés de traitement thermique des limes endodontiques ne sont généralement pas divulgués par les fabricants qui appliquent leurs

propres protocoles, souvent protégés par le secret industriel (Testarelli et al., 2011). Il est donc important de mieux comprendre comment le traitement thermique influence la flexibilité des fils NiTi utilisés pour l'usinage des instruments endodontiques. Afin de comprendre les effets uniques et interactifs des facteurs de traitement thermique sur la flexibilité, l'utilisation de méthodes statistiques dédiées aux plans d'expériences est une solution appropriée. Cette méthode permet de fournir des modèles empiriques utiles pour la conception de nouveaux instruments ou pour l'optimisation des processus de fabrication. A notre connaissance, l'utilisation de plan d'expérience n'est pas courante en endodontie. Seules deux études utilisant cet outil ont été publiées (Guo et al., 2021 ; Lokhande et al., 2021).

Dans ce contexte, ce travail de thèse se positionne dans un projet de collaboration entre l'entreprise Coltène Micro-Mega et le laboratoire d'étude des microstructures et de mécanique des matériaux (LEM3) - Polytech Nancy de l'Université de Lorraine. Son but est de mieux appréhender l'influence des différents paramètres intervenant lors d'un traitement thermique. Ainsi, les objectifs de ce travail sont (i) d'étudier, *via* un plan d'expérience, l'influence de trois paramètres de traitement thermique sur les performances et la tenue en service des instruments endodontiques et (ii) de développer des versions optimisées du traitement thermique améliorant le comportement mécanique des instruments endodontiques. Pour ce faire, les trois paramètres étudiés sont (i) la température de chauffage, (ii) le temps de chauffage et de maintien (durée) et (iii) la méthode de refroidissement. Les interactions entre ces paramètres seront également étudiées. Idéalement, le modèle issu de nos recherches devra permettre de définir un traitement thermique à effectuer pour une réponse mécanique donnée.

Pour ce faire, la première partie de ce travail consistera en une revue de littérature englobant tous les champs d'études concernés par ce sujet de thèse. La deuxième partie traitera quant à elle de la caractérisation expérimentale de nos échantillons de fils en NiTi avant d'analyser, à travers un plan d'expérience, l'effet des paramètres de traitement thermique sur un fil de section circulaire constante, permettant ainsi d'éliminer l'effet de la géométrie complexe des limes endodontiques sur la répartition des contraintes lors des essais de flexion. La flexibilité sera évaluée par la mesure du couple pour une rotation maximale donnée *via* un essai de flexion selon la norme ISO 3630-1. Contrairement aux études précédentes, l'essai de flexion sera réalisé à nombre de cycles fixé en utilisant un banc de flexion-torsion adapté (Xolin, 2020 ; Abdelmomen et al., 2023). La troisième partie étudiera, à travers un deuxième plan d'expérience, l'impact du traitement thermique sur un prototype à géométrie fixe. L'objectif de

cette partie sera de mettre en évidence la combinaison de paramètres permettant d'optimiser la flexibilité des instruments endodontiques. La quatrième partie de ce travail de thèse sera consacrée à l'analyse de la tenue en service de ces prototypes à travers des essais de pénétration-retrait (P/R). Enfin, une conclusion et des perspectives seront présentés à la fin de ce travail.

# Chapitre 1. Etat de l'art

Chapitre 1. Etat de l'art.....	17
1.1 La préparation canalair.....	18
1.1.1 Définition et objectifs de la préparation canalair.....	18
1.1.2 Instruments de mise en forme canalair.....	19
1.1.3 Propriétés recherchées des instruments endodontiques.....	19
1.1.3.1 Flexibilité.....	19
1.1.3.2 Efficacité de coupe.....	20
1.1.3.3 Résistance à la fatigue.....	20
1.1.4 Rupture instrumentale.....	21
1.1.4.1 Généralités.....	21
1.1.4.2 Mécanismes de rupture instrumentale.....	21
1.1.4.3 Facteurs influençant la rupture instrumentale.....	24
1.2 Evolution des instruments endodontiques.....	25
1.2.1 Alliage à mémoire de forme à base de NiTi.....	25
1.2.1.1 Composition chimique.....	25
1.2.1.2 Structures cristallographiques.....	26
1.2.1.3 Propriétés.....	28
1.2.2 Géométrie instrumentale.....	33
1.2.3 Dynamique instrumentale et moteurs endodontiques.....	35
1.2.3.1 Dynamique instrumentale.....	35
1.2.3.2 Les moteurs endodontiques.....	35
1.2.4 Procédés de fabrication des instruments endodontiques.....	36
1.2.5 Traitements de surface des instruments endodontiques.....	36
1.2.6 Traitement thermique.....	37
1.3 Traitement thermique des instruments endodontiques en NiTi.....	38
1.3.1 Effets des traitements thermiques appliqués aux instruments endodontiques.....	40
1.3.1.1 Effet sur les températures de transformation.....	40
1.3.1.2 Effet sur la nature des phases présentes.....	41
1.3.1.3 Effet sur les propriétés mécaniques des instruments endodontiques.....	43
1.3.2 Evolution des instruments endodontiques traités thermiquement.....	45
1.4 Essais de caractérisation de la réponse mécanique des instruments endodontiques.....	50
1.4.1 Tests de flexion.....	50

1.4.2 Tests de torsion .....	52
1.4.3 Tests de flexion-torsion combinées.....	53
1.4.4 Test de pénétration-retrait .....	54

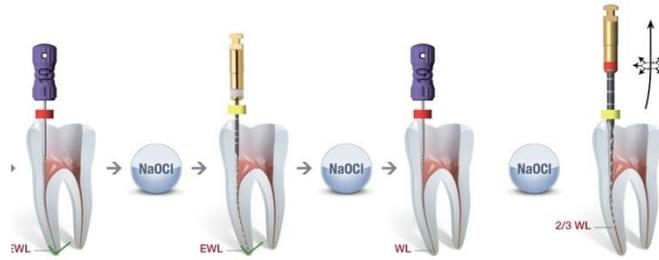
## Introduction

Ce premier chapitre présente une revue de la littérature concernant les différents aspects de ce travail de recherche. Il commence par une présentation générale de la préparation canalaire. Par la suite, il décrit les principales améliorations apportées aux instruments endodontiques essentiellement en NiTi. La troisième partie de ce chapitre sera consacrée au traitement thermique, une phase éventuelle du processus de fabrication des instruments endodontiques en NiTi. La dernière partie présentera une synthèse non exhaustive des différents essais de caractérisation de la réponse mécanique ou éventuellement thermomécanique des instruments endodontiques.

## 1.1 La préparation canalaire

### 1.1.1 Définition et objectifs de la préparation canalaire

Le traitement endodontique, est une procédure durant laquelle le praticien doit nettoyer, mettre en forme et obturer de manière tridimensionnelle et étanche l'ensemble du système endodontique. La préparation canalaire englobant les étapes de nettoyage et de mise en forme, constitue une des étapes clés de tout traitement endodontique (**figure 1.1**) (Hulsmann et al., 2005 ; Tabassum and Khan, 2016). En effet, la préparation canalaire doit répondre aux objectifs biologiques et mécaniques énoncés par Schilder (Schilder 1967, 1974). Les objectifs biologiques sont la désinfection du réseau endodontique qui consiste en l'élimination du contenu organique (bactéries, débris dentinaires, pulpaire, bactériens) mais aussi minéral (calcifications). Mécaniquement, la préparation canalaire doit permettre (i) l'obtention d'une préparation conique régulière et continue du canal de la partie coronaire à la partie apicale, (ii) la conservation de la trajectoire canalaire et (iii) la conservation de la position et de la dimension du foramen apical (Hulsmann et al., 2005 ; Madureira et al., 2010 ; Metzger et al., 2013 ; Van Der Vyver et al., 2019). Le tout devant faciliter le passage et l'action de la solution d'irrigation et autoriser une obturation canalaire étanche et tridimensionnelle.



**Figure 1.1 Préparation canalaire en endodontie (Source Micro-Mega).**

## 1.1.2 Instruments de mise en forme canalaire

Les premiers instruments de mise en forme étaient en acier inoxydable essentiellement utilisés de façon manuelle (Darabara et al., 2004). La mise en forme canalaire à l'aide de cette instrumentation manuelle est longue et fastidieuse. Sa faible conicité, ne favorisant pas l'accès des solutions d'irrigation à la zone apicale, empêche une mise en forme canalaire suffisante pour permettre une désinfection optimale du canal. De plus, la rigidité intrinsèque des limes en acier, augmente avec l'augmentation du diamètre. Ceci complique la préparation canalaire, notamment dans les canaux courbes, et provoque des butées, des transports canalaires, des perforations fréquentes ainsi que des ruptures instrumentales (Claisse et al., 2000 ; Park, 2001 ; Chan et al., 2023). Toutes ces contraintes cliniques liées à ce matériau ont permis, à la fin des années 1980, d'introduire des instruments endodontiques fabriqués en Nickel-Titane (NiTi), un alliage à mémoire de forme (AMF) (Walia, 1988 ; Tabassum et al., 2019 ; Maroof et al., 2022). Son association à la rotation continue quelques années plus tard, par Mac Spadden, a révolutionné le monde de l'endodontie puisque cette association a permis au praticien de réaliser un travail plus reproductible, plus sûr, plus rapide et plus efficace (Esposito and Cunningham, 1995 ; Ruddle, 2000 ; Thompson, 2000 ; Alapati et al., 2009 ; Cheung, 2009).

Les instruments en NiTi ont pallié une grande partie des inconvénients liés à l'acier inoxydable (Celik et al., 2013 ; Chevalier et al., 2018) et montrent des avantages non négligeables en termes d'ergonomie (diminution du temps de travail, facilité d'utilisation) et de reproductibilité (Pettiette et al., 2001 ; Hulsmann et al., 2005 ; Cheung and Liu, 2009b ; Shen et al., 2013a).

## 1.1.3 Propriétés recherchées des instruments endodontiques

### 1.1.3.1 Flexibilité

Cette flexibilité est liée à (i) un module d'Young faible et (ii) un phénomène de superélasticité induit par une déformation par transformation martensitique réversible (Viana et al., 2010 ;

Zanza et al., 2021). Les instruments en NiTi sont plus flexibles que ceux en acier inoxydable (De-Deus et al., 2017 ; Aoun et al., 2017 ; Hamdy et al., 2019). En effet, Le module d'Young de l'alliage nickel-titane (70 000 MPa) est plus faible que celui de l'acier (210 000 MPa) (Walia, 1988 ; Thompson, 2000 ; Zanza et al., 2021) ; il est estimé à environ 1/4 - 1/5 de celui de l'acier (Walia, 1988). De plus, la déformation réversible liée à la superélasticité du NiTi (de 4 à 6 %) est nettement plus élevée que la déformation élastique des aciers inoxydables (de l'ordre de 0,2 %) (Jordan and Rocher, 2009 ; Thompson, 2000 ; Viana et al., 2010 ; Vincent, 2017).

### **1.1.3.2 Efficacité de coupe**

L'efficacité de coupe peut être définie comme la capacité à retirer la dentine des parois du canal radiculaire afin de créer un canal régulier en forme d'entonnoir qui rend plus facile la procédure d'obturation canalaire (Haapasalo et al., 2003 ; Peters et al., 2014 ; Pedullà et al., 2020). Cependant, comme mentionné ci-dessus, ces instruments ont tendance, notamment dans les canaux courbes, à favoriser la création de transports canalaires, de butées, de perforations. L'arrivée du NiTi a permis la réduction de ces erreurs iatrogènes. En revanche, les études évaluant leur efficacité de coupe montrent des résultats controversés. Certains de ces résultats montrent que l'efficacité de coupe des instruments en acier inoxydable est meilleure que celle des instruments en NiTi (Schäfer and Tepel, 1996 ; Tepel et al., 1997 ; Haikel et al., 1998). D'autres montrent que les limes en NiTi enlèvent plus de matière que celles en acier, mais que le temps de préparation est plus long (Kazemi et al., 1996 ; Coleman and Svec, 1997). Néanmoins, l'association de limes en NiTi de plus grande conicité à la rotation mécanisée permet de largement compenser la moins bonne efficacité de coupe tout en diminuant le temps de travail (Walia, 1988 ; Mac Spadden, 1993 ; Schäfer et al., 2004a).

### **1.1.3.3 Résistance à la fatigue**

La résistance à la fatigue est une des propriétés de base d'un instrument endodontique. La résistance à la fatigue cyclique est meilleure pour les instruments en NiTi que ceux en acier inoxydable. En effet, les instruments en NiTi peuvent supporter 120 à 800 cycles contre seulement 10 à 60 pour l'acier inoxydable (Pruett et al., 1997 ; Tepel et al., 1997 ; Walia, 1988 ; Vincent, 2017). La résistance en torsion est aussi meilleure pour les limes NiTi que celles en acier (Walia, 1988 ; Wolcott and Himel, 1997).

## 1.1.4 Rupture instrumentale

### 1.1.4.1 Généralités

La rupture instrumentale est l'un des aléas thérapeutiques survenant lors d'un traitement endodontique. Elle est définie comme étant la séparation ou la fragmentation d'un corps solide en deux ou plusieurs parties sous l'action de contraintes. Les instruments en NiTi se rompent sans aucun signe précurseur visible de fatigue ce qui rend la rupture instrumentale leur principal défaut (Turpin et al., 2000 ; Roda-Casanova et al., 2022 ; Cheung and Darvell, 2007 ; Al-Sudani et al., 2012 ; Pedullà et al., 2015). L'incidence des ruptures des limes rotatives en NiTi varie de 0,4 à 21 % (Sattapan et al., 2000 ; Arens et al., 2003 ; Parashos and Messer, 2006 ; Alapati et al., 2009 ; Pillay et al., 2020). Le retrait de fragment peut s'avérer délicat en fonction de la zone où a lieu la rupture. Ce retrait peut être compliqué si la rupture est précédée d'un phénomène de vissage (Parashos and Messer, 2006). Tous ces éléments font de la rupture instrumentale un problème sérieux pouvant entraver le bon déroulement du traitement endodontique et par conséquent la pérennité de la dent traitée (Yared et al., 2003 ; Cheung et al., 2005 ; Vieira et al., 2009 ; Madarati et al., 2008).

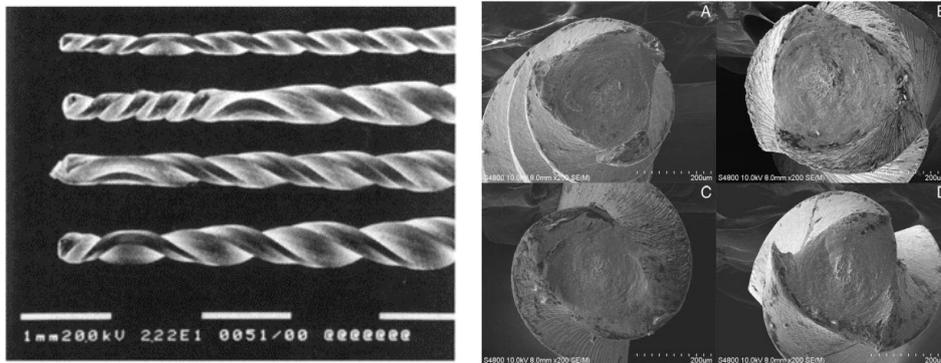
### 1.1.4.2 Mécanismes de rupture instrumentale

Les deux principales causes de la rupture instrumentale sont les sollicitations en fatigue de flexion et/ou de torsion (Barbosa et al., 2008 ; Gao, 2010 ; Bhagabati et al., 2012 ; Pérez-Higueras et al., 2013). Sattapan et al. (2000) ont classé la rupture des instruments rotatifs NiTi en « rupture en statique ou en fatigue de torsion » et « de fatigue en flexion » (fatigue cyclique), en fonction de la présence ou de l'absence de déformation plastique le long de l'arête de coupe près du site de rupture avec 56 % des ruptures par « torsion » et 44 % par « flexion » (Sattapan et al., 2000).

- *Rupture par fatigue en torsion*

La rupture par torsion survient lorsque la pointe de la lime est bloquée dans le canal alors que le moteur endodontique entraîne encore l'instrument en rotation (Plotino et al., 2009). Une fois le couple est trop élevé et la limite élastique est atteinte, une déformation plastique irréversible s'active. L'instrument commence par changer sa forme : un désenroulement et éventuellement un allongement de l'instrument peuvent être visibles à l'œil nu. Dès lors, la rupture peut intervenir plus ou moins rapidement après que la capacité maximale d'écrouissage plastique est atteinte, c'est une rupture ductile (Sattapan et al., 2000 ; McGuigan et al., 2013 ; Ninan et al., 2013).

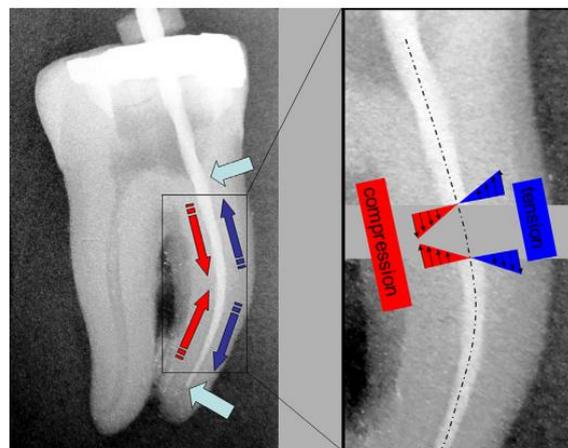
Ces défauts peuvent être uniques ou combinés, localisés à proximité de la rupture ou plus éloignés comme une lime dévriillée, une lime vrillée en sens inverse et/ou lime vrillée avec des spires resserrées (**figure 1.2**) (Sattapan et al., 2000).



**Figure 1.2** A gauche : Image MEB montrant des déformations plastiques sur des instruments rompus en torsion (Sattapan et al., 2000). A droite : Image MEB (grossissement x200) du faciès de rupture des fragments rompus en torsion (Yum et al., 2011).

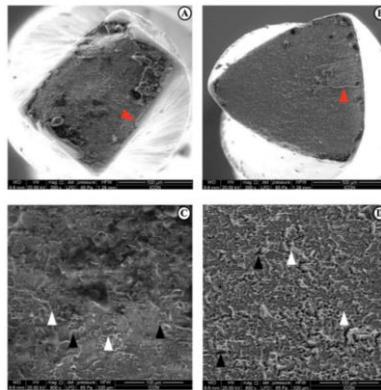
- *Rupture par fatigue cyclique*

La rupture par fatigue cyclique en flexion, survient suite à l’alternance des cycles de traction/compression au niveau du point maximum de flexion (Pruett et al., 1997 ; Plotino et al., 2014b). Cliniquement, dans le cas d’un canal courbe et avec la rotation mécanisée, l’instrument subit une alternance de contraintes en compression du côté interne de la courbure et des contraintes en traction du côté externe (**figure 1.3**). Cette alternance est répétée à chaque mise en rotation de l’instrument dans une courbure et c’est cette répétition qui conduit à la fatigue en flexion et la rupture de l’instrument.

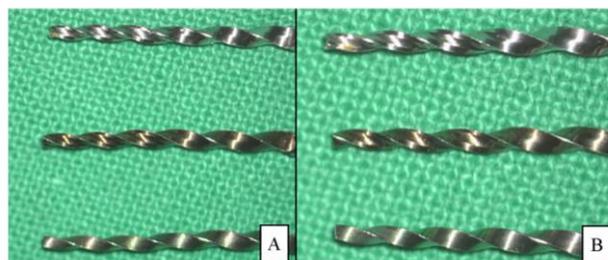


**Figure 1.3** Alternance des tension et compression induites par les forces de flexion sur un instrument canalaire au niveau de la courbure canalaire (Burklein and Schäfer, 2013).

En effet, avec le temps, des signes de fatigues sous forme d'irrégularités et de défauts de surface (craquelures, microfissures, micro-fêlures, micro-cratères, fossettes) vont apparaître sur la surface libre de l'instrument et vont agir comme des concentrateurs de contraintes prédisposant ainsi l'instrument à la rupture par fatigue cyclique (**figure 1.4**) (Tripi et al., 2006 ; Testarelli et al., 2009 ; Bhagabati et al., 2012 ; Pawar et al., 2020). Les fissures peuvent se propager jusqu'à la rupture à un niveau de contrainte inférieur à celui habituellement rencontré lors de l'instrumentation canalaire, entraînant une rupture soudaine et inattendue de l'instrument endodontique (Testarelli et al., 2009 ; Bhagabati et al., 2012). A noter que ce type de ruptures instrumentales est nette, n'entraînant pas de déformation instrumentale visible au préalable ce qui les rend difficiles à anticiper (**figure 1.5**) (Sattapan et al., 2000).



**Figure 1.4** Image MEB montrant un faciès de rupture présentant une zone de fatigue, zone de surcharge, fossettes et microvides sous faible grossissement ( $\times 200$ ) : (A) Protaper NEXT, (B) CricENDO. Sous un grossissement plus élevé ( $\times 800$ ) : le faciès de rupture apparaît comme irrégulière, alvéoles rugueuses constantes (flèche blanche), microporeuses, micro-vides (flèche noire) et stries de fatigue (flèche rouge) sans microfissures : (C) Protaper NEXT, (D) CricENDO (Pawar et al., 2020).



**Figure 1.5** Vue macroscopique ( $\times 20$ ) latérale des limes rompues au microscope opératoire. Toutes les limes rompues présentaient une nette rupture sans déformation caractéristique de la rupture par fatigue. A : instruments testés à  $20 \pm 1$  °C ; B : instruments testés à  $37 \pm 1$  °C. ProTaper Universal (PTU ; en haut), ProTaper Gold (PTG ; au milieu) et EdgeTaper Platinum (ETP ; en bas) (Hiran-us and Morakul, 2023).

### **1.1.4.3 Facteurs influençant la rupture instrumentale**

La rupture instrumentale est un événement complexe et multifactoriel, qui dépend de nombreux facteurs agissant sur la résistance en flexion et / ou en torsion et influençant ainsi le risque de rupture tels que l'opérateur (le praticien), l'anatomie du canal radiculaire et les propriétés de l'instrument (Parashos et al., 2004 ; Shen et al., 2009, 2013a).

La rupture par fatigue cyclique est directement liée à la courbure canalaire et plus précisément au rayon de courbure. Lorsque le rayon de courbure est faible, la courbure est franche et les contraintes de flexion sont maximales augmentant ainsi le risque de rupture (Haïkel et al., 1999 ; Suter et al., 2005 ; Necchi et al., 2008 ; Plotino et al., 2010a, 2010b ; Kosti et al., 2011 ; Khalil and Natto, 2019 ; Pedullà et al., 2020b). Le comportement en fatigue est aussi lié à la conception de l'instrument, essentiellement la forme de la section de coupe, la conicité et le diamètre à la pointe. Un instrument à conicité importante ou avec un diamètre à la pointe important résistera moins à la fatigue à cause d'une rigidité augmentée (ou une flexibilité plus faible) (Sattapan et al., 2000 ; Schäfer et al., 2003 ; Larsen et al., 2009). La rupture par fatigue est aussi influencée par la vitesse de rotation et la fréquence d'utilisation de l'instrument (Martin et al., 2003 ; Yared et al., 2003 ; Madarati et al., 2008 ; Vieira et al., 2009).

La rupture par torsion est liée également à la géométrie de l'instrument (conicité, diamètre à la pointe, forme de la section de coupe) (Gambarini et al., 2009 ; Baek et al., 2011 ; Ninan et al., 2013 ; Elnaghy and Elsaka, 2015). Dans le cas de canaux étroits ou calcifiés, l'utilisation d'un instrument de diamètre proche de celui du canal entraîne une plus grande surface de contact entre l'instrument et les parois canalaire et par conséquent un risque élevé de rupture par torsion (Yared and Sleiman, 2002 ; Peters and Peters, 2003 ; Parashos and Messer, 2006). De plus, l'accumulation de débris dentinaires lors de l'instrumentation augmente les forces de friction. Lors de l'instrumentation, la friction pariétale limite la progression de l'instrument dans le canal. La force axiale exercée par le praticien pour faire progresser l'instrument apicalement vient s'ajouter, augmentant le risque de blocage et de rupture de celui-ci (Sattapan et al., 2000 ; Yared et al., 2003).

## 1.2 Evolution des instruments endodontiques

### Introduction

Réduire le risque de séparation des instruments est l'un des principaux objectifs des fabricants d'instruments rotatifs en NiTi. Ils se sont tout d'abord intéressés aux matériaux en passant de l'acier inoxydable aux AMF, puis à la géométrie instrumentale et à la dynamique instrumentale (rotation continue *versus* réciprocité). Depuis maintenant une vingtaine d'années, les recherches s'orientent vers les procédés de fabrication, les traitements de surface et enfin l'application des traitements thermiques (Yum et al., 2011 ; Shen 2013a, 2016 ; Goo et al., 2017 ; Miccoli et al., 2017 ; Di Nardo et al., 2019). En parallèle, le concept d'instrument à usage unique s'est développé.

### 1.2.1 Alliage à mémoire de forme à base de NiTi

Le premier paramètre qui a été amélioré est le paramètre matériau. Il existe quatre familles d'AMF : (i) ceux à base de NiTi, (NiTi, NiTiCu, NiTiFe) (ii) ceux à base de fer (FeMnSi, FeNiCo, FePt), (iii) ceux à base d'or (AuCd) et (iv) ceux à base de cuivre (CuAlNi, CuAlZn, CuAlBe) (L'excellent, 2013). Jusqu'à ce jour, seuls les AMFs à base de NiTi sont utilisés en pratique endodontique. Cependant, ces dernières années, des recherches ont été réalisées dans le but de développer des instruments à base de CuAlBe monocristallin et qui ont montré des résultats prometteurs (Nasreddine, 2016 ; Vincent et al., 2017 ; Xolin, 2020).

#### 1.2.1.1 Composition chimique

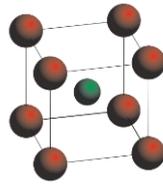
L'alliage à mémoire de forme NiTi est plus communément appelé « Nitinol » ou « NiTi ». En endodontie, l'alliage Nickel-Titane utilisé pour la fabrication des instruments endodontiques présente une composition, en poids, d'environ 56% de Nickel et 44% de Titane alors que d'un point de vue atomique, l'alliage contient autant d'atomes de Titane que d'atomes de Nickel, soit un alliage quasiment équi-atomique (Tompson, 2000 ; Shen et al., 2013a ; Shen and Cheung, 2013b). En plus du Nickel et du Titane, l'alliage présente des traces (<1%) de fer, chrome, cuivre, cobalt, oxygène, hydrogène et carbone.

### 1.2.1.2 Structures cristallographiques

Le NiTi équi-atomique peut exister sous trois phases cristallographiques présentant chacune des propriétés mécaniques spécifiques : austénite, martensite et phase-R (Otsuka et al., 1998 ; Thompson, 2000 ; Berutti et al., 2003 ; Shen et al., 2013a ; Shen and Cheung, 2013b). Ces différentes phases peuvent être identifiées au sein du matériau par diffraction de rayons X (DRX), par microscopie optique (MO) ou encore par microscopie électronique à balayage (MEB) (Zinelis et al., 2010 ; Zhou et al., 2013 ; Shen and Cheung, 2013b ; Generali et al., 2020). La transformation de phase dans les NiTi, communément appelée transformation martensitique, est displacive de premier ordre (Fernandes et al., 2011). Elle sera décrite plus loin dans ce chapitre.

- *Austénite*

L'austénite (A) est la phase mère qui est stable à haute température (**figure 1.6**) (Shen et al., 2013a). Cette structure cristalline est connue pour donner à l'alliage sa dureté (Shen et al., 2013a). Le module d'Young de l'austénite ainsi que la limite d'élasticité sont élevés ce qui rend un alliage en phase austénitique peu flexible (Thompson, 2000).

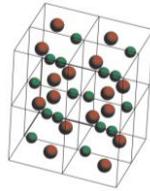


**Figure 1.6** Maille élémentaire de la phase austénitique (B2) du NiTi (Holec et al., 2005).

- *Martensite*

La martensite (M) est la phase fille qui, à l'opposé de l'austénite, est métastable à basse température (**figure 1.7**) (Shen et al., 2013a). Les cristaux de martensite, nommés aussi variantes de martensite, peuvent être agencés de deux façons différentes, soit la martensite « auto-accommodée » (obtenue par refroidissement) soit la martensite orientée (obtenue suite à l'application d'une contrainte). Cette martensite orientée apporte à l'alliage la ductilité (Thomson, 2000). La dureté de la martensite, son module d'Young ainsi que sa limite d'élasticité sont plus faibles que ceux de l'austénite (Alapati et al., 2009 ; Thompson, 2000 ; Jordan and Rocher, 2009 ; Zinelis et al., 2010 ; Duerig and Bhattacharya, 2015 ; Maroof et al.,

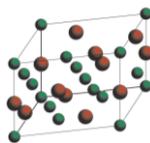
2022). Par conséquent, un alliage NiTi en phase martensitique sera plus flexible qu'en phase austénitique (Otsuka and Ren, 2005 ; Shen et al., 2013a).



**Figure 1.7 Maille élémentaire de la phase martensitique (B'19) du NiTi (Holec et al., 2005).**

- *Phase-R*

La phase-R (R) est la plus courante des phases intermédiaires métastables entre l'austénite et la martensite (**figure 1.8**) (Shen et al., 2013a). La transformation de phase-R se produit dans trois cas : (i) lorsque quelques pourcentages de Ni dans l'alliage Ti-50Ni sont remplacés par le fer (Fe) ou l'aluminium (Al) (c'est le cas des alliages ternaires), (2) lorsque les alliages NiTi riches en Ni sont traités thermiquement à des températures appropriées (environ 400° C) pour provoquer la précipitation de particules de  $Ti_3Ni_4$  et (3) suite à un traitement thermique (recuit) des alliages Ti-Ni après travail à froid pour créer des structures de dislocations réarrangées (Miyazaki and Otsuka, 1986 ; Otsuka and Ren, 2005 ; Gonzalez et al., 2010 ; Viana et al., 2010 ; Zhu et al., 2021). L'alliage NiTi en phase-R est plus flexible que l'austénite avec un module d'Young et une limite d'élasticité plus bas que celui de l'austénite (Kuhn and Jordan, 2002 ; Hou et al., 2011 ; Duerig and Bhattacharya, 2015).



**Figure 1.8 Maille élémentaire de la phase-R du NiTi (Holec et al., 2005).**

- *Transformation martensitique*

Contrairement aux transformations par diffusion qui mettent en jeu un déplacement aléatoire des atomes sur des grandes distances, la transformation martensitique implique des mouvements collectifs et coopératifs des atomes dans la maille cristalline de l'alliage sur des distances relativement faibles, inférieures aux distances interatomiques (Bataillard, 1996). Bien que les deux phases austénite et martensite présentent des systèmes cristallins distincts, celles-ci coexistent au cours de la transformation martensitique.

La transformation martensitique est une transition réversible entre la phase austénitique et la phase martensitique. Elle est induite par l'application d'une sollicitation mécanique et/ou thermique (appelée transformation thermo-élastique). Il s'agit de la transformation directe lorsque l'austénite se transforme en martensite ( $A \rightarrow M$ ), lors de l'application d'une contrainte et/ou d'un refroidissement, et de la transformation inverse lorsque c'est la martensite qui se transforme en austénite ( $M \rightarrow A$ ). Cette dernière se produit suite à la suppression de la contrainte mécanique (décharge mécanique) ou par chauffage de la phase fille martensitique (Yoneyama et al., 1993 ; Baron, 1998 ; L'excellent, 2013). Dans les alliages NiTi quasi équi-atomiques, la transformation martensitique peut se produire en une seule étape ( $A \rightarrow M$ ) ou en deux étapes en passant par la phase-R. Cette étape est dite transformation pré-martensitique ( $A \rightarrow R \rightarrow M$ ) (Otsuka and Ren, 2005 ; Uygun et al., 2016).

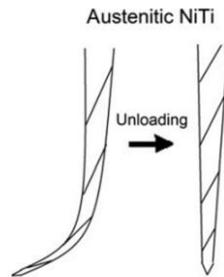
Durant une transformation martensitique induite par la température, nous décrivons des températures dites de transformation. Il s'agit de  $M_s$  et  $M_f$ , qui sont respectivement les températures de début et de fin de la transformation martensitique directe (au refroidissement) et  $A_s$  et  $A_f$  qui sont respectivement les températures de début et de fin de transformation martensitique inverse (au chauffage). Sous l'effet d'une contrainte, il s'agit plutôt de contrainte de début et de fin de transformation ( $\sigma_{M_s}$  et  $\sigma_{M_f}$  pour le début et la fin de la transformation directe, et  $\sigma_{A_s}$  et  $\sigma_{A_f}$  pour le début et la fin de la transformation inverse). La zone de métastabilité de la martensite se situe pour des températures inférieures à  $M_f$ . Tandis que la zone de stabilité de l'austénite se situe pour des températures supérieures à  $A_f$ . L'AMF possède simultanément les deux phases pour une température située entre  $M_f$  et  $A_f$ . Cette plage de températures entre  $M_f$  et  $A_f$  est appelée, dans la littérature, plage de température de transition (en anglais TTR pour *Transition Temperature Range*) (Dablanca-Blanco et al., 2022 ; Maroof et al., 2022). Cette plage de températures du NiTi est influencée par la composition chimique, la méthode de fabrication et le traitement thermique de l'alliage (Kuhn and Jordan, 2002).

### 1.2.1.3 Propriétés

- *Superélasticité*

La superélasticité (appelée aussi pseudo-élasticité) est la capacité de l'AMF à se déformer de manière réversible (**figure 1.9**) (Lebreton, 2004). Le phénomène de superélasticité se produit lorsque le matériau est sollicité mécaniquement (par exemple insertion de l'instrument dans un

canal courbé) à une température constante supérieure à  $A_f$ , température où l'AMF est initialement en état austénitique stable. Il s'agit d'une transformation martensitique ( $A \rightarrow M$ ) sous contrainte aboutissant à de la martensite orientée (Young and Van Vliet, 2005 ; Özyürek et al., 2016 ; Uygun et al., 2016).



**Figure 1.9 Représentation schématique du comportement superélastique d'un instrument endodontique (Zupanc et al., 2018).**

Mécaniquement, ce comportement n'est pas linéaire et n'est pas conservatif (hystérétique avec présence de dissipation). Il passe par différentes étapes correspondantes aux pentes de la réponse mécanique :

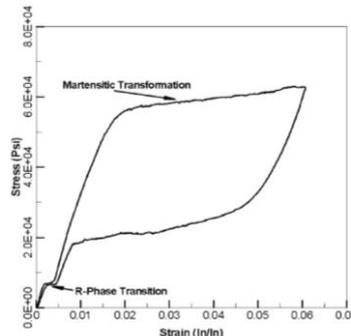
- (1) Domaine de déformation élastique de l'austénite où le NiTi présente une très faible déformation proportionnelle à la contrainte (comportement linéaire) ;
- (2) Domaine de transformation martensitique directe. Lorsque la contrainte appliquée atteint une valeur critique ( $\sigma_{Ms}$ ), la courbe marque un plateau qui correspond à la transformation martensitique directe (transformation induite sous contrainte). Les variantes de martensite les plus favorablement orientées par rapport à la direction de chargement se forment. L'AMF est à l'état biphasique avec de la martensite orientée et de l'austénite. Cette transformation martensitique continue jusqu'à atteindre un seuil maximal de déformation (avec la contrainte associée  $\sigma_{Mf}$ ) correspondant à un état purement martensitique (sans tenir compte de la présence d'une très faible quantité d'austénite résiduelle).
- (3) Domaine d'élasticité de la martensite. A la fin de la transformation martensitique, la martensite induite sous contrainte se déforme élastiquement. Si la contrainte appliquée est maintenue, cette dernière peut atteindre un nouveau palier à partir duquel l'AMF se déformera plastiquement.
- (4) Si la contrainte cesse avant que le matériau ne commence à se déformer plastiquement, un retour élastique de la martensite se met en place, sans transformation de phase.

(5) La transformation inverse ( $M \rightarrow A$ ) démarre à partir d'une certaine contrainte seuil ( $\sigma_{As}$ ). Elle est matérialisée par un deuxième plateau.

(6) Reprise du comportement élastique de l'austénite après atteinte de la contrainte  $\sigma_{Af}$ , signe de fin de la transformation inverse, et retour à l'état initial sans aucune déformation résiduelle.

Un décalage vertical des deux plateaux correspond à l'apparition d'une boucle d'hystérésis. L'aire de cette hystérésis est proportionnelle à l'énergie dissipée lors de la transformation, c'est-à-dire qu'elle dépend de l'énergie mécanique mise en jeu pour former la martensite et de l'énergie dissipée au niveau des interfaces entre les deux phases austénite et martensite et également entre les variantes actives de martensite (Maletta et al., 2014 ; Jabir, 2018).

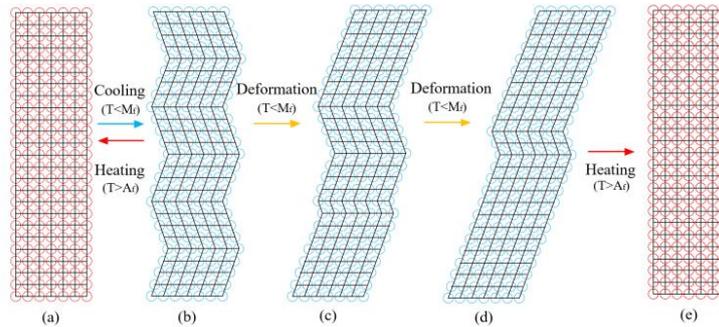
Il est à noter que lorsqu'une phase-R se développe, à la suite d'une transformation pré-martensitique, une pente plus faible sous forme d'inflexion se forme sur la courbe contrainte-déformation (**figure 1.10**) (Zhang and Sehitoglu, 2004).



**Figure 1.10** Mise en évidence de la phase-R dans un NiTi lors d'un essai de traction (Zhang and Sehitoglu, 2004).

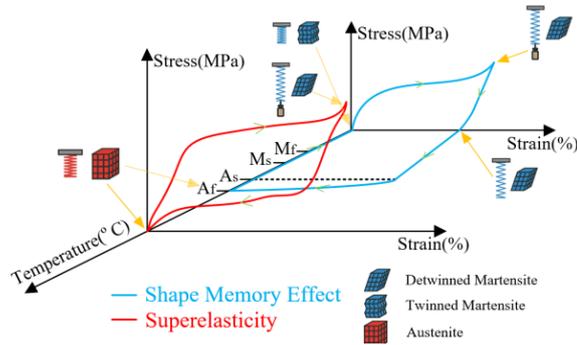
- *Mémoire de forme*

L'effet mémoire de forme peut être défini comme la capacité d'un matériau ayant subi une déformation importante à l'état martensitique à récupérer sa forme initiale (état austénitique) lors du chauffage via une transformation de phase (**figure 1.11**) (Lebreton, 2004).

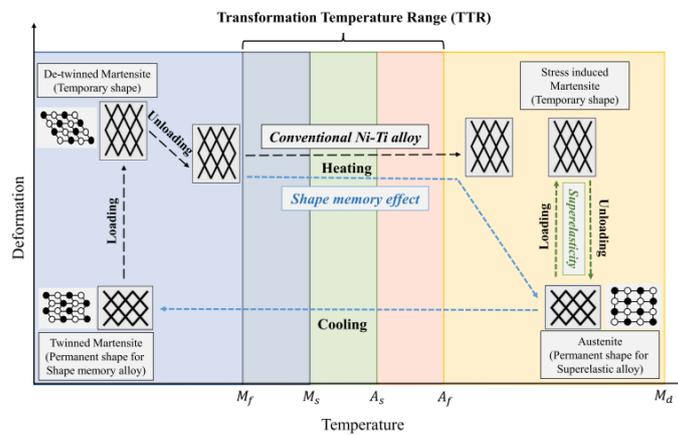


**Figure 1.11 (a) Comportement fonctionnel à l'échelle atomique. Monocristal d'austénite original, (b) martensite auto-accommodée, (c, d) déformation d'orientation dans la martensite avec différentes variantes qui convergent progressivement, (e) lors du chauffage la martensite orientée revient à l'état initial d'austénite (Wang and Korsunsky, 2020).**

Les **figures 1.12** et **1.13**, illustrent l'effet de mémoire de forme. L'AMF est d'abord refroidi (sans contrainte mécanique) depuis le domaine austénitique (à partir de  $T > A_f$ ) jusqu'à une température inférieure à  $M_f$  entraînant la formation de plusieurs variantes de martensite d'orientations différentes (martensite auto-accommodée) afin de minimiser la variation du volume due au changement de forme de la maille et maintenir une déformation macroscopique nulle. Sous l'effet d'une contrainte (à température constante), ces variantes de martensite auto-accommodée vont engager, à partir d'un seuil, un processus de réorientation dans la direction du chargement qui va induire une déformation macroscopique non nulle. La suppression de la contrainte permet de recouvrir uniquement la déformation élastique et il subsiste une déformation due à la réorientation de la martensite. Une fois que la contrainte est relâchée, le chauffage à une température supérieure à  $A_s$  entraîne la transformation de la martensite orientée en austénite. Cette transformation de la structure cristalline se traduit par la récupération de la forme originale du composant à l'échelle macroscopique une fois que la température dépasse  $A_f$  (Tompson, 2000 ; Shen et al., 2013a ; Dablanca-Blanco et al., 2022). Cet effet mémoire, décrit ci-dessus, est à simple sens, c'est à dire que le matériau retrouve sa forme à l'état austénitique avec assistance thermique. Il existe également un effet mémoire double sens qui correspond à un changement de forme réversible et spontané d'une forme haute température à une forme basse température par « éducation » de l'alliage par des traitements thermomécaniques sous contrainte.

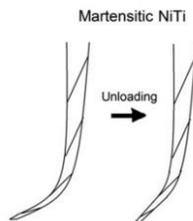


**Figure 1.12** Illustration schématique du comportement des AMF en NiTi. Le bloc rouge représente la phase austénitique cubique, le bloc bleu représente phase martensitique monoclinique. Les états de phase pendant le comportement fonctionnel et la direction de la transformation sont indiqués par des flèches (Wang and Korsunsky, 2020).



**Figure 1.13** Représentation 2D simplifiée du mécanisme de la superélasticité et de l'effet mémoire de forme (Maroof et al., 2022).

Cependant la propriété de mémoire de forme n'est que très peu utilisée en endodontie. L'instrument HyFlex<sup>®</sup> CM (Coltène/Whaledent, Altstätten, Suisse) développe cet effet mémoire de forme en reprenant sa forme initiale à la suite d'un chauffage lors de la stérilisation (**figure 1.14**) (Caicedo, 2012 ; Singh, 2016).



**Figure 1.14** Représentation schématique d'un instrument endodontique à l'état martensitique (déformation persistante après décharge) (Zupanc et al., 2018).

## 1.2.2 Géométrie instrumentale

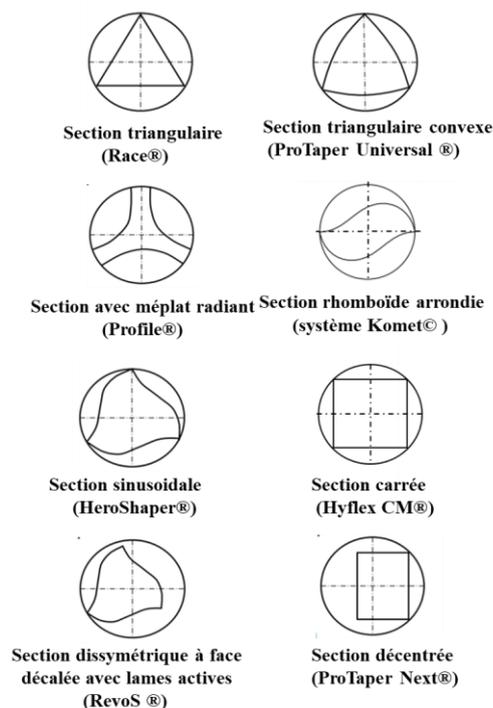
La fabrication d'instruments endodontiques manuels en acier inoxydable est normalisée par la réglementation ISO (ISO 3630-1-2019). Cependant, les instruments rotatifs en NiTi n'ont pas de norme unique à respecter, les fabricants conçoivent donc la géométrie de la partie active de l'instrument de manière non standardisée. Ces conceptions cherchent à offrir des avantages dans l'instrumentation des canaux radiculaires. Plusieurs études ont montré, comme mentionné ci-dessus, que la résistance en torsion et la flexibilité sont les 2 caractéristiques essentielles requises pour toute lime rotative et qui dépendent en particulier de la conception géométrique telle que la section de coupe, le pas, l'angle d'hélice, la conicité, le diamètre à la pointe et la longueur utile (Berutti et al., 2003 ; Schäfer et al., 2003 ; Tripi et al., 2006 ; Xu et al., 2006 ; Melo et al., 2008 ; He and Ni, 2010 ; Ruddle et al., 2013 ; Basheer Ahamed et al., 2018 ; Galal and Hamdy, 2020). Une grande variété de systèmes avec des caractéristiques géométriques différentes est disponible sur le marché (Arbab-Chirani et al., 2011 ; Dablanca-Blanco et al., 2022).

Le diamètre à la pointe doit être suffisamment important afin d'assurer une bonne mise en forme et un bon nettoyage du canal (Usman et al., 2004 ; Mickel et al., 2007 ; Saini et al., 2012 ; Akhlaghi et al., 2014 ; Rodrigues et al., 2017 ; Butcher, 2019 ; Plotino et al., 2019 ; Nehme et al., 2021). En contrepartie, l'augmentation de la masse de l'instrument basée sur une augmentation du diamètre à la pointe affecte négativement la résistance à la fatigue de l'instrument ; influençant leur flexibilité et leur résistance en torsion.

Concernant la conicité, il a été démontré qu'une conicité accrue augmentera le volume de l'instrument ce qui entraîne une augmentation de la rigidité en torsion mais une diminution de la flexibilité (Schäfer et al., 2003 ; Melo et al., 2008 ; Camara et al., 2009 ; He and Ni, 2010 ; Arbab-Chirani et al., 2011 ; Galal and Hamdy, 2020). Ceci peut être attribué au fait que pendant l'essai de flexion, l'augmentation de la conicité de la lime entraîne la création de contraintes internes de plus grande ampleur entraînant une résistance plus faible à la rupture par fatigue (Grande et al., 2006 ; He and Ni, 2010). En revanche, lors des essais de torsion, l'augmentation de la conicité entraîne une réduction de la fatigue de torsion (He and Ni, 2010 ; Arbab-Chirani et al., 2011 ; Galal and Hamdy, 2020). Une conicité plus grande offre, en plus d'une plus grande résistance à la rupture par torsion, une meilleure efficacité de coupe. Effectivement, une conicité importante rend l'instrument plus coupant et aide à éliminer davantage de dentine canalaire, mais il rencontre également un couple plus élevé pendant la préparation et un effet de vissage

(Da Silva et al., 2005 ; Grande et al., 2006 ; Kwak et al., 2019 ; He and Ni, 2010). D'un autre côté, l'augmentation de la rigidité entraîne un risque plus élevé de redressement, de butés ou de transport du canal radiculaire pendant l'instrumentation (Schäfer et al., 2003 ; Vaudt et al., 2009). Cela entraîne également des contraintes de flexion plus élevées et une résistance moindre à la rupture par fatigue de flexion (Grande et al., 2006 ; He and Ni, 2010).

Il existe sur le marché une variété d'instruments avec des sections de coupe différentes et parfois uniques entraînant un comportement différent en matière de répartition des contraintes et, par conséquent, une résistance à la rupture variable (**figure 1.15**) (Medha, 2014 ; Galal and Hamdy, 2020).



**Figure 1.15** Différentes formes de section de coupe des instruments endodontiques en NiTi.

La forme de la section transversale des instruments rotatifs en NiTi, joue un rôle important en termes d'efficacité de coupe mais elle constitue aussi le paramètre le plus critique affectant la rupture de l'instrument, et donc sa durée de vie (Turpin et al., 2000 ; Schäfer et al., 2003 ; Berutti et al., 2003 ; Xu et al., 2006 ; Kim et al., 2009). Lors du mouvement rotatif des instruments endodontiques, le contact entre l'instrument et les parois canalaire génère des contraintes internes dans l'instrument et sur la paroi canalaire. Bien que cette force soit essentielle pour la coupe des tissus canalaire, elle peut provoquer un effet de vissage (une force motrice apicale)

susceptible de provoquer une extrusion de l'instrument au-delà de l'apex de la dent (Ha et al., 2016). En résumé, pour atteindre un équilibre entre efficacité de coupe et sécurité, il faut faire un compromis en choisissant l'instrument endodontique le plus adapté à la situation clinique.

### **1.2.3 Dynamique instrumentale et moteurs endodontiques**

#### **1.2.3.1 Dynamique instrumentale**

De nos jours, les différents instruments de mise en forme mécanisée reposent sur deux types de dynamique instrumentale qui sont la rotation continue et la réciprocité. La rotation continue correspond à la mise en rotation complète (360°) pour plusieurs cycles de rotation de l'instrument endodontique. Cette rotation se fait dans le sens des aiguilles d'une montre (CW) et à vitesse constante comprise entre 250 et 500 tours/minute (pour la plupart des systèmes instrumentaux) permettant de couper continuellement la paroi du canal radiculaire (Gavini et al., 2018 ; Khasnis et al., 2018 ; Liang et al., 2022). Cependant, ce mouvement peut provoquer la rupture des instruments si une vitesse plus élevée que celle recommandée par le fabricant est appliquée et si le couple max n'est pas correctement renseigné, induisant de fortes contraintes de torsion (Sattapan et al., 2000 ; Martin et al., 2003 ; Hamid et al., 2018 ; Khasnis et al., 2018 ; Liang et al., 2022).

Par la suite, le mouvement de réciprocité a été introduit dans le but spécifique d'augmenter la résistance à la fatigue cyclique et celle en torsion (De-Deus et al., 2010 ; Pedullà et al., 2013 ; Laurindo and Figueiredo, 2016 ; Çapar and Arslan, 2016 ; Ferreira et al., 2017 ; Hamid et al., 2018). Ce mouvement est défini comme un mouvement répété dans le sens horaire (CW, ou *clockwise*) et antihoraire (CCW, ou *counterclockwise*) (Yared, 2008 ; Gavini et al., 2018). Il existe de nombreuses variantes de ce mouvement. Cependant, la littérature n'est pas unanime quant aux différents avantages apportés par la réciprocité. Il n'existe donc pas un « *gold standard* » en termes de dynamique instrumentale et le choix se base essentiellement sur la situation clinique.

#### **1.2.3.2 Les moteurs endodontiques**

Les moteurs à rotation continue sont les moteurs les plus fréquemment utilisés pour les limes NiTi entraînées par moteur avec une vitesse et un couple prédéfini selon les instructions du fabricant. Si la lime rencontre une résistance à la rotation dépassant la valeur prédéfinie, le

moteur débraye et tourne automatiquement en sens inverse pour permettre à la lime de se desserrer et de se retirer du canal radiculaire, réduisant ainsi le risque de rupture par torsion.

Les moteurs à rotation alternative sont destinés aux instruments utilisés en réciprocité. Ces moteurs sont généralement préréglés aux valeurs angulaires spécifiques pour chaque système et les paramètres tels que la vitesse, le sens et angle de rotation ne peuvent pas être modifiés contrairement aux moteurs à rotation continue. De nouveaux moteurs hybrides ont été introduits pour combiner les mouvements rotatifs et alternatifs (Çapar and Arslan, 2016 ; Gavini et al., 2018).

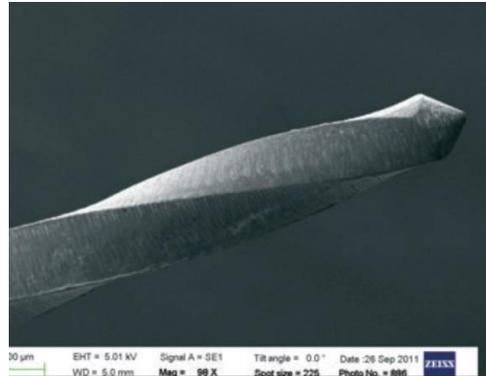
#### **1.2.4 Procédés de fabrication des instruments endodontiques**

Le processus de fabrication affecte les propriétés mécaniques des instruments en NiTi, essentiellement leurs résistances à la rupture par fatigue (Gambarini et al., 2009 ; Elnaghy, 2014 ; Liang et al., 2022). La grande majorité des instruments endodontiques est fabriquée par usinage. Ce procédé est à l'origine de défauts résiduels en surface de l'instrument, tels que des stries d'usinage, qui peuvent servir comme des zones de concentration de contraintes et par conséquent d'amorçage de fissures en fatigue (Kuhn et al., 2001 ; Larsen et al., 2009). D'autres procédés de fabrications ont été proposés afin d'améliorer la qualité des pièces fabriquées tel que la fabrication par torsion ou l'usinage par électroérosion (*Electro Discharge Machining* ou EDM) (Liang et al., 2022). Les limes fabriquées par torsion comme le Twisted File (SybronEndo, Orange, CA) présentent moins de défauts d'usinage, ce qui aboutit à une résistance à la fatigue cyclique améliorée par rapport aux instruments usinés (Larsen et al., 2009 ; Kim et al., 2010 ; Oh et al., 2010 ; Gambarini et al., 2011 ; Rodrigues et al., 2011 ; Al-Hadlaq, 2013 ; Elnaghy, 2014 ; Uslu et al., 2018). L'efficacité de coupe des instruments torsadés semble être plus importante que les instruments usinés (Prabhakar et al., 2014 ; Tocci et al., 2015).

#### **1.2.5 Traitements de surface des instruments endodontiques**

Comme vu précédemment, la méthode de fabrication par usinage est un facteur de risque supplémentaire de rupture à cause des défauts induits en surface de l'instrument usiné (**figure 1.16**). Les industriels ont donc mis au point des traitements de surface ayant pour vocation d'améliorer l'état de surface ainsi que les propriétés mécaniques des instruments telles que leur résistance à la fatigue, leur résistance à la torsion et leur efficacité de coupe. Il existe différentes

techniques de traitement de surface. Les plus couramment retrouvées sont les traitements électrochimiques. Certains traitements de surface tels que le brossage (manuel ou mécanisé) sont appliqués dans le but d'éliminer les bavures formées suite au meulage des instruments.



**Figure 1.16 Stries d'usinage d'un instrument endodontique observées en Microscopie Electronique à Balayage (Peters et al., 2012).**

L'électropolissage est considérée comme la meilleure méthode pour améliorer l'état de surface des dispositifs médicaux en NiTi (Larsen et al., 2009). Elle améliore également la résistance à la fatigue des instruments NiTi (Anderson et al., 2007 ; Lopes et al., 2010 ; Condorelli et al., 2010 ; Da Silva et al., 2013 ; Kim et al., 2015 ; Kwak et al., 2017). Cependant, la littérature n'est pas unanime sur l'effet que présente l'électropolissage sur l'efficacité de coupe des instruments NiTi (Boessler et al., 2009 ; Bui et al., 2008 ; Da Silva et al., 2013).

### **1.2.6 Traitement thermique**

Le traitement thermique de l'alliage NiTi est l'une des approches innovantes incorporées par les industriels ces dernières années. Il a pour but de modifier les températures de transformation martensitique en contrôlant la microstructure de l'alliage (Zhou et al., 2013 ; Zupanc et al., 2018 ; Martins et al., 2022) et, par conséquent, modifier les propriétés mécaniques [Shen et al., 2013c ; Hieawy et al., 2015 ; Tabassum et al., 2019 ; Martins et al., 2022). Ce procédé sera décrit de manière plus détaillée dans la section suivante.

## **Conclusion**

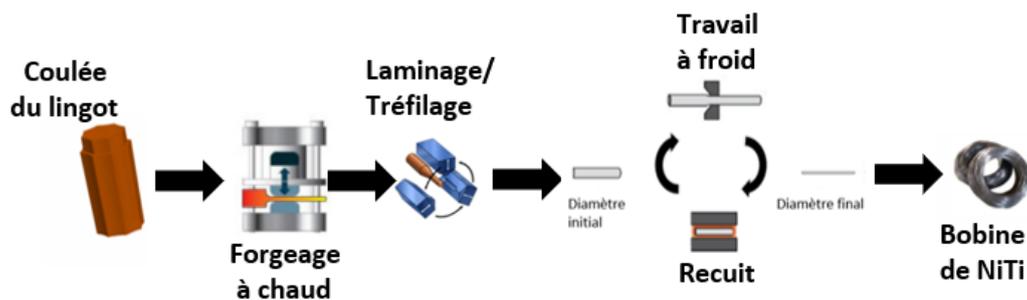
Afin d'améliorer les performances mécaniques des instruments endodontiques en NiTi, les industriels ont mis au point des stratégies permettant de réduire les risques de rupture instrumentale. Ils se sont tout d'abord intéressés à la géométrie instrumentale et à la dynamique instrumentale des instruments endodontiques. Depuis maintenant une vingtaine d'années, les

recherches se sont orientées vers les procédés de fabrication et les traitements post-fabrications tels que les traitements de surface et les traitements thermiques.

### 1.3 Traitement thermique des instruments endodontiques en NiTi

#### Introduction

Le traitement thermique est un procédé métallurgique qui consiste à chauffer un matériau à une température donnée et le refroidir à une vitesse donnée, après une période de temps déterminée, afin d'obtenir des propriétés spécifiques à l'alliage utilisé (Gavini et al., 2018 ; Campbell et al., 2021). Le traitement thermique intervient tout d'abord lors de la fabrication des fils de NiTi puis lors de la fabrication des instruments endodontiques (**figure 1.17**) (Thompson, 2000 ; Testarelli et al., 2011).



**Figure 1.17** Illustration schématique du procédé de fabrication des fils en NiTi (Kocich et al., 2013 ; Filhol, 2020).

En endodontie, les traitements thermiques se font dans la masse du matériau et peuvent être appliqués avant, pendant ou après la fabrication des instruments (par usinage, torsion ou EDM) (Testarelli et al., 2011). Ils sont principalement de type recuit et revenu. Le recuit (en anglais « *annealing* ») s'applique préférentiellement aux alliages de NiTi équi-atomiques (Ni % at < 50.4%) (Miyazaki et al., 1982 ; Do, 2014 ; Wang and Korsunsky, 2020). Il consiste en un chauffage suivi d'un refroidissement lent et s'effectue après l'opération de mise en forme à froid permettant de récupérer la superélasticité de l'alliage en libérant les contraintes internes causées par ce travail à froid (Liu et al., 1997). En effet, la mise en forme de l'alliage (exemple tréfilage, laminage) entraîne un fort écrouissage introduisant une haute densité de défauts dans le réseau cristallin produisant des dislocations et des contraintes internes (Liu et al., 1997 ; Zinelis et al., 2007 ; Do, 2014). Ces dernières influencent le processus de transformation

martensitique pour la superélasticité, agissant comme un facteur négatif sur la mobilité des interfaces martensitiques ce qui entraîne une augmentation de la dureté et une diminution de la ductilité des instruments (Miyazaki et al., 1982 ; Liu et al., 1997 ; Plotino et al., 2014b). Le traitement thermique de type recuit permet ainsi la restauration de la matrice fortement écrouie en réduisant les dislocations, diminuant la dureté et augmentant la ductilité (Frick et al., 2005 ; Zinles et al., 2007 ; Shen et al., 2013c ; Plotino et al., 2014b). Le revenu ou vieillissement (en anglais « *aging* »), est un traitement thermique de chauffage lent suivi d'un refroidissement lent. Ce type de traitement thermique est utilisé particulièrement sur les alliages riches en nickel (%Ni > 50.4%) (Miyazaki et al., 1982 ; Do, 2014). Il conduit à la formation de précipités tels que  $Ti_3Ni_4$ ,  $Ti_2Ni_3$ ,  $TiNi_3$  dans la phase austénitique (Paula et al., 2004 ; Otsuka and Ren, 2005). Les précipités  $Ti_3Ni_4$  entraînent la diminution de la proportion de nickel dans la solution solide et donc l'augmentation de  $M_s$  facilitant ainsi la transformation martensitique [Otsuka and Ren, 2005 ; Gonzalez et al., 2010]. La formation de précipités  $Ti_3Ni_4$  permet aussi l'obtention d'une phase-R au cours de la transformation martensitique comme cité auparavant.

Le traitement thermique peut également induire des changements dans le pourcentage de phases (structure cristallographique différente) de l'alliage, conduisant ainsi à des propriétés mécaniques améliorées pour l'endodontie (Kuhn and Jordan, 2002 ; Hayashi et al., 2007 ; Testarelli et al., 2011 ; Shen et al., 2013a, 2013c ; Plotino et al., 2014b, 2014c). Hayashi et al. (2007) ont déclaré qu'un traitement thermique supplémentaire des instruments en NiTi induit une amélioration de la flexibilité liée à une augmentation de la proportion de martensite au sein de l'AMF (Hayashi et al., 200 ; Plotino et al., 2014b). Cependant, les informations concernant les paramètres exacts des traitements thermiques (température, durée, milieu, répétition...) sont limitées puisqu'elles sont la propriété des industriels et donc soumises aux secrets de fabrication industrielle (Braga et al., 2014 ; Plotino et al., 2014b ; Peters et al., 2017). Seules quelques données sont divulguées *via* les brevets déposés. Quelques études ont été menées afin de déterminer les meilleurs traitements thermiques, essentiellement en termes de température de chauffe. Certains montrent qu'un traitement à partir de 400°C permet d'augmenter la superélasticité de manière efficace (Miyazaki and Otsuka, 1989 ; Stoeckel et al., 1991). Pour d'autres, un traitement thermique à 300°C n'est pas suffisant pour libérer les défauts du réseau cristallin et par conséquent le phénomène de restauration décrit plus haut ne se produit pas. D'autre part, une recristallisation se produit au-dessus de 600° C et donc la superélasticité et la mémoire de forme sont incomplètes à partir de cette gamme de températures (Miyazaki & Otsuka 1989 ; Yahata et al., 2009 ; Alapati et al., 2009b). A partir de 600°C, une croissance

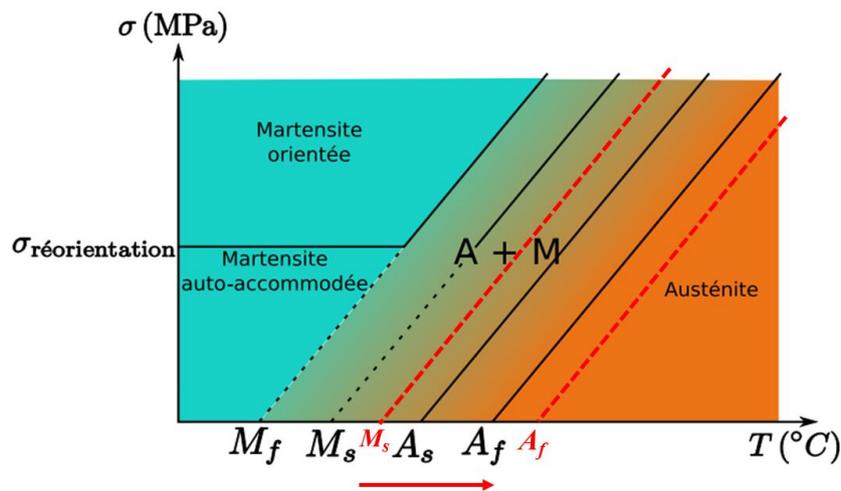
importante des précipités produits gêne la mobilité des variantes de martensite et entraîne l'augmentation de la rigidité du matériau (Lui et al., 1997).

Les environnements des traitements thermiques appliqués aux instruments endodontiques et décrits dans la littérature sont variés. Zinelis et al. (2007) ont traité thermiquement des limes endodontiques par un appareil à air chaud. Un bain de nitrate est utilisé par Yahata et al. (2009), Ebihara et al. (2011) et Chi et al. (2017) pour le traitement thermique des échantillons testés. Le chauffage dans un milieu autre que l'air permet de protéger la surface de l'instrument de toute réaction indésirable (oxydation, cémentation, décarburation) (Coppin et al., 2000).

### **1.3.1 Effets des traitements thermiques appliqués aux instruments endodontiques**

#### **1.3.1.1 Effet sur les températures de transformation**

La température de transformation est l'un des facteurs les plus importants qui influencent les propriétés mécaniques de l'AMF en NiTi (Yahata et al., 2009 ; Yoneyama et al., 2009 ; Ebihara et al., 2011 ; Pereira et al., 2012 ; Shen et al., 2013a ; Kang et al., 2023). Plusieurs facteurs affectent cette transformation, tels que la composition, l'usinage et le traitement thermique (Kuhn and Jordan, 2002 ; Otsuka and Ren, 2005 ; Zinelis et al., 2007 ; Pereira et al., 2015 ; Hou et al., 2020 ; Kimura et al., 2023). La Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est l'une des principales méthodes pour mesurer les températures de début et de fin de transformation directe et inverse pour les AMF (ASTM 2004 ; Kuhn and Jordan, 2002 ; Miyai et al., 2006 ; Hayashi et al., 2007 ; Yahata et al., 2009 ; Hou et al. 2011 ; Zanza et al., 2022 ; Seracchiani et al., 2022). Les différentes études montrent que les traitements thermiques du NiTi visent à décaler les températures de transformation vers le chaud (**figure 1.18**) (Miyai et al., 2006 ; Shen et al., 2011 ; Hou et al., 2011 ; Plotino et al., 2014c ; Hieawy et al., 2015 ; Shim et al., 2017 ; Kwak et al., 2021 ; Maroof et al., 2022).



**Figure 1.18 Diagramme de transformation de phase mettant en évidence le décalage des températures de transformation  $M_s$  et  $A_f$  suite à un traitement thermique (Duval, 2009).**

Les études comparant les instruments du commerce montrent que les températures de transformation des instruments traités thermiquement sont plus élevées que celles des instruments non traités et que certains présentent des  $A_f$  supérieures à  $37^\circ\text{C}$  (Miyai et al., 2006 ; Hayashi et al., 2007 ; Zinelis et al., 2010 ; Shen et al., 2011 ; Hou et al., 2011).

Yahata et al. (2009) concluent que les températures  $M_s$  et  $A_f$  des prototypes traités à  $440^\circ\text{C}$  pendant 10 et 30 min étaient significativement supérieures à ceux traités à  $500^\circ\text{C}$  pendant 10 min et 30 min et aux prototypes de contrôle non traités thermiquement. Alapati et al. (2009) ont découvert qu'un traitement thermique entre  $400^\circ\text{C}$  et  $600^\circ\text{C}$  permet d'augmenter  $A_f$  contrairement à un traitement à  $850^\circ\text{C}$  qui le fait chuter. Il est à noter que les traitements thermiques appliqués sont sous atmosphère d'azote pendant 15 min.

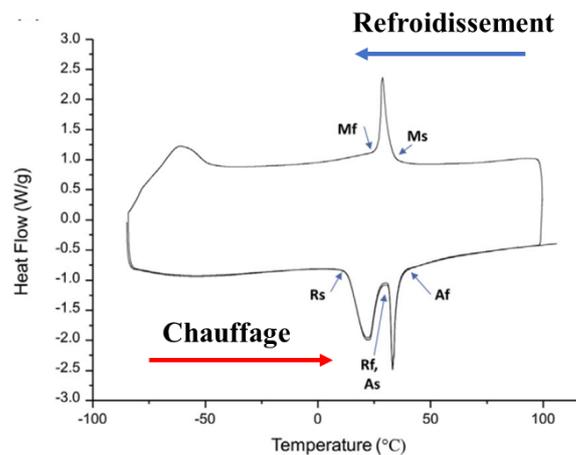
En 2014, Miyara et al. déduisent que les valeurs de  $M_s$  et  $A_f$  des instruments traités à  $400^\circ\text{C}$  et  $450^\circ\text{C}$  étaient significativement plus élevées ( $M_s$  augmenté à environ  $37^\circ\text{C}$  et des valeurs  $A_f$  dépassant  $37^\circ\text{C}$ ) que celles des instruments traités à  $300^\circ\text{C}$ ,  $500^\circ\text{C}$ ,  $600^\circ\text{C}$  et au groupe témoin (non traité thermiquement). En 2017, Chi et al. (2017) montrent que les instruments traités à  $400^\circ\text{C}$  présentent des températures de transformation de phase élevées ( $M_s$  à  $44^\circ\text{C}$ ,  $A_f$  à  $50^\circ\text{C}$ ) en comparaison aux instruments du groupe témoin ( $M_s$  à  $21^\circ\text{C}$ ,  $A_f$  à  $26^\circ\text{C}$ ). Inversement, à  $600^\circ\text{C}$  les températures de transformation rechutent ( $M_s$  à  $0^\circ\text{C}$  et  $A_f$  à  $35^\circ\text{C}$ ).

### 1.3.1.2 Effet sur la nature des phases présentes

Les phases présentes à la température d'utilisation clinique (température buccale d'environ  $35^\circ\text{C}$ ) sont dépendantes des températures de transformation. Un alliage non traité

thermiquement présente essentiellement la phase austénitique à température ambiante et d'utilisation (Shen et al., 2011 ; Kwak et al., 2021 ; Liang et al., 2022). Le traitement thermique augmente les températures de transformation du NiTi, ce qui entraîne davantage de martensite à la température d'utilisation clinique (Shen et al., 2011 ; Hieway et al., 2015 ; Kwak et al., 2021 ; Kimura et al., 2023).

Ainsi, l'alliage peut présenter à température d'utilisation soit uniquement de la martensite, soit un mélange de martensite et d'austénite ou bien un mélange de martensite, de phase-R et d'austénite (Yahata et al., 2009 ; Kwak et al., 2021). L'identification de la phase-R se fait essentiellement à travers un pic supplémentaire visualisé par DSC, lors du refroidissement et/ou du chauffage (**figure 1.19**).



**Figure 1.19** Courbe représentative de chauffage (flèche rouge) et de refroidissement (flèche bleue) issue de la calorimétrie différentielle à balayage du Réciproc Blue R25. Notez la présence de 2 pics lors du chauffage (Oh et al., 2020).

Quelques études ont montré que certains traitements thermiques permettent une transformation martensitique en 2 étapes. Selon Kuhn et Jordan (2002), des températures de recuit inférieures à 600°C (restauration) induisent des transformations en deux étapes. Cependant, lorsque les températures de recuit sont supérieures à 600°C (recristallisation), nous pouvons observer une transformation martensitique directe (Kuhn and Jordan, 2002). Ils ont aussi indiqué que le deuxième pic exothermique, correspondant à la transformation  $R \rightarrow M$  (Phase R en Martensite) lors du refroidissement, était difficile à identifier car dissimulé dans la ligne de base du thermogramme.

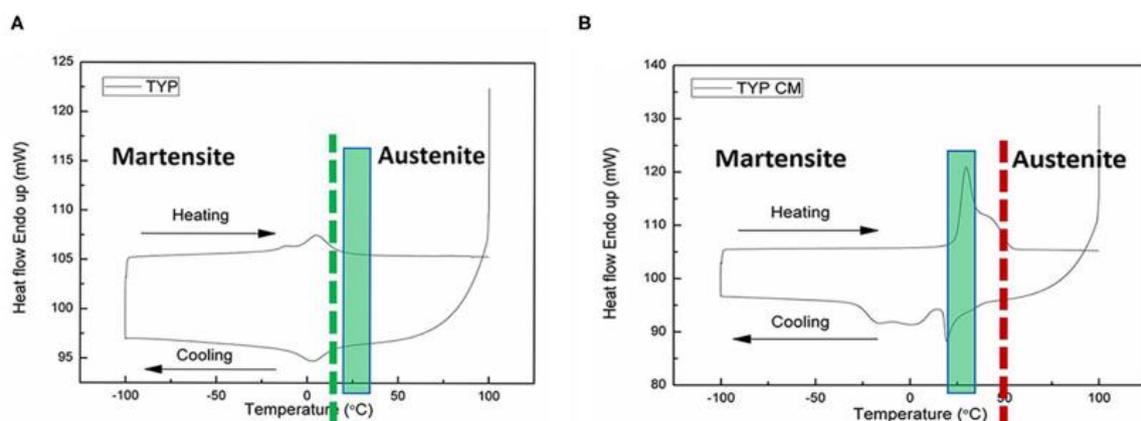
Yahata et al. (2009) observent l'apparition de la phase-R sur tous les échantillons testés avec des pics plus nets pour les groupes traités à 440°C (Yahata et al., 2009). En revanche, Chi et al.

(2017) observent que les groupes témoins et ceux traités à 400°C présentent un comportement similaire avec un seul pic lors du chauffage et du refroidissement. La courbe du groupe traité à 600°C montre une zone de transformation prolongée lors du chauffage et du refroidissement qui correspond à une transformation en 2 étapes (Chi et al., 2017).

Les données concernant l'effet du traitement thermique sur les températures de transformation ainsi que sur l'activation de certaines phases sont d'un grand intérêt dans la définition des objectifs et le choix des facteurs à étudier dans le cadre de ce travail de thèse.

### 1.3.1.3 Effet sur les propriétés mécaniques des instruments endodontiques

Les instruments en NiTi conventionnels (non traités thermiquement) superélastiques existent dans la phase austénitique à température ambiante et buccale, ce qui restreint leur utilisation dans les canaux fortement courbés en raison de faibles flexibilité et résistance à la fatigue (Brantley et al., 2002 ; Shen et al., 2011). Le traitement thermique adéquat libère la contrainte interne de l'AMF en NiTi et augmente les températures de transformation entraînant davantage de phase martensitique, avec une certaine proportion de phase-R, à température ambiante et d'utilisation clinique buccale (**figure 1.20**) (Shen et al., 2011 ; Hieway et al., 2015 ; Kwak et al., 2021 ; Kimura et al., 2023). Les traitements thermiques confèrent donc aux instruments, en NiTi, traités thermiquement une résistance mécanique supérieure à celles des instruments NiTi conventionnels (Kuhn et al., 2001 ; Kuhn and Jordan, 2002 ; Hayashi et al., 2007 ; Zinelis et al., 2007 ; Zinelis et al., 2010 ; Yahata et al., 2009 ; Hou et al., 2011 ; Testarelli et al., 2011 ; Shen et al., 2013a ; Pereira et al., 2015 ; Elnaghy and Elsaka, 2018 ; Kwak et al., 2021).



**Figure 1.20** Courbes de calorimétrie différentielle à balayage des instruments en nickel-titane. La température  $A_f$  indiquée par la ligne pointillée verte est de 17°C pour une lime superélastique « conventionnelle » (A) et 55°C pour la lime NiTi traitée thermiquement représentée par une ligne pointillée rouge (B). La barre verte représente la plage de température entre température ambiante et température corporelle (Kwak et al., 2021).

La majorité des recherches étudiant l'influence du traitement thermique sur la résistance mécanique des instruments endodontiques se portent soit sur (i) une comparaison d'instruments du même fabricant (même géométrie et même design) avec et sans traitement thermique (exemple ProTaper Universal® et ProTaper Gold®) (Shen et al., 2013c ; Plotino et al., 2014c ; Hieawy et al., 2015 ; Plotino et al., 2017 ; De Deus et al., 2017 ; Karataşlıoğlu et al., 2019 ; Gambarini et al., 2019 ; Hou et al., 2020), soit sur (ii) une comparaison de limes endodontiques de différentes marques avec différentes conceptions géométriques, différents mouvements opératoires et technologies de traitement thermique (Ninan et al., 2013 ; Özyürek et al., 2016,2017 ; Oh et al., 2019,2020 ; Unno et al., 2022).

- ***Effet sur la résistance à la flexion***

Le traitement thermique de l'alliage est connu pour produire un meilleur agencement de la structure cristalline avec un pourcentage plus important de martensite et de phase-R, conduisant ainsi théoriquement à une flexibilité et une résistance améliorée (Plotino et al., 2014c ; Gambarini et al., 2020). En effet, la martensite peut être facilement déformée à faible contrainte tandis que l'austénite le sera à des contraintes plus élevées. De plus, la martensite ainsi que la phase-R présentent un module d'élasticité apparent plus bas contribuant à la flexibilité de l'instrument en NiTi. La phase martensitique contribue également à réduire le risque de rupture de la lime dans des conditions de contraintes élevées (Kwak et al., 2021).

Cependant, quelques études se sont intéressées à déterminer les traitements thermiques permettant d'améliorer la flexibilité et la résistance à la fatigue des instruments endodontiques. Selon Yahata et al. (2009), la plus grande flexibilité est observée sur les échantillons traités à 440°C pendant 30 minutes. Il faut noter que ces essais étaient réalisés (i) sur des fils en NiTi de forme conique avec un diamètre à la pointe de 0,30 mm et une conicité de 6% et (ii) à une température d'essais de 37°C (Yahata et al., 2009). Pour Kuhn et Jordan (2002), les traitements thermiques en dessous de la température de recristallisation (<600°C) aboutissent à une flexibilité accrue. En revanche, les résultats montrent qu'après un recuit à une température supérieure à celle de recristallisation, la flexibilité des instruments diminue (Kuhn and Jordan, 2002). Il explique ce phénomène par le fait que la dissolution de précipités riches en Ni, à la suite d'un traitement thermique à une température supérieure à 600°C, augmente la teneur en

Ni dans la matrice et déplace le TTR à une température plus basse. Ainsi, la flexibilité est bien plus faible (Kuhn and Jordan, 2002).

- ***Effet sur la résistance à la torsion***

L'influence du traitement thermique des instruments en NiTi sur la résistance à la torsion n'est toujours pas clairement identifiée (Seracchiani et al., 2022). Certaines études montrent que le traitement thermique réduit la résistance en torsion (Park et al., 2010 ; Yum et al., 2011 ; Goo et al., 201 ; Seracchiani et al., 2022). Ceci est expliqué par le fait que le pourcentage de martensite semble affecter négativement la résistance à la torsion des limes NiTi, comme le démontrent plusieurs études (Alcalde et al., 2017 ; Gambarini et al., 2020 ; Seracchiani et al., 2022). Un moment de flexion accru est capable d'augmenter la résistance à la torsion des instruments NiTi puisque les deux paramètres sont strictement corrélés (Seracchiani et al., 2021 ; Zanza et al., 2021). Seracchiani et al. (2022) ont observé un Reciproc<sup>®</sup> Blue (traité thermiquement) avec une plus grande flexibilité et une meilleure résistance à la fatigue cyclique que le Reciproc<sup>®</sup> (non traité), alors que ce dernier a montré une résistance à la torsion plus élevée que le Reciproc<sup>®</sup> Blue (Seracchiani et al., 2022). En contrepartie, d'autres études n'ont montré aucune diminution significative de la résistance à la torsion quelle que soit la technique de traitement thermique (Peters et al., 2012 ; Ha et al., 2013 ; Ataya et al., 2018 ; Silva et al., 2019 ; Gambarini et al., 2020 ; Jo et al., 2021).

- ***Effet sur l'efficacité de coupe***

L'effet du traitement thermique sur l'efficacité de coupe des instruments endodontiques est sujet à controverses. Certains supposent que l'efficacité de coupe des instruments NiTi relativement flexibles est inférieure à celle des instruments NiTi moins flexibles (Shen and Haapasalo, 2008 ; Vasconcelos et al., 2018 ; Kwak et al., 2021). Cependant, deux études ont indiqué qu'un instrument NiTi traité thermiquement (HyFlex CM) avait été plus efficace en termes d'action latérale contre la dentine et la résine acrylique, par rapport à d'autres instruments non traités thermiquement (Morgental et al., 2013 ; Peters et al., 2014).

### **1.3.2 Evolution des instruments endodontiques traités thermiquement**

La première génération d'instruments endodontiques utilisés en dentisterie est non traitée thermiquement. Dans la littérature, ces instruments sont désignés comme « conventionnels ». Il s'agit d'instruments essentiellement superélastiques. Les limes sont en phase austénitique

stable, avec  $A_f$  inférieure à la température buccale ( $A_f < 37^\circ\text{C}$ ). La courbe DSC de ce type d'instrument présentait un seul pic lors du chauffage et du refroidissement (Alapati et al., 2009 ; Hou et al., 2011 ; Shen et al., 2011 ; Zhou et al., 2012).

Ces dernières années, de nouvelles générations avec plusieurs nouveaux traitements thermomécaniques et technologies de fabrication exclusives ont été développées pour optimiser la microstructure et la flexibilité des AMF NiTi. Cependant, en raison de procédés de fabrication exclusifs, très peu de détails sur les traitements thermiques utilisés sont diffusés. Aoun et al. (2017) ont proposé une classification des instruments traités thermiquement selon les températures de transformation, la composition microstructurale à environnement de travail et les traitements thermiques préalables (Aoun et al., 2017). La classification de Zupanc et al. (2018) est basée quant à elle sur la phase dominante (austénite/martensite) à température d'utilisation et à température ambiante (Zupanc et al., 2018).

- *M-wire*

Afin d'obtenir un alliage superélastique avec un état martensitique à température ambiante pour une meilleure durabilité et flexibilité, Tulsa Dental a développé un procédé thermomécanique baptisé M-wire en 2007 (Berendt, 2007 ; Alapati et al., 2009). Le fil NiTi brut (contenant  $55,8 \pm 1,5\%$  en poids de Ni,  $44,2 \pm 1,5\%$  en poids de Ti et des oligo-éléments inférieurs à 1% en poids) est étiré en phase martensitique jusqu'au diamètre final et subit une série de traitements thermiques et des cycles de recuits sous contrainte, avant d'être usinée dans la forme de la lime souhaitée (Berendt, 2007 ; Johnson et al., 2008 ; Pereira et al., 2012). Le processus de fabrication du M-Wire<sup>®</sup> est partiellement connu grâce au brevet déposé par Berendt et Sportwire L.L.C. (Berendt, 2007). La température  $A_f$  du « M-Wire » est d'environ 43 à 50°C, ce qui est supérieur à la température  $A_f$  du NiTi conventionnel et à la température buccale (Alapati et al., 2009 ; Pereira et al., 2012 ; Ye and Gao ; 2012). Par conséquent, le « M-Wire » contient un mélange plus élevé de martensite, de phase-R et d'austénite, par rapport au NiTi austénitique conventionnel (Alapati et al., 2009 ; Ye and Gao, 2012 ; Keskin et al., 2021).

- *R-phase*

SybronEndo (aujourd'hui Kerr Endodontics, Glendora, Orange, CA, USA) a introduit un processus de traitement thermique appelé R-phase à travers 3 instruments : le Twisted-File<sup>™</sup> (TF) (2008), le K3<sup>™</sup>XF (2011) et le Twisted-File Adaptive (TFA) (2013). Ces 3 instruments diffèrent par leur procédé de fabrication et leur dynamique instrumentale (**tableau 1.1**). La

phase-R se produit dans une plage de température très étroite entre les formes austénitique et martensitique (Thompson, 2000). Les instruments torsadés (TF et TFA) vont subir un traitement thermique (une série de chauffage et refroidissement) permettant de transformer la phase austénitique en phase-R. Une fois cette phase est stabilisée, le fil est par la suite torsadé avant de subir une nouvelle série de chauffage et de refroidissement pour conserver leur nouvelle forme et la reconvertir en structure cristalline austénitique (Gambarini et al., 2008 ; Gambarini et al., 2008b ; Larsen et al., 2009 ; Gutmann and Gao, 2012 ; Gambarini et al., 2016 ; Zupanc et al., 2018). Le K3XF fabriqué à l'aide d'un processus d'usinage traditionnel avec un traitement thermique en phase-R après usinage, il s'agissait de modifier la structure cristalline de l'alliage pour s'adapter à une partie des contraintes internes causées par le processus d'usinage (Shen et al., 2013a ; Zupanc et al., 2018 ; Chan et al., 2023). L'analyse DSC a révélé que (i) l' $A_f$  des instruments en phase-R est d'environ 18 à 25 °C indiquant que ces instruments contiennent principalement de l'austénite à la température buccale et (ii) un seul pic lors du refroidissement et deux pics lors du chauffage témoignant d'une transformation inverse en 2 étapes ( $M \rightarrow R \rightarrow A$ ) (Hou et al., 2011 ; Shen et al., 2011, 2013c).

**Tableau 1.1 Les caractéristiques de conception des instruments fabriqués par le traitement thermique R-phase.**

	<b>TF</b>	<b>K3XF</b>	<b>TF Adaptive</b>
<b>Traitement thermique</b>	R-phase	R-phase	R-phase
<b>Fabrication</b>	Torsion	Usinage	Torsion
<b>Mouvement de rotation</b>	Rotation continue	Rotation continue	Mouvement de réciprocité spécifique

- **CM-Wire**

Le fil à mémoire contrôlée (en anglais *Controlled-Memory* ou CM) introduit en 2010 contient principalement une phase martensite stable à la température buccale et ne possède pas les propriétés superélastiques du NiTi conventionnel, car la température  $A_f$  est supérieure à la température buccale (environ 50°C ou plus) (Shen et al., 2011 ; Zhou et al., 2012 ; Santos et al., 2013 ; Aoun et al., 2017). Cet effet mémoire contrôlé permet à l'instrument endodontique de conserver la forme du canal même lorsqu'il est retiré du canal. Sa forme originale peut être restaurée après application de chaleur comme lors de la procédure de stérilisation (passage à l'autoclave). L'extrême flexibilité et la moindre conicité des limes permettent d'augmenter la résistance à la fatigue dans les canaux courbes (Shen et al., 2011b). Cependant, un usage unique est recommandé car il y a une grande tendance à une déformation plastique permanente lors de

l'utilisation (Peters et al., 2012 ; Chan et al., 2023) HyFlex<sup>®</sup> CM, HyFlex<sup>®</sup> EDM (Coltene/Whaledent AG, Altstätten, Suisse), Typhoon CM (TYP; Clinician's Choice Dental Products, New Milford, CT) et VTaper 2H (SS White, Lakewood, NJ, United States) sont tous fabriqués à partir de fil CM (Kwak et al., 2021). Les limes Hyflex CM sont produites par usinage du fil « CM-wire » alors que les limes Hyflex EDM sont fabriquées à l'aide de la technologie EDM. Il faut noter que le HyFlex<sup>®</sup> CM contient un pourcentage inférieur de Ni (52 % en poids) par rapport à l'alliage NiTi conventionnel en raison du traitement thermomécanique exclusif du fil NiTi (Testarelli et al., 2011 ; Tabassum et al., 2019).

- ***Blue-Wire et gold-Wire***

Ce groupe comporte des instruments qui sont fabriqués à partir d'un fil traité thermiquement (M-Wire) avant de subir des cycles thermiques complexes de chauffage et de refroidissement après usinage de la lime (Pereira et al., 2015). Ces traitements sont nommés Blue et Gold (exemple Vortex Blue<sup>®</sup>, Reciproc Blue<sup>®</sup>, ProTaper Gold<sup>®</sup> et WaveOne Gold<sup>®</sup>) en raison de la couleur que l'instrument va prendre et qui correspond à une couche d'oxyde de titane visible à la surface de l'instrument (Gao et al., 2012 ; Plotino et al., 2014c ; Zupanc et al., 2018). Le  $A_f$  des instruments en Blue-Wire et Gold-Wire est autour voir supérieur à la température buccale permettant ainsi (i) de maintenir la phase martensitique ou la phase-R dans des conditions cliniques, et (ii) de pré-courber les instruments, affichant un effet de mémoire contrôlé (Plotino et al., 2014c ; Pereira et al., 2015 ; Tabassum et al., 2019 ; Chan et al., 2023).

- ***C-Wire et T-Wire***

Le C-Wire est un traitement thermique breveté développé pour One Curve et One Reci (Micro-Mega, Besançon, France) qui donne une couleur dorée à l'instrument par la présence d'une couche d'oxyde (TiO<sub>2</sub>) à la surface de la lime. Il est à noter qu'un traitement de surface est appliqué avant le traitement thermique (Stafolli et al., 2018). Ces instruments présentent majoritairement de la phase martensitique à température ambiante ( $M_f$  supérieur à 20°C) et un mélange de martensite et austénite à température buccale (Stafolli et al., 2018 ; Pedulla et al., 2022 ; Seracchiani et al., 2022 ; Chan et al., 2023). Cela permet de pré-courber l'instrument pour faciliter l'accès au canal radiculaire (Chan et al., 2023).

Le T-wire est un traitement thermique différent qui a permis de développer le 2Shape (Micro-Mega, Besançon, France). La nature exacte de ce traitement thermique est gardée secrète par le fabricant.

- **Max-Wire**

Max-Wire (*Martensite-Austenite-electropolish-fileX*), récemment introduit par FKG Dentaire, est le premier système de limes endodontiques qui combine à la fois l'effet mémoire de forme et la superélasticité dans un seul système pour les applications cliniques (Tabassum et al., 2019). Les deux instruments commercialisés disponibles de Max-Wire sont XP-endo Shaper et XP-endo Finisher (FKG Dentaire) (Ashok et al., 2019). Ces limes sont relativement droites dans leur phase martensitique à température ambiante, puis prennent une forme incurvée en raison de la transformation de phase à la phase austénitique lorsqu'ils sont exposés à la température intracanal. Par conséquent, ils possèdent un effet de mémoire de forme lorsqu'ils sont insérés dans le canal (de l'état martensite à l'état austénite) et présentent une superélasticité lors de la préparation du canal. La forme courbée de ces limes leur permet de très bien s'adapter aux irrégularités du canal (Zupanc et al., 2018 ; Tabassum et al., 2019 ; Ashok et al., 2019 ; Liang et al., 2022).

- **Fire-Wire**

Le Fire-Wire™ développé par la société Edge Endo (EdgeEndo, Albuquerque, Nouveau-Mexique, USA) est une combinaison de traitement thermique et d'applications cryogéniques (Gambarini et al., 2019). L'instrument présente une phase austénitique et une phase-R à température ambiante (Martins et al., 2021 ; Zanza et al., 2022 ; Seracchiani et al., 2022 ; Chan et al., 2023).

Récemment, de nouveaux traitements thermiques ont été développés tels que (i) le « AF-R Wire », un traitement thermique exclusif, développé par Fanta Dental Co., Ltd (Shanghai, Chine), (ii) les systèmes RACE EVO and R-motion (FKG Dentaire SA, La Chaux-de-Fonds, Switzerland), (iii) ZenFlex (Kerr Corporation, Pomona, CA, USA) et (iv) l'alliage rose introduit par Zarc4endo (Gijon, Espagne) (Chan et al., 2023). Il y a très peu de données dans la littérature concernant les propriétés métallurgiques et les performances mécaniques de ces instruments.

Les différentes comparaisons entre les instruments de commerce montrent que (i) les instruments traités thermiquement sont plus performants mécaniquement que les instruments conventionnels et (ii) les instruments M-Wire sont les moins performants parmi les autres types de traitements thermiques (Gao et al., 2012 ; Plotino et al., 2014 ; Nguyen et al., 2014 ; Elnaghy and Elsaka, 2018 ; Keskin et al., 2021 ; Pedulla et al., 2022). Cependant, il est important de noter qu'il est difficile d'attribuer l'amélioration des propriétés mécaniques au traitement

thermique uniquement. Effectivement, tous ces instruments traités thermiquement diffèrent non seulement par leur géométrie mais aussi par leur procédé de fabrication et leur dynamique instrumentale, jouant un rôle non négligeable à prendre en considération.

## **1.4 Essais de caractérisation de la réponse mécanique des instruments endodontiques**

Bien que les techniques de caractérisation soient recommandées par la norme ISO 3630-1 (*International Organisation for Standardization*, 2019), une panoplie de dispositifs et de bancs d'essais a été développée et proposée dans la littérature et englobe des essais de flexion (statiques et dynamiques), de torsion et de pénétration-retrait.

### **1.4.1 Tests de flexion**

Selon l'essai de flexion évalué par la norme ISO 3630-1, la flexibilité d'un instrument endodontique est évaluée en serrant 3 mm de sa pointe dans un mandrin et en appliquant une déviation angulaire de 45°. La force générée pour plier l'instrument est enregistrée comme la résistance à la flexion. Ainsi, de faibles résultats de flexion sont révélateurs de la grande flexibilité de l'instrument (Testarelli et al., 2011 ; Zanza et al., 2021).

Différentes études évaluent la réponse en flexion de certains instruments endodontiques de commerce en utilisant l'essai de flexion « cantilever » à l'aide d'une machine d'essais universelle dotée d'une cellule de force de 5 kN. Le manche de l'instrument NiTi est saisi horizontalement dans le compartiment fixe de la machine en serrant les vis de serrage. La pointe de l'échantillon est soumise à une rotation de 45°, à l'aide d'une lame mono-biseautée, fixée sur la partie supérieure du compartiment mobile de la machine d'essais, avec une vitesse de 0,5 mm/mn (**figure 1.21**). La lame touche l'instrument à 3 mm de la pointe de la lime et la charge maximale requise pour déplacer l'éprouvette est ainsi enregistrée à l'aide d'un logiciel (Hamdy et al., 2019 ; Ismail et al., 2020). D'autres études ont été réalisées à température d'utilisation clinique (37°C) en insérant l'instrument dans une rainure standardisée préparée dans un récipient en plastique résistant à la chaleur pour être immergée dans de l'eau distillée chaude ou en maintenant le dispositif expérimental dans un récipient en verre transparent équipé d'un radiateur soufflant à température réglable (**figure 1.22**) (Oh et al., 202 ; Kimura et al., 2023).

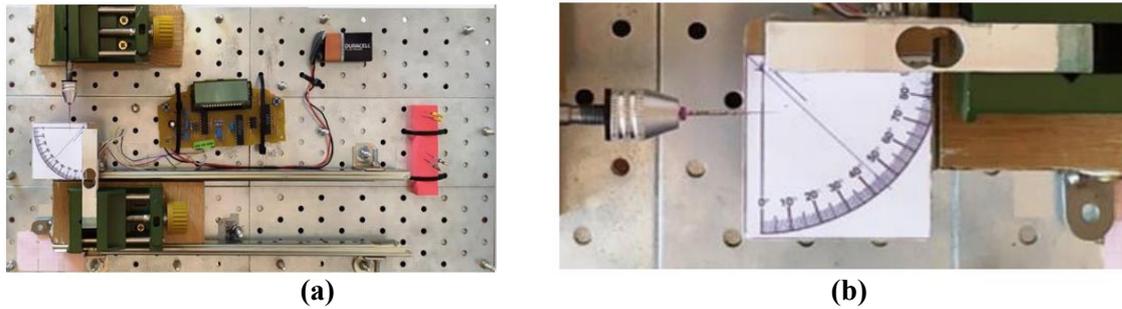


**Figure 1.21 L'essai de flexion « cantilever » (Ismail et al., 2020).**



**Figure 1.22 Banc d'essai de flexion avec un bain d'eau chaude (Oh et al., 2020).**

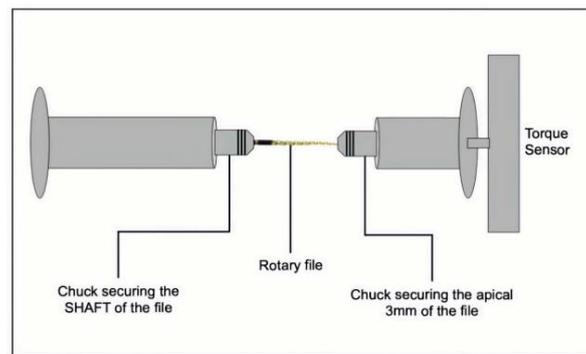
Récemment, Miccoli et al. (2020) ont proposé un nouveau dispositif d'essais de flexion capable d'évaluer la flexibilité des instruments NiTi à différentes longueurs de la pointe (à 3, 6 et 9 mm), offrant une description plus représentative de la flexibilité des instruments NiTi (Miccoli et al., 2020 ; Zanza et al., 2021). Le banc utilisé est composé d'une plateforme principale réalisée en acier inoxydable (**figure 1.23**). Sur cette plateforme est montée (i) une cellule de force reliée à un système d'acquisition avec affichage numérique, (ii) un appareil mobile qui permettait d'assurer une position reproductible de la lime sur la cellule de force, et (iii) un rapporteur analogique. L'appareil mobile permet de mesurer la résistance en flexion au niveau de différentes parties de l'instrument, alors que le rapporteur analogique permet de mesurer les différents angles de courbure (Miccoli et al., 2020).



**Figure 1.23 (a) Aperçu du banc d'essai ; (b) L'appareil mobile avec le rapporteur pour le calcul de l'angle de courbure (Miccoli et al., 2020).**

### 1.4.2 Tests de torsion

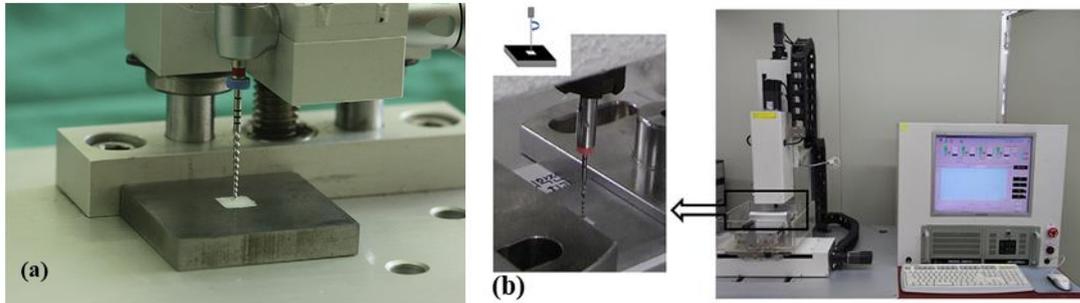
Pawar et al. (2020) ont évalué la résistance à la torsion de deux instruments du commerce traités thermiquement conformément à la norme ISO 3630-1. Les 3 mm apicaux de chaque lime sont serrés en utilisant un mandrin connecté à un dispositif de détection de couple puis la tige de la lime est fixée sur un mandrin opposé (**figure 1.24**). La vitesse de rotation de l'instrument est réglée dans le sens des aiguilles d'une montre (2 tr/min). En utilisant ce réglage, le couple maximum et la déviation angulaire jusqu'à la rupture de l'instrument sont relevés (Pawar et al., 2020).



**Figure 1.24 Représentation schématique du banc d'essai de torsion (Pawar et al., 2020).**

Pour évaluer la résistance à la torsion pure et exclure l'influence de la fatigue par flexion, Park et al. (2010) et Yum et al. (2011) utilisent un banc d'essais permettant d'appliquer des contraintes de torsion répétitives à la lime en un état droit (c'est-à-dire sans flexion). Ce banc d'essais est constitué d'un bloc métallique avec un trou cubique ( $5 \text{ mm}^3$ ) dans lequel la lime est pénétrée jusqu'à 5 mm de la pointe (**figure 1.25**). Un collage est assuré en remplissant le volume restant du trou d'une résine composite photopolymérisable. En utilisant un moteur endodontique « à couple contrôlé » avec le mécanisme « auto-stop » engagé, le couple appliqué est limité à un maximum de 1 N.cm. Chaque lime est entraînée dans le sens des aiguilles d'une

montre à 300 tr/min jusqu'à ce que le couple prédéfini soit atteint, puis le moteur s'arrête automatiquement. Ceci est compté comme un cycle de chargement « start-stop ». Le moteur est redémarré et le processus se répète.

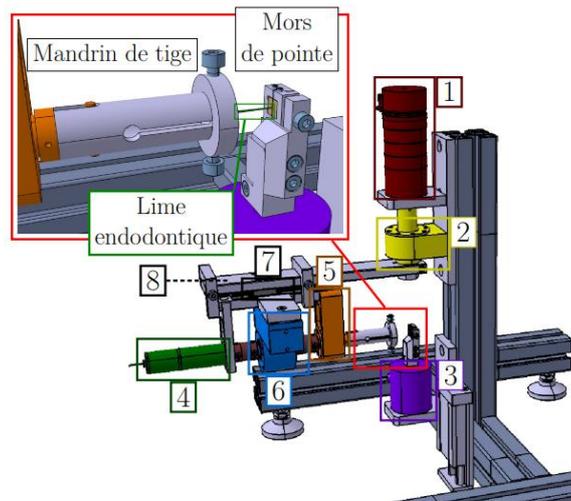


**Figure 1.25 (a) Le banc d'essai de torsion utilisé par Park et al. (2010) ; (b) Vue globale du banc d'essai utilisé par Yum et al. (2011) avec une représentation schématique de la direction de la charge de torsion appliquée.**

D'autres auteurs ont réalisé le test de résistance à la torsion selon les techniques modifiées de Yum et al. (2011) en utilisant un appareil spécifique. La pointe de l'instrument est fixée entre deux blocs de polycarbonate à 3 mm ou à 5 mm de la pointe (Ha et al., 2013 ; Abu Tahun et al., 2018 ; Ataya et al., 2018 ; Lee et al., 2019).

### **1.4.3 Tests de flexion-torsion combinées**

Les bancs d'essais utilisés dans la littérature permettent de caractériser de manière séparée les réponses en flexion et en torsion des éprouvettes et limes en AMF. La réponse aux sollicitations combinées de flexion-torsion, couramment rencontrées lors de la préparation canalaire, n'est pas étudiée (Xolin, 2020). Dans cette optique, le travail de thèse de Paul Xolin (2020), à travers une collaboration entre le LEM3 et Coltène Micro-Mega, a permis d'élaborer un nouveau banc d'essai permettant d'appliquer des sollicitations combinées ou séquentielle de flexion et de torsion (**figure 1.26**) (Xolin, 2020). Ce banc sera utilisé dans notre travail de thèse et sera décrit dans le chapitre 2.

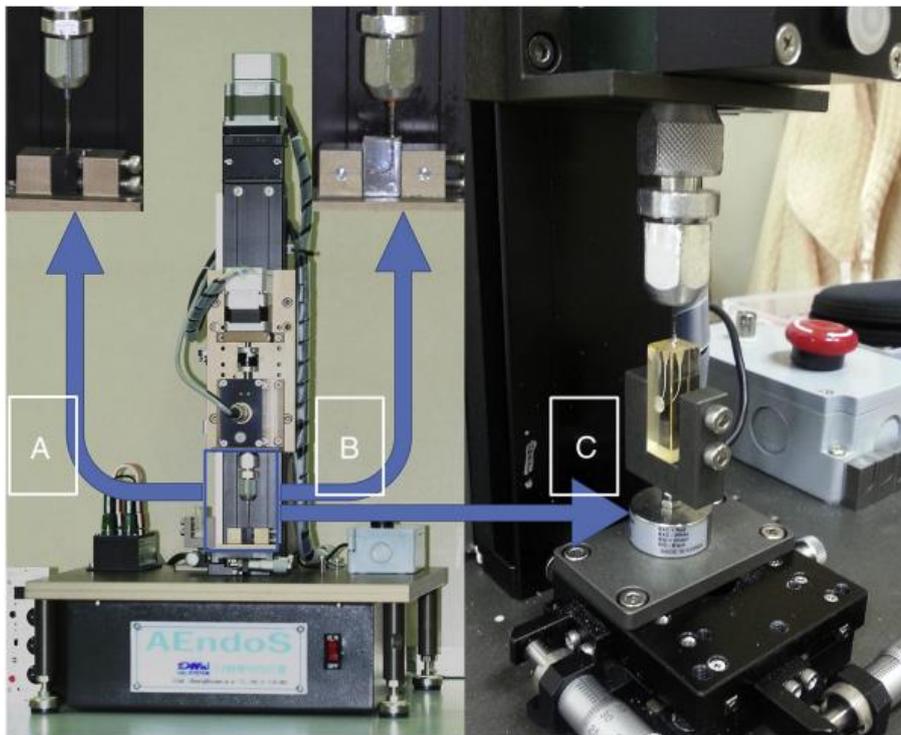


**Figure 1.26 CAO du dispositif d'essais. 1 : Actionneur de flexion ; 2 : Palier de flexion ; 3 : Capteur de couple de flexion ; 4 Actionneur de torsion ; 5 : Palier de torsion ; 6 : Capteur de torsion ; 7 : Glissière ; 8 : Bras de flexion (Xolin, 2020).**

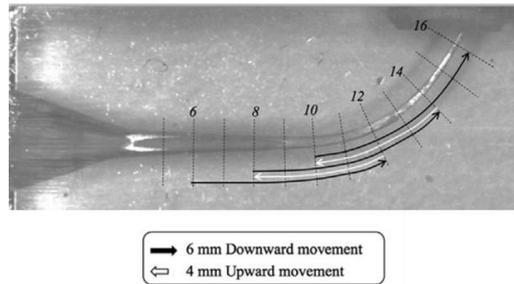
#### 1.4.4 Test de pénétration-retrait

Le troisième type de caractérisation des instruments endodontiques est l'essai de pénétration-retrait (P/R). Ce dernier est considéré comme un essai préclinique simulant les conditions d'utilisation clinique des instruments endodontiques. L'essai vise à mesurer la composante verticale des forces de pénétration et de retrait et/ou le couple de torsion (torque) durant la préparation canalair. Cependant, il n'existe pas de standardisation des protocoles expérimentaux et des dispositifs de test, ce qui entraîne des problèmes méthodologiques et une hétérogénéité parmi les études (Thu et al., 2021). Les premiers essais étaient réalisés sur des dents naturelles extraites (Peters and Peters, 2003 ; Blum et al., 2003 ; Hübscher et al., 2003 ; Thu et al., 2021) avant de céder la place aux blocs ou canaux en résine/ en plastique (Diemer and Calas, 2004 ; Peters et al., 2012 ; Diemer et al., 2013 ; Pereira et al., 2015 ; Ha et al., 2017 ; Nayak 2019 ; Maki et al., 2020 ; Peters et al., 2020 ; Almeida et al., 2020 ; Thu et al., 2021). Certaines manipulations utilisent également des disques de dentine (Peters et al., 2005 ; Boessler et al., 2009 ; Thu et al., 2021). Il est à noter que dans les blocs en résine, les canaux sont standardisés et les instruments peuvent rencontrer des trajectoires similaires avec des zones de contact similaires, alors que les canaux naturels peuvent être variables en taille et en configuration. Chaque canal peut donc donner une trajectoire et une zone de contact différentes (Thu et al., 2021).

Kwak et al. (2016) et Ha et al. (2017) utilisent la machine AEndoS (DMJ System, Busan, Korea) qui permet d'effectuer des essais de torsion, de fatigue cyclique et de pénétration-retrait (**figure 1.27**). Le banc de pénétration-retrait est utilisé afin d'évaluer la résistance aux forces de vissage des instruments endodontiques. Les limes sont mises en rotation à 300 tr/min, et les vitesses de montée et de descente sont contrôlées à 1 mm/s. Les incréments des profondeurs de pénétration sont de 2 mm (6 mm de pénétration et 4 mm de retrait), de 4 mm (6 mm de pénétration et 2 mm de retrait) (Ha et al., 2017) ou d'un mm (5 mm de pénétration et 4 mm de retrait) jusqu'à atteindre l'apex (**figure 1.28**) (Kwak et al., 2016 ; Kwak et al., 2019). Pendant les tests, les charges apicales positives et négatives sont enregistrées à l'aide d'un logiciel spécifique interfacé à la machine (Kwak et al., 2016 ; Ha et al., 2017)



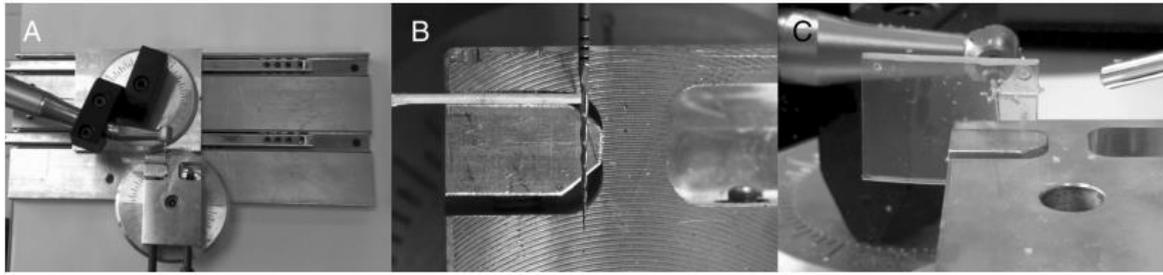
**Figure 1.27** Appareil AEndoS utilisé pour les différents essais. A : Essai de torsion avec des blocs de polycarbonate. B : Essai de fatigue cyclique avec un canal artificiel en acier inoxydable de 17 mm de longueur avec un rayon de 3 mm et une courbure de 90°. C : Test de pénétration-retrait utilisant un canal avec une courbure en forme de J dans un bloc de résine (Kwak et al., 2016).



**Figure 1.28 Les longueurs de pénétration et de retrait (Ha et al., 2017).**

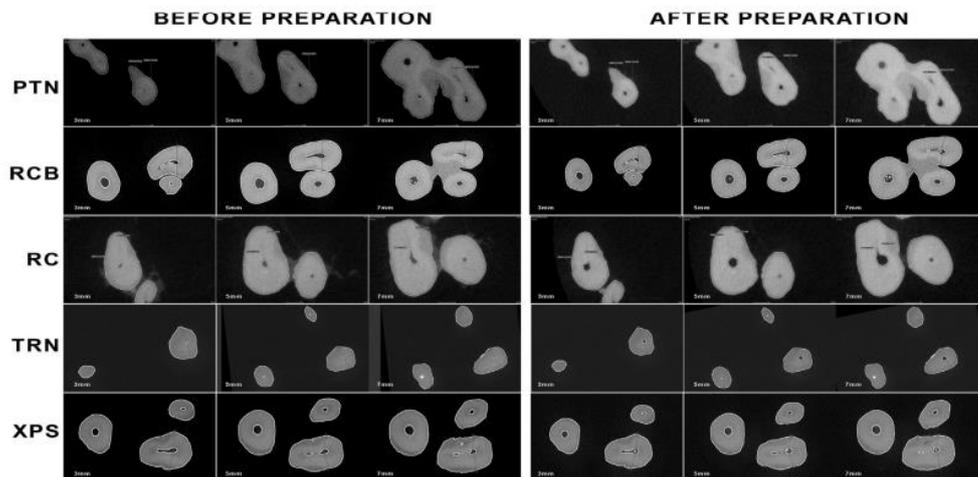
Vincent et al. (2017) utilisent une machine de traction/compression permettant d'effectuer des cycles de charge (pénétration)/décharge (retrait) sur des blocs en résine. Ce banc d'essai est utilisé dans notre travail de recherche et sera décrit dans le chapitre 4.

Lors de l'évaluation des performances des instruments rotatifs NiTi, à travers des essais de pénétration-retrait, l'efficacité de coupe et la préservation de la morphologie canalaire originale doivent être prises en compte (Zanza et al., 2021 ; Pedulla et al., 2021). À ce jour, il semble qu'il n'y ait pas de consensus général concernant la méthodologie pour évaluer l'efficacité de coupe d'instruments endodontiques (Morgental et al., 2013 ; Pedulla et al., 2021). En raison de l'absence de norme ISO, elle est étudiée de plusieurs manières : le temps de pénétration de l'échantillon (Felt et al., 1982 ; Burklein and Schäfer, 2013), le volume extrait par unité d'énergie dépensée (Felt et al., 1982), la profondeur de coupe ou perte de poids (Rubini et al., 2014 ; Kataia et al., 2021), la profondeur maximale de pénétration à l'intérieur du canal (Schäfer and Oitzinger, 2008), le volume de matière enlevée par unité de temps (Haikel et al., 1996), le volume effectif découpé d'un substrat retiré par unité de longueur de coupe (Yguel-Henry and von Stebut, 1994) et l'évaluation directe par un clinicien lors de la préparation (Kim et al., 2005). Par conséquent, plusieurs méthodologies telles que la profilométrie (Peters et al., 2014), la stéréomicroscopie (Morgental et al., 2013 ; Vasconcelos et al., 2018), l'analyse de la perte de poids (Vinothkumar et al., 2016) et la microtomographie aux rayons X (Shen et al., 2008) ont été proposées. Par ailleurs, différents substrats ont été utilisés : dentine humaine, dentine bovine, os bovin, blocs en acrylique et plexiglas ou encore en plâtre (**figure 1.29**) (Morgental et al., 2013 ; Plotino et al., 2014 ; Tocci et al., 2015 ; Pedulla et al., 2020).

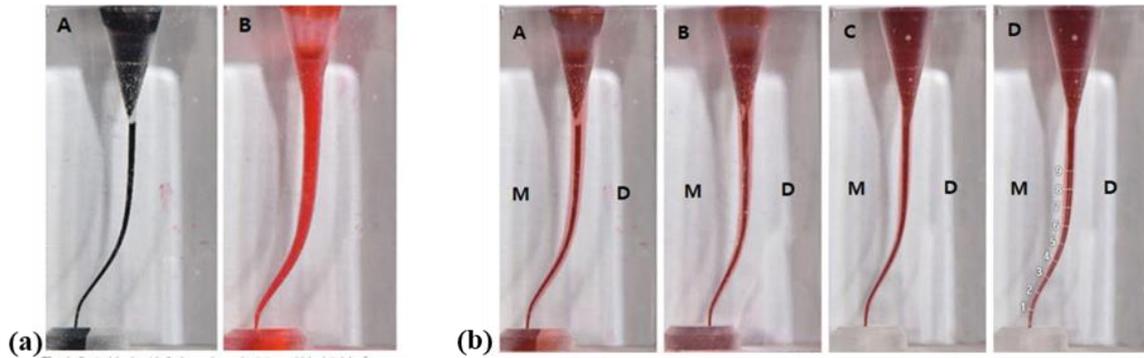


**Figure 1.29 (A) Le dispositif de test spécialement fabriqué pour évaluer l'efficacité de coupe ; (B) l'instrument en contact avec le bloc de plexiglas ; (C) une autre vue de l'instrument lors de la découpe du bloc de plexiglas (Plotino et al., 2014a).**

Les méthodes d'évaluation du respect de la trajectoire canalaire les plus largement utilisées sont la Micro-Tomodensitométrie (CT) et l'analyse au MEB, utilisées individuellement ou en combinaison (**figure 1.30**). Elles permettent un calcul précis de la mesure intéressée à l'aide d'un logiciel numérique à travers la superposition d'images de l'anatomie canalaire avant et après préparation canalaire. La superposition d'image peut se faire sur des photographies de blocs avant et après préparation (**figures 1.31a et 1.31b**). (Gergi et al., 2010 ; Ebihara et al., 2011 ; Celik et al., 2013 ; Burklein et al., 2013b ; Sousa-Neto et al., 2018 ; Poly et al., 2019 ; Filizola De Oliveira et al., 2019 ; Drukteinis et al., 2019 ; Htun et al., 2020 ; Velozo et al., 2020 ; Maki et al., 2020 ; Kabil et al., 2021 ; Zanza et al., 2021).



**Figure 1.30 Image micro-CT représentative des coupes transversales de racines avant et après préparation dans les groupes : PTN (ProTaper Next), RCB (Reciproc Blue), RC (Reciproc), TRN (TruNatomy) et XPS (XP-endo Shaper). Les sections transversales correspondent aux niveaux de 3, 5 et 7 mm du foramen apical (Kabil et al., 2021).**



**Figure 1.31 (a) Bloc de résine avec canal en S (A) encre noire injectée avant instrumentation et (B) injecté de l'encre rouge après instrumentation. (b) Images de superposition de pré et post-instrumentation de chaque groupe : (A) ProTaper GOLD, (B) WaveOne GOLD, (C) TruNatomy, (D) ligne perpendiculaire tracée vers l'axe central du canal de 1 mm d'intervalle à partir du foramen apical. Le premier point de mesure est à 1 mm de l'extrémité apicale, et le dernier point est à 9 mm de l'extrémité apicale. M, mésial ; D, distal (Kim et al., 2021).**

La micro-CT est largement utilisée car il s'agit d'une analyse tridimensionnelle non destructive donnant des images de haute résolution permettant d'évaluer avec précision la zone non préparée, les changements de volume et la déviation de trajectoire du canal. (Akbulut et al., 2015 ; Zanza et al., 2021). Nehme et al., (2021) ont utilisé, en plus de l'imagerie micro-CT, une nouvelle méthode pour produire des mesures automatisées, par rapport aux logiciels 3D ou aux techniques manuelles largement employés pour évaluer la qualité des préparations canalaires (transport canalaire, centrage, *etc.*). Ce nouveau process automatique assure une évaluation du transport canalaire en moins de 4 minutes par échantillon.

## Conclusion

Une connaissance et une compréhension approfondie des caractéristiques et des comportements des instruments endodontiques en NiTi sont primordiales pour choisir les instruments endodontiques les plus adaptés aux différentes situations cliniques. Les progrès techniques apportés à ces instruments ont permis de commercialiser des instruments de plus en plus performants. Le traitement thermique fait partie des voies intéressantes exploitées par les industriels. Cependant, chaque fabricant pose des brevets sur ces nouveaux procédés, limitant ainsi les informations disponibles permettant de comprendre l'effet des différents paramètres du traitement thermique sur les performances mécaniques des instruments endodontiques. De plus, l'effet associé à d'autres paramètres (géométrie, mouvement de rotation, procédés de fabrication) peut aboutir à des biais d'interprétations. Dans la perspective d'appréhender l'effet

réel des différents paramètres du traitement thermique sur les performances mécaniques des instruments endodontiques, ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche en collaboration avec Coltène Micro-Mega. Les chapitres suivants présentent les travaux expérimentaux sur fils NiTi et sur instruments endodontiques NiTi à géométrie fixe réalisés à l'aide de plans d'expérience.

# Chapitre 2. Analyse expérimentale de l'effet du traitement thermique sur la réponse mécanique des fils en NiTi

Chapitre 2. Analyse expérimentale de l'effet du traitement thermique sur la réponse mécanique des fils en NiTi.....	60
2.1 Caractérisation de l'alliage à mémoire de forme étudié .....	61
2.1.1 Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC).....	61
2.1.2 Essais de traction uni-axiale .....	69
2.1.3 Discussion et conclusion.....	73
2.2 Etude de l'influence du traitement thermique sur la réponse des fils en NiTi.....	74
2.2.1 Introduction aux plans d'expériences.....	74
2.2.2 Définition des objectifs de l'étude .....	76
2.2.3 Détermination des facteurs et des niveaux de facteurs .....	76
2.2.4 Construction du plan d'expérience.....	77
2.2.5 Traitement thermique.....	78
2.2.6 Test de flexion.....	80
2.2.7 Analyse statistique.....	83
2.3 Résultats expérimentaux issus du plan d'expérience .....	84
2.3.1 Analyse exploratoire.....	84
2.3.2 Analyse statistique.....	92
2.3.3 Discussion et conclusion.....	94

## Introduction

L'influence des différents paramètres du traitement thermique sur la réponse mécanique des fils en NiTi sera étudiée à travers un plan d'expérience. Cette démarche est encore peu utilisée dans le domaine de l'endodontie. Avant d'entamer ce plan, des tests de caractérisation ont été réalisés afin de (i) connaître les caractéristiques principales de l'AMF qui sera étudié dans la suite de la thèse et (ii) affiner le plan d'expérience. Dans cette optique, un test de Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) et des essais de traction sur fil ont été réalisés. Ce chapitre

présentera ces essais ainsi que le plan d'expérience élaboré avant de discuter des résultats obtenus.

## 2.1 Caractérisation de l'alliage à mémoire de forme étudié

### 2.1.1 Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

- **Matériel et méthode**

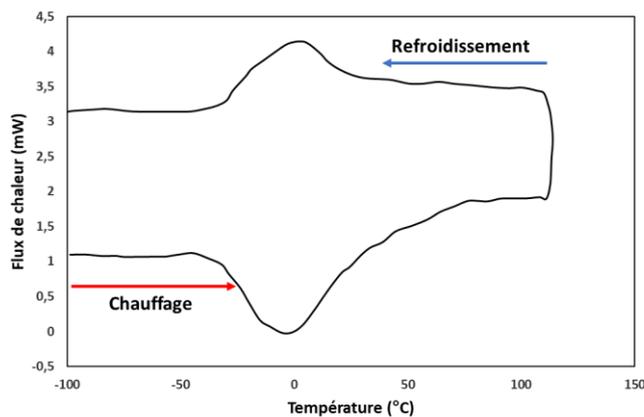
Les essais de DSC sont effectués sur des fils en NiTi de 1 mm de diamètre utilisés pour la fabrication des instruments endodontiques. Les fils sont coupés en échantillons d'environ 40 mg, selon la norme ASTM F2004. Ces essais se déroulent sur des plages de températures de -100°C à +150°C à une vitesse de chauffage/refroidissement de 10°C/min. Le cycle de chauffage/refroidissement est répété deux fois afin de limiter la formation de martensite résiduelle et les déformations plastiques dues à la découpe du fil et qui peuvent affecter les résultats. Les températures de début et de fin de transformations directe et inverse sont identifiées à partir des points de début et de fin des pics endothermique et exothermique induits par les transformations martensitiques directe et inverse. Les différents traitements thermiques appliqués correspondent à ceux choisis pour le plan d'expérience sur fil décrit dans le paragraphe 2.3 de ce chapitre avec une seule méthode de refroidissement à l'eau.

- **Résultats**

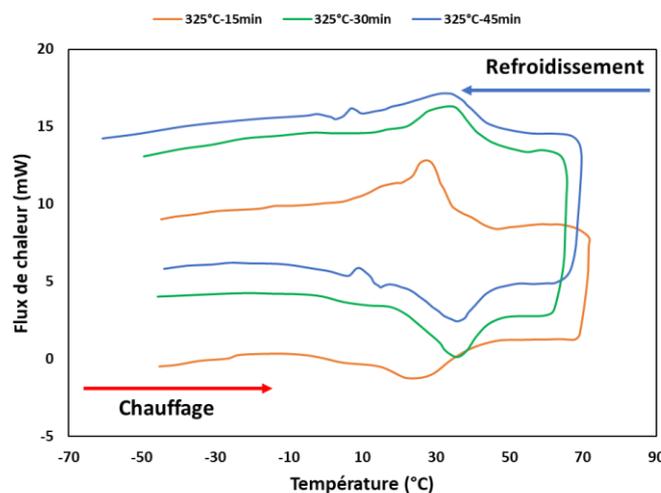
Les thermogrammes issus de l'essai de DSC, **figures 2.1-2.7**, présentent l'évolution du flux de chaleur (en milliwatts) en fonction de la température de balayage (en degrés Celsius) sur le deuxième cycle de chauffage/refroidissement. La **figure 2.1** montre la réponse du fil non traité thermiquement (« sans HT »). Lors du refroidissement, un seul pic est visible (réaction exothermique) correspondant à la transformation directe (de l'austénite à la martensite). La phase de chauffage comprend elle aussi un seul pic (réaction endothermique) correspondant à la transformation inverse (de la martensite à l'austénite). La **figure 2.2** montre les réponses des fils traités à 325°C. Le fil traité à 325°C pendant 15 minutes présente, lors du refroidissement, deux pics témoignant de la présence de la phase-R. Ces deux pics ne sont pas complètement séparés mais plutôt chevauchés. Le premier pic correspond à la transformation de l'austénite en phase-R ( $RM_s$  et  $RM_f$ ). Le second pic représente la transformation de la phase-R en martensite ( $M_s$  et  $M_f$ ). Lors du chauffage, un seul pic est visible. Le fil traité à 325°C pendant 30 minutes présente quant à lui un seul pic lors du refroidissement et également lors du chauffage. Le fil

traité à 325°C pendant 45 minutes présente 1 pic lors du refroidissement et également lors du chauffage. En revanche, les fils traités à 375°C et 425°C montrent un seul pic lors du refroidissement et également lors du chauffage (**figures 2.3 et 2.4**). Ces pics sont bien définis en comparaison aux fils traités à 325°C.

Les **figures 2.5-2.7** comparent la réponse de DSC du fil non traité thermiquement à ceux des fils traités pendant une durée donnée et montrent que le traitement thermique décale les températures de transformation vers le chaud. Pour une température donnée, l'hystérésis thermique (différence entre  $M_s$  et  $A_f$ ) augmente proportionnellement à la durée du traitement thermique. Pour un traitement thermique pendant 15 minutes, l'hystérésis thermique augmente avec la température de maintien pour se stabiliser à partir d'un traitement thermique à 375°C. Lors d'un traitement thermique pendant 30 et 45 minutes, l'hystérésis est plus faible à une température de maintien de 375°C en comparaison avec 325°C et 425°C.



**Figure 2.1 Thermogrammes DSC de du fil non traité thermiquement (« sans HT »).**



**Figure 2.2 Thermogrammes DSC du fil traité à 325°C.**

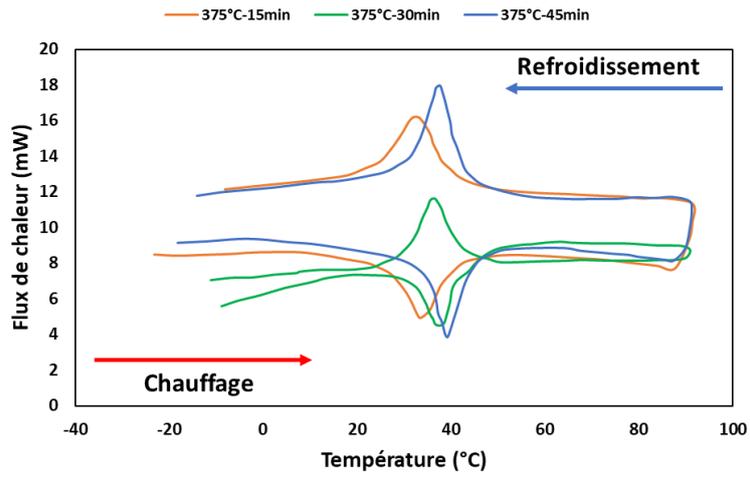


Figure 2.3 Thermogrammes DSC du fil traité à 375°C.

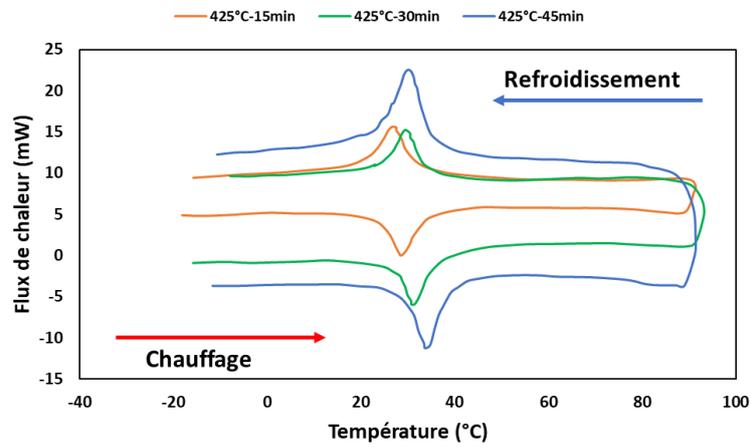


Figure 2.4 Thermogrammes DSC du fil traité à 425°C.

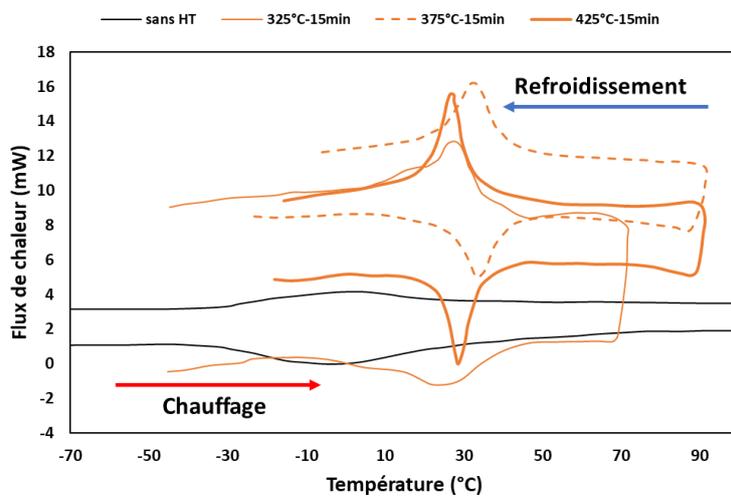
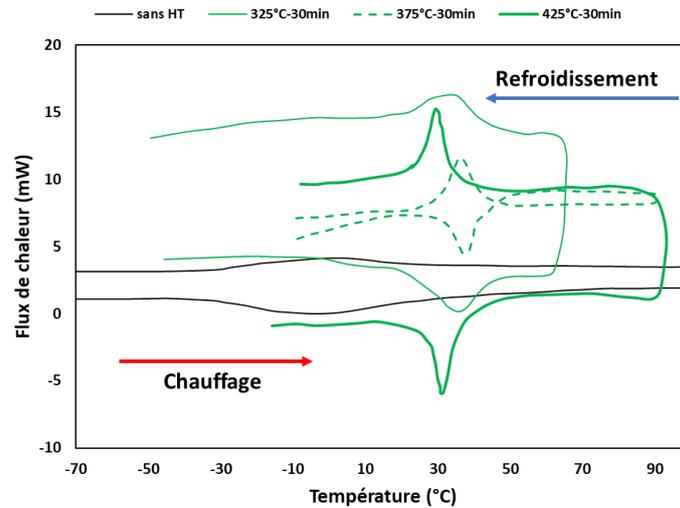
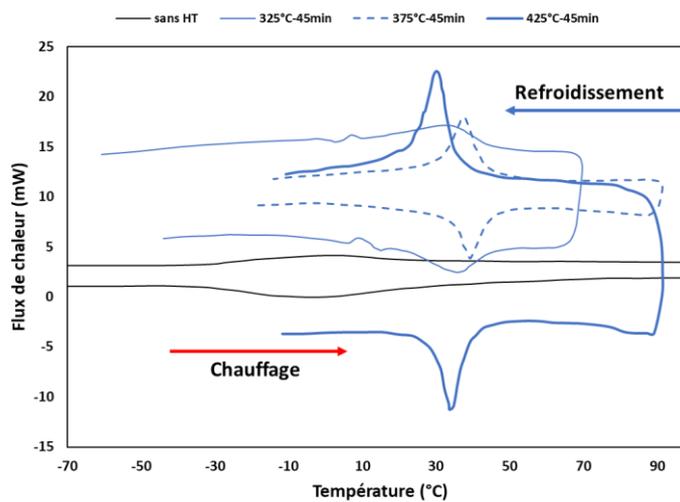


Figure 2.5 Thermogrammes DSC du fil traité pendant 15 minutes.



**Figure 2.6 Thermogrammes DSC du fil traité pendant 30 minutes.**



**Figure 2.7 Thermogrammes DSC du fil traité pendant 45 minutes.**

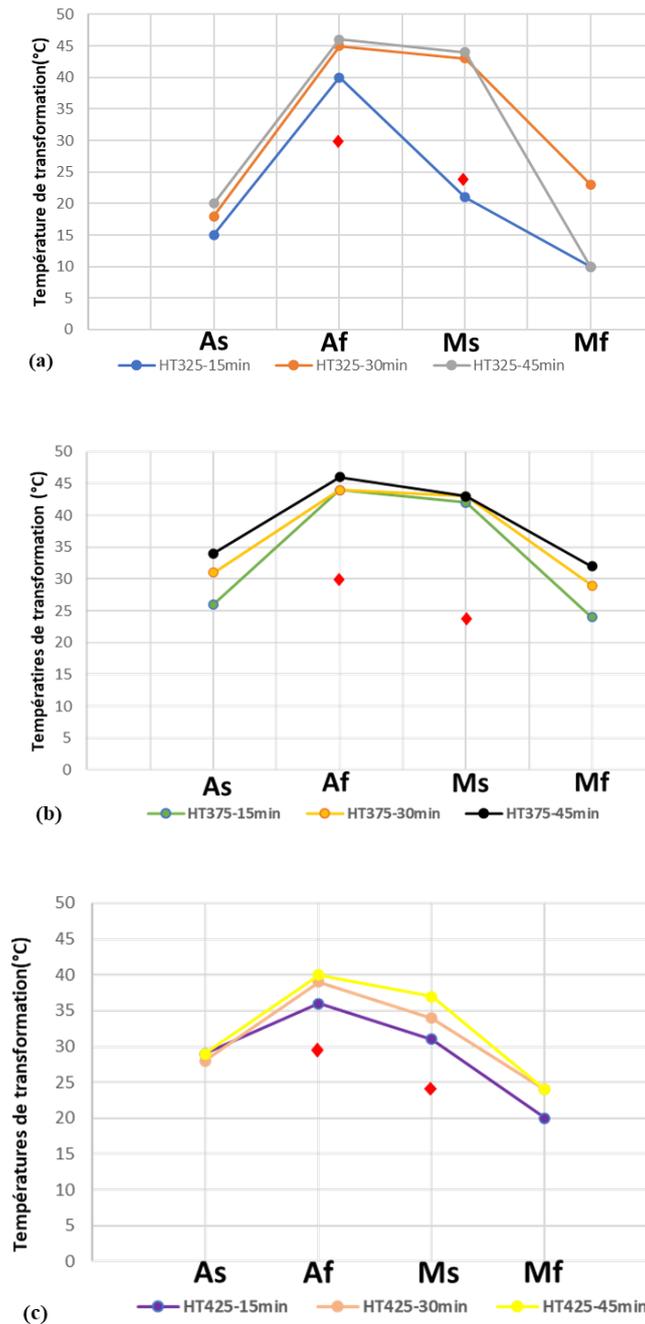
Le **tableau 2.1** reporte les températures de transformation des fils testés. Le fil non traité thermiquement présente un  $A_f$  de  $30^\circ\text{C}$  et un  $M_s$  de  $24^\circ\text{C}$ , signifiant qu'il est à l'état austénitique à température d'utilisation clinique (environ  $35^\circ\text{C}$ ) et qu'il présente, à température ambiante (environ  $20^\circ\text{C}$ ), essentiellement de l'austénite avec une faible portion de martensite. Les fils traités thermiquement présentent des températures de transformation plus élevées en comparaison au fil non traité. Tous les fils traités présentent des valeurs de  $A_f$  entre  $39$  et  $46^\circ\text{C}$  (à l'exception du fil traité à  $425^\circ\text{C}-15$  min avec un  $A_f = 36^\circ\text{C}$ ) indiquant que ces fils sont composés d'un mélange d'austénite et de martensite à température d'utilisation clinique. A l'exception des fils traités à  $325^\circ\text{C}$  pendant 15 et 45 min, les fils traités thermiquement

présentent des  $M_f$  supérieures ou égales à la température ambiante, suggérant qu'ils sont complètement en phase martensitique à cette température.

**Tableau 2.1 Les températures de transformation des fils en NiTi traités thermiquement.**

	$RA_s$	$RA_f$	$A_s$	$A_f$	$RM_s$	$RM_f$	$M_s$	$M_f$
Sans HT	/	/	-32	30	/	/	24	-34
HT325-15min	/	/	15	40	35	24	21	10
HT325-30min	/	/	18	45	/	/	43	23
HT325-45min	/	/	20	46	/	/	44	10
HT375-15min	/	/	26	44	/	/	42	24
HT375-30min	/	/	31	44	/	/	43	29
HT375-45min	/	/	34	46	/	/	43	32
HT425-15min	/	/	29	36	/	/	31	20
HT425-30min	/	/	28	39	/	/	34	24
HT425-45min	/	/	29	40	/	/	37	24

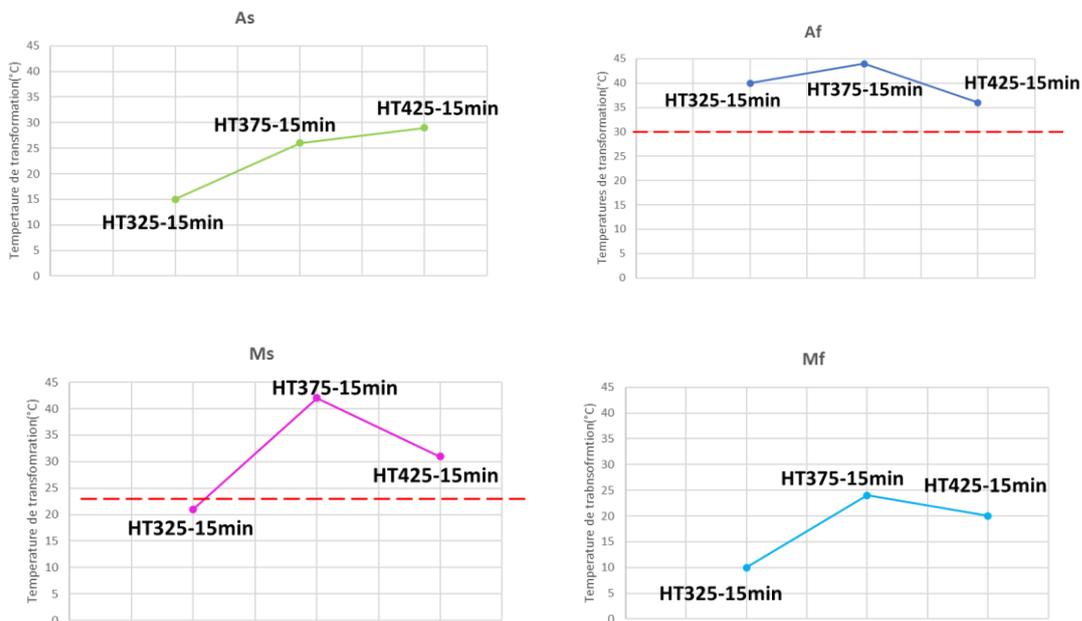
La **figure 2.8** présente l'évolution des températures de transformation pour une température de traitement thermique donnée. Pour un traitement à 325°C, l'augmentation de la durée du traitement thermique fait augmenter  $A_s$ ,  $M_s$  et  $A_f$ . La température de transformation  $M_f$  augmente pour les fils traités pendant 30 minutes et rediminue lors d'un traitement thermique de 45 minutes. Pour un traitement à 375°C,  $A_s$  et  $M_f$  augmentent proportionnellement à la durée du traitement thermique. Cependant,  $A_f$  et  $M_s$  varient très légèrement en fonction de la durée. Enfin, pour un traitement à 425°C,  $A_s$  est quasiment stable quelle que soit la durée du traitement thermique.  $M_s$  augmente avec l'augmentation de la durée du traitement thermique. En revanche, les températures  $A_f$  et  $M_f$  restent stables à partir d'une durée de traitement thermique de 30 minutes. De plus, pour une température de traitement thermique donnée, les fils traités pendant 45 minutes présentent les températures de transformation les plus élevées alors que les fils traités pendant 15 minutes présentent les valeurs les plus faibles.



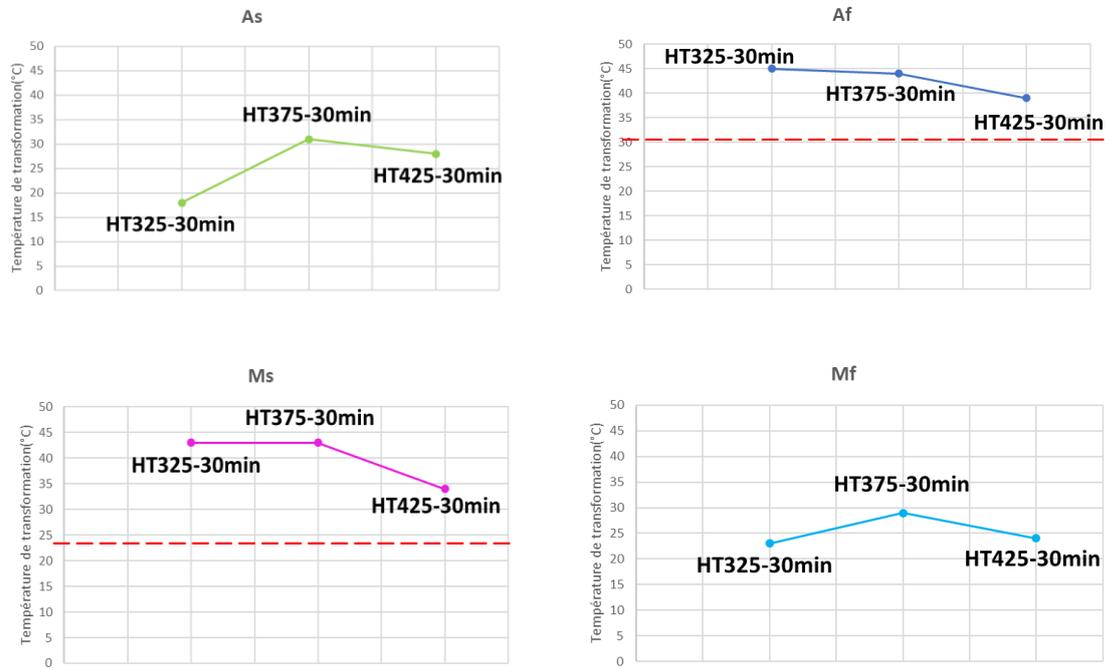
**Figure 2.8** Variation des températures de transformation pour une température donnée. (a) 325°C, (b) 475°C et (c) 425°C. Les losanges rouges correspondent aux valeurs de  $A_f$  et  $M_s$  du fil non traités thermiquement.  $A_s$  et  $M_f$  ne sont pas mentionnées puisqu'elles correspondent à des valeurs négatives.

Les figures 2.9a-c présentent l'évolution des températures de transformation pour une durée de traitement thermique donnée. Pour un traitement thermique de 15 minutes, les fils traités à 375°C présentent les températures de transformation les plus élevées à l'exception de  $A_s$  où la valeur la plus haute est retrouvée pour le fil traité à 425°C. Les fils traités à 325°C montrent des

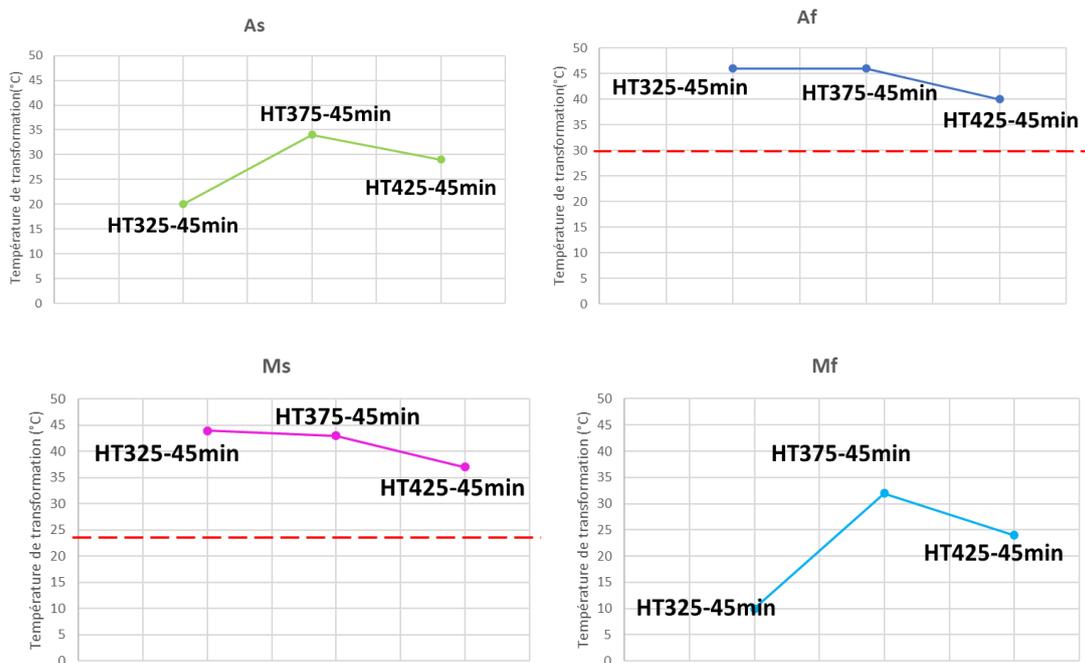
valeurs de  $A_s$ ,  $M_s$  et  $M_f$  les plus basses alors que les fils traités à  $425^\circ\text{C}$  montrent les valeurs de  $A_f$  les plus basses. Pour un traitement pendant 30 minutes, les températures de transformation les plus élevées sont globalement celles des fils traités à  $375^\circ\text{C}$ .  $A_f$  et  $M_s$  restent stables entre une température de  $325^\circ\text{C}$  et  $375^\circ\text{C}$  pour rediminuer à une température de  $425^\circ\text{C}$ . Les températures  $A_s$  et  $M_f$  augmentent quant à elles jusqu'à un traitement thermique de  $375^\circ\text{C}$  pour rediminuer à partir de  $425^\circ\text{C}$ . L'évolution des températures est ainsi variable avec un optimum qui correspond à un traitement à  $375^\circ\text{C}$ . Finalement, pour un traitement thermique d'une durée de 45 minutes,  $A_f$  et  $M_s$  restent stables entre une température de  $325^\circ\text{C}$  et  $375^\circ\text{C}$  pour rediminuer à une température de  $425^\circ\text{C}$ . D'autre part,  $A_s$  et  $M_f$  augmentent jusqu'à un traitement à  $375^\circ\text{C}$  pour rediminuer à  $425^\circ\text{C}$ . L'évolution des températures est ainsi variable avec un optimum qui correspond à un traitement à  $375^\circ\text{C}$ . Parmi tous les fils traités thermiquement, celui traité à  $375^\circ\text{C}$  pendant 45 minutes présente les températures de transformation les plus élevées.



**Figure 2.9a Evolution des températures de transformation pour un traitement thermique d'une durée de 15 minutes. Le trait rouge correspond aux valeurs de  $A_f$  et  $M_s$  du fil non traités thermiquement.  $A_s$  et  $M_f$  ne sont pas mentionnées puis qu'elles correspondent à des valeurs négatives.**



**Figure 2.9b Evolution des températures de transformation pour un traitement thermique d'une durée de 30 minutes. Le trait rouge correspond aux valeurs de  $A_f$  et  $M_s$  du fil non traités thermiquement.  $A_s$  et  $M_f$  ne sont pas mentionnées puis qu'elles correspondent à des valeurs négatives.**



**Figure 2.9c Evolution des températures de transformation pour un traitement thermique d'une durée de 45 minutes. Le trait rouge correspond aux valeurs de  $A_f$  et  $M_s$  du fil non traités thermiquement.  $A_s$  et  $M_f$  ne sont pas mentionnées puis qu'elles correspondent à des valeurs négatives.**

### 2.1.2 Essais de traction uni-axiale

Les essais de traction uni-axiale sont réalisés sur une machine de traction Zwick/Roell® (Zwick/Roell®, Zmart. Pro, Ulm, Allemagne) avec une cellule de force de 10KN pilotée en déplacement imposé à l'aide du logiciel testXpert® II (Zwick/Roell®) (**figure 2.10**). A l'aide de cette machine, la déformation est obtenue à partir de la mesure du déplacement de la traverse et la contrainte est obtenue à partir de la mesure de la force. Le fil testé dans cette thèse est fabriqué par FWM (Fort Wayne Metals, Fort Wayne, IN, USA) en NiTi polycristallin de composition équi-atomique et de forme cylindrique de 1 mm de diamètre. Il est fourni par la société Coltène Micro-Mega (Micro-Mega, Besançon, France) et correspond à celui couramment utilisé pour l'élaboration d'instruments endodontiques. Ce fil va subir différents traitements thermiques et sera comparé, à chaque fois, au fil non traité thermiquement. Les différents paramètres du traitement thermique appliqué seront décrits au fur et à mesure dans ce manuscrit. Les fils de 90 mm de longueur sont testés sur 7 cycles de tractions pour une contrainte jusqu'à 800 MPa et à une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Le 7<sup>e</sup> cycle correspond à un comportement d'un fil éduqué (comportement stabilisé). Ces valeurs ont été déterminées après des essais de traction destructifs, à température ambiante, et permettent de visualiser la

fin de la transformation martensitique et le début du domaine élastique de la martensite de l'alliage NiTi étudié.



**Figure 2.10** Machine de traction uni-axiale Zwick/Roell® (cellule force de 10KN).

Les fils testés sont répartis en deux groupes :

- un groupe de fils sans traitement thermique (« *as-received* ») ;
- un groupe de fils traités thermiquement (HT).

Les traitements thermiques appliqués sont réalisés à l'aide du four Nabertherm (qui sera décrit dans le chapitre 2.3.5) et présentés dans le **tableau 2.2**. Ces paramètres ont été choisis après des essais préliminaires (Annexe A) montrant que la méthode de refroidissement ainsi que la durée du traitement thermique semblent ne pas influencer le comportement des fils traités thermiquement. Le cycle thermique adopté est composé de 3 parties principales (**figure 2.11**) : (i) une montée en température jusqu'à atteindre la température voulue pendant une durée fixe de 15 min, (ii) un maintien de la température (palier) d'une durée de 15 minutes (un temps de stabilisation « 10 minutes » de la température voulue est nécessaire avant d'introduire les échantillons pour la durée voulue) et (iii) un refroidissement à l'air libre. Pour chaque fil, trois essais ont été réalisés impliquant à chaque fois un nouveau fil afin de vérifier la reproductibilité des résultats.

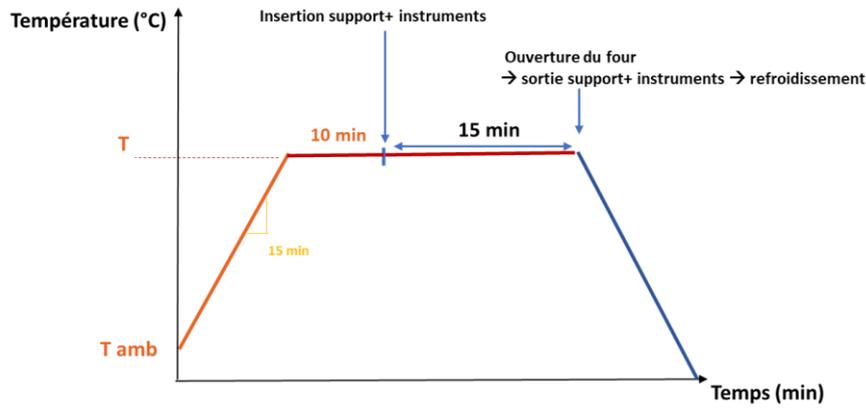


Figure 2.11 Représentation schématique du cycle thermique programmé.

Tableau 2.2 Traitements thermiques appliqués sur les fils en NiTi.

Température [°C]	300	350	400	450	500
------------------	-----	-----	-----	-----	-----

La **figure 2.12** montre que le traitement thermique entraîne la diminution des contraintes de transformation martensitique, essentiellement au niveau de la transformation inverse (martensite → austénite), avec des contraintes de fin de transformation austénitique presque nulle pour les fils traités à 300°C et plus. Cependant, à partir d'un traitement à 350°C, ces contraintes ré-augmentent lors de la transformation directe et se stabilisent lors de la transformation inverse (**figure 2.12**). Cette variation des contraintes de transformation directe et inverse entraîne une augmentation de la taille de l'hystérésis proportionnellement à la température du traitement thermique. Le fil traité à 300°C montre, durant le chargement, une inflexion (perte de rigidité locale) à environ 0,2% de déformation témoignant de la présence de la phase-R, une phase intermédiaire entre l'austénite et la martensite. Le fil FWM non traité thermiquement ainsi que le fil traité à 300°C montrent un comportement superélastique. Le fil FWM traité à 350°C pendant 15 min et refroidit à l'air présentait un comportement frontière entre superélasticité et mémoire de forme (**figure 2.13a**). En effet, lors de la décharge, une partie de la déformation de transformation inverse était recouverte par le chauffage. A partir d'un traitement à 400°C, les fils présentaient un effet mémoire de forme. La décharge (à température constante) a permis de recouvrir uniquement la déformation élastique. C'est seulement lors du chauffage que la quasi-totalité de la déformation de transformation était recouverte (**figure 2.13b**). Le fil traité à 500°C présente, quant à lui, la plus importante déformation maximale de transformation.

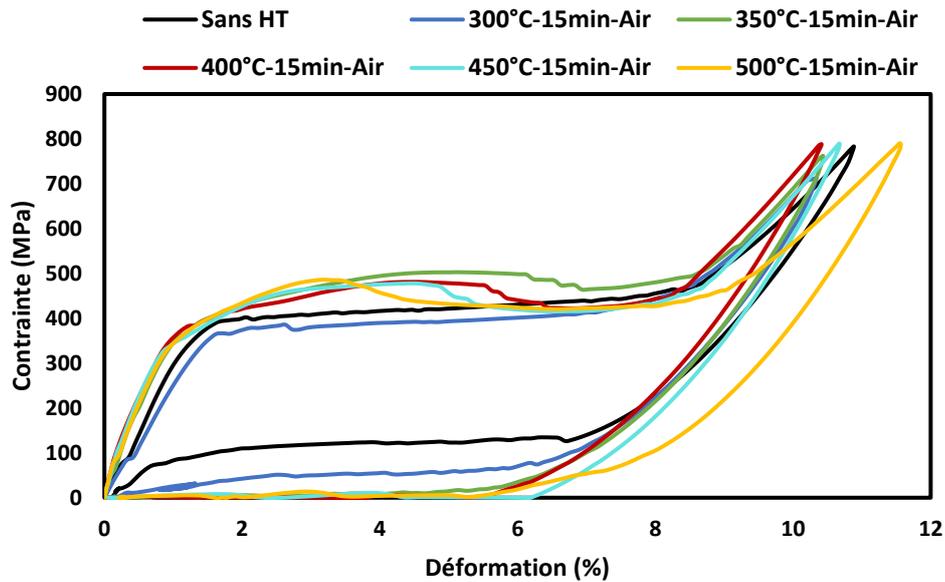


Figure 2.12 Réponse moyenne des différents fils traités thermiquement (7<sup>e</sup> cycle) soumis à 7 cycles de traction.

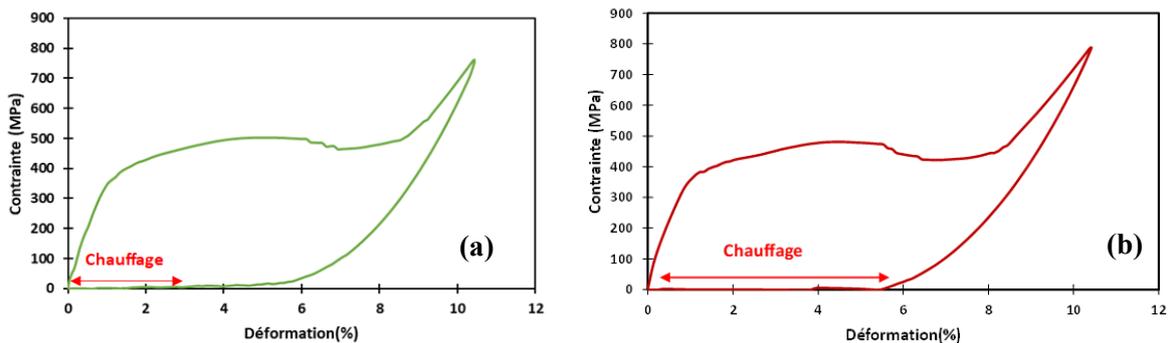
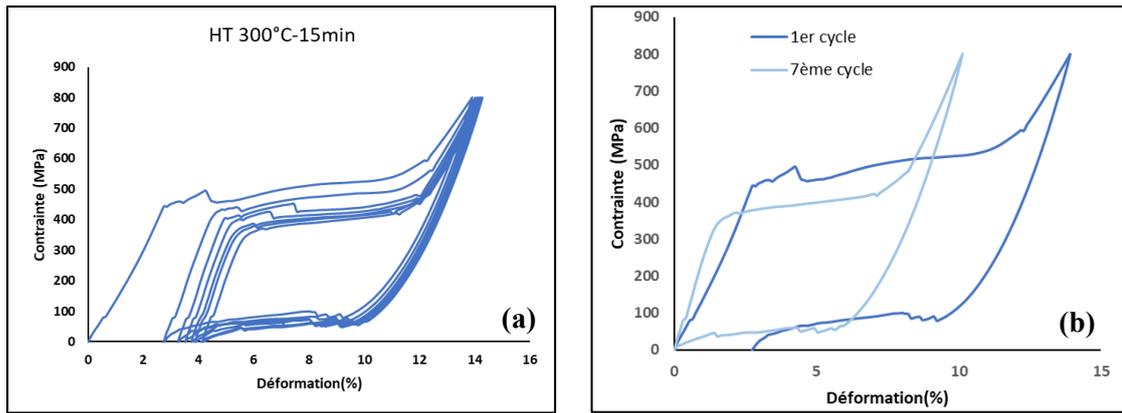


Figure 2.13 Réponse moyenne des fils traités thermiquement (a) à 350°C (7<sup>e</sup> cycle) avec une déformation de transformation inverse récupérée en partie par le chauffage (à partir de 3% de déformation) et (b) à 400°C (7<sup>e</sup> cycle) avec une déformation de transformation inverse récupérée en quasi-totalité par le chauffage.

Les différents fils testés présentent des localisations lors des débuts et fins de transformation directes et inverses (**figure 2.14a**). Ces localisations s'atténuent au fur-et-à-mesure des cycles de traction. Tous les échantillons testés montrent un premier cycle de traction avec une large déformation résiduelle due à la martensite piégée lors de la transformation inverse. Cette déformation est plus faible pour les cycles suivants (**figure 2.14b**).



**Figure 2.14 (a) Réponse du fil traité à 300°C (b) Comparaison entre le 1<sup>er</sup> et le 7<sup>e</sup> cycle de traction cyclique isolés.**

### 2.1.3 Discussion et conclusion

Les résultats de caractérisation, à température ambiante, montrent un comportement superélastique du NiTi non traité thermiquement. Cet AMF montre une sensibilité au traitement thermique et tout particulièrement à la température de chauffe et acquiert, à partir d'une certaine température (350°C), un comportement de mémoire de forme. Les contraintes de transformation directe diminuent en augmentant la température de chauffe pour ré-augmenter à partir d'un traitement à 350°C. Cependant, les contraintes de transformation inverse continuent à diminuer avec l'augmentation de la température du traitement thermique. Les fils traités thermiquement présentent une déformation de transformation maximale de 8,5% avec un plateau de déformation à l'exception du fil traité à 500° où la déformation est de 9%.

La présence de localisation de la transformation martensitique matérialisée par l'apparition de pics en début de transformation directe et inverse a été observée. Ce phénomène est couramment observé et se traduit par une transformation non-uniforme de l'éprouvette pendant le plateau. L'apparition de ces localisations est influencée par plusieurs paramètres, à savoir (i) la densité et la configuration des dislocations, (ii) la taille de grain ou la présence de précipités et (iii) les traitements thermiques. A noter que ce phénomène est également étroitement lié à la géométrie de l'échantillon testé (dimensions, tolérances géométriques, état de surface) ou encore à la température de l'essai (Liu et al., 1999 ; Tan et al., 2004 ; Sittner et al., 2005). L'essai de traction uni-axiale a permis de visualiser la phase-R au niveau du NiTi traité thermiquement. Cette dernière se caractérise par un changement de pente dans la partie normalement linéaire (élastique) de la courbe contrainte-déformation (Zhang and Sehitoglu, 2004).

Concernant les essais de DSC, le traitement thermique a entraîné un décalage des températures de transformation vers le chaud. Le fil non traité thermiquement présente un passage en une

seule étape entre les phases austénitique et martensitique avec des pics sur une base large. Les fils traités thermiquement montrent quant à eux une augmentation notable de la netteté et de la définition des pics de transformation lors de l'augmentation de la durée et de la température du traitement thermique. Ces pics sont uniques lors du refroidissement et du chauffage à l'exception des fils traités à 325°C pendant 15 minutes qui montrent l'apparition de la phase-R. Lorsque cette dernière se présente, il peut être difficile d'interpréter la courbe DSC. En effet, pendant le refroidissement des fils traités à 325°C pendant 15 minutes, **figure 2.2**, les deux pics se chevauchent et la fin de la transformation austénite/phase-R ainsi que le début de la transformation phase-R/martensite ne sont pas clairement définis. Bien qu'elle soit visible sur les courbes de traction de tous les fils traités thermiquement, la phase-R n'apparaît sur les mesures de DSC que pour les fils traités à 325°C pendant 15 minutes. La courbe de DSC du fil traité à 325° pendant 45 minutes montrent, lors du refroidissement et chauffage, un seul pic bien visible avec l'apparition d'une autre allure de pic plus petit qui est dissimulé dans la ligne de base du thermogramme et difficile à identifier en tant qu'un vrai pic (Kuhn and Jordan, 2002).

## **2.2 Etude de l'influence du traitement thermique sur la réponse des fils en NiTi**

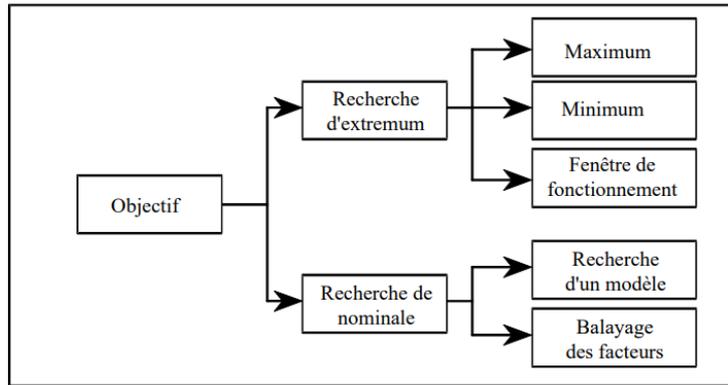
Afin de mieux comprendre comment le traitement thermique influence la flexibilité des instruments endodontiques, il faut dans un premier temps comprendre les effets simples et d'interaction des facteurs de traitement thermique sur la flexibilité des fils NiTi utilisés pour l'usinage des instruments endodontiques, sans prendre en compte les paramètres géométriques. Dans cette partie, nous allons détailler les différents facteurs identifiés ainsi que le déroulement du plan d'expérience. Nous exposerons ensuite les résultats obtenus.

### **2.2.1 Introduction aux plans d'expériences**

La concurrence toujours plus sévère demande aux industriels une amélioration permanente de la qualité de leurs produits. Ces améliorations se traduisent par des contrôles s'inscrivant à tous les stades de la vie du produit, c'est-à-dire de la conception jusqu'à son recyclage. L'utilisation adaptée de méthodes et d'outils telle que la méthode des plans d'expériences permet d'améliorer de façon importante la qualité des produits et des procédés (Pillet, 2011). Le plan d'expérience, initialement proposé par le mathématicien britannique Sir Ronald Fisher à la fin des années 20 (Fisher, 1926, 1936), consiste à déterminer un jeu parcimonieux de tests multifactoriels à effectuer pour collecter les données nécessaires pour répondre à une question spécifique avec

des précisions acceptables. Le type de question - par exemple, le dépistage des facteurs, l'analyse des interactions, l'optimisation des réponses, les études de robustesse - détermine le choix approprié du plan d'expérience (Lewis et al., 2005). Les premiers utilisateurs de la méthode de plan d'expérience furent des agronomes. Cette méthode s'est ensuite imposée à l'ensemble des industriels et est maintenant incluse dans des pratiques de développement réputées telles que l'approche « *Quality by Design* » (« la qualité par conception ») pour concevoir de nouveaux matériaux utilisés dans les produits pharmaceutiques ou les dispositifs médicaux et pour optimiser les processus de fabrication (Juran, 1992 ; Bastogne et al., 2022). Cet intérêt aux plans d'expérience est expliqué par leurs différents avantages : (i) la diminution du nombre d'essais, (ii) la possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs, (iii) la détection des interactions entre facteurs, (iv) la modélisation des réponses étudiées et (v) une précision optimum des résultats (Pillet, 2011).

Le déroulement d'un plan d'expérience passe par différentes étapes permettant de fournir des informations précieuses sur la réponse d'un système (Sabre, 2007). Dans un premier temps, il faut définir, de façon précise, les objectifs du plan d'expérience. La réalisation d'un plan d'expériences consiste à adopter une stratégie optimale dans la conduite des essais que l'on souhaite mener. En fonction de l'objectif de l'étude, cette stratégie sera différente (Pillet, 2011). Les deux objectifs de bases sont la recherche d'extremum et la recherche de nominale (**figure 2.15**). Une fois le ou les objectifs défini(s), il est nécessaire de bien définir le système à étudier. Un système est défini par sa réponse en fonction d'un ou plusieurs facteurs lors de son fonctionnement. La réponse est le paramètre retenu pour comparer les résultats des tests. Les réponses, les facteurs, le nombre de niveaux pour chaque facteur et les éventuelles interactions sont ainsi choisis. Cette étape aboutit à la construction du plan (matrice expérimentale), où tous les essais à mener et les valeurs des différents paramètres sont décrits. L'étape suivante est la conduite des essais expérimentaux durant laquelle l'expérimentateur réalise l'ensemble des essais en respectant le planning, et éventuellement le nombre nécessaire de répétitions de chaque expérience. Enfin, la dernière partie consiste en l'analyse des données recueillies et l'interprétation des résultats (Pillet, 2011).



**Figure 2.15 Les différentes stratégies d'un plan d'expérience (Pillet, 2011).**

### **2.2.2 Définition des objectifs de l'étude**

Dans ce travail de thèse, un premier plan d'expérience sur fils aura comme objectif l'identification des paramètres du traitement thermique qui influencent la flexibilité des instruments endodontiques. En effet, chaque paramètre (facteur) sera analysé en faisant varier les niveaux de celui-ci pour comprendre son influence sur l'instrument endodontique de façon séparée ou à travers une interaction avec un autre facteur. Dans un second temps, l'établissement d'un modèle prédictif pour optimiser cette flexibilité à travers un autre plan d'expérience sur instrument prendra en considération la complexité de la géométrie de l'échantillon testé. L'objectif final de ce travail sera de déterminer la ou les combinaisons de facteurs permettant d'optimiser la flexibilité des instruments endodontiques.

### **2.2.3 Détermination des facteurs et des niveaux de facteurs**

Les paramètres liés au traitement thermique sont les seuls facteurs étudiés dans cette partie. Ils sont au nombre de 3 et constituent les paramètres les plus influents sur la réponse du fil en NiTi. Les 3 facteurs contributifs identifiés sont la température, la durée de maintien et la méthode de refroidissement. Ce choix est basé sur les données de la littérature qui montrent que les propriétés de superélasticité et de mémoire de forme du NiTi sont fortement influencées par ces 3 paramètres du traitement thermique (Drexel et al., 2007 ; Yahata et al., 2009 ; Oncel and Acma, 2017 ; Kokkinos et al., 2017 ; Gavini et al., 2018 ; Campbell et al., 2021 ; Agarwal et al., 2023). Trois niveaux pour la température de chauffage et le temps de maintien et deux niveaux pour la méthode de refroidissement ont été considérés (trempe à l'eau et refroidissement à l'air libre). L'échantillon testé est un fil à section circulaire constante permettant de montrer l'effet de chaque paramètre du traitement thermique tout en épargnant

l'effet de la géométrie complexe des limes endodontiques sur la répartition des contraintes lors des essais de flexion.

Le **tableau 2.3** présente les différents facteurs contributifs ainsi que leurs niveaux. Ces choix ont été établis en se basant, en plus des données de la littérature, sur des tests préliminaires de traction et de flexion (Annexes A et B) conduisant à (i) choisir les niveaux de température permettant d'exploiter que la superélasticité du NiTi et la possible activation de la phase-R, (ii) sélectionner l'air et l'eau comme méthodes de refroidissement et (iii) choisir les niveaux du facteur durée de traitement thermique permettant d'influencer les températures de transformation et l'activation de la phase-R (Drexel et al., 2007 ; Yahata et al., 2009 ; Wang et al., 2019 ; Agarwal et al., 2023).

**Tableau 2.3 Facteurs et niveaux retenus pour le plan d'expérience.**

Facteurs	Niveaux		
	A	B	C
Température (U1) en C°	325	375	425
Durée (U2) en min	15	30	45
Méthode de refroidissement (U3)	Air	Eau	/

#### 2.2.4 Construction du plan d'expérience

Un plan d'expérience factoriel complet a été utilisé pour déterminer les effets simples et d'interaction des paramètres du traitement thermique sur la réponse en flexion du fil NiTi. Il est composé de 18 essais expérimentaux (utilisant toutes les combinaisons de facteurs et de niveaux) (**tableau 2.4**). Chaque essai est réalisé trois fois impliquant trois fils neufs et identiques.

**Tableau 2.4 Table orthogonale sélectionnée pour le plan d'expérience.**

N°	U1[°C]	U2[min]	U3
1	325	15	Air
2	325	30	Air
3	325	45	Air
4	375	15	Air
5	375	30	Air
6	375	45	Air
7	425	15	Air
8	425	30	Air
9	425	45	Air
10	325	15	Eau
11	325	30	Eau
12	325	45	Eau
13	375	15	Eau
14	375	30	Eau
15	375	45	Eau
16	425	15	Eau
17	425	30	Eau
18	425	45	Eau

### 2.2.5 Traitement thermique

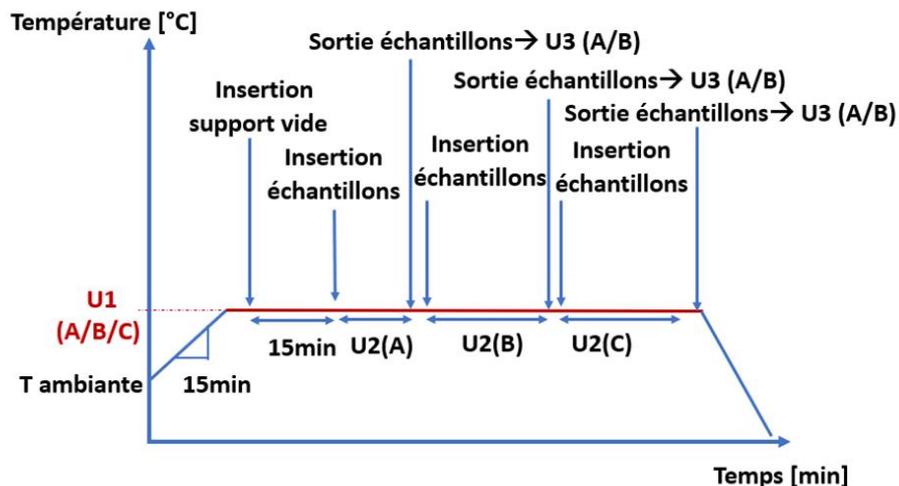
Les échantillons testés sont décrits dans le paragraphe ci-dessus. Ils ont été coupés à une longueur de 25 mm à partir du même lot pour éviter les dispersions induites par les variations (i) des températures de transformation avant usinage, (ii) de la composition chimique (pourcentage de nickel et de titane), et (iii) du pourcentage de déformation plastique induite par le travail à froid (tréfilage, laminage, *etc.*). Cette longueur nous permet de fixer correctement les deux extrémités du fil afin de réaliser des essais de flexion reproductibles tout en respectant les directives de la norme ISO 3630-1 (ISO 3630-1-2019). Les échantillons ont été divisés en deux groupes : un groupe sans traitement thermique (groupe témoin) et un groupe traité thermiquement à différentes températures et différentes durées selon le plan d'expérience du **tableau 2.4**.

Le traitement thermique a été réalisé à l'aide d'un four Nabertherm LHT 01/17 D (Nabertherm GmbH, Lilienthal, Allemagne) permettant d'effectuer des tests à des températures allant jusqu'à 1650°C (**figure 2.16**). Il est commandé par le logiciel « Nabertherm VCD » v 01.28. Les échantillons ont été placés dans un support métallique en acier inoxydable pour résister aux hautes températures. Après avoir atteint et stabiliser la température cible (325°C par exemple), le support en acier inoxydable est placé vide dans le four. Une période de stabilisation de la

température est laissée avant d'introduire les échantillons afin d'assurer les mêmes conditions de chauffage aux échantillons. Lorsque la température désirée est atteinte, le support chauffé est rempli d'échantillons et inséré dans le four pendant une durée de 15 min (premier groupe d'échantillons). Après avoir été retiré pour le refroidissement des échantillons, le support est rempli avec le deuxième groupe d'échantillons (traitement thermique pendant 30 min) puis retiré pour refroidissement. Enfin, le support est à nouveau rempli avec le troisième groupe d'échantillons puis refroidi après 45 min de traitement thermique. Cette procédure est répétée pour les deux autres températures (375 °C et 425 °C) (**figure 2.17**).



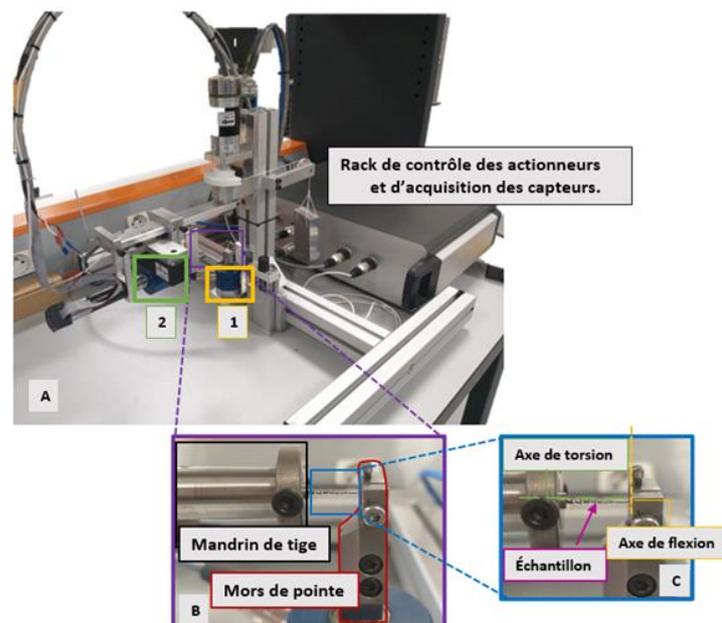
**Figure 2.16: Four utilisé pour le traitement thermique des échantillons testés avec le support en acier-inoxydable. A : Éléments chauffants en disiliciure de molybdène (MoSi2) ; B : Thermocouple ; C : chambre du four avec une isolation en matériau fibreux.**



**Figure 2.17 Protocole du traitement thermique appliqué.**

## 2.2.6 Test de flexion

L'essai de flexion a été réalisé à température ambiante en utilisant un banc d'essais spécifique conçu et développé lors d'une précédente collaboration entre Micro-Mega et le LEM3 dans le cadre de la thèse de Paul Xolin (Xolin, 2020). Ce dispositif d'essais permet d'appliquer des sollicitations de flexion et/ou de torsion et est composé de 2 sous-systèmes ; le sous-système permettant d'appliquer le chargement de flexion et le sous-système permettant d'appliquer le chargement de torsion (**figure 2.18**). Chacun de ces sous-systèmes est composé d'un actionneur, d'un capteur de couple et d'un palier pour générer une rotation précise (Xolin, 2020). Le capteur de couple de flexion a une plage de mesure de  $\pm 500$  N.mm alors que le capteur dynamique de torsion présente une étendue de mesure de  $\pm 200$  N.mm.

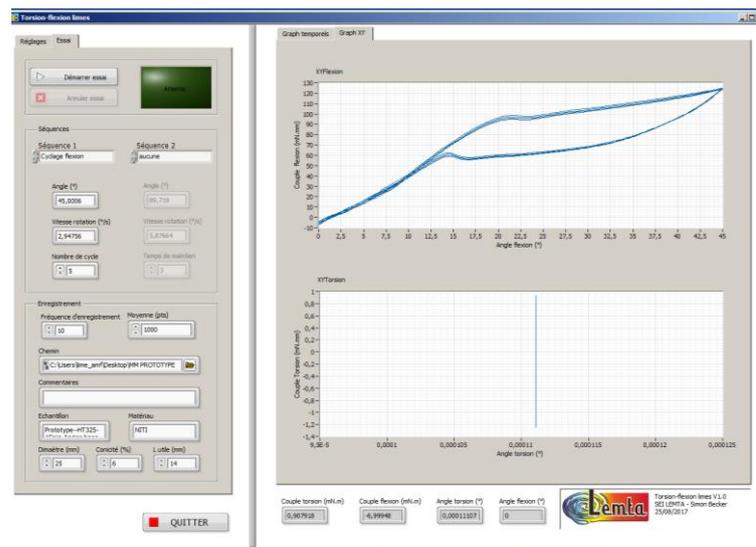


**Figure 2.18** Banc d'essai de flexion-torsion. A : Vue d'ensemble du dispositif (1 : Capteur de couple de flexion ; 2 : Capteur de couple de torsion) ; B : Mors de pointe et mandrin de tige ; C : Echantillon mis en place.

L'essai de flexion est réalisé selon la norme ISO 3630-1 ((ISO 3630-1-2019). Le fil est maintenu d'un côté à l'aide du mandrin de tige positionné sur le palier de torsion. Alors que l'autre extrémité est maintenue sur les 3 premiers millimètres par les mors positionnés sur le capteur de couple de flexion. Afin d'assurer la reproductibilité entre les essais, le mors de tige est toujours positionné à 17 mm de la pointe de l'échantillon au moment du serrage ce qui permet d'avoir une distance de 14 mm entre le mors de pointe et le mors de tige (Xolin, 2020). La norme ISO 3630-1 recommande d'utiliser un mors en laiton pour serrer la pointe de l'échantillon afin de limiter les sur-contraintes dues au serrage (ISO 3630-1-2019). Ces mors en laiton sont

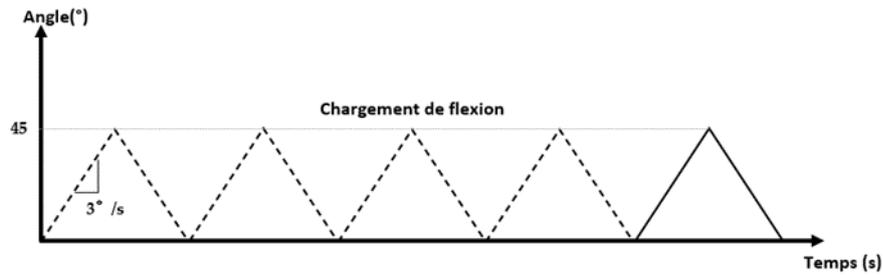
localement déformées et remplacées lorsque leur surface est imprimée par des échantillons testés.

Ce dispositif d'essais est piloté *via* un programme LabView qui permet de contrôler les rotations des moteurs et mesurer les couples enregistrés par les deux capteurs. Il est interfacé à un PC permettant d'enregistrer et afficher l'évolution des couples mesurés en fonction des rotations appliquées au cours de l'essai (**figure 2.19**).



**Figure 2.19 Le programme LabView.**

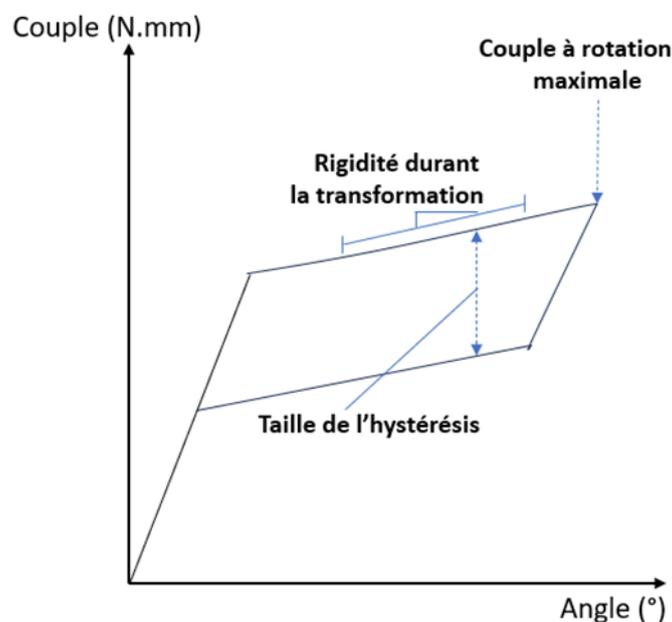
Le programme de contrôle permet de sélectionner deux séquences pour appliquer un chargement. Une séquence est caractérisée par le moteur contrôlé (de torsion ou de flexion), le type de sollicitation (flexion, torsion, flexion/torsion), un chargement précontraint ou un chargement cyclé, l'amplitude de rotation du moteur contrôlé en degrés, la vitesse de rotation en degrés par seconde et le nombre de cycles à réaliser pour l'essai (Xolin, 2020). Durant notre étude, les échantillons ont été soumis à cinq cycles de chargement/déchargement à 45° de rotation avec une vitesse de 3°/s. (**figure 2.20**). Une fois l'essai fini, un fichier texte est généré contenant toutes les informations de l'essai, renseignées par l'opérateur ainsi que les données brutes de l'expérimentation. Ces données sont, dans un premier temps, traitées sur Excel afin de générer les courbes d'évolution du couple en fonction de l'angle de rotation. Dans cette étude, le banc est utilisé pour appliquer une sollicitation de flexion uniquement. Les courbes de la réponse en flexion sont ensuite exploitées pour l'analyse statistique.



**Figure 2.20** Chargement simple de flexion appliqué au fil en NiTi.

Pour cette étude, 3 réponses de sortie (Y) ont été choisies et mesurées lors des essais de flexion:

- Y1 : Couple à rotation maximale (CRM) : la valeur du couple (moment de flexion) lorsque la rotation de flexion est maximale ( $45^\circ$ ) lors du dernier cycle de chargement.
- Y2 : La taille de l'hystérésis (HYST) : la différence entre le moment de flexion mesuré en charge et en décharge du dernier cycle aux deux tiers de la rotation maximale appliquée ( $45^\circ$ ).
- Y3 : Rigidité lors de la transformation martensitique (pente de transformation) (RIG) : le coefficient directeur du domaine de transformation, choisi entre un premier point positionné à un tiers de la rotation maximale et un deuxième point positionné aux deux tiers de la rotation maximale (**figure 2.21**).



**Figure 2.21** Schéma des réponses étudiées dans le plan d'expérience.

### 2.2.7 Analyse statistique

La première étape consistait à explorer et à visualiser les données à l'aide d'une analyse exploratoire suivie d'une comparaison entre plusieurs modèles, en considérant différents effets dans chaque modèle, pour identifier les plus critiques d'entre eux. Pour chaque variable réponse, plusieurs modèles d'investigation sont ajustés. Le premier modèle est le modèle linéaire complet avec les effets simples des facteurs, les effets quadratiques et d'ordre 3 des interactions entre les facteurs. Les suivants sont des sous-modèles de ce premier. Les modèles étudiés sont les suivants :

- le modèle complet ( $U_1, U_2, U_3, U_1*U_2, U_1*U_3, U_2*U_3, U_1*U_2*U_3$ ) ;
- le modèle avec effets simples, et effets d'interaction d'ordre 2 ( $U_1, U_2, U_3, U_1*U_2, U_1*U_3$  et  $U_2*U_3$ ) ;
- le modèle avec uniquement les effets simples ( $U_1, U_2, U_3$ ) ;
- le modèle complet en retirant  $U_3$  ( $U_1, U_2, U_1*U_2$ ) ;
- le modèle complet en retirant  $U_2$  ( $U_1, U_3, U_1*U_3$ ) ;
- le modèle complet en retirant  $U_1$  ( $U_2, U_3, U_2*U_3$ ) ;
- le modèle avec uniquement l'effet de  $U_1$  ( $U_1$ ) ;
- le modèle avec uniquement l'effet de  $U_2$  ( $U_2$ ) ;
- le modèle avec uniquement l'effet de  $U_3$  ( $U_3$ ).

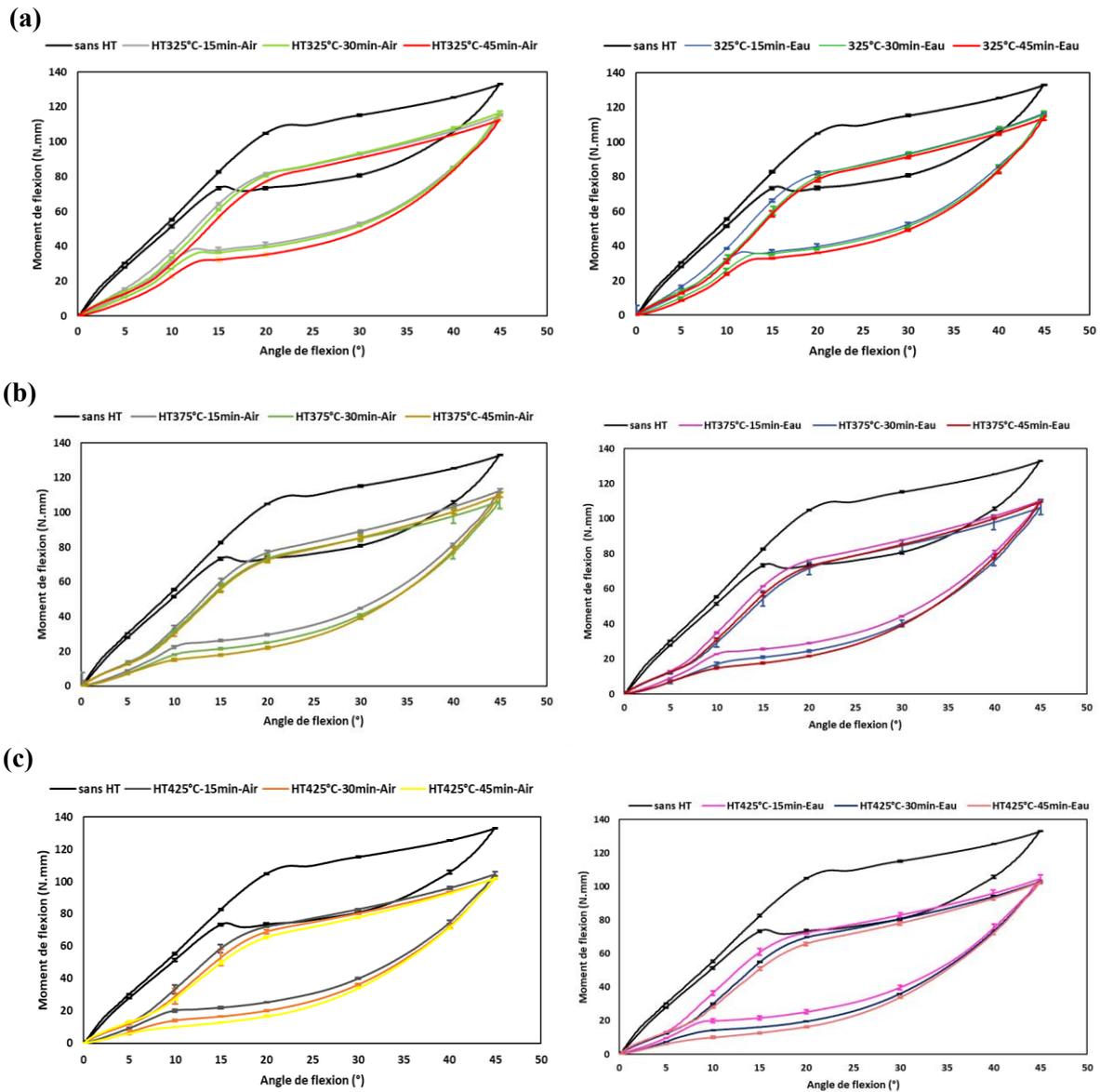
Ensuite, pour chaque modèle, deux indices de qualité ont été calculés : le R-carré ( $R^2$ ) et le  $R^2$  ajusté. Ces deux critères de qualité permettent de comparer les modèles afin de déterminer quels sont les effets les plus critiques sur la variable réponse étudiée. Le  $R^2$  représente la variabilité de la réponse du modèle et indique l'efficacité du modèle développé. Il est toujours compris entre 0 et 1. Si la valeur de R-carré est égale à 1, cela indique l'efficacité à 100 % du modèle. Le  $R^2$  ajusté est calculé à partir du  $R^2$ . L'intérêt de ce second indice est qu'il prend en compte la complexité du modèle. L'impact de chaque facteur sur Y (réponse de sortie) sera estimé en comparant les  $R^2$  des modèles. Toute l'analyse statistique a été réalisée en utilisant le logiciel R 4.1.0.

## 2.3 Résultats expérimentaux issus du plan d'expérience

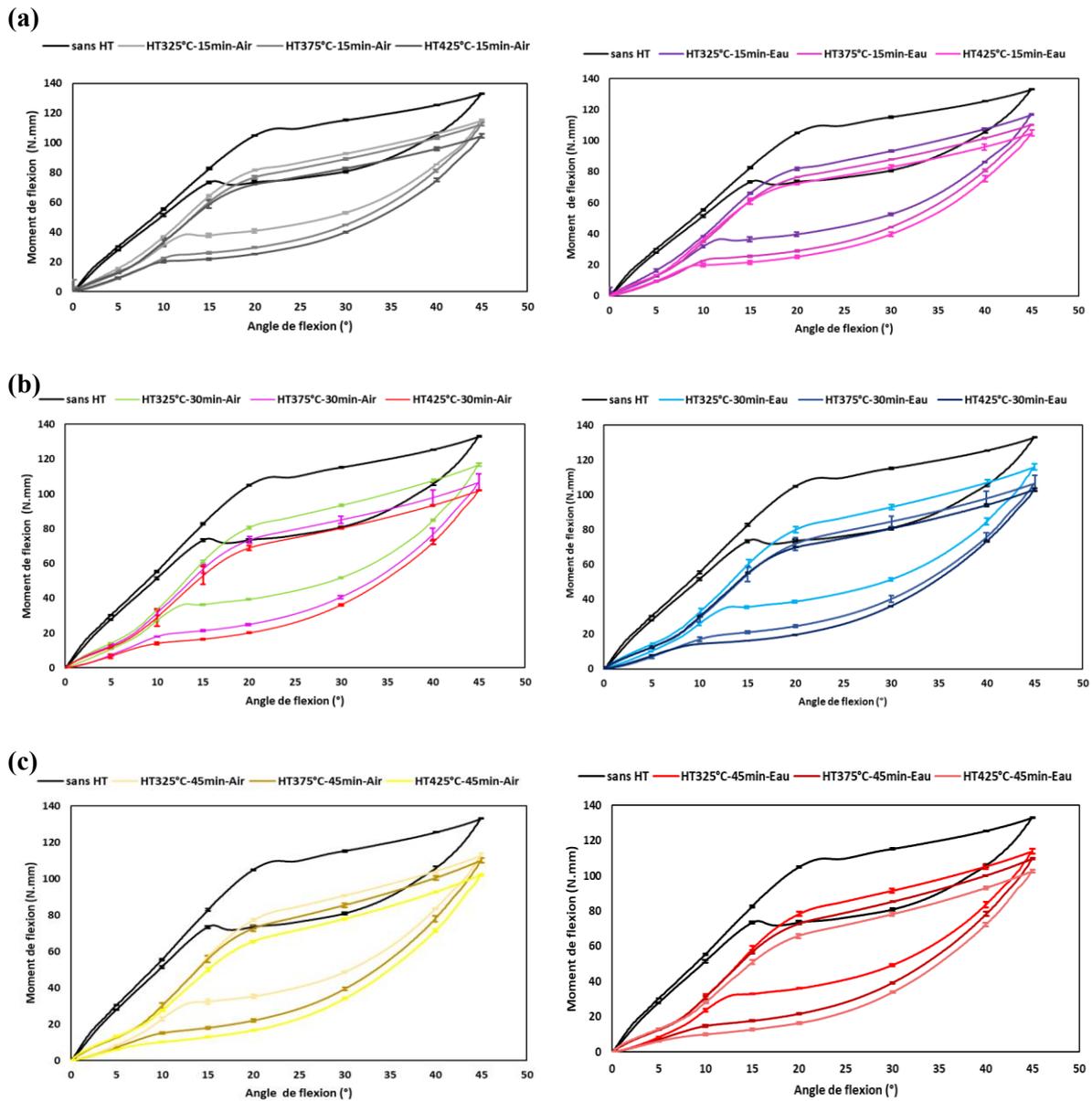
### 2.3.1 Analyse exploratoire

Les **figures 2.22-2.24** présentent les réponses moyennes +/- écarts-types de fils FWM traités thermiquement pour un chargement de flexion simple. La courbe moment de flexion-angle de rotation montre à son début, pour le fil non traité thermiquement, une relation linéaire correspondant au comportement élastique de l'AMF à l'état austénitique. Cependant, le comportement des fils traités thermiquement est différent du fil non traité. Pendant leur déformation élastique, la courbe moment de flexion-angle de rotation des fils traités thermiquement montre une inflexion à environ 5° de rotation lors du chargement et du déchargement (**figure 2.22-2.24**). Cette allure, liée à la présence de la phase-R, reste faible et n'a pas d'influence significative sur la flexibilité résultante. Les fils traités thermiquement montrent également une flexibilité supérieure lors de la transformation directe durant la charge et jusqu'à la fin de transformation inverse en décharge avec des valeurs de moment de flexion à rotation maximale plus faibles que le fil non traité et une hystérésis plus large. Cependant, la décharge élastique de tous les fils testés se produit sans déformation plastique résiduelle.

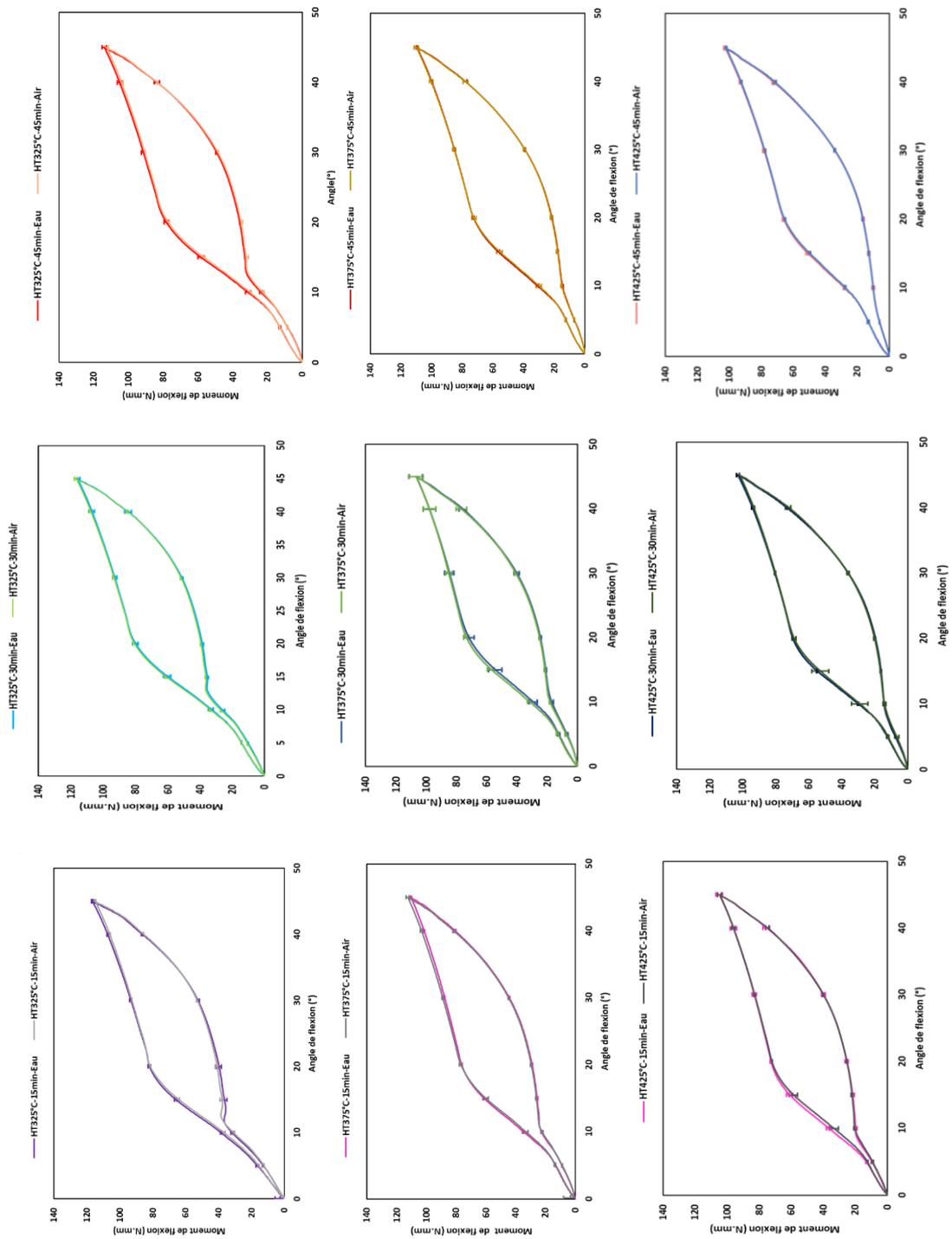
Pour chaque température testée, l'effet de la durée du traitement thermique est minime et non linéaire sur la flexibilité des fils, la taille de l'hystérésis et la rigidité durant la transformation martensitique (**figure 2.22**). La variation de la température, pour une durée donnée affecte de façon plus importante et linéaire la flexibilité des fils, de façon non linéaire la taille de l'hystérésis et la rigidité durant la transformation martensitique (**figure 2.23**). Cependant, la méthode de refroidissement, semble n'avoir aucun effet sur la flexibilité, la taille de l'hystérésis et la rigidité durant la transformation directe, les réponses obtenues sont similaires quel que soit le traitement thermique appliqué (température et durée de traitement donnée) (**figure 2.24**) (Abdelmomen et al., 2023).



**Figure 2.22 Réponses moyennes des fils FWM traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison, pour chaque méthode de refroidissement, des fils traités thermiquement pendant différentes durées (a) à 325°, (b) à 375°C et (c) à 425°C. La courbe en noir correspond au fil non traité thermiquement.**



**Figure 2.23 Réponses moyennes des fils FWM traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison, pour chaque méthode de refroidissement, des fils traités à des températures différentes (a) pendant 15 min (b) 30 min et (c) 45 min. La courbe en noir correspond au fil non traité thermiquement.**



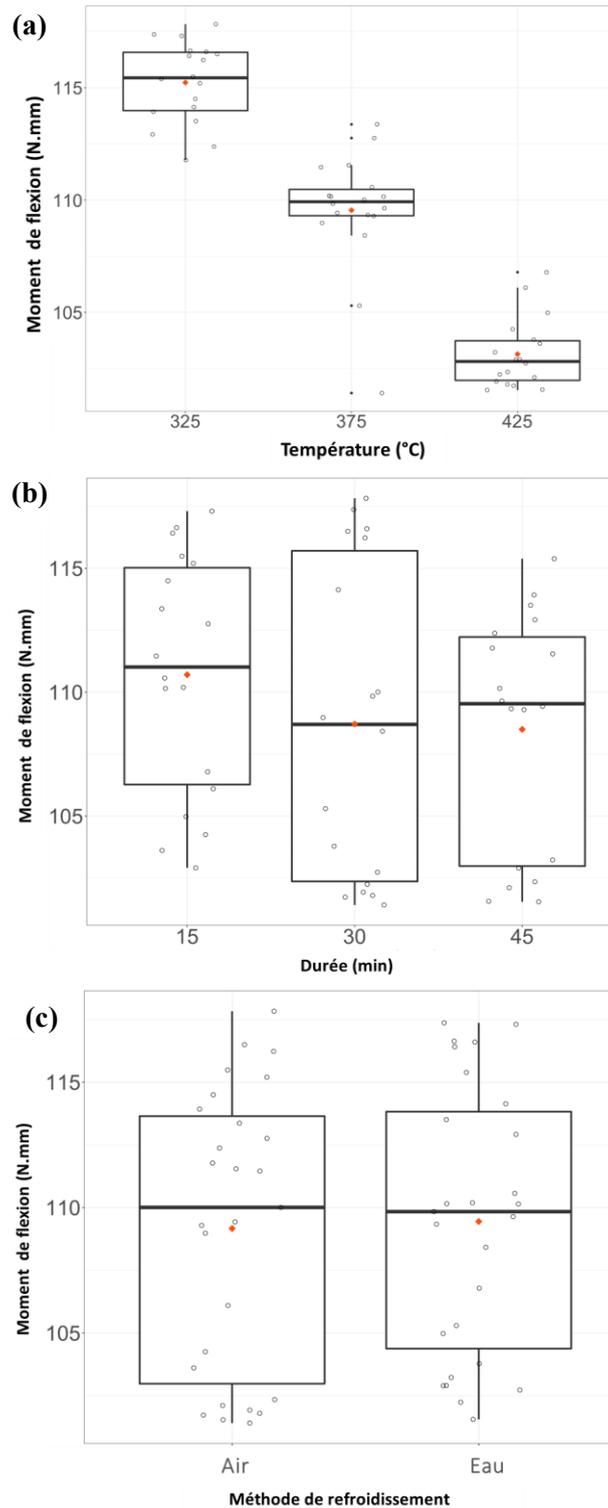
**Figure 2.24 Réponses moyennes des fils FWM traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison de la méthode de refroidissement pour chaque température et chaque durée de traitement.**

Les **figures 2.25-2.27** montrent, à travers les « boîtes à moustaches » (« *boxplots* »), les données brutes pour chaque modalité avec la médiane et les quartiles. L'augmentation de la température de traitement thermique conduit à l'augmentation de la flexibilité du fil NiTi par la diminution du moment de flexion à rotation maximale (**figure 2.25a**). L'effet du facteur température est significatif.

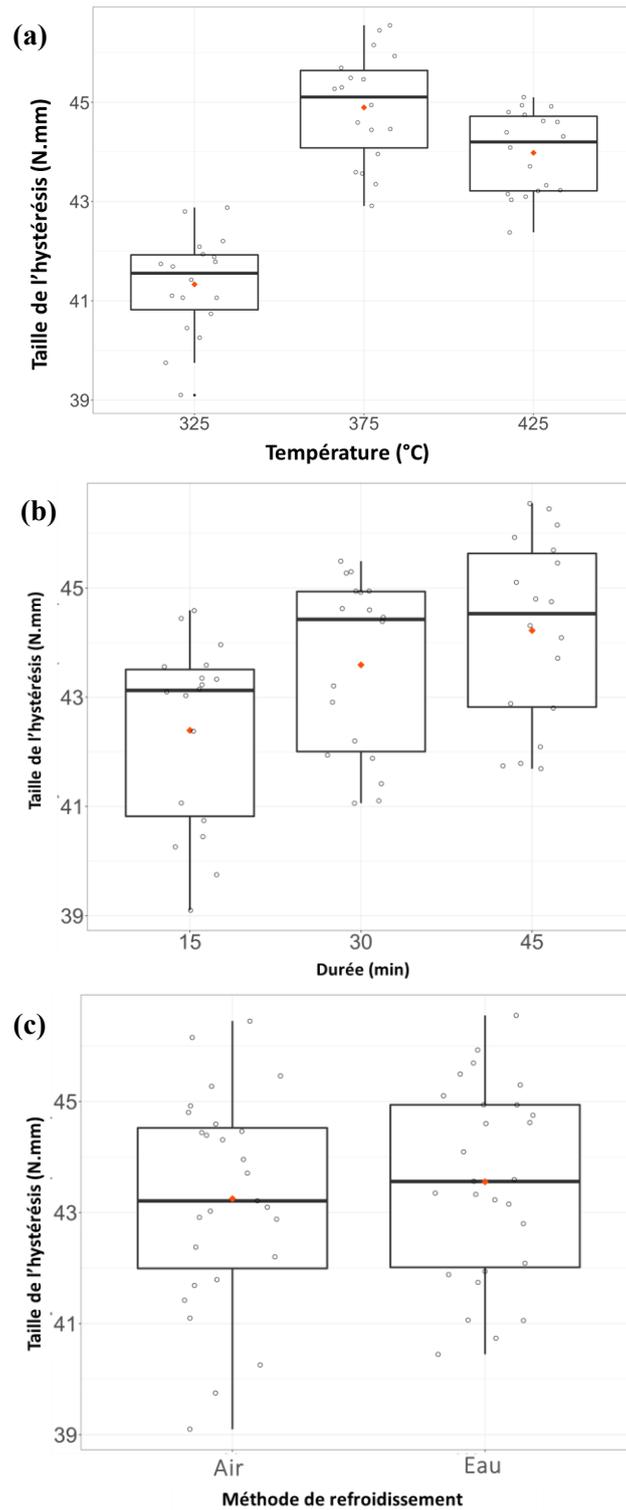
Les fils traités thermiquement pendant 30 minutes ont montré la flexibilité la plus élevée suivies des fils traités pendant 45 minutes, tandis que les fils traités thermiquement pendant 15 minutes ont montré la flexibilité la plus faible (**figure 2.25 b**). Il semble qu'il existe un optimum à partir duquel l'effet de la durée est moins important.

Enfin, les fils refroidis à l'air ont la même flexibilité que ceux trempés (**figure 2.25c**). Les fils chauffés à 325°C avaient la plus petite hystérésis. La taille de l'hystérésis augmente à 375°C pour diminuer à nouveau à 425°C (**figure 2.26a**). L'effet de la température sur la taille de l'hystérésis est variable (parabolique) avec un optimum. Les fils traités thermiquement pendant 15 minutes ont montré la plus petite hystérésis tandis que ceux traités thermiquement pendant 30 et 45 minutes ont montré la plus grande hystérésis (**figure 2.26b**). Enfin, la taille de l'hystérésis est la même pour les fils refroidis à l'air et à l'eau (**figure 2.26c**).

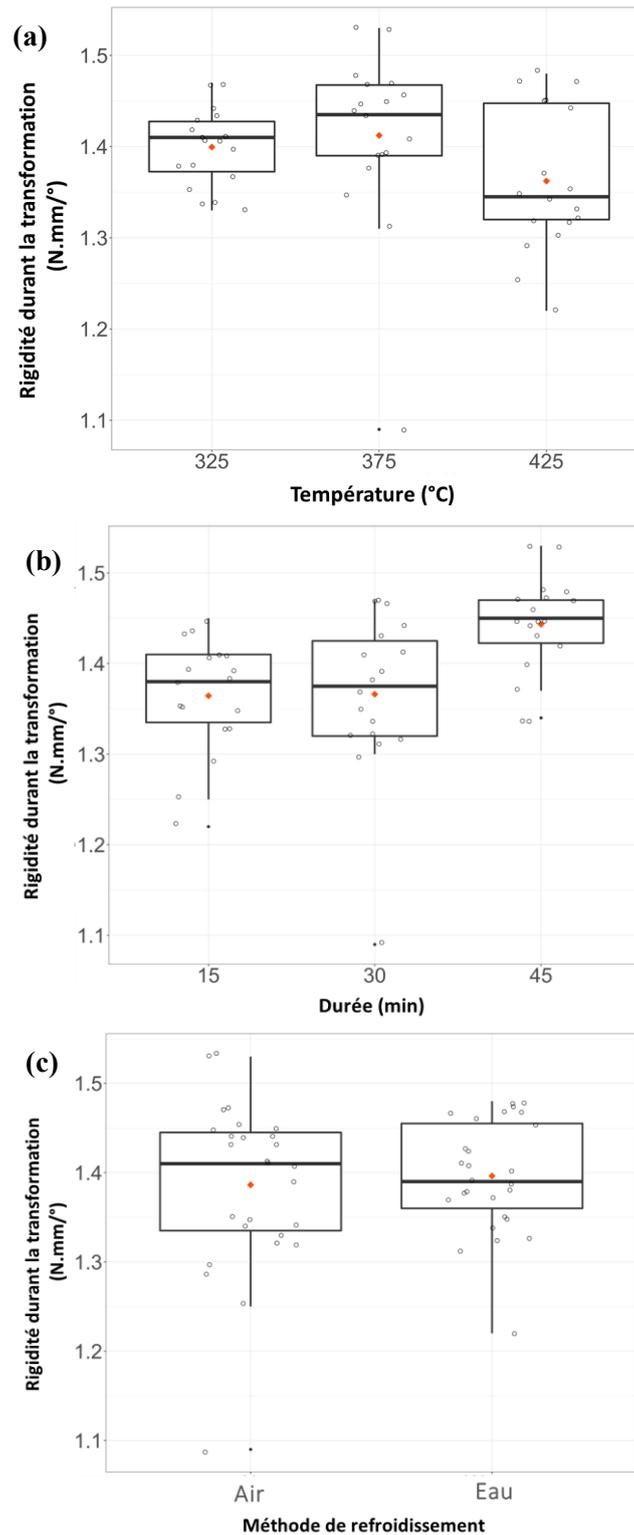
La rigidité la plus faible lors de la transformation martensitique était pour les fils chauffés à 425°C et la plus élevée pour les fils traités à 375°C (**figure 2.27a**). L'effet de la température est variable (parabolique) sur la rigidité durant la transformation directe avec encore une fois un optimum. Cependant, les fils traités thermiquement pendant 45 minutes ont montré la rigidité la plus élevée lors de la transformation (**figure 2.27b**). Enfin, les fils refroidis à l'air montrent la même rigidité durant la transformation que ceux trempés (**figure 2.27c**) (Abdelmomen et al., 2023).



**Figure 2.25** Visualisation graphique (boîte à moustache) des réponses moyennes des différents niveaux de (a) la température, (b) la durée et (c) la méthode de refroidissement sur la réponse en couple à rotation maximale. Chaque boîte à moustache montre la médiane (trait central) et quartiles (traits inférieur et supérieur) et les points noirs représentent les valeurs extrêmes. Les données sont représentées par les cercles vide et le losange rouge représente la moyenne.



**Figure 2.26** Visualisation graphique (Boîte à moustache) des réponses moyennes des différents niveaux de (a) la température, (b) la durée et (c) la méthode de refroidissement sur la taille de l'hystérésis. Chaque boîte à moustache montre la médiane (trait central) et quartiles (traits inférieur et supérieur). Les données sont représentées par les cercles vide et le losange rouge représente la moyenne.



**Figure 2.27** Visualisation graphique (Boîte à moustache) des réponses moyennes des différents niveaux de (a) la température, (b) la durée et (c) la méthode de refroidissement sur la réponse en rigidité durant la transformation directe. Chaque boîte à moustache montre la médiane (trait central) et quartiles (traits inférieur et supérieur) et les points noirs représentent les valeurs extrêmes. Les données sont représentées par les cercles vide et le losange rouge représente la moyenne.

Les figures 2.28a-c permettent de visualiser, à travers les tracés, les effets potentiels d'interaction d'ordre 2. Les interactions d'ordre supérieur (ordre 3) sont supposées négligeables. Nous pouvons supposer qu'il y a un effet d'interaction lorsque les profils ne sont pas parallèles. La seule interaction qui a un impact significatif sur la réponse du fil pendant le test de flexion est entre la température et la durée de maintien et ceci pour les réponses Y1 (couple à rotation maximale) et Y3 (la rigidité durant la transformation directe). Un traitement plus long à température élevée permet d'augmenter la flexibilité des fils avec un moment de flexion plus faible. En revanche, un traitement plus court à température élevée permet d'augmenter la rigidité durant la transformation directe (Abdelmomen et al., 2023).

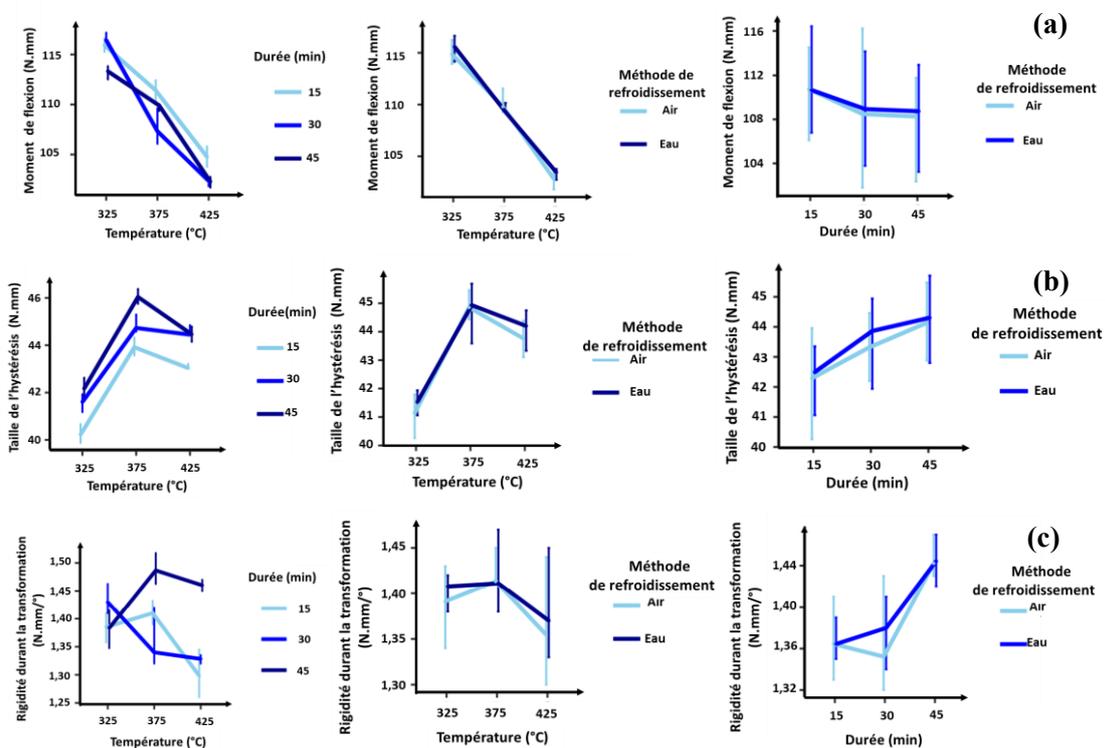


Figure 2.28 Graphiques d'interaction pour chaque paire de facteurs. Chaque point représente la moyenne de (a) couple à rotation maximale, (b) la taille de l'hystérésis, (c) la rigidité durant la transformation pour une combinaison de deux modalités. Les extrémités des lignes verticales représentent les quartiles 25% et 75%.

### 2.3.2 Analyse statistique

Les tableaux 2.5a-c montrent les valeurs de  $R^2$  et  $R^2$  ajusté pour les réponses Y1 (CRM), Y2 (HYST) et Y3 (RIG). Pour Y1 (couple à rotation maximale), la seule interaction du plan d'expérience est entre la température et la durée du temps de maintien. U1 (température en °C) est le facteur le plus influent pour Y1 (couple maximal en N.mm). Il explique plus de 85% de la variabilité de la réponse sans même tenir compte de l'effet d'interaction avec U2 (durée de

maintien en min). Ce  $R^2$  supérieur à 85 % montre que le modèle est efficace pour prédire la relation entre les facteurs contributifs et la réponse Y1. U2 a également un impact sur Y1 par effet d'interaction avec U1. Enfin, la méthode de la vitesse de refroidissement (U3) n'est pas un facteur critique pour Y1. Pour Y2 (taille d'hystérésis) : le simple effet de U1 est critique pour Y2 suivi du simple effet de U2. Plus de 71 % de la variabilité s'explique uniquement par l'effet de U1 et près de 18 % par le simple effet de U2. Les autres effets ne sont pas significatifs. Pour Y3 (rigidité durant la transformation martensitique), le modèle complet explique 62,5% de la variabilité pour Y3. L'effet le plus critique est l'effet d'interaction entre U1, U2 et U3. Il y a aussi un simple effet de U2. En analysant le  $R^2$  du modèle 4, nous pouvons voir que 57% de la variabilité provient des effets simples et d'interaction de U1 et U2. Le troisième facteur U3 n'est pas significatif.

**Tableau 2.5a Qualité des modèles sur Y1 (U1 = température, U2 = durée et U3 = méthode de refroidissement).**

Modèle	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> ajusté (%)
Modèle 1 (U1 * U2 * U3)	94.24	91.51
Modèle 2 (U1 * U2 + U1 * U3 + U2 * U3)	93.37	91.22
Modèle 3 (U1 + U2 + U3)	89.4	88.3
Modèle 4 (U1 * U2)	92.97	91.72
Modèle 5 (U1 * U3)	86.21	84.77
Modèle 6 (U2 * U3)	3.6	-6.44
Modèle 7 (U1)	85.86	85.3
Modèle 8 (U2)	3.47	-0.31
Modèle 9 (U3)	0.07	-1.85

**Tableau 2.5b Qualité des modèles sur Y2 (U1 = température, U2 = durée et U3 = méthode de refroidissement).**

Modèle	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> ajusté (%)
Modèle 1 (U1 * U2 * U3)	93.82	90.9
Modèle 2 (U1 * U2 + U1 * U3 + U2 * U3)	91.97	89.36
Modèle 3 (U1 + U2 + U3)	90	88.96
Modèle 4 (U1 * U2)	90.82	89.19
Modèle 5 (U1 * U3)	72.25	69.36
Modèle 6 (U2 * U3)	18.91	10.46
Modèle 7 (U1)	71.32	70.19
Modèle 8 (U2)	17.96	14.74
Modèle 9 (U3)	0.73	-1.18

**Tableau 2.5c Qualité des modèles sur Y3 (U1= température, U2 = durée et U3 = méthode de refroidissement).**

Modèle	R <sup>2</sup> (%)	R <sup>2</sup> ajusté (%)
Modèle 1 (U1 * U2 * U3)	62.5	44.8
Modèle 2 (U1 * U2 + U1 * U3 + U2 * U3)	58.05	44.42
Modèle 3 (U1 + U2 + U3)	30.1	22.81
Modèle 4 (U1 * U2)	56.68	48.98
Modèle 5 (U1 * U3)	8.12	-1.45
Modèle 6 (U2 * U3)	23.35	15.36
Modèle 7 (U1)	7.4	3.77
Modèle 8 (U2)	22.28	19.24
Modèle 9 (U3)	0.41	-1.5

### 2.3.3 Discussion et conclusion

Le plan d'expérience a montré que la flexibilité des fils NiTi était augmentée par le traitement thermique, et plus particulièrement par la température de traitement thermique. Ce dernier est considéré, dans les conditions d'étude, comme le paramètre le plus influent suivi de la durée du traitement thermique. Pour évaluer les propriétés de flexion des instruments endodontiques, la norme ISO 3630-1 a établi un test de flexion qui consiste à encastrier 3 mm de la pointe de chaque instrument dans un mandrin et à appliquer une déviation angulaire de 45° (Nematollahi et al., 2019 ; ISO3630-1-2019). Dans cette étude, le test de flexion pour les échantillons de NiTi a été réalisé conformément à cette norme en utilisant un nouveau dispositif de test de flexion-torsion (Xolin et al, 2020). Les courbes obtenues à partir de l'essai de flexion montrent des moments de flexion à des angles de rotation spécifiques, correspondant à deux domaines différents : le domaine élastique et le domaine superélastique, respectivement. La superélasticité de l'alliage NiTi est induite par la transformation martensitique à température constante. Le moment de flexion dans le domaine superélastique dépend de la limite d'élasticité requise pour induire la transformation martensitique comme prédit par la relation Clausius-Clapeyron (Yahata et al., 2009 ; Otsuka et al., 1998). Les faibles moments de flexion sont révélateurs de la grande flexibilité.

Dans le domaine élastique et superélastique, tous les groupes de fils traités thermiquement ont montré des valeurs de moment de flexion à rotation maximale inférieures à celles du groupe non traité thermiquement. Cela pourrait s'expliquer par le fait que le traitement thermique réduit les défauts cristallins dans la microstructure et donc que la transformation martensitique complète nécessite une contrainte plus faible en raison de l'augmentation de la mobilité des interfaces martensitiques (Yahata et al., 2009 ; Kuhn and Jordan, 2002). Dans le domaine élastique, une inflexion de la courbe se produit à 5° de rotation de flexion lors du chargement

et du déchargement. Cette réponse serait induite par la phase-R, une phase intermédiaire entre l'austénite et la martensite, qui entre en compétition avec l'élasticité de l'austénite (pas de martensite à ce stade). L'activation de cette phase-R induit une déformation supplémentaire très faible mais suffisante pour diminuer la rigidité (baisse de la pente). Elle se rencontre dans les alliages Ni-Ti écrouis à haute densité de dislocations, dans les alliages vieillis NiTi riches en nickel (précipitations  $Ti_3Ni_4$ ) ou dans certains alliages ternaires (Otsuka and Ren, 2005 ; Gonzalez et al., 2010). Zhang et Sehitoglu (2004) ont montré par des essais de traction que cette réponse est caractéristique de la phase-R du NiTi. Cependant, le module d'Young apparent plus faible des fils traités thermiquement dans ce domaine élastique peut être attribué à la présence d'un certain pourcentage de phase-R en plus de l'austénite. En effet, le module d'Young de la phase-R est inférieur à celui de l'austénite à température ambiante (Thompson, 2000). Cette transformation intermédiaire, même si elle a une influence sur la pente élastique apparente, n'a pas d'impact sur le moment maximal et donc sur la flexibilité globale de l'instrument.

Dans le domaine superélastique, les échantillons traités thermiquement à 425°C ont révélé des valeurs de moment de flexion à rotation maximale significativement inférieures à celles des échantillons traités thermiquement à 325°C et 375°C et des échantillons non traités. Ces derniers présentaient la valeur de moment de flexion à rotation maximale la plus élevée de tous les groupes. Les AMF NiTi quasi-équiatomiques contiennent trois phases microstructurales qui sont l'austénite, la martensite et la phase-R. Les proportions relatives et les caractéristiques de chaque phase déterminent les propriétés mécaniques de l'AMF (Shen et al, 2011,2013c ; Choi et al., 2016). Le NiTi superélastique conventionnel a une structure austénitique à température ambiante et en utilisation clinique. Cependant, lorsque les températures de transformation changent par traitement thermique du NiTi, de la martensite, une phase-R ou plus d'une phase peuvent être présentes à température ambiante (Choi et al., 2016). La phase-R apparaît d'abord lors du chargement de flexion. Elle induit une inflexion de la pente élastique apparente de l'austénite et a une faible influence sur la flexibilité globale de l'instrument. Cependant, la transformation martensitique se produit pour des niveaux de chargement plus élevés conduisant à une déformation de transformation beaucoup plus importante augmentant la flexibilité de l'instrument (Otsuka and Ren, 2005).

La forte corrélation trouvée dans la présente étude entre le moment de flexion à rotation maximale et la température de traitement thermique souligne que cette dernière est le paramètre le plus important affectant la flexibilité des fils NiTi. En outre, les échantillons traités à 30 minutes et 45 minutes ont montré une plus grande flexibilité que ceux traités à 15 minutes, mais

les échantillons traités à 30 minutes sont légèrement plus flexibles que ceux traités à 45 minutes. Ce résultat suggère que l'augmentation de la durée du traitement thermique conduit à la diminution de la charge de flexion du fil uniquement jusqu'à une certaine durée. Des observations similaires sont faites concernant la pente de transformation (rigidité durant la transformation directe). En effet, les échantillons traités thermiquement à 425°C présentent la pente la plus faible contrairement aux échantillons traités pendant 45 minutes ayant la pente la plus élevée. Ces résultats sont en accord avec les études précédentes, malgré les différences dans les conditions expérimentales (Yahata et al., 2009 ; Miyara et al., 2014). Yahata et al. (2009) ont comparé un groupe témoin à quatre autres groupes : traitement thermique à 440°C ou 500°C, et temps de traitement thermique de 10 ou 30 minutes. Ils ont observé que l'échantillon chauffé à 440°C pendant 30 min avait la valeur de moment de flexion à rotation maximale la plus faible, à la fois dans le domaine élastique (déflexion de 0,5 mm) et dans le domaine superélastique (déflexion de 2 mm) grâce à un test de flexion cantilever. Miyara et al. (2014) n'ont testé la flexibilité que dans le domaine superélastique (à 2 mm) et ont trouvé que celle-ci était augmentée avec un traitement thermique à 400°C, 450°C ou 500°C par rapport à un traitement thermique à 300°C ou au groupe témoin.

Lors d'un essai de flexion, une boucle d'hystérésis se forme en raison de la différence entre les plateaux de contrainte de chargement et de déchargement où l'énergie est dissipée. Cette hystérésis est associée à des effets de frottement interne aux interfaces entre les différentes phases (Pelton et al., 2000 ; Baigonakova et al., 2022). En endodontie, où la superélasticité est exploitée, les instruments avec une boucle d'hystérésis plus petite sont préférables (Romanò et al., 2022 ; Hamid et al., 2019 ; Tyc et al., 2020).

Dans notre étude, la taille de l'hystérésis est principalement influencée par la température de traitement thermique suivie de la durée de maintien. L'augmentation de la température de traitement thermique et de la durée augmentent la taille de l'hystérésis jusqu'à un certain point. Cette étude montre qu'un chauffage à 375°C ou un chauffage pendant 45 min conduit à l'hystérésis la plus importante. Bien que de nombreuses études portant sur l'effet du traitement thermique sur le comportement superélastique et l'effet de mémoire de forme aient été publiées, peu d'articles se concentrent sur l'influence du traitement thermique sur la taille de la boucle d'hystérésis et ainsi sur la quantité d'énergie dissipée pour les AMF en NiTi (Alves Bandeira et al., 2017). Alves Bandeira et al. (2017) ont évalué quantitativement comment le traitement thermique par vieillissement à différentes températures et durées pouvait modifier la boucle

d'hystérésis en régime superélastique des ressorts en Ni (50,7%)-Ti. L'étude a conclu que l'énergie dissipée par cycle augmentait avec le temps de vieillissement.

Enfin, tous les échantillons refroidis à l'eau et à l'air ont montré une réponse en flexion, une taille d'hystérésis et une rigidité similaire lors de la transformation martensitique. Ce résultat suggère que la méthode de refroidissement n'affecte que légèrement les propriétés de flexion des fils en NiTi. Grâce à un plan d'expérience factoriel complet, une interaction possible entre les paramètres a été recherchée et seul l'interaction température-durée avait un impact sur la réponse en flexion et la rigidité lors de la transformation martensitique. Cette interaction peut ne pas avoir d'impact sur la taille de l'hystérésis des fils testés.

Une analyse de régression a été effectuée pour estimer la relation entre les variables de contribution et de sortie afin d'évaluer la validité du modèle développé. Une valeur de  $R^2$  égale à 1 indique une efficacité de 100 % du modèle. Dans notre étude, le  $R^2$  est supérieur à 90 %, ce qui montre que le modèle est efficace pour prédire la relation entre les facteurs contributifs (température, durée de maintien et méthode de vitesse de refroidissement), la flexibilité et la taille de l'hystérésis. Cependant, le modèle est moins bon pour prédire la rigidité lors de la transformation avec un  $R^2$  inférieur à 65 %.

Les résultats du plan d'expérience ont permis d'identifier les facteurs les plus influents sur la réponse d'un fil en NiTi à savoir la température suivie de la durée ainsi que l'interaction température-durée. En se basant sur ces résultats, un plan d'expérience sur instrument (prototype) en NiTi avec une géométrie donnée sera présenté dans le chapitre suivant afin de (i) confirmer ou non les tendances et les observations retenues suite au plan d'expérience sur fil, (ii) mettre en évidence ou non de nouveaux facteurs et/ou interactions autres que les facteurs relatifs au traitement thermique (tels que la géométrie de l'instrument ou le procédé de fabrication des prototypes).

# Chapitre 3. Analyse expérimentale de l'effet du traitement thermique sur la réponse mécanique des instruments endodontiques en NiTi

Chapitre 3. Analyse expérimentale de l'effet du traitement thermique sur la réponse mécanique des instruments endodontiques en NiTi .....	98
3.1 Comparaison des réponses en flexion des prototypes et des instruments endodontiques du commerce traités thermiquement .....	99
3.1.1 Echantillons étudiés.....	99
3.1.2 Protocole expérimental .....	100
3.1.2.1 Traitement thermique .....	100
3.1.2.2 Test de flexion .....	100
3.1.3 Résultats expérimentaux.....	101
3.2 Etude de l'influence des paramètres du traitement thermique sur la réponse des instruments endodontiques en NiTi .....	104
3.2.1 Echantillon étudié.....	104
3.2.2 Protocole expérimental .....	104
3.2.2.1 Plan d'expérience.....	104
3.2.2.2 Traitement thermique .....	105
3.2.2.3 Test de flexion .....	106
3.2.3 Analyse statistique .....	106
3.2.4 Résultats expérimentaux issus du plan d'expérience .....	106
3.2.4.1 Analyse exploratoire.....	106
3.2.4.2 Analyse statistique .....	114
3.2.5 Discussion et conclusion.....	116

## Introduction

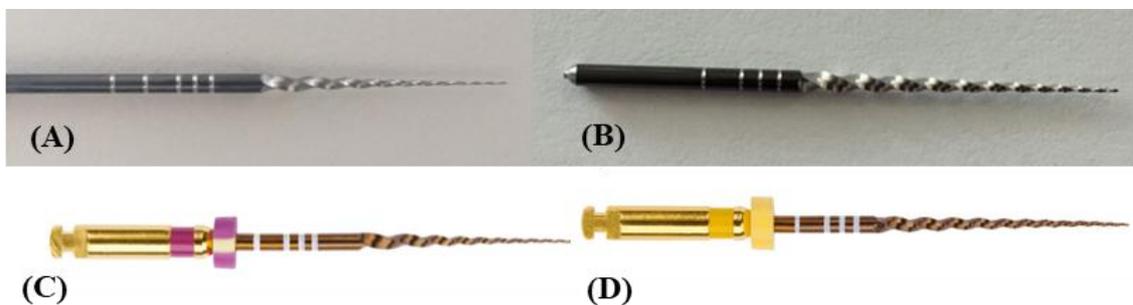
Après avoir validé le comportement du matériau lors du précédent plan d'expérience sur fil, un deuxième plan permettra de prendre en considération l'impact de la géométrie complexe d'un instrument endodontique ainsi que son procédé de fabrication. En effet, la flexibilité des instruments endodontiques NiTi est influencée non seulement par le traitement thermique mais également par ses paramètres géométriques et les étapes du procédé de fabrication (usinage,

polissage, traitement de surface, etc.) (Diemer and Calas 2004 ; Kim et al., 2009 ; Viana et al., 2010 ; Pereira et al., 2013). Partant de ce postulat, l'objectif de ce chapitre est de pouvoir étudier l'impact du traitement thermique sur des instruments endodontiques. La première partie de ce chapitre présentera les résultats d'essais en comparant des prototypes en NiTi à des instruments du commerce traités thermiquement lors de sollicitations de flexion. La deuxième partie détaillera le plan d'expérience appliqué sur un prototype en NiTi à géométrie fixe.

### 3.1 Comparaison des réponses en flexion des prototypes et des instruments endodontiques du commerce traités thermiquement

#### 3.1.1 Echantillons étudiés

Des prototypes en NiTi polycristallin, fournis par Coltène Micro-Mega, sont utilisés pour cette étude comparative. Ils sont composés d'une séquence de 6 instruments à géométrie différente ; 3 instruments (VSx, VS1 et VS2) permettent de préparer la partie coronaire du canal dentaire (*Shaping files*) et 3 instruments (VF1, VF2 et VF3) permettent de préparer la partie apicale (*Finishing files*). Les prototypes VS1 et VF1 ont été sélectionnés pour la réalisation des tests de flexion (**figure 3.1**). En effet, le VS1 et le VF1 sont les instruments qui subissent le plus de contraintes lors de leur utilisation dans le canal dentaire. Ils représentent donc des « *worst-case* », expliquant pourquoi nous avons choisi de les tester prioritairement. Les caractéristiques des prototypes sélectionnés sont décrites dans le **tableau 3.1**. Le VS1 et le VF1 sont testés et comparés à deux instruments du commerce traité thermiquement et présentant la même géométrie, le Protaper Gold® (Dentsply Tulsa Dental Specialties, Tulsa, OK, USA) S1 et F1 (PG-S1 et PG-F1), respectivement. Les différences entre le prototype et l'instrument du commerce résident dans le lot de matière première et le traitement thermique appliqué.



**Figure 3.1** Les échantillons testés. (A) le prototypes VS1, (B) le prototype VF1, (C) le ProTaper Gold S1 et (D) le ProTaper Gold F1.

**Tableau 3.1 Caractéristiques géométriques des prototypes sélectionnés.**

<b>Instrument</b>	<b>VS1</b>	<b>VF1</b>
<b>Conicité (%)</b>	2	7
<b>Diamètre à la pointe (mm)</b>	0,18	0,20
<b>Section de coupe</b>	Triangulaire	

Par convention et pour l'ensemble de notre travail, nous identifierons les limes endodontiques testées/fabriquées par leur couple diamètre de pointe (100e de millimètres) - conicité (%). Ainsi, une lime endodontique identifiée en 20-07 correspondra à une lime de diamètre de pointe 0,20 millimètres et de conicité 7%.

### **3.1.2 Protocole expérimental**

#### **3.1.2.1 Traitement thermique**

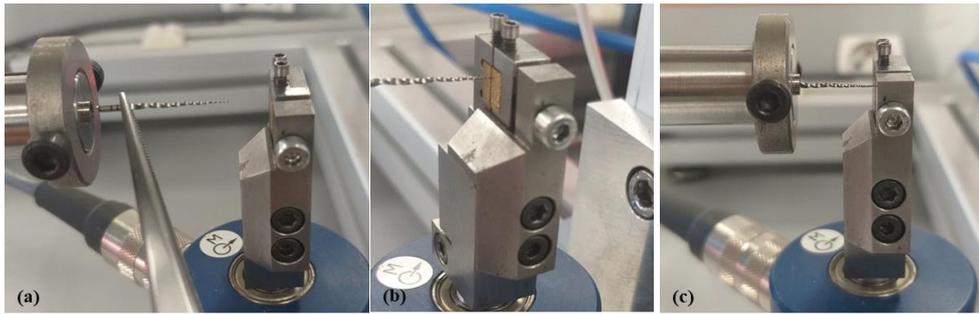
Les prototypes ont subi des traitements thermiques à différentes températures pendant 15 minutes et un refroidissement à l'air libre (**tableau 3.2**). Ces traitements thermiques ont été réalisés en utilisant le four Nabertherm en suivant le protocole utilisé pour les essais préliminaires décrits dans le chapitre 2.

**Tableau 3.2 Traitements thermiques appliqués aux prototypes.**

	<b>Instruments</b>	
	<b>VS1</b>	<b>VF1</b>
Température (°C)	300-375-400	
Durée (min)	15	
Refroidissement	Air	

#### **3.1.2.2 Test de flexion**

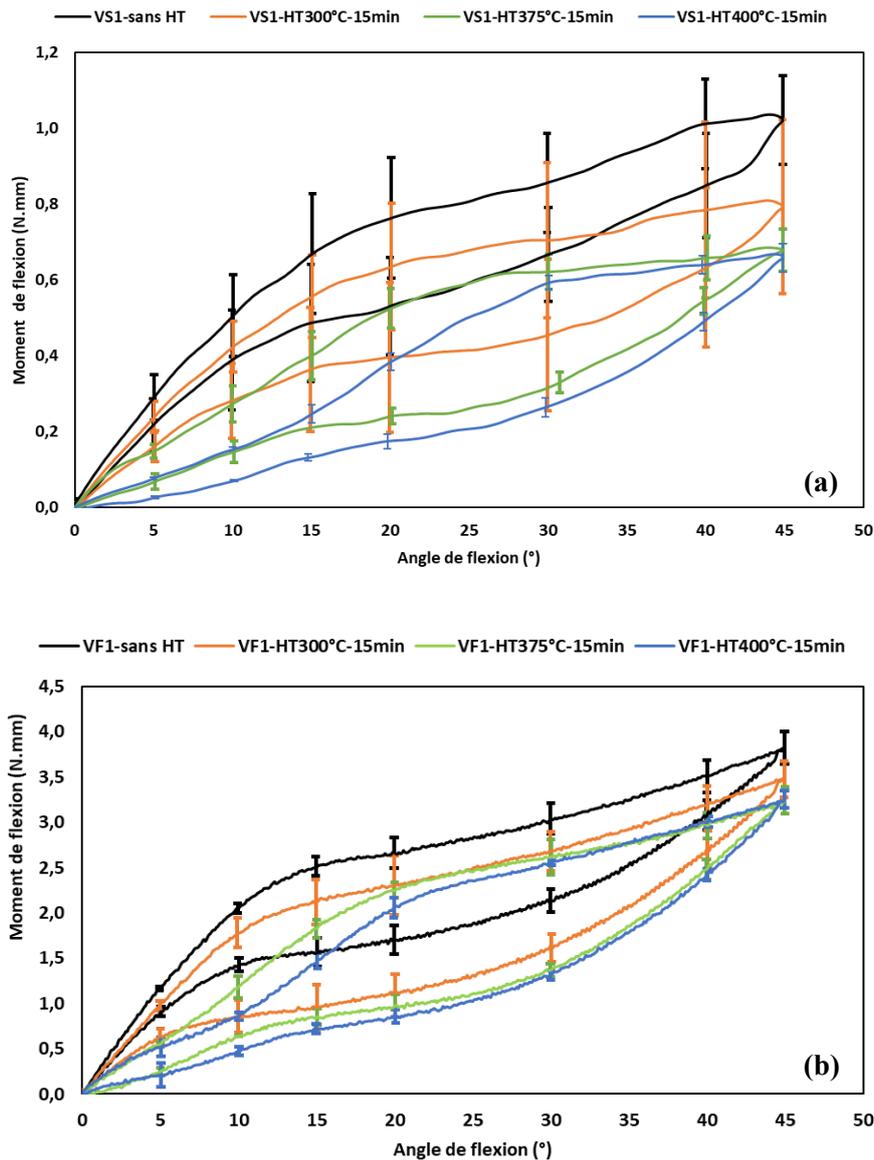
L'analyse de la réponse en flexion des prototypes et de l'instrument du commerce a été réalisée en utilisant le même banc d'essai de flexion-torsion et le protocole opératoire décrits dans le chapitre 2. Les manches des instruments du commerce ont été coupés afin de permettre l'insertion de la tige de l'instrument dans le mandrin du banc d'essai (**figure 3.2**). Pour chaque type d'instrument, trois essais étaient réalisés afin de vérifier la reproductibilité des résultats.



**Figure 3.2** Mise en place de l'échantillon à tester sur le banc d'essai de flexion-torsion : (a) Serrage de la tige de la lime, (b) Serrage de la pointe de la lime à 3mm entre les mors en laiton, (c) lime fixée entre les deux mors.

### 3.1.3 Résultats expérimentaux

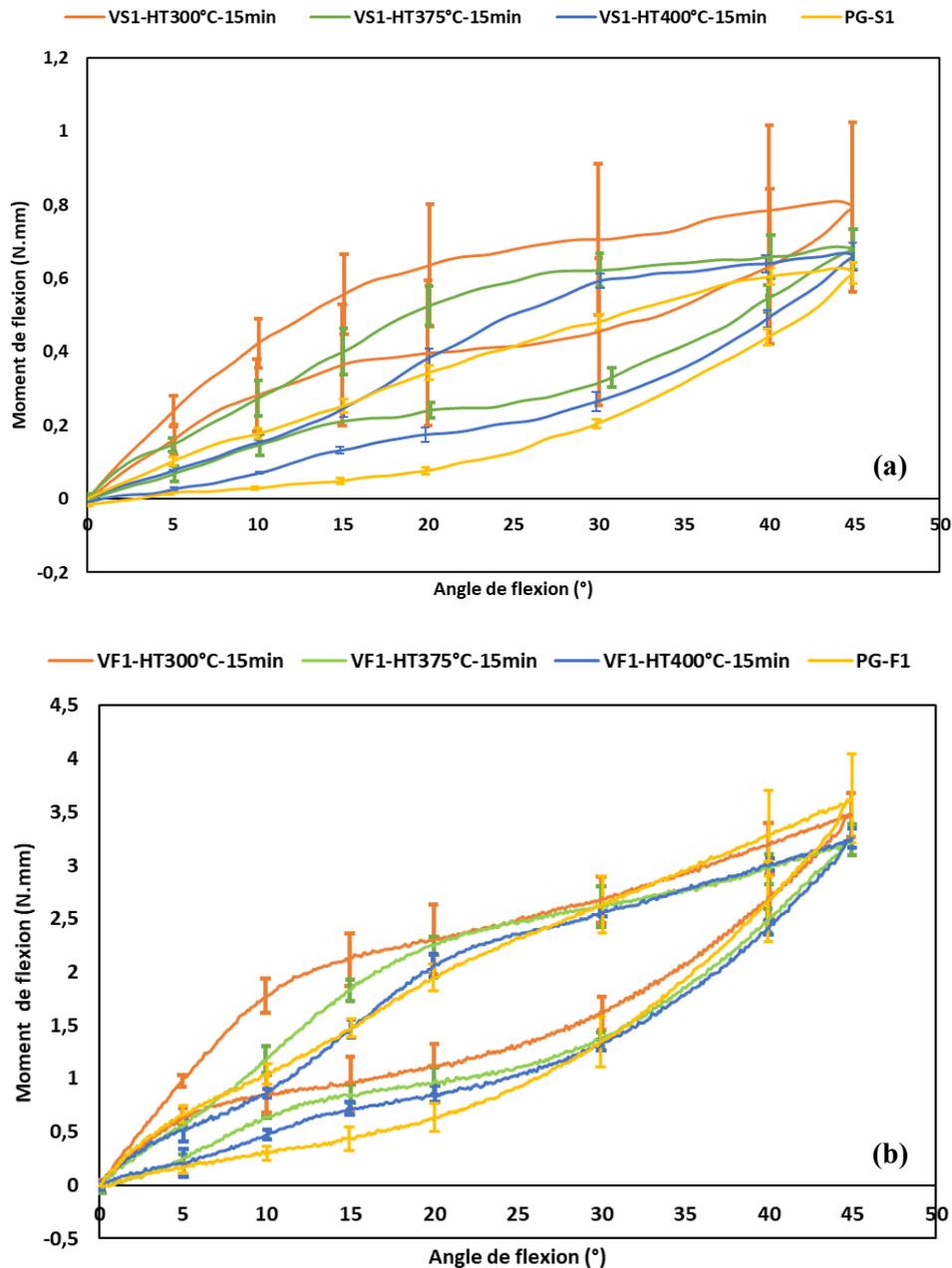
Les **figures 3.3** et **3.4** montrent les réponses moyennes +/- écarts-types des prototypes et de l'instrument de commerce soumis à des chargements de flexion. Le prototype non traité thermiquement montre une réponse superélastique à température ambiante (**figure 3.3**). Une augmentation de la flexibilité est observée sur les prototypes traités thermiquement par réduction du couple à rotation maximale. Cette augmentation est proportionnelle à la température de chauffe. La courbe moment de flexion-angle de rotation, permet de retrouver le comportement élastique linéaire de l'austénite pour les prototypes traités à 300°C alors qu'elle montre, pour les prototypes traités à 375°C et 400°C, une inflexion à environ 5° de rotation lors de la charge et la décharge (**figure 3.3**) Enfin, l'écart type est relativement important (d'une valeur de 0,2 N.mm) pour le prototype non traité et celui traité à 300°C.



**Figure 3.3 Réponse moyenne en flexion simple des prototypes (a) VS1 et (b) VF1 traités thermiquement. La courbe noire correspond au prototype non traité thermiquement.**

La comparaison avec le ProTaper Gold permet de montrer que le PG-S1 est plus flexible que tous les prototypes traités thermiquement avec un moment de flexion maximal plus faible (**figure 3.4**). Le PG-S1 montre aussi une inflexion au début de la charge et à la fin de la décharge en flexion. Cependant, le PG-F1 présente une flexibilité similaire (moment de flexion similaire) au prototype traité à 300°C bien que la réponse globale soit plus proche de celles des prototypes traités à 375°C et 400°C. La différence constatée dans la réponse des prototypes et le PG peut être expliquée par une qualité de matière première différente et un éventuel traitement thermique appliqué inconnu (secret industriel). Les seules informations trouvées dans la littérature concernant le traitement thermique potentiellement appliqué sur le PG indiquent qu'il s'agit d'un traitement complexe de chauffage-refroidissement appliqué après usinage avec une

température de chauffe entre 370°C et 510°C et une période variable de temps de chauffe (généralement 10 à 60 min, selon le diamètre et la conicité de la lime) (Uygun et al., 2016 ; Sonntag et al., 2017 ; Tabassum et al., 2019). Les limes du PG présentent une réponse induite par une transformation de phase en deux étapes impliquant la formation de la phase-R en plus de la martensite et une haute température de transformation  $A_f$  estimée autour de 50°C (Hieawy et al., 2015 ; Tabassum et al., 2019 ; Silva et al., 2020).



**Figure 3.4** Comparaison de la réponse moyenne en flexion simple des prototypes traités thermiquement pendant 15 minutes et le Protaper Gold. (a) VS1 versus PG-S1 ; (b) VF1 versus PG-F1.

## 3.2 Etude de l'influence des paramètres du traitement thermique sur la réponse des instruments endodontiques en NiTi

### 3.2.1 Echantillon étudié

Les prototypes d'instruments endodontiques utilisés dans cette étude sont fournis par Coltène Micro-Mega. Le prototype est fabriqué à partir d'un fil en NiTi FWM de 1 mm de diamètre et reprend une section de coupe triangulaire de type HeroShaper<sup>®</sup> avec une longueur de pas de 1 mm, une conicité de 6% et un diamètre de 0,25mm (**figure 3.5**). Aucun traitement de surface n'a été appliqué à l'exception d'un brossage, une étape post-usinage, qui permet d'éliminer les bavures formées lors de l'usinage des prototypes.



Figure 3.5 Prototype en NiTi 25.06.

### 3.2.2 Protocole expérimental

#### 3.2.2.1 Plan d'expérience

- *Objectifs de l'étude*

Les résultats du plan d'expérience présentés dans le chapitre 2 (paragraphe 2.4) ont montré l'effet des paramètres de traitement thermique pour un fil à section circulaire constante. L'étape suivante consistait à (i) vérifier ces conclusions en testant des instruments à géométrie fixe, (ii) maximiser la flexibilité des instruments et par conséquent minimiser le couple à rotation maximale en déterminant la combinaison de température et de durée la plus adaptée.

- *Détermination des facteurs et des niveaux de facteurs*

Les résultats du plan d'expérience sur fil ont permis de déterminer les facteurs influents la flexibilité des fils en NiTi et de choisir les facteurs et les niveaux de ce nouveau plan en apportant quelques modifications (**tableau 3.3**) :

- Conservation de 2 facteurs : température et durée. Le refroidissement sera effectué à l'eau (dans un but de gain de temps lors des essais) ;
- Conservation d'une seule interaction température-durée ;
- Ajout de 2 niveaux pour les 2 facteurs retenus.

**Tableau 3.3 Facteurs et niveaux retenus pour le plan d'expérience.**

Facteurs	Niveaux				
	A (1)	B (2)	C (3)	D (4)	E (5)
Température (U1) en C°	325	350	375	400	425
Durée (U2) en min	5	15	30	45	60
Refroidissement	Eau				

- *Construction du plan d'expérience*

Un plan d'expérience factoriel complet composé de 25 essais expérimentaux (utilisant toutes les combinaisons de facteurs et de niveaux) a été utilisé. Chaque essai est réalisé quatre fois impliquant quatre instruments neufs et identiques.

### 3.2.2.2 Traitement thermique

Les traitements thermiques appliqués sur instruments ont été réalisés en utilisant le four Nabertherm selon le protocole décrits dans le chapitre 2 (paragraphe 2.3.5). Les traitements thermiques appliqués pour ce plan d'expérience sont décrits dans le **tableau 3.4**.

**Tableau 3.4 Table orthogonale sélectionnée pour le plan d'expérience.**

N°	U1[°C]	U2[min]	U3
1	325	5	Eau
2	325	15	Eau
3	325	30	Eau
4	325	45	Eau
5	325	60	Eau
6	350	5	Eau
7	350	15	Eau
8	350	30	Eau
9	350	45	Eau
10	350	60	Eau
11	375	5	Eau
12	375	15	Eau
13	375	30	Eau
14	375	45	Eau
15	375	60	Eau
16	400	5	Eau
17	400	15	Eau
18	400	30	Eau
19	400	45	Eau
20	400	60	Eau
21	425	5	Eau
22	425	15	Eau
23	425	30	Eau
24	425	45	Eau
25	425	60	Eau

### 3.2.2.3 Test de flexion

Le même banc d'essai de flexion-torsion et protocole opératoire utilisés pour les précédents essais de flexion décrits dans le chapitre 2 de cette thèse ont été utilisés pour analyser la réponse en flexion des prototypes. Pour chaque essai, quatre répétitions étaient réalisées afin de vérifier la reproductibilité des résultats.

### 3.2.3 Analyse statistique

Pour l'analyse statistique, un modèle de surface de réponse de 2<sup>e</sup> ordre est implémenté afin de caractériser un optimum, en l'occurrence un maximum de flexibilité et par conséquent un minimum de couple à rotation maximale. La structure du modèle de surface de réponse est décrite comme suit :

$$Y \sim \beta_0 + \beta_1 * U_1 + \beta_2 * U_2 + \beta_{11} * U_1^2 + \beta_{22} * U_2^2 + \beta_{12} * U_1 * U_2 + \varepsilon$$

Avec :

-Y : la variable de réponse étudiée Y ;

- $\beta_0$  : la valeur de la réponse moyenne ;

- $\beta_i$  : effet additif du i<sup>e</sup> facteur ;

- $\beta_{ii}$  : effet quadratique du i<sup>e</sup> facteur ;

- $\beta_{ij}$  : effet d'interaction des i<sup>e</sup> et j<sup>e</sup> facteurs sur la réponse étudiée ;

-  $\varepsilon \sim N(0, \sigma^2)$  : résidu de modélisation décrit par une variable aléatoire.

La méthode utilisée pour ajuster le modèle est la méthode des moindres carrés ordinaires (*ordinary least squares* - OLS). L'estimation par OLS est fixée au point où la somme des carrés des différences entre la variable de réponse observée et celles prédites par la fonction des variables explicatives est minimisée.

### 3.2.4 Résultats expérimentaux issus du plan d'expérience

#### 3.2.4.1 Analyse exploratoire

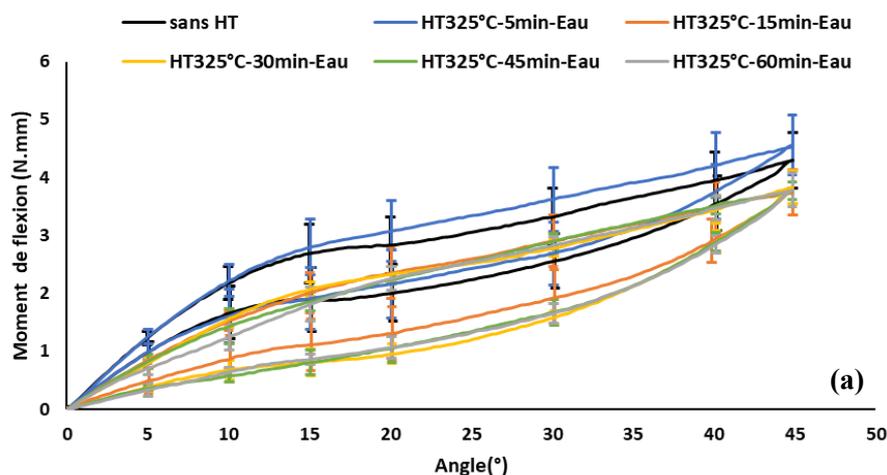
Les **figures 3.6a-e** présentent les réponses moyennes +/- écarts-types des prototypes traités thermiquement pour un chargement de flexion simple. La courbe moment de flexion-angle de rotation montre à son début, pour le prototype non traité thermiquement, une relation linéaire correspondant au comportement élastique de l'AMF à l'état austénitique. Cependant, le

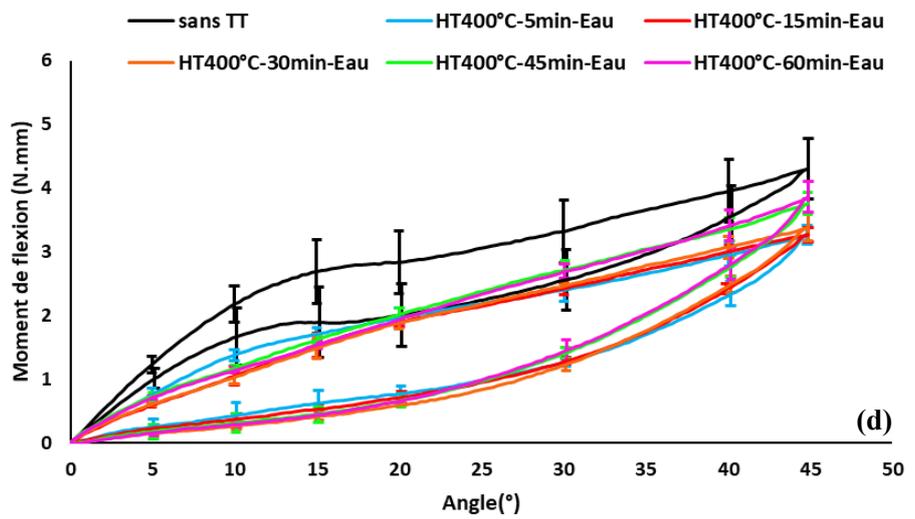
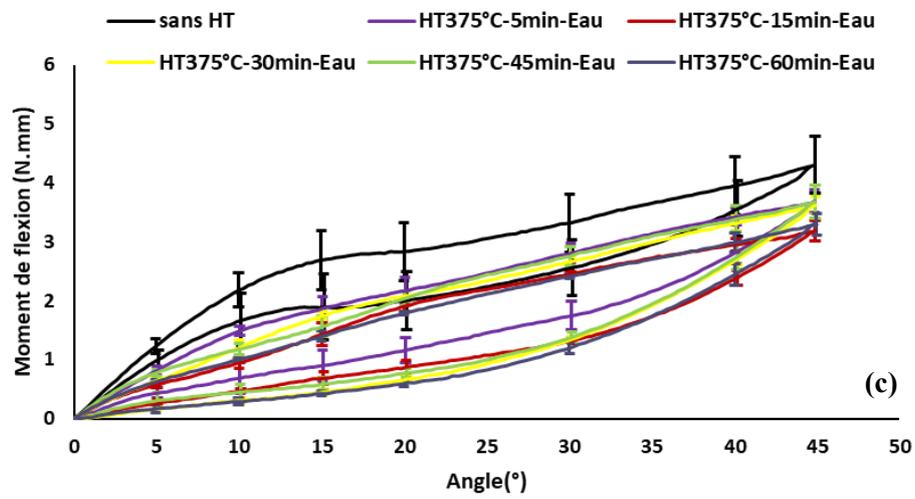
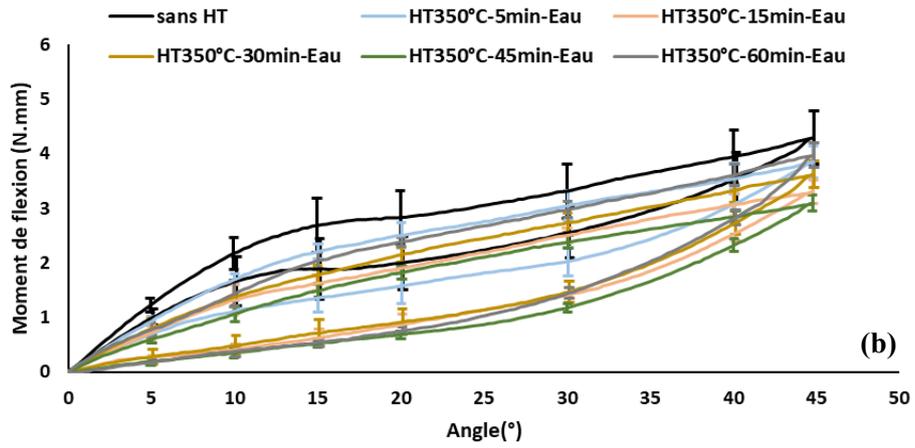
comportement des prototypes traités thermiquement est différent du prototype non traité avec une pente plus faible signalant une transformation martensitique plus précoce avec le passage probable par une phase-R intermédiaire. Les prototypes traités thermiquement montrent aussi une flexibilité supérieure lors de la transformation directe durant la charge et jusqu'à la fin de transformation inverse en décharge avec des valeurs de moment de flexion à rotation maximale plus faibles que le prototype non traité et une hystérésis plus large. A l'exception du prototype traité à 325°C pendant 5 minutes où le couple à rotation maximale est plus élevé que celui du prototype non traité (**figure 3.6a**). Cependant, le déchargement élastique de tous les prototypes testés se produit sans déformation plastique résiduelle.

Concernant les résultats à température de chauffe donnée :

- pour un traitement thermique à 325°C, l'augmentation de la durée du traitement thermique n'a pas augmentée davantage la flexibilité des échantillons. En effet, à l'exception du traitement pendant 5 minutes où l'échantillon montre une plus grande rigidité que le prototype non traité thermiquement, les prototypes traités pendant 15, 30, 45 et 60 minutes montrent des valeurs de couple à rotation maximale similaires ;
- pour les traitements thermiques à 350°C, 375°C, 400°C et 425°C, la flexibilité de tous les prototypes traités thermiquement est augmentée. Cependant, l'effet de la durée de traitement thermique sur la flexibilité est plutôt variable (**figure 3.7**).

D'une façon générale, l'effet simple de la durée du traitement thermique (toutes températures confondues), présenté à travers la **figure 3.8** montre un effet variable de la durée avec un maximum de flexibilité pour un traitement thermique d'une durée de 15 minutes et un minimum de flexibilité pour un traitement thermique d'une durée de 5 minutes.





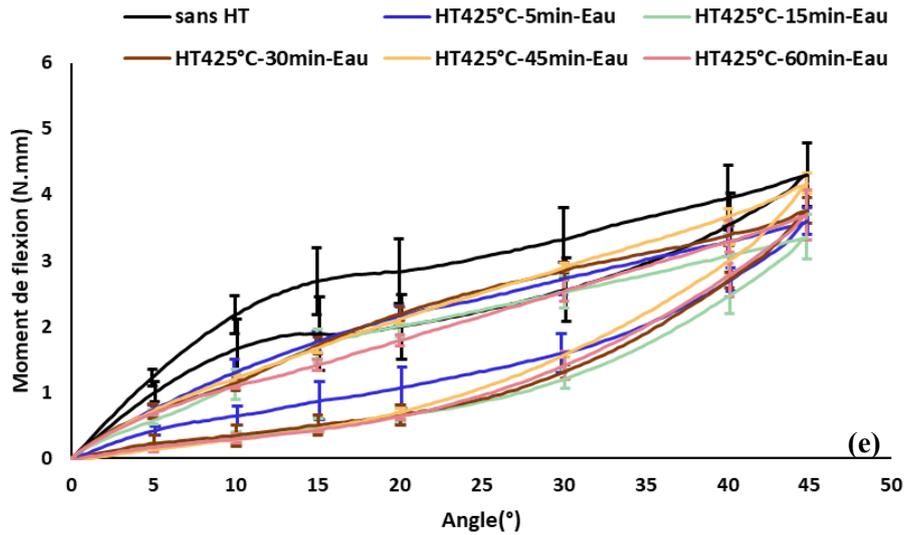


Figure 3.6 Réponses moyennes des prototypes traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison, pour chaque température de chauffe, différentes durées de traitement thermique (a) à 325°C, (b) à 350°C, (c) à 375°C, (d) à 400°C et (e) à 425°C. La courbe en noir correspond au fil non traité thermiquement.

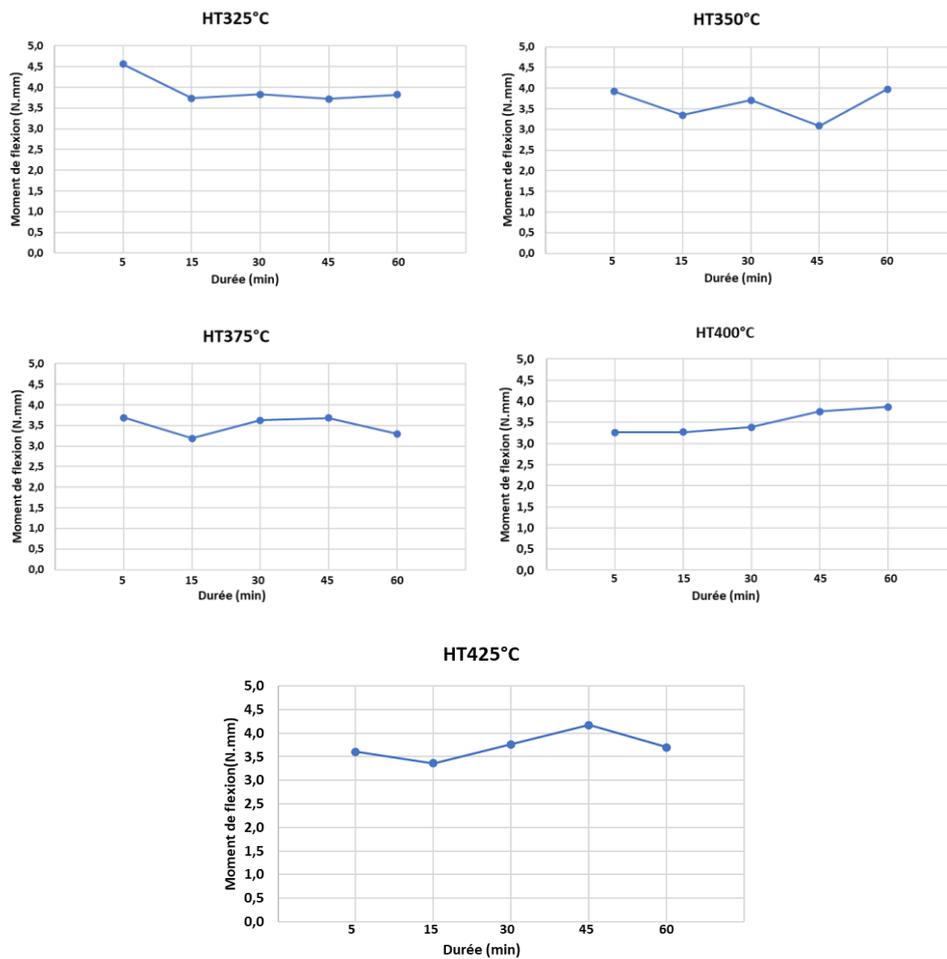
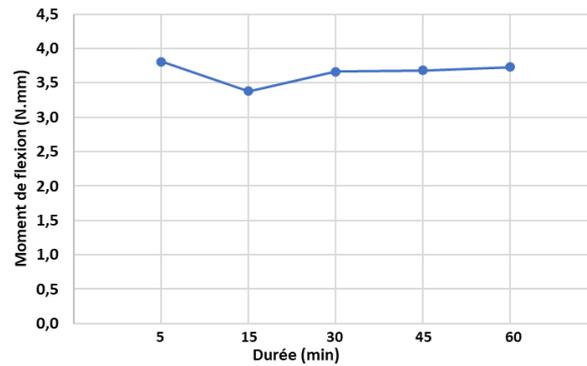


Figure 3.7 Effet simple de la durée de traitement thermique pour une température donnée.

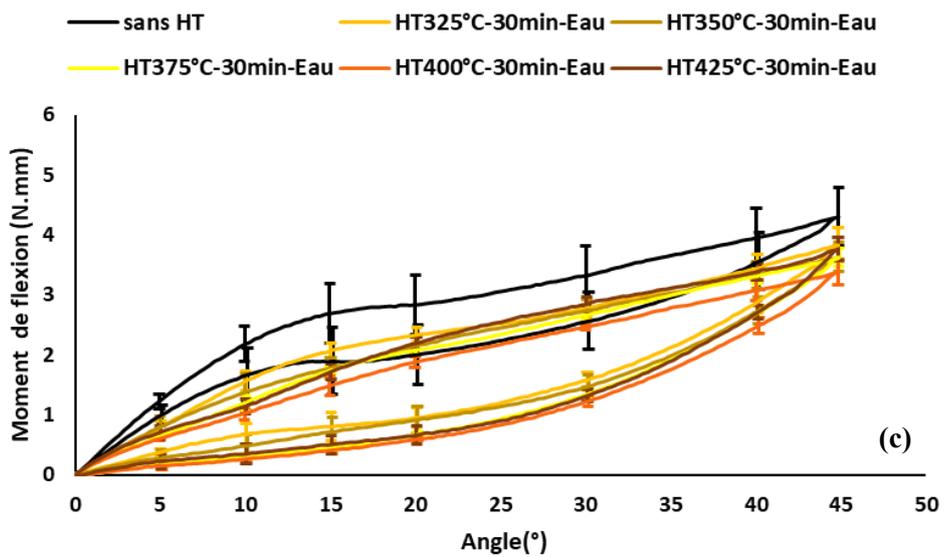
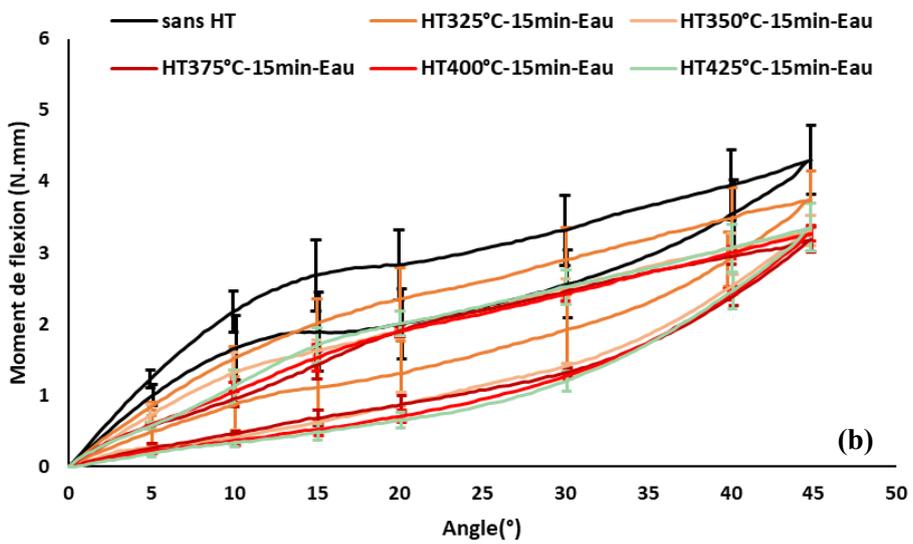
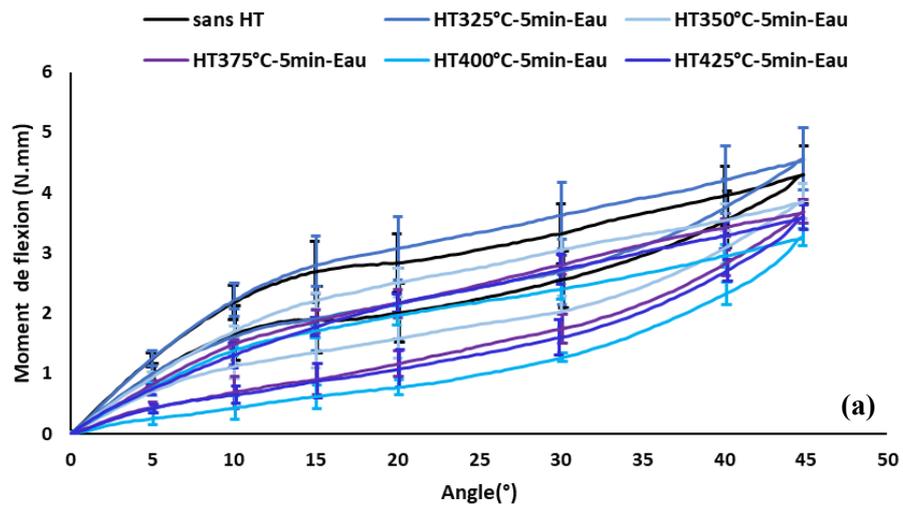


**Figure 3.8 Effet simple global de la durée de traitement thermique.**

Concernant les résultats à durée de traitement thermique donnée (**figure 3.9 et 3.10**),

- pour un traitement thermique pendant 5 minutes, la flexibilité augmente, de façon linéaire, avec l'augmentation de la température de chauffe jusqu'à une certaine température (400°C) pour rediminuer à un traitement à 425°C où le couple à rotation maximale ré-augmente ;
- pour un traitement thermique pendant 15 minutes, la flexibilité augmente jusqu'à un traitement à 375°C, reste légèrement stable entre 375°C et 400°C puis rediminue à un traitement à 425°C ;
- pour un traitement thermique pendant 30 minutes, la flexibilité augmente légèrement, de façon linéaire, avec l'augmentation de la température de chauffe jusqu'à une certaine température (400°C) pour rediminuer à un traitement à 425°C où le couple à rotation maximale ré-augmente ;
- pour un traitement thermique pendant 45 minutes, la flexibilité est meilleure pour un traitement à 350°C. A partir de cette dernière, le couple à rotation maximale ré-augmente réduisant la flexibilité des instruments ;
- pour un traitement thermique pendant 60 minutes, la flexibilité est meilleure pour un traitement à 375°C ;

D'une façon générale, l'effet simple de la température de chauffe (toutes durées confondues) présenté à travers la **figure 3.11** est plutôt parabolique avec un maximum de flexibilité pour un traitement thermique à 375 et 400°C et un minimum de flexibilité pour un traitement à 325°C.



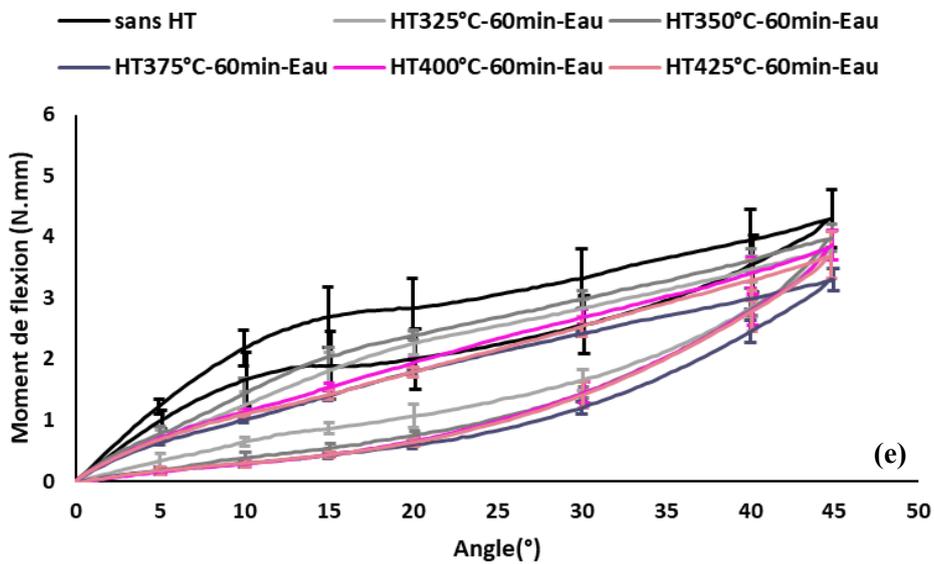
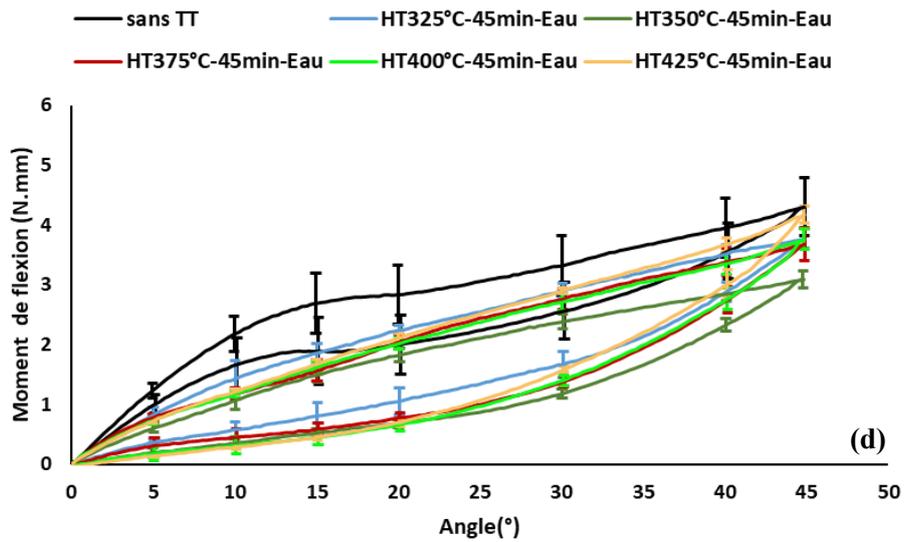
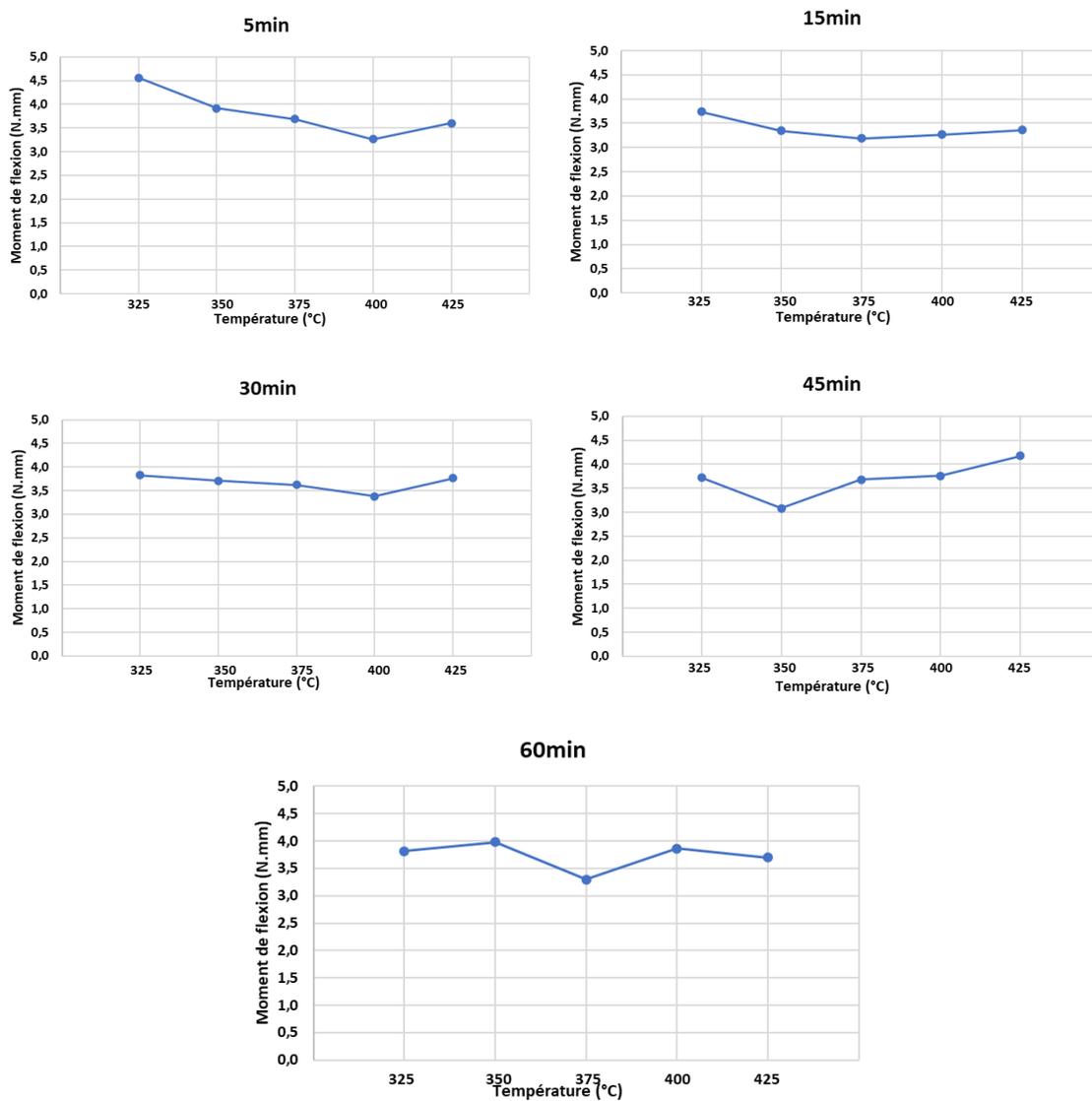
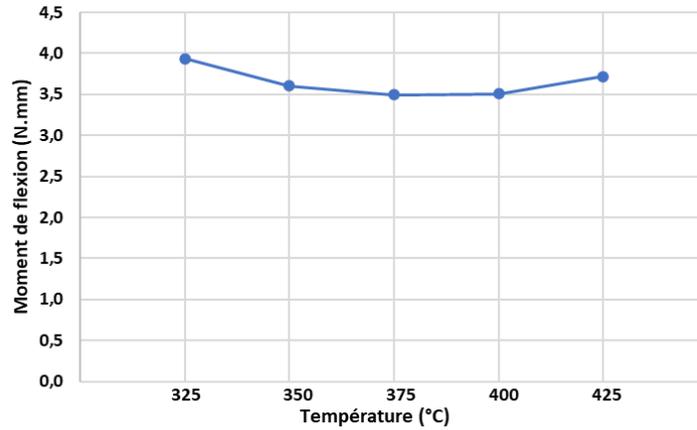


Figure 3.9 Réponses moyennes des prototypes traités thermiquement et soumis à des chargements de flexion. Comparaison, pour chaque durée de traitement thermique, des températures de chauffe différentes (a) pendant 5 min (b) 15 min, (c) 30 min, (d) 45 min et (e) 60 min. La courbe en noir correspond au fil non traité thermiquement.

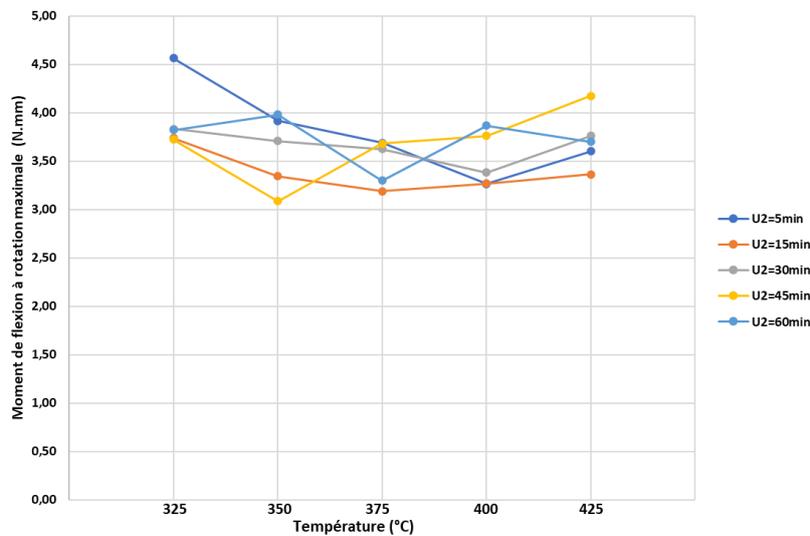


**Figure 3.10 Effet simple de la température de chauffe pour une durée donnée.**



**Figure 3.11 Effet simple global de la température de chauffe.**

La **figure 3.12** visualise les effets potentiels d'interaction d'ordre 2. Les interactions d'ordre supérieur (ordre 3) sont considérées comme négligeables. La seule interaction étudiée sur la réponse du prototype pendant le test de flexion est entre la température et la durée de maintien. Un effet d'interaction est supposé lorsque les profils ne sont pas parallèles.



**Figure 3.12 Graphique d'interaction température-durée de traitement thermique. U2= durée de traitement thermique.**

### 3.2.4.2 Analyse statistique

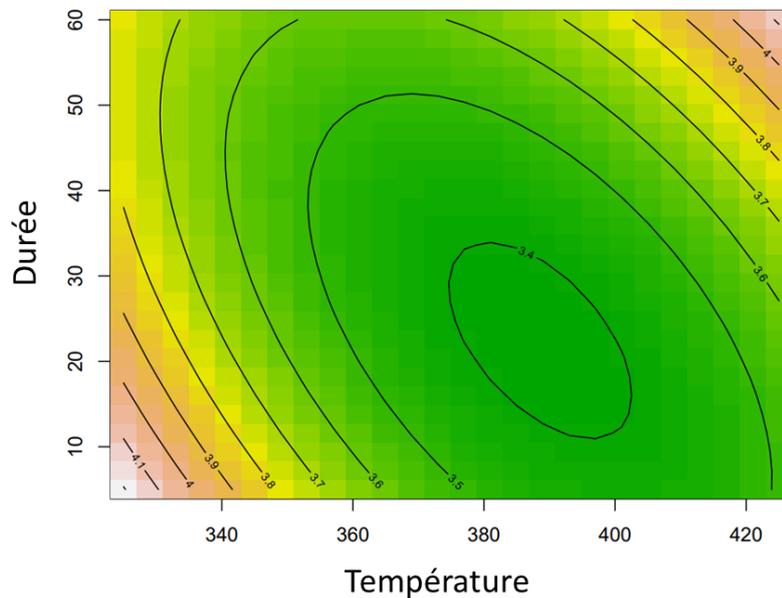
L'estimation des coefficients du modèle est présentée dans le **tableau 3.5**. Le coefficient de détermination  $R^2$  du modèle est de 32,17%.

**Tableau 3.5 Estimation des coefficients du modèle pour Y1.**

	Estimation	Écart-type
$\beta_0$	25,8556	4,4469
$\beta_1$	-0,1109	0,0237
$\beta_2$	-0,0821	0,0190
$\beta_{11}$	0,0002	0,0000
$\beta_{22}$	0,0001	0,0000
$\beta_{12}$	0,0002	0,0001

La **figure 3.13** présente le modèle de réponse de surface avec l'ensemble des niveaux de valeurs Y. Le modèle de réponse de surface dans une perspective 3D, avec les valeurs de Y comme troisième dimension, est présenté dans la **figure 3.14**.

L'objectif principal de cette étude est de trouver les valeurs de U1 (température) et U2 (durée de traitement thermique) qui minimisent la variable de réponse Y (couple à rotation maximale). La prédiction minimale pour Y1 est 3,381034 N.mm, obtenue pour U1 = 388,55°C et U2 = 22,4 min. L'intervalle de prédiction de cette formulation à 95% est : [2,714954 ; 4,047115].



**Figure 3.13 Surface de réponse de Y avec l'ensemble des niveaux.**

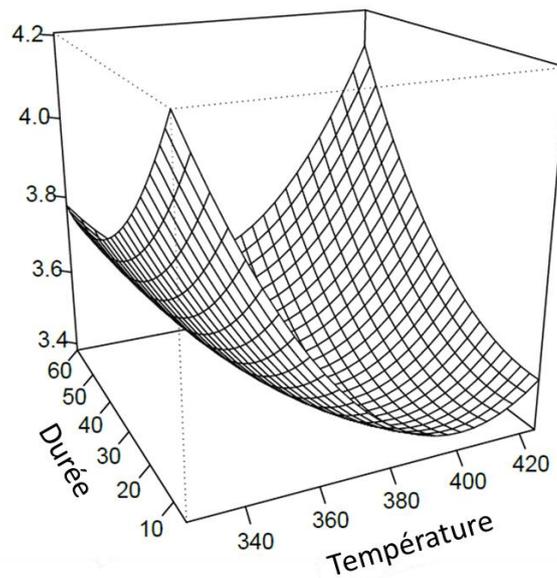


Figure 3.14 Surface de réponse de Y dans une perspective 3D.

### 3.2.5 Discussion et conclusion

Le présent plan d'expérience est appliqué sur un instrument à géométrie fixe afin de prendre en considération le paramètre géométrique de l'échantillon testé. Ce plan d'expérience a montré que la flexibilité des instruments NiTi était augmentée par le traitement thermique. Les courbes obtenues à partir de l'essai de flexion montrent que dans le domaine élastique et superélastique, tous les groupes d'instruments traités thermiquement, à l'exception de l'échantillon traité à 325°C pendant 5 minutes, ont présenté des valeurs de moment de flexion à rotation maximale inférieures à celles du groupe non traité thermiquement (**figures 3.6 et 3.9**). L'instrument traité à 325°C pendant 5 minutes montre une plus grande rigidité que le prototype non traité thermiquement. Ceci peut être expliqué par (i) la faible durée de traitement thermique associée à la faible température responsable de la rigidité de l'échantillon ainsi que (ii) l'écart-type noté. Les instruments traités pendant 5 minutes (toute température confondue) montrent un comportement différent des autres groupes d'instruments traités thermiquement. En effet, ils présentent, dans le domaine élastique, une relation linéaire correspondant au comportement élastique de l'AMF à l'état austénitique. Les autres instruments traités thermiquement présentent plutôt une inflexion à environ 5° à 10° de rotation lors du chargement et déchargement qui correspond à la présence de la phase-R. L'analyse statistique montre qu'une flexibilité maximale est obtenue pour une combinaison température-durée où  $U1 = 388,55^{\circ}\text{C}$

et  $U_2 = 22,4$  minutes. Ceci est en corrélation avec l'analyse exploratoire qui a relevé un traitement à  $400^{\circ}\text{C}$  et/ou pendant 15 minutes. La faible valeur du coefficient de détermination  $R^2$  est due à une faible reproductibilité de la flexibilité (réponse Y) pour chaque point testé et peut être causée par deux potentiels facteurs : (i) la géométrie de l'échantillon (fil *versus* instrument) et (ii) le système de fixation de l'échantillon (mors de pointe du banc d'essai).

Dans la continuité des essais effectués et afin de mieux appréhender l'effet du traitement thermique sur les performances des instruments dans des conditions plus proche de leur utilisation clinique, des essais de pénétration-retrait seront présentés dans le chapitre suivant. Ces essais simulent ces conditions en mettant en rotation continue les prototypes traités thermiquement.

# **Chapitre 4. Analyse expérimentale de la performance en Pénétration-Retrait des instruments endodontiques traités thermiquement**

<b>Chapitre 4. Analyse expérimentale de la performance en Pénétration-Retrait des instruments endodontiques traités thermiquement</b> .....	118
<b>4.1 Matériels et méthodes</b> .....	119
4.1.1 Echantillons étudiés.....	119
4.1.2 Traitements thermiques.....	119
4.1.3 Protocole de P/R en rotation continue .....	119
4.1.4 Protocole de déviation de trajectoire .....	125
4.1.5 Analyses statistiques.....	129
<b>4.2 Résultats expérimentaux</b> .....	129
4.2.1 Observation au profilomètre .....	129
4.2.2 Analyse en P/R.....	131
4.2.3 Analyse de la déviation de trajectoire.....	145
<b>4.3 Discussion et perspectives</b> .....	151

## **Introduction**

Après évaluation de la réponse mécanique des instruments endodontiques traités thermiquement, l'analyse de la tenue en service de ces derniers, à travers des essais de pénétration-retrait (P/R), est l'objectif de ce chapitre. Lorsque les instruments NiTi entrent en contact avec la paroi dentinaire pour couper la dentine radiculaire pendant la mise en forme canalaire, des contraintes peuvent être générées à l'intérieur de l'instrument et une force réactive peut également être générée vers la dentine radiculaire (Kwak et al., 2019). De nombreuses études ont montré que le traitement thermique, en plus des caractéristiques géométriques, influence les performances cliniques des instruments endodontiques (Almeida 2015 ; Jamleh et al., 2018 ; Gambarini et al., 2019 ; Kwak et al., 2019 ; Peters et al., 2020 ; Maki et al., 2020 ; Thu et al., 2021 ; Jamleh, 2022). Ce travail a soumis des prototypes traités thermiquement à un protocole de P/R simulant les conditions cliniques d'une mise en forme en rotation continue.

L'objectif de ces tests est d'évaluer l'effet de chaque paramètre du traitement thermique sur les critères de performances et de sécurité instrumentale, plus particulièrement sur l'efficacité de coupe instrumentale et le respect de la trajectoire canalaire.

## 4.1 Matériels et méthodes

### 4.1.1 Echantillons étudiés

Les prototypes d'instruments endodontiques utilisés dans cette étude sont ceux décrits dans le chapitre 3 (paragraphe 3.3.1). Avant d'entamer l'étude, chaque instrument a été inspecté visuellement sous un profilomètre (Micro-Vu Sol 161, Windsor, Californie, États-Unis) piloté par le logiciel CALC pour vérifier (i) tout défaut ou déformation et (ii) la reproductibilité des conicités et diamètre à la pointe de l'ensemble des prototypes utilisés pour cette étude (**figure 4.1**). Chaque cliché obtenu est analysé sur PowerPoint afin de relever les mesures de conicité et diamètre à la pointe. Ces mesures pourront expliquer une dispersion des résultats en P/R.



**Figure 4.1** Profilomètre Micro-Vu SOL™ 161 (Micro-Vu, Windsor, California, USA).

### 4.1.2 Traitements thermiques

Les traitements thermiques appliqués sur instruments ont été réalisés en utilisant le four Nabertherm ainsi que le protocole décrits dans le chapitre 2 (paragraphe 2.3.5). Les traitements thermiques appliquées sont ceux du plan d'expérience sur prototype et décrits dans le chapitre 3 (paragraphe 3.2.2.2). Un total de 75 prototypes sera traité thermiquement.

### 4.1.3 Protocole de P/R en rotation continue

Les essais de P/R permettent de simuler les conditions d'utilisation clinique des instruments endodontiques. Le protocole de P/R en rotation continue a été élaboré au sein du LEM3 pour fonctionner sur une machine de traction (Zwick/Roell® - cellule de force 50 N, Ulm, Germany) pilotée à l'aide du logiciel testXpert® II (Zwick/Roell®) (**figure 4.2**) (Vincent, 2017). Il correspond à un essai libre de P/R faisant intervenir 25 cycles successifs de charge/décharge,

divisés en 9 groupes de cycles, permettant la descente et le travail de l'instrument endodontique testé dans un bloc en résine courbé (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland). Un retrait instrumental complet est réalisé entre chaque groupe de cycle permettant (i) une irrigation canalaire pour éliminer les débris et (ii) une vérification du maintien de la perméabilité apicale (Vincent, 2017). Ce protocole a été établi afin de s'adapter à la longueur canalaire des blocs utilisés et de respecter au mieux la réalité clinique tout en étant reproductible, il fait apparaître trois groupes de jeux paramétriques appropriés au travail de la section canalaire associée :

- Pénétration canalaire de 10 à 14 mm, avant la courbure (**tableau 4.1a**),
- Pénétration canalaire de 14 à 16 mm, dans la partie la plus coronaire de la courbure (**tableau 4.1b**),
- Pénétration canalaire de 16 à 18 mm, dans la partie la plus apicale de la courbure (**tableau 4.1c**). (Vincent, 2017).

Concernant la partie apicale, le nombre de groupes est augmenté et le nombre de cycles est diminué car les contraintes sur l'instrument sont plus importantes. Cela matérialise un geste clinique beaucoup plus prudent du chirurgien-dentiste.

**Tableau 4.1a Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 10 à 14 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm, positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.**

			<b>Pénétration (mm)</b>	<b>Vitesse (mm/s)</b>	<b>Arrêt (s)</b>
<b>Groupe 1</b>	Cycle 1	Charge	11	5	
		Décharge	10,5	5	
	Cycle 2	Charge	11,5	5	
		Décharge	11	5	
	Cycle 3	Charge	12	5	
		Décharge	11,5	5	
Irrigation		-51	15	5	
<b>Groupe 2</b>	Cycle 4	Charge	12,5	5	
		Décharge	12	5	
	Cycle 5	Charge	13	5	
		Décharge	12,5	5	
	Cycle 6	Charge	13,5	5	
		Décharge	13	5	
Irrigation		-51	15	5	
<b>Groupe 3</b>	Cycle 7	Charge	14	5	
		Décharge	13,5	5	
	Cycle 8	Charge	14,5	5	
		Décharge	14	5	
	Cycle 9	Charge	15	5	
		Décharge	14,5	5	
Irrigation		-51	15	5	

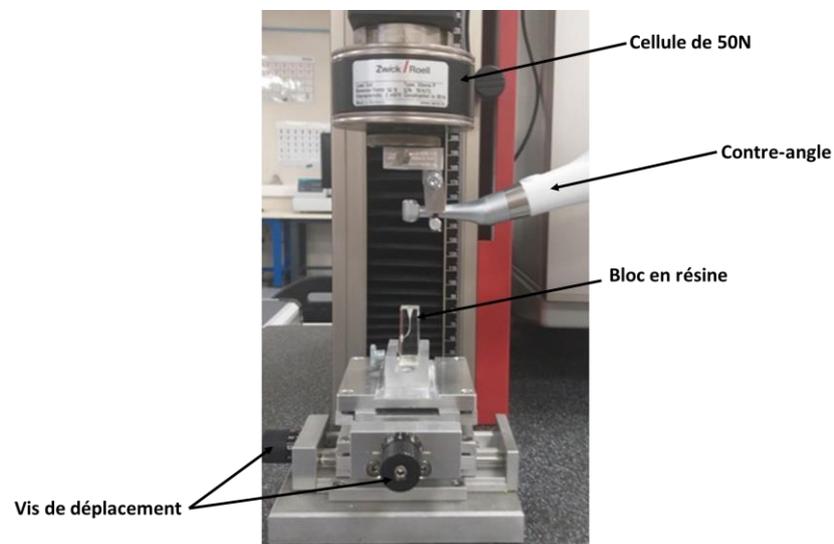
**Tableau 4.1b Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 14 à 16 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm, positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.**

		Pénétration (mm)	Vitesse (mm/s)	Arrêt (s)	
<b>Groupe 4</b>	Cycle 10	Charge	15,25	2	
		Décharge	15	2	
	Cycle 11	Charge	15,5	2	
		Décharge	15,25	2	
	Cycle 12	Charge	15,75	2	
		Décharge	15,5	2	
	Cycle 13	Charge	16	2	
		Décharge	15,75	2	
Irrigation		-51	15	5	
<b>Groupe 5</b>	Cycle 14	Charge	16,25	2	
		Décharge	16	2	
	Cycle 15	Charge	16,5	2	
		Décharge	16,25	2	
	Cycle 16	Charge	16,75	2	
		Décharge	16,5	2	
	Cycle 17	Charge	17	2	
		Décharge	16,75	2	
Irrigation		-51	15	5	

**Tableau 4.1c Protocole de P/R en rotation continue : pénétration de 16 à 18 mm. Le protocole prend en compte la cale de 1 mm, positionnée entre l'instrument et le bloc en résine.**

		Pénétration (mm)	Vitesse (mm/s)	Arrêt (s)	
<b>Groupe 6</b>	Cycle 18	Charge	17,25	2	
		Décharge	17	2	
	Cycle 19	Charge	17,5	2	
		Décharge	17,25	2	
Irrigation		-51	15	5	
<b>Groupe 7</b>	Cycle 20	Charge	17,75	2	
		Décharge	17,5	2	
	Cycle 21	Charge	18	2	
		Décharge	17,75	2	
Irrigation		-51	15	5	
<b>Groupe 8</b>	Cycle 22	Charge	18,25	2	
		Décharge	18	2	
	Cycle 23	Charge	18,5	2	
		Décharge	18,25	2	
Irrigation		-51	15	5	
<b>Groupe 9</b>	Cycle 24	Charge	18,75	2	
		Décharge	18,5	2	
	Cycle 25	Charge	19	2	
		Décharge	18,75	2	
Irrigation		-51	15	5	

L'instrument endodontique testé est monté sur un contre-angle endodontique relié à un moteur endodontique programmable (Dual Move, Micro-Mega, Besançon, France) permettant d'assurer son mouvement de rotation continue (**figure 4.3**). L'instrument doit être bien centré par rapport à l'entrée du canal. Ce réglage est possible grâce aux 2 vis de déplacement sur le banc d'essai. Afin de s'assurer de la reproductibilité de la position initiale de chaque instrument, une cale de 1 mm d'épaisseur est positionnée entre le bord occlusal du bloc en résine et la pointe de l'instrument testé (**figure 4.3**). La machine est ensuite pilotée manuellement pour faire descendre le moteur relié à la cellule de force jusqu'à ce que la pointe de l'instrument endodontique touche la cale et que la cellule détecte une force de compression. L'instrument est alors remonté jusqu'à force nulle. La cale est retirée et l'essai peut alors commencer.

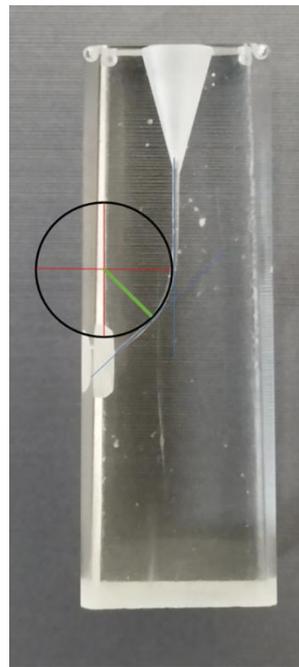


**Figure 4.2** Banc d'essai de P/R utilisant une machine de traction Zwick/Roell®.



**Figure 4.3** À droite : contre-angle endodontique Dual Move utilisé lors des essais de P/R (source Micro-Mega). À gauche : position initiale de l'instrument endodontique avec une cale de 1 mm en place (document personnel).

Pour notre étude, tous les tests ont été réalisés à une vitesse de rotation de 350 tours/min et à un couple maximal (contre-angle équipé d'un limiteur de couple) de 2,5 N.cm afin d'être le plus proche possible d'un protocole conventionnel de rotation continue. Les essais de P/R sont réalisés sur des blocs de résine en polyméthacrylate de méthyle (PMMA) qui présentent une perméabilité apicale, un diamètre initial de 10/100 de mm (norme ISO), un canal courbé avec un rayon de courbure moyen de 4,5 mm, une courbure moyenne de 30 à 50° et une longueur canalaire de 18 mm (Dentsply Maillefer, Ballaigues, Switzerland) (**figure 4.4**). Ces blocs endodontiques simulent donc des cas relativement complexes.



**Figure 4.4 Bloc de résine Dentsply Maillefer utilisé lors des essais expérimentaux.**

Afin d'uniformiser les blocs et pour respecter l'étape clinique d'exploration canalaire, l'ensemble des blocs en résine a été mis en forme en 10.02 (un diamètre de pointe de 0,1 mm et une conicité de 2%) à l'aide de limes K.10 (Coltène Micro-Mega, Besançon, France) avant le passage des instruments à tester. Cette lime K.10 est par la suite utilisée entre chaque groupe de cycle afin d'assurer le maintien de la perméabilité canalaire du bloc et d'assurer la reproductibilité entre les différents blocs testés. De même, une irrigation avec de l'eau et un nettoyage de l'instrument testé sont réalisés entre chaque groupe de cycles.

Suivant le même protocole de P/R, les blocs en résine ont été pré-préparés à l'aide d'instrument HeroShaper® 20.04. Cet instrument de pré-préparation a été sélectionné afin de mieux répondre à la réalité clinique. Effectivement, organisé en séquence d'instruments, une lime de 25.06 est souvent utilisée après le passage d'un instrument 20.04. De plus, la géométrie du prototype testé

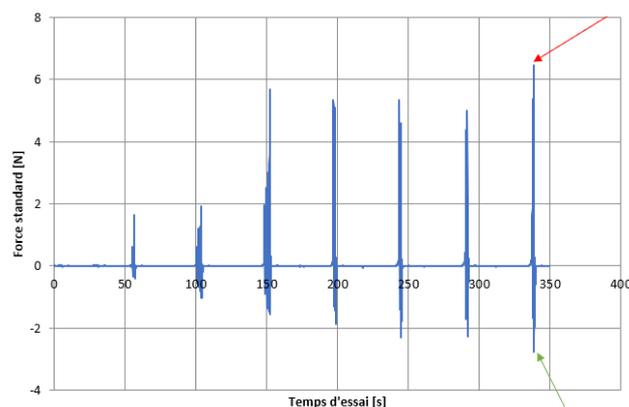
rappelle celle du HeroShaper® 25.06 qui fait partie d'une séquence instrumentale. Un cliché du bloc après pré-préparation avec le HeroShaper® 20.04 est réalisé avant de tester les prototypes. Ce cliché servira par la suite à l'analyse de la déviation de trajectoire. Cette analyse est décrite dans le paragraphe suivant.

Les différentes étapes du protocole de P/R sont résumés dans le **tableau 4.2**.

**Tableau 4.2 Les différentes étapes du protocole de P/R.**

Étapes	Description
1	Pré-préparation des blocs en résine : lime 10.02 → HeroShaper® 20.04.
2	Prise de cliché du bloc après pré-préparation avec le HeroShaper® 20.04.
3	Mise en place de l'instrument testé avec réglage des paramètres de vitesse et couple sur le contre-angle.
4	Mise en place du bloc : centré sur la lime et séparé de l'épaisseur de la cale.
5	Démarrage de l'essai sur le logiciel TestXpert® II.
6	Irrigation et perméabilité vérifiée entre chaque groupe de cycle.
7	Prise de cliché du bloc après préparation avec le prototype.

Chaque test est réalisé trois fois impliquant trois limes endodontiques neuves et identiques. Les composantes verticales de la force et du déplacement ont été mesurées (**figure 4.5**). À la fin de chaque test, les forces maximales (en valeurs absolues) obtenues en pénétration et au retrait de chaque groupe de cycle ont été relevées. L'analyse des données est faite du troisième au neuvième groupe. Les deux premiers groupes ne sont pas étudiés car les forces enregistrées sont quasi-nulles.



**Figure 4.5 Courbe de P/R d'une lime endodontique dans un bloc en résine donnée par le logiciel TestExpert II. Flèche rouge : valeur maximale de la force de pénétration pour le 9<sup>e</sup> groupe de cycle ; Flèche verte : valeur maximale de la force en retrait pour le 9<sup>e</sup> groupe de cycle.**

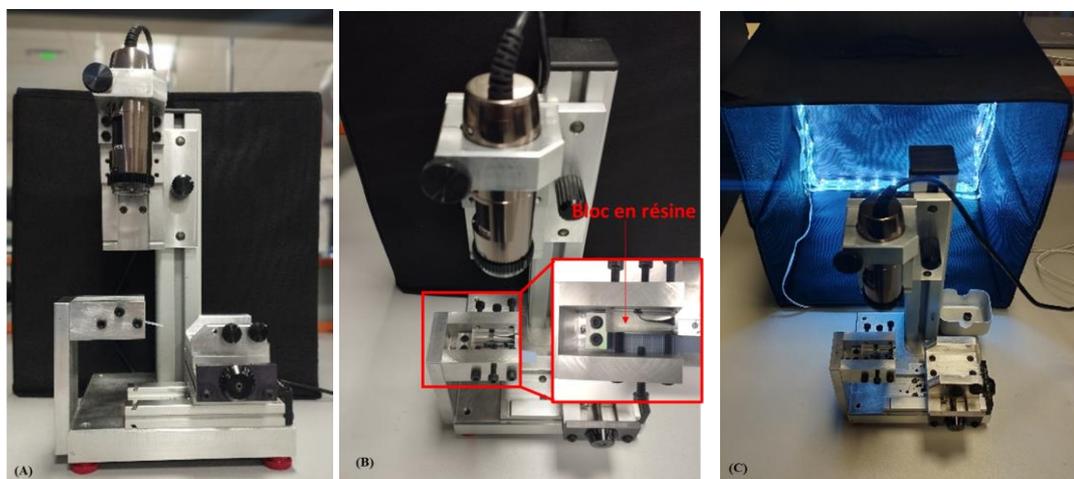
#### 4.1.4 Protocole de déviation de trajectoire

L'élaboration du protocole de déviation de trajectoire permet d'évaluer le respect de la forme et la trajectoire originelle du canal artificiel. Ce protocole a nécessité l'utilisation d'un

microscope digital Dino-Lite ainsi que quatre logiciels différents. Les différentes analyses de déviation de trajectoire sont réalisées en quatre étapes :

- **Etape 1 : Réalisation des clichés des blocs utilisés**

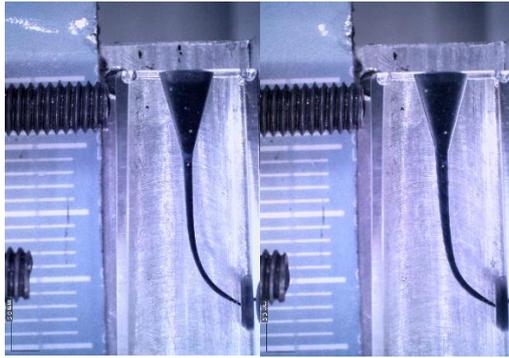
Le microscope Dino-Lite est utilisé pour réaliser des clichés précis des différents blocs (**figure 4.6A**). A des fins de reproductibilité entre les différents blocs testés, ces derniers sont préalablement perméabilisés à l'aide d'une lime manuelle 10.02. Le canal est par la suite coloré de manière homogène à l'aide de l'encre de chine insérée dans le canal avec une seringue et une aiguille d'irrigation endodontique. Le bloc coloré est placé dans un socle pourvu de vis de positionnement afin de réaliser des clichés en position reproductible (**figure 4.6B**). De plus, ces clichés sont pris dans une boîte noire contenant une guirlande de Led de couleur blanche afin de reproduire la même ambiance lumineuse entre tous les clichés, indépendamment de toutes conditions météorologiques (Hamant, 2022) (**figure 4.6C**). En effet, la lumière du jour est un facteur pouvant causer un léger biais dans l'intensité des photos étant donné que les différents clichés ont été réalisés à des heures et jours différents (Hamant, 2022).



**Figure 4.6 (A) Microscope Dino-Lite utilisé pour l'analyse de la déviation de trajectoire ; (B) Bloc coloré maintenu sur le support ; (C) Boîte noire et guirlande Led.**

Une succession de 2 photos par bloc est prise à l'aide du microscope numérique relié au logiciel DinoCapture 2.0 version 1.5.41 (**figure 4.7**) :

- Une photo du bloc pré-préparé par le HeroShaper<sup>®</sup> 20.04 ;
- Une photo du bloc travaillé avec le prototype traité thermiquement.

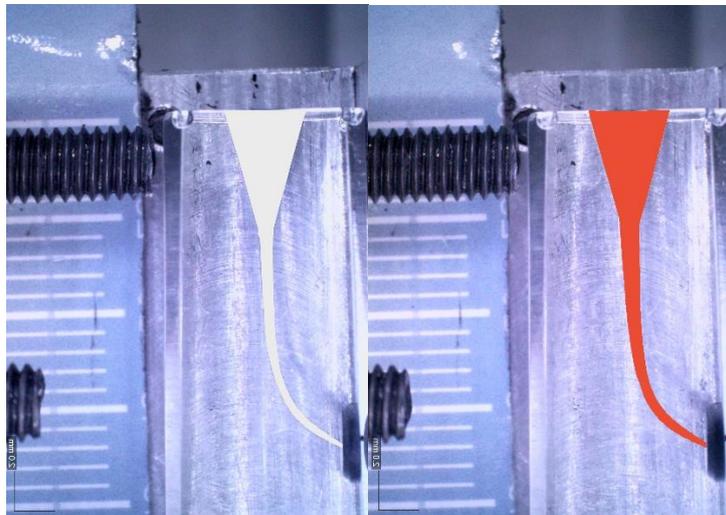


**Figure 4.7** Exemple de cliché d'un même bloc pris par le logiciel DinoCapture après coloration à l'encre de chine. À gauche, bloc pré-préparé avec le HeroShaper® 20.04 ; A droite : bloc préparé par un prototype traité thermiquement.

- *Etape 2 : Traitement d'image*

Le traitement d'image a été effectué à l'aide du logiciel Gimp version 2.10.24. Un zoom important faisant ressortir chaque pixel a été effectué permettant ainsi de définir avec précision la trajectoire canalaire avant délimitation et remplissage en blanc ou rouge (**figure 4.8**) :

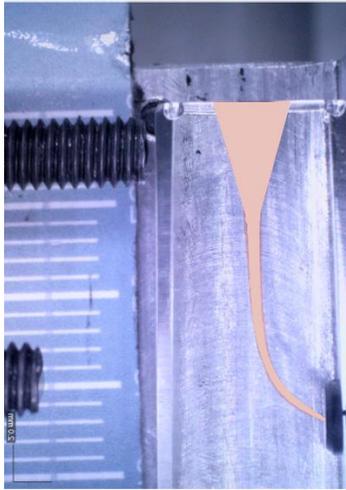
- En blanc : photos des blocs pré-préparés ;
- En rouge : photos des blocs travaillés par les prototypes traités thermiquement.



**Figure 4.8** Photos après traitement sur Gimp. En blanc : canal pré-préparé ; En rouge : canal travaillé avec un prototype traité thermiquement.

- *Etape 3 : Superposition des images traités*

Le logiciel PowerPoint permet de superposer les images traitées par Gimp et de rendre transparente l'une d'entre elles. La superposition doit être parfaite. Il faut noter que chaque image présente un réglet dont chaque trait est espacé de 1 mm (**figure 4.9**). Les mesures étant effectuées en pixels, ce réglet permettra de les convertir en millimètres.



**Figure 4.9 Superposition de 2 photos retouchées sur le logiciel PowerPoint : photo canal préparé comparé à un canal travaillé avec un prototype traité thermiquement.**

- *Etape 4 : Relevé des mesures de déviation de trajectoire*

Le relevé de mesures est effectué à l'aide du logiciel Image J qui permet de mesurer avec précision le nombre de pixels d'une photo. Avant d'effectuer les mesures, il faut étalonner au préalable le logiciel avec la photo du réglet. Une distance est définie sur l'image (un nombre de pixels) comme égale à une distance réelle (en mm) (**figure 4.10**). Les distances étant à présent données en mm, les écarts de coloration entre les différents canaux traités sont mesurés sur les faces externes et internes de la courbure, tous les millimètres de l'apex jusqu'à la longueur de travail - 7 mm. Les données relevées sont exportées en fichier Excel pour analyse statistique.

Deux comparaisons sont réalisées avec ce protocole en considérant le bloc non traité thermiquement comme un groupe de contrôle :

- Comparaison des blocs travaillés pour une température donnée (variation de la durée) ;
- Comparaison des blocs travaillés pour une durée donnée de traitement thermique (variation des températures).

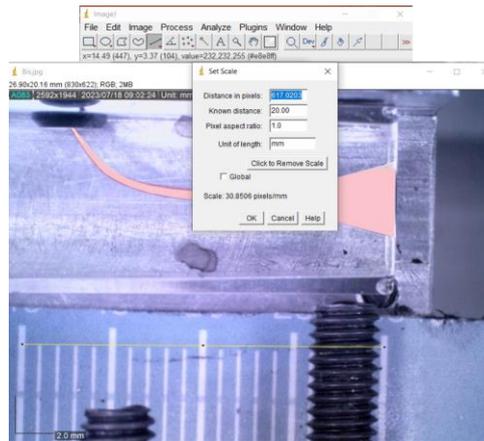


Figure 4.10 Mise à l'échelle de l'image analysée.

#### 4.1.5 Analyses statistiques

Les données numériques sont exprimées en moyenne  $\pm$  écart-types ( $x \pm SD$ ). Les données ont été analysées à l'aide des tests statistiques non-paramétriques de type Kruskal-Wallis associés à une correction de Dunn ( $\alpha = 0,05$ ) pour les comparaisons multiples. Les résultats étaient considérés comme statistiquement significatifs pour une valeur de  $P < 0,05$ . L'ensemble des analyses statistiques a été réalisé à l'aide du logiciel GraphPad Prism® (San Diego, California, US).

## 4.2 Résultats expérimentaux

### 4.2.1 Observation au profilomètre

Le **tableau 4.3** présente les valeurs de conicités et diamètres à la pointe des prototypes à tester en P/R. Rappelons que les prototypes doivent présenter une conicité de 6% et un diamètre à la pointe de 25/100 mm. Une légère variation de ces 2 valeurs est constatée avec :

- une valeur minimale de 5,01% et une valeur maximale de 6,68% pour la conicité ;
- une valeur minimale de 25,66/100 mm et une valeur maximale de 27,05/100 mm pour le diamètre à la pointe (**figure 4.11**).

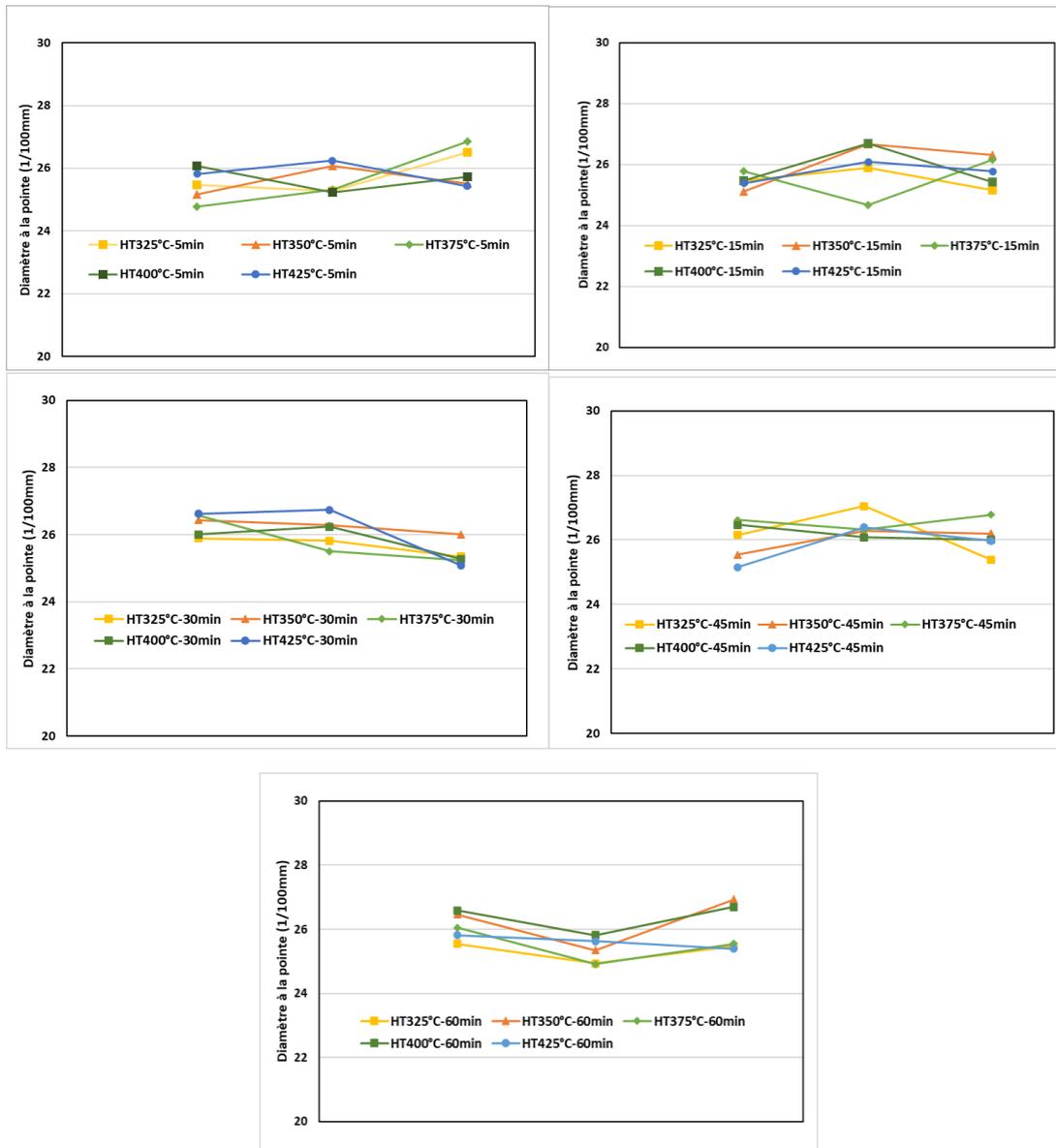
Lors de l'usinage d'un produit, le fabricant définit, en termes de contrôle de qualité, une marge de tolérance concernant les paramètres géométriques qui permet de garantir une réponse mécanique équivalente et acceptable.

Les valeurs minimales et maximales du diamètre à la pointe retrouvées sont toutes dans la fourchette d'acceptation. Ce qui n'est pas le cas pour la conicité avec 20% de valeurs en dehors de la fourchette d'acceptation. Toutefois, cette différence peut être expliquée par les relevés qui ont été réalisés manuellement.

**Tableau 4.3 Valeurs de la conicité et diamètre à la pointe des prototypes traités thermiquement à tester en P/R.**

Echantillon	Conicité (%)	Ø à la pointe (1/100mm)	Echantillon	Conicité (%)	Ø à la pointe (1/100mm)	Echantillon	Conicité (%)	Ø à la pointe (1/100mm)
HT325-5min-1	6,68	25,47	HT350-5min-1	6,53	25,16	HT375-5min-1	5,98	24,78
HT325-5min-2	5,16	25,28	HT350-5min-2	6,05	26,08	HT375-5min-2	6,13	25,31
HT325-5min-3	5,33	26,51	HT350-5min-3	5,21	25,51	HT375-5min-3	5,74	26,85
HT325-15min-1	5,34	25,47	HT350-15min-1	5,37	25,12	HT375-15min-1	5,27	25,78
HT325-15min-2	5,43	25,89	HT350-15min-2	5,78	26,66	HT375-15min-2	6,23	24,66
HT325-15min-3	5,70	25,16	HT350-15min-3	5,81	26,31	HT375-15min-3	5,26	26,16
HT325-30min-1	5,76	25,89	HT350-30min-1	5,42	26,43	HT375-30min-1	5,69	26,58
HT325-30min-2	5,10	25,81	HT350-30min-2	5,67	26,28	HT375-30min-2	5,43	25,51
HT325-30min-3	6,13	25,35	HT350-30min-3	5,57	26,01	HT375-30min-3	5,73	25,24
HT325-45min-1	5,01	26,16	HT350-45min-1	5,34	25,55	HT375-45min-1	5,51	26,62
HT325-45min-2	5,48	27,05	HT350-45min-2	5,32	26,28	HT375-45min-2	5,80	26,31
HT325-45min-3	5,33	25,39	HT350-45min-3	5,89	26,20	HT375-45min-3	5,50	26,78
HT325-60min-1	5,83	25,55	HT350-60min-1	5,87	26,47	HT375-60min-1	5,45	26,05
HT325-60min-2	6,21	24,93	HT350-60min-2	5,68	25,35	HT375-60min-2	5,70	24,91
HT325-60min-3	5,46	25,47	HT350-60min-3	5,89	26,93	HT375-60min-3	5,91	25,55

Echantillon	Conicité (%)	Ø à la pointe (1/100mm)	Echantillon	Conicité (%)	Ø à la pointe (1/100mm)
HT400-5min-1	6,07	26,08	HT425-5min-1	5,69	25,81
HT400-5min-2	6,25	25,24	HT425-5min-2	5,23	26,24
HT400-5min-3	5,75	25,74	HT425-5min-3	5,86	25,43
HT400-15min-1	5,27	25,47	HT425-15min-1	6,00	25,39
HT400-15min-2	6,58	26,70	HT425-15min-2	6,12	26,08
HT400-15min-3	5,30	25,43	HT425-15min-3	6,01	25,78
HT400-30min-1	5,68	26,01	HT425-30min-1	5,71	26,62
HT400-30min-2	6,06	26,24	HT425-30min-2	5,43	26,74
HT400-30min-3	5,96	25,28	HT425-30min-3	5,93	25,08
HT400-45min-1	6,56	26,47	HT425-45min-1	5,43	25,16
HT400-45min-2	5,74	26,08	HT425-45min-2	5,95	26,39
HT400-45min-3	5,46	26,01	HT425-45min-3	5,64	25,97
HT400-60min-1	6,05	26,58	HT425-60min-1	5,74	25,81
HT400-60min-2	5,86	25,81	HT425-60min-2	5,46	25,62
HT400-60min-3	5,14	26,70	HT425-60min-3	6,18	25,39



**Figure 4.11** Variation du diamètre à la pointe des prototypes. Les 3 points représentent le diamètre à la pointe des 3 échantillons à tester pour chaque traitement thermique.

## 4.2.2 Analyse en P/R

Les figures 4.12a-e et 4.13a-e présentent la réponse moyenne des prototypes traités thermiquement. Pour plus de lisibilité, les données présentes sur les graphiques ci-dessous sont des moyennes +/- écarts-types.

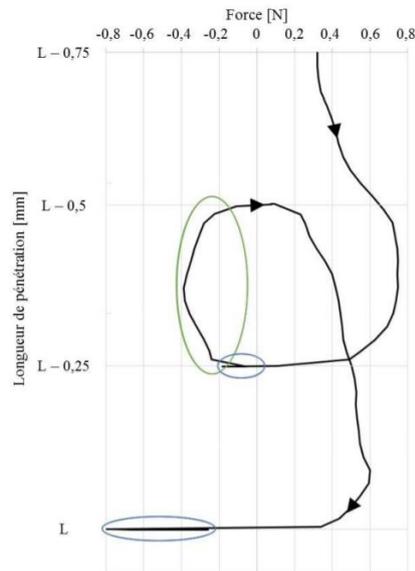
Deux types de forces sont enregistrées par la cellule de force :

- des forces positives de compression qui correspondent aux forces enregistrées en pénétration. Il s'agit de forces que subit l'instrument lors de son insertion dans le canal. Ces forces sont plus ou moins importantes en fonction du diamètre du canal, des

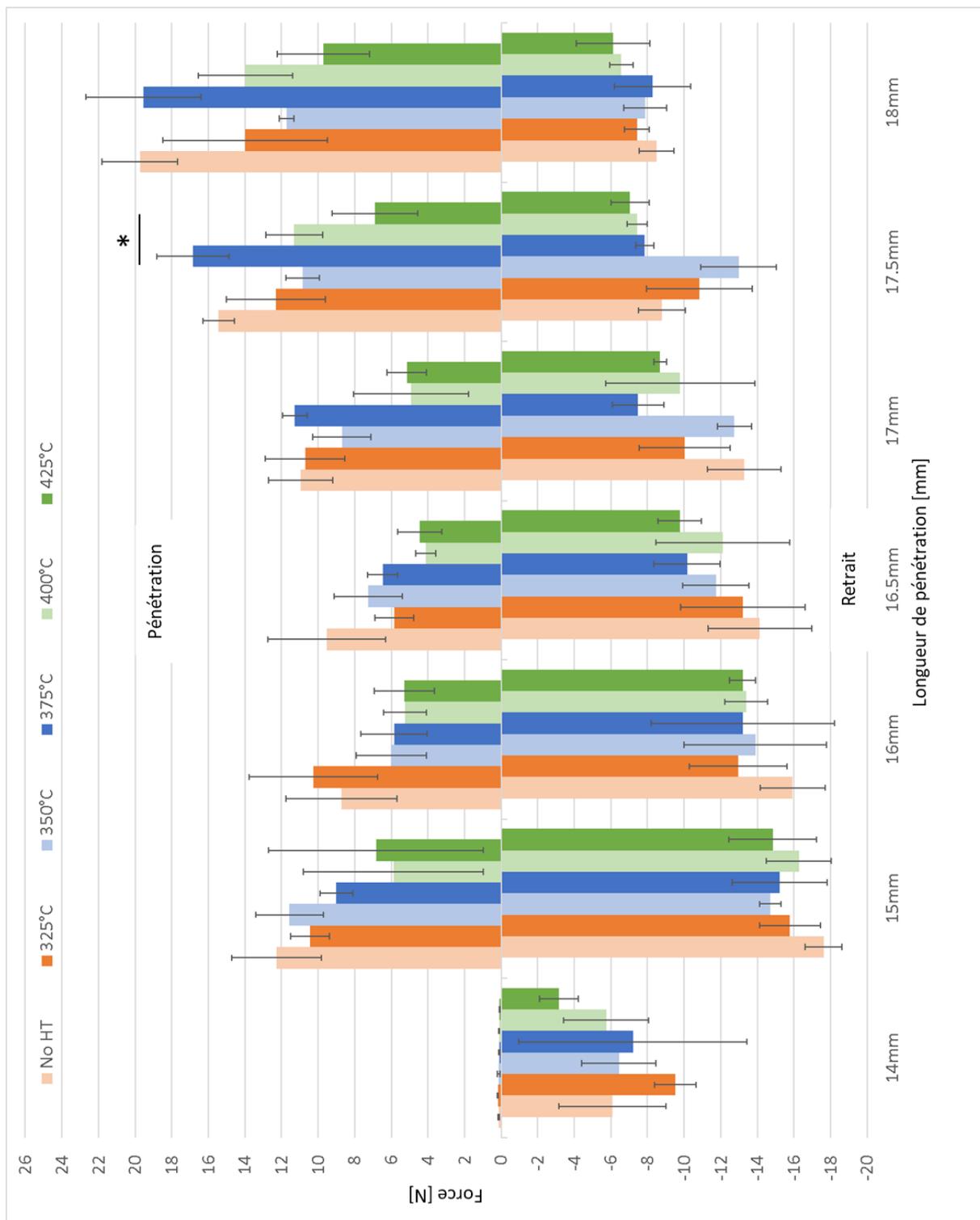
contraintes exercées, de la longueur de pénétration, de la géométrie de l'instrument ainsi que sa capacité de coupe. Elles permettent donc d'avoir une idée sur l'efficacité de coupe de l'instrument. Des forces de pénétration faibles signifient que l'instrument a un bon effet de coupe, il descendra donc facilement dans le bloc en résine. Inversement, quand les forces sont élevées à la pénétration, cela signifie que l'instrument a un moins bon effet de coupe, il faudra donc appliquer une pression plus importante pour le faire descendre dans le bloc ;

- des forces négatives de traction correspondant aux forces enregistrées au retrait de l'instrument qui impliquent d'exercer une force plus ou moins importante pour s'opposer à leur mouvement naturel de descente. Il s'agit de forces de vissage qui s'opposent au retrait des instruments (**figure 4.12f**).

Ces deux types de forces sont directement reliées au profil de l'instrument endodontique. Un instrument ayant une efficacité de coupe importante (qui se rapproche de l'aspect « vis de bois ») aura tendance en contrepartie à présenter des sensations de vissage plus importantes. Ainsi, plus un instrument est coupant, plus il pénétrera facilement la matière et plus il faudra une force importante pour l'en retirer.



**Figure 4.12f** Observation de l'effet de vissage lors de l'analyse d'une courbe de P/R à une longueur de pénétration  $L = 15$  mm ( $L = 16$  mm avec la cale de 1 mm) au cours du septième groupe de cycle. Cercles bleus : « effet de vissage » en fin de pénétration (= aspiration) ; Cercle vert : « effet de vissage » au cours du retrait (Vincent, 2017).



**Figure 4.12a Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 5 minutes.  
En rose : le prototype non traité thermiquement est en rose.**

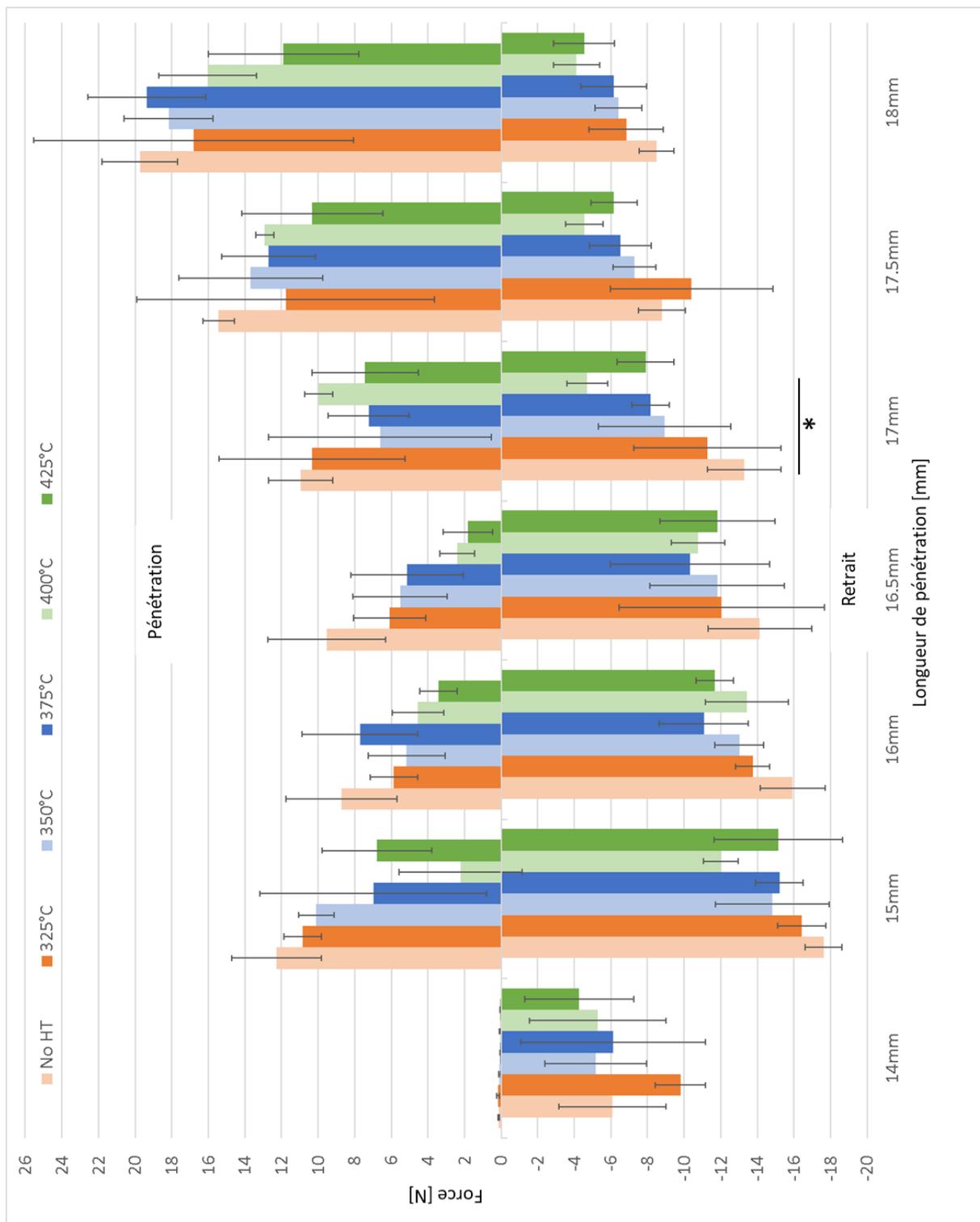


Figure 4.12b Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 15 minutes.

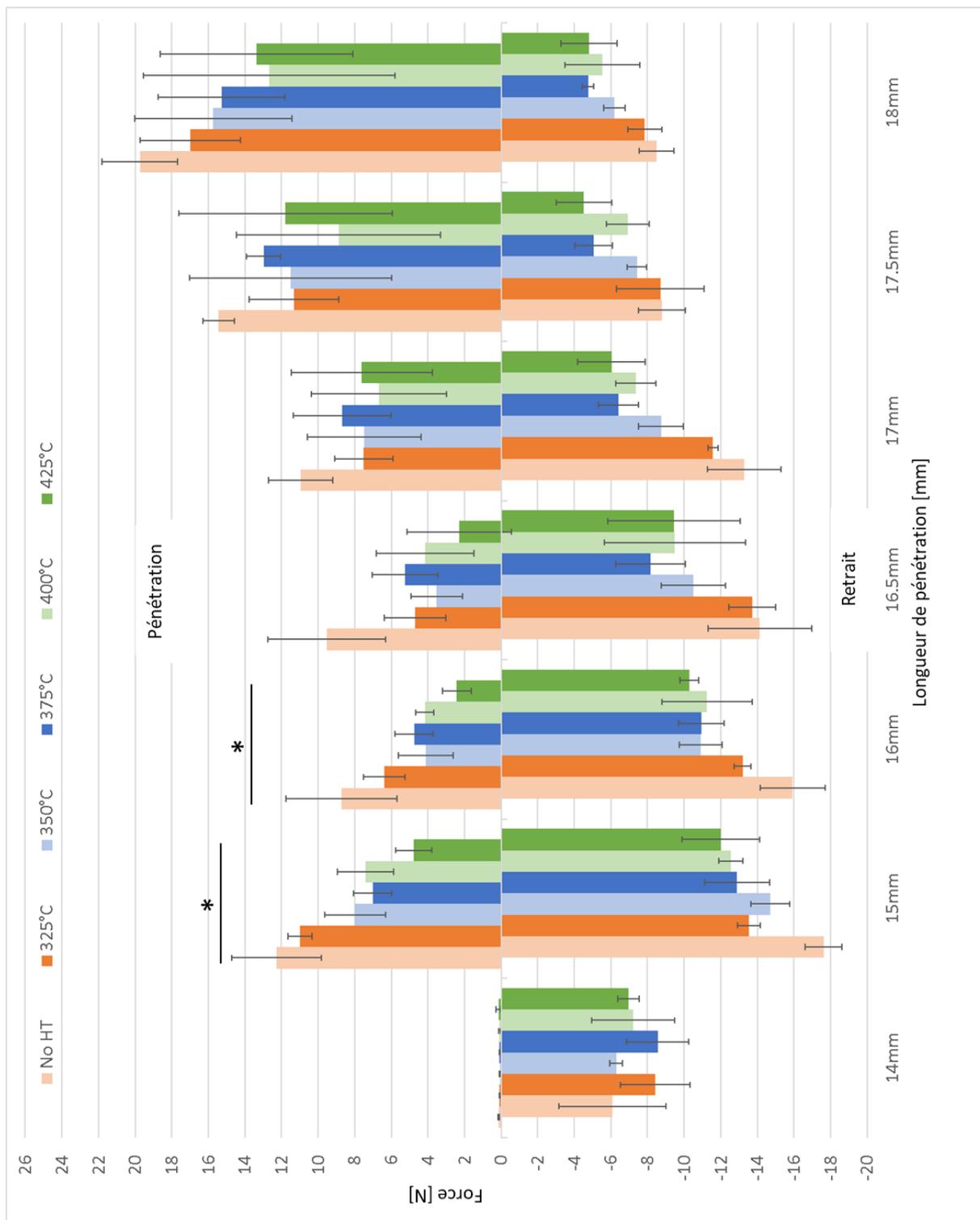


Figure 4.12c Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 30 minutes.

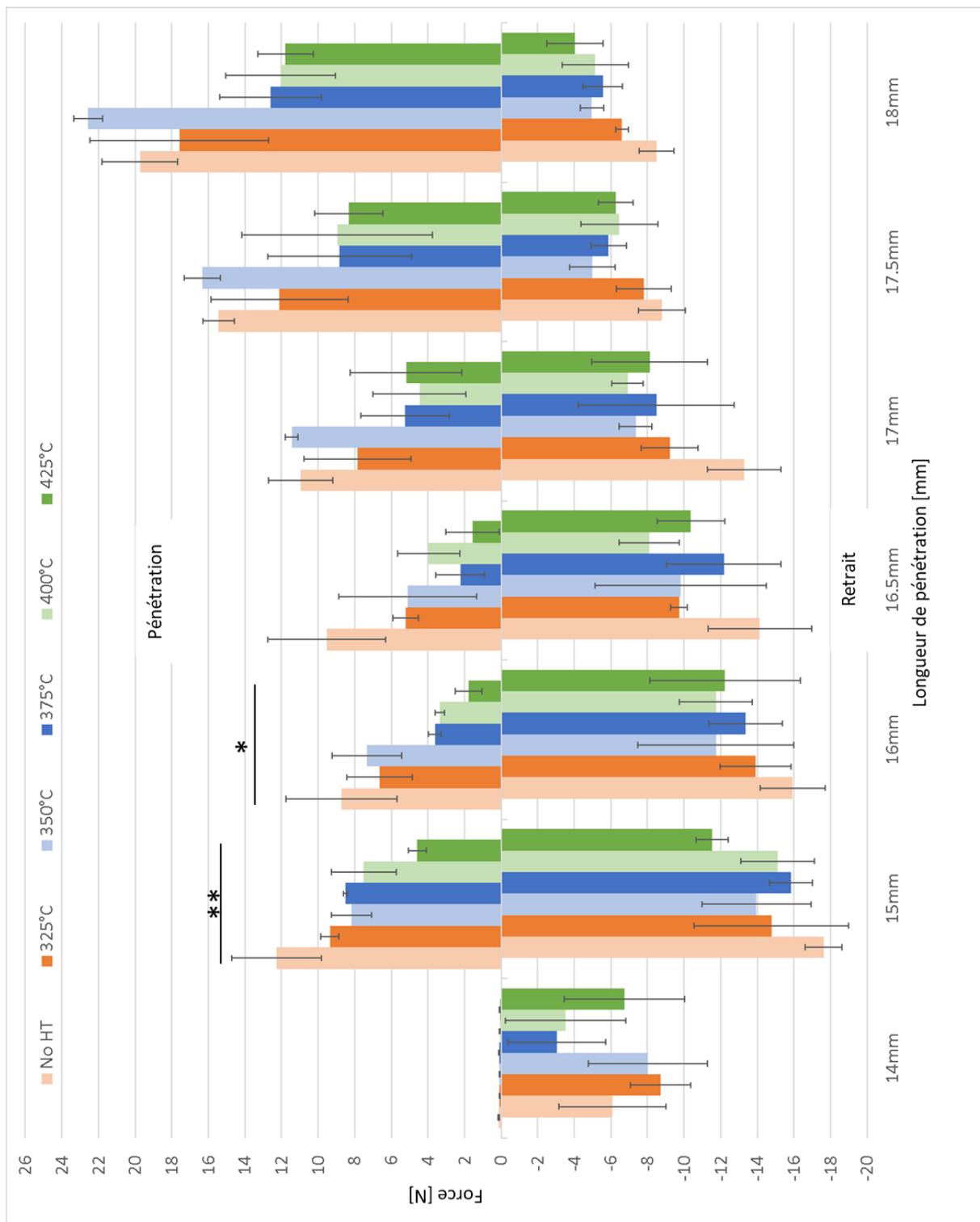


Figure 4.12d Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 45 minutes.

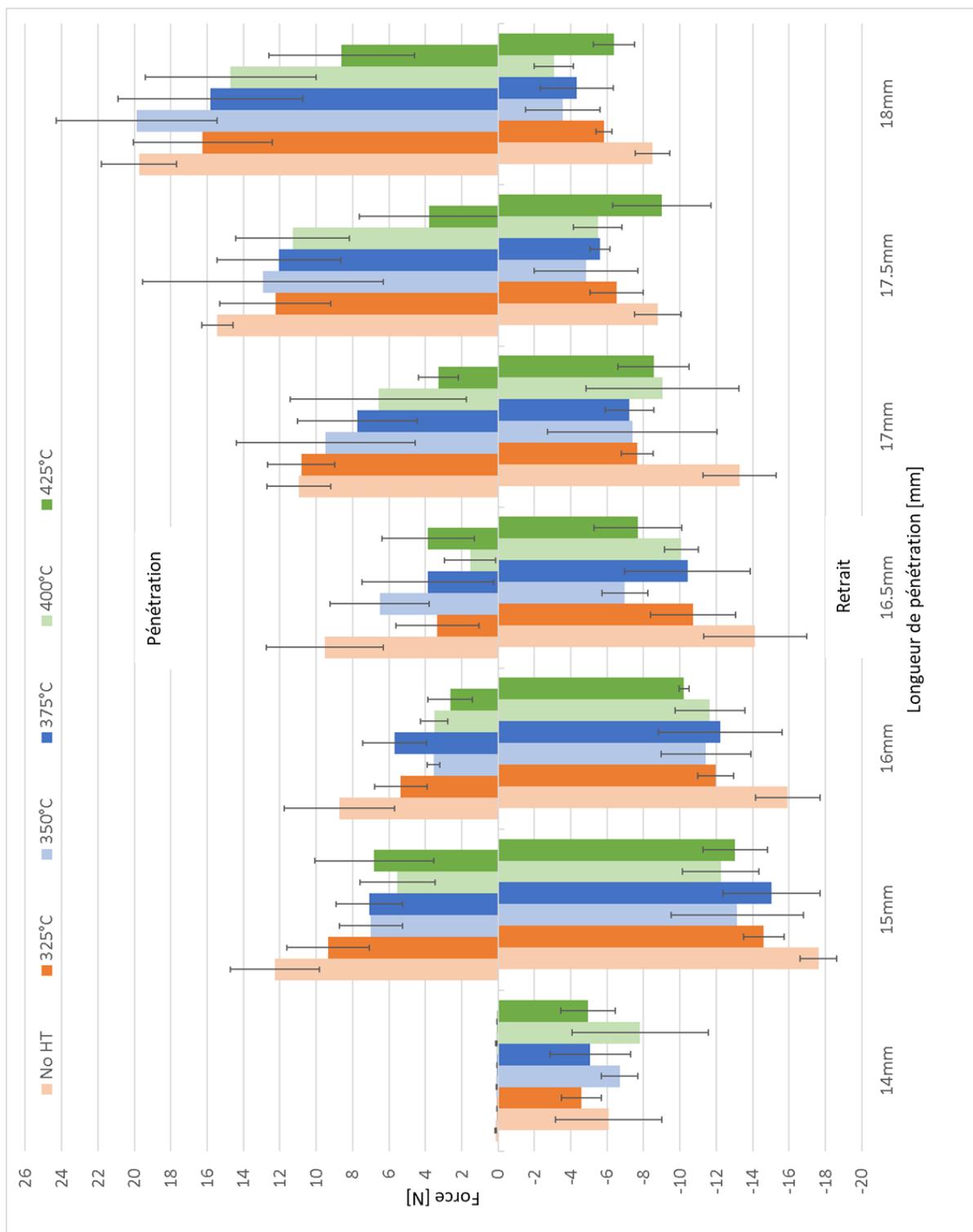


Figure 4.12e Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement pendant 60 minutes.

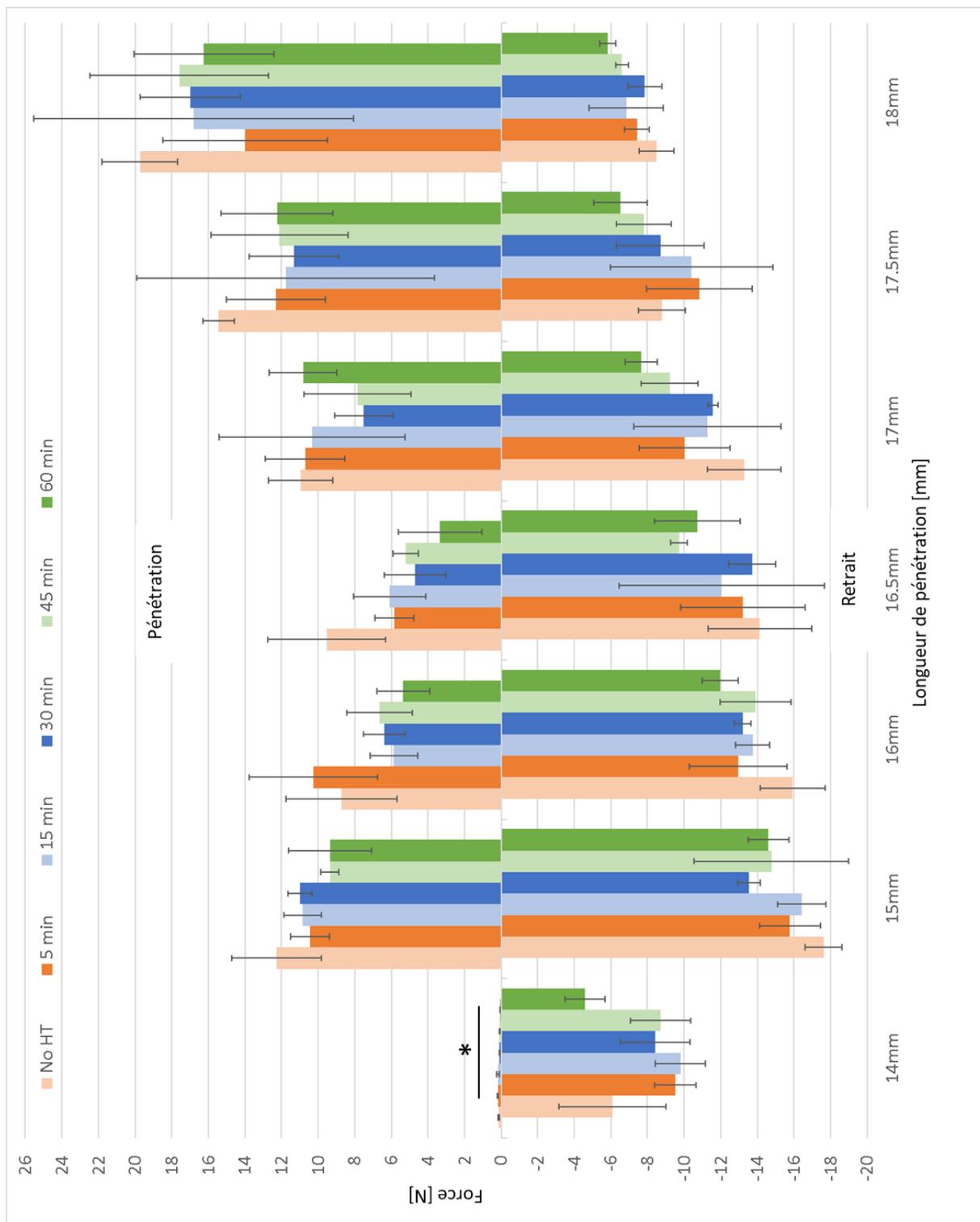


Figure 4.13a Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 325°C.

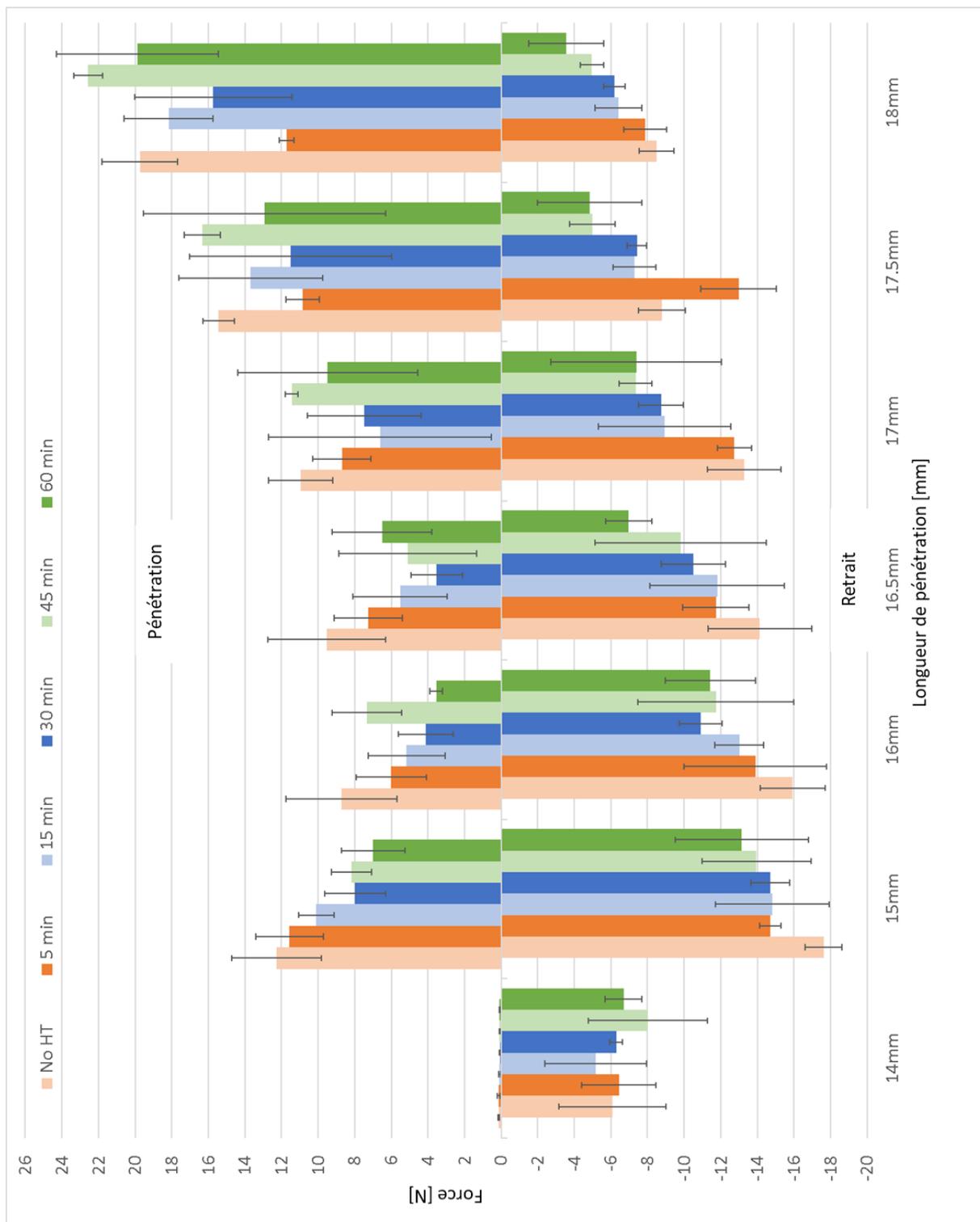


Figure 4.13b Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 350°C.

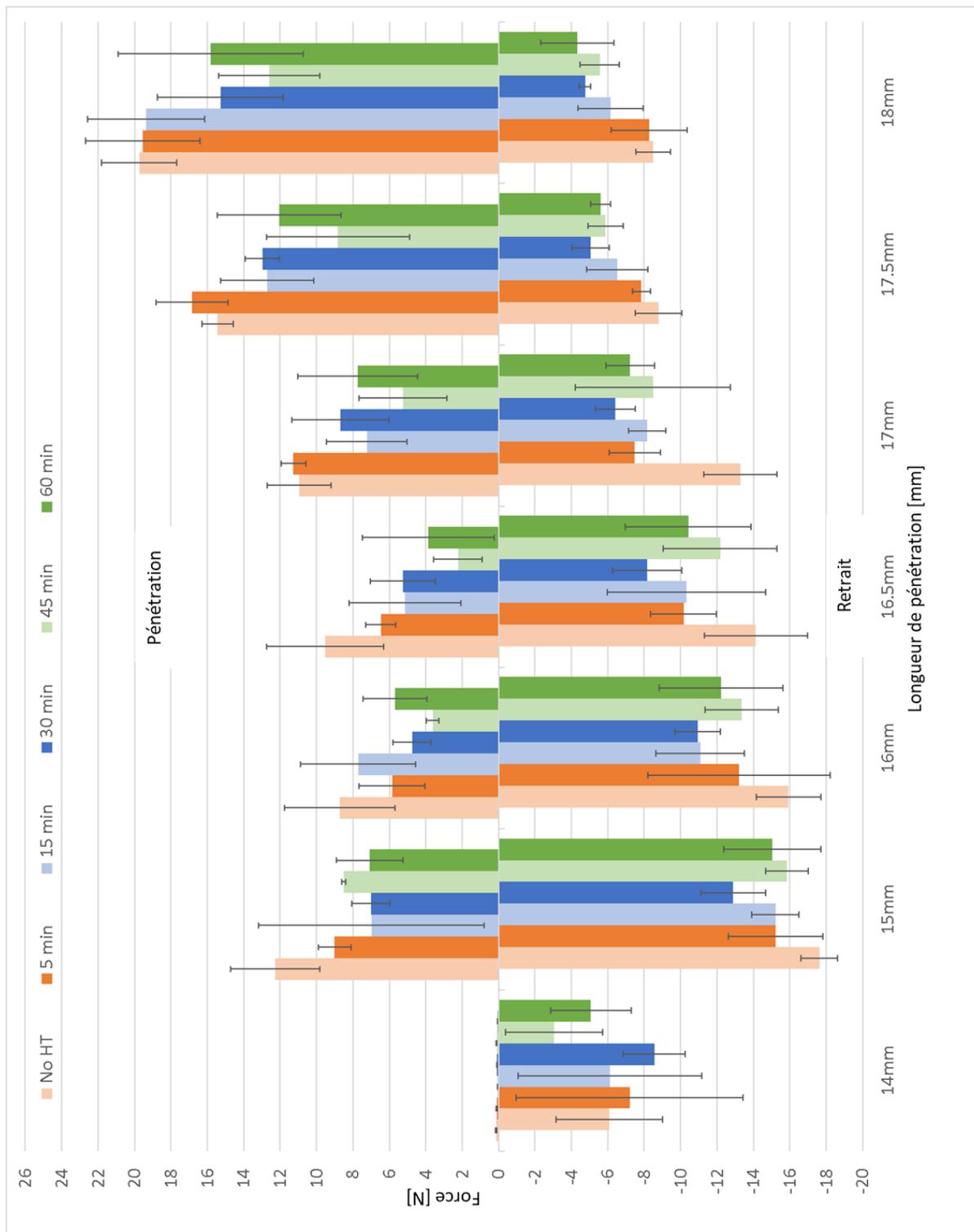


Figure 4.13c Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 375°C.

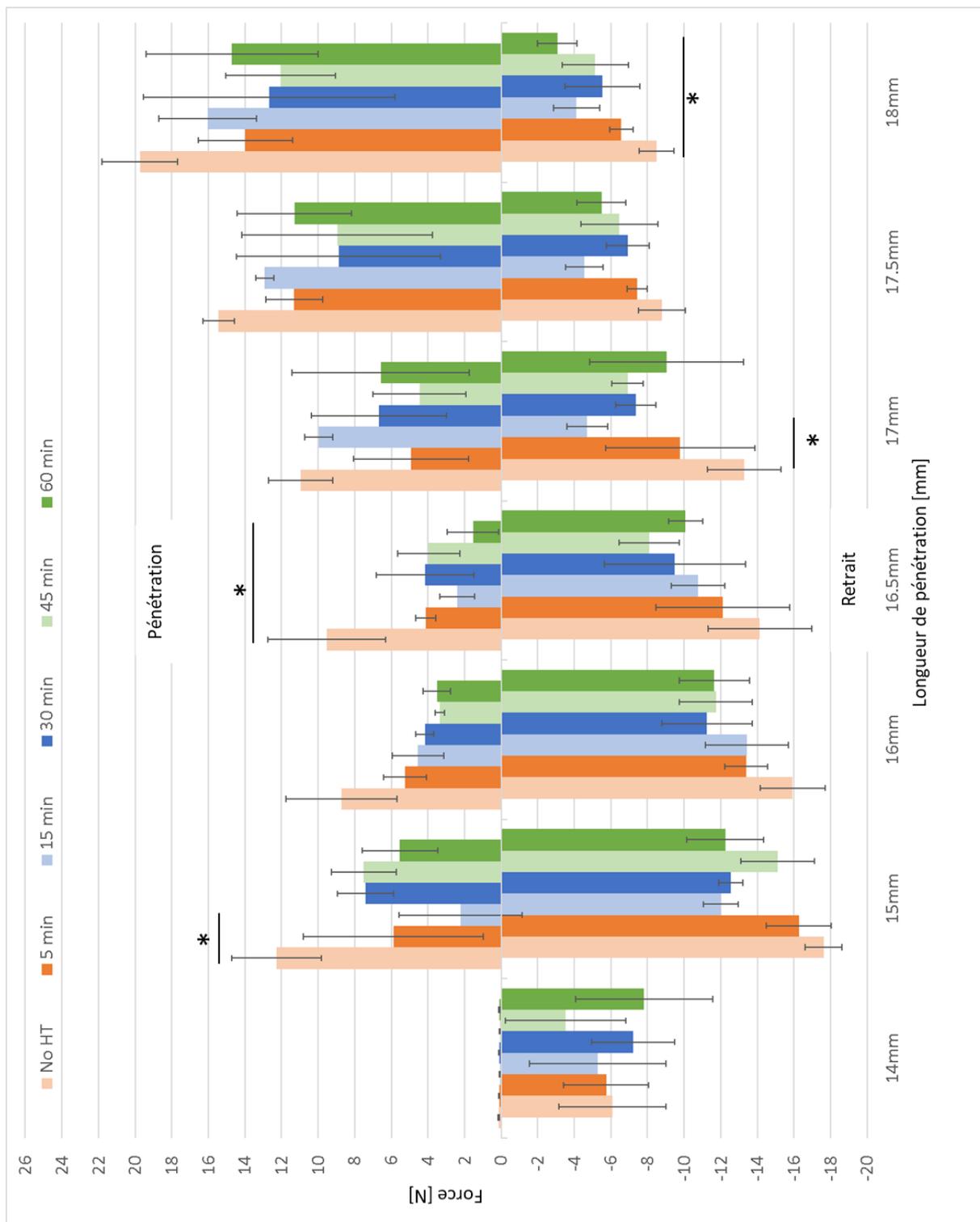


Figure 4.13d Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 400°C.

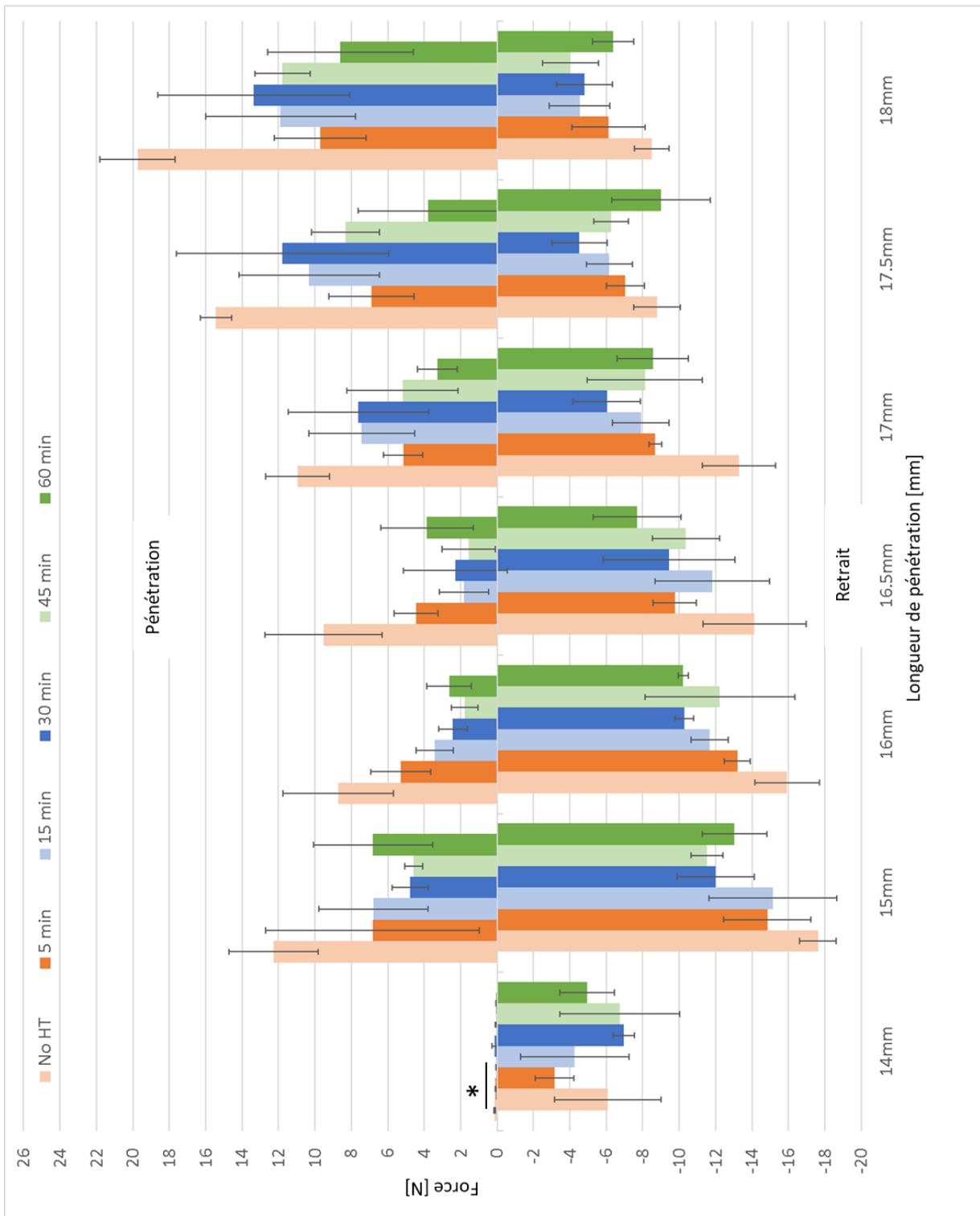


Figure 4.13e Réponse moyenne en P/R des prototypes traités thermiquement à 425°C.

En pénétration, peu de différences significatives sont trouvées :

- Concernant les résultats à durée de traitement thermique donnée :
  - Pour un traitement thermique pendant 5 minutes : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype traité à  $375^{\circ}\text{C}$  et celui traité à  $425^{\circ}\text{C}$  à 17,5 mm de pénétration. Le prototype traité à  $425^{\circ}\text{C}$  est statistiquement meilleur ;
  - Pour un traitement thermique pendant 30 minutes : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité à  $425^{\circ}\text{C}$  à 15 mm et 16 mm de pénétration. Le prototype traité à  $425^{\circ}\text{C}$  est statistiquement meilleur ;
  - Pour un traitement thermique pendant 45 minutes : une différence significative ( $P < 0,01$ ) entre le prototype non traité et celui traité à  $425^{\circ}\text{C}$  à 15 mm de pénétration. Une autre différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité à  $425^{\circ}\text{C}$  à 16 mm de pénétration. Le prototype traité à  $425^{\circ}\text{C}$  est statistiquement meilleur ;
- Concernant les résultats à température de chauffe donnée :
  - Pour un traitement thermique à  $325^{\circ}\text{C}$  : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype traité pendant 5 minutes et celui traité pendant 60 minutes à 14 mm de pénétration. Le prototype traité pendant 60 minutes est statistiquement meilleur ;
  - Pour un traitement thermique à  $400^{\circ}\text{C}$  : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité pendant 15 minutes à 15 mm de pénétration. Le prototype traité pendant 15 minutes est statistiquement meilleur. Une autre différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité pendant 60 minutes à 16,5 mm de pénétration. Le prototype traité pendant 60 minutes est statistiquement meilleur ;
  - Pour un traitement thermique à  $425^{\circ}\text{C}$  : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité pendant 15 minutes à 14 mm de pénétration. Le prototype traité pendant 15 minutes est statistiquement meilleur.

Malgré le faible nombre de différences significatives, le prototype non traité thermiquement présente globalement les forces les plus importantes. Ces forces sont, en revanche, plus élevées pour les prototypes traités à  $375^{\circ}\text{C}$ -5 min à une pénétration de 17,5 mm (**figure 4.12a**) et à  $350^{\circ}$ - 45 min à des pénétrations de 17,5 mm et 18 mm (**figure 4.12d**). Au niveau de la partie coronaire de la courbure, les forces de pénétration de tous les prototypes testés diminuent pour ré-augmenter au fur et à mesure de l'avancement dans le canal. En effet, les forces de pénétration de tous les prototypes testés sont les plus élevées dans la partie la plus apicale du

canal, correspondant à la zone la plus étroite du canal où l'instrument subit les plus hautes contraintes (**figures 13a-e**).

Concernant les résultats à durée de traitement donnée, l'évolution des forces est non linéaire avec l'augmentation de la température de chauffe. Les prototypes traités à 425°C ont tendance à montrer de meilleurs résultats en pénétration que le reste des prototypes traités thermiquement (**figure 4.12e**). Concernant les résultats à température de chauffe donnée, l'évolution des forces est également non linéaire avec l'augmentation de la durée du traitement thermique. Pour un traitement thermique à 325°C et 350°C, les durées courtes entre 5 et 30 minutes permettent d'avoir des forces de pénétration plus faibles et ceci essentiellement dans la partie courbée du canal. Au fur et à mesure de l'augmentation de la température de chauffe (à partir d'un traitement à 375°C), ce sont les durées plus longues (45 et 60 minutes) qui permettent de constater ces faibles forces (**figure 4.13a-e**).

En retrait, très peu de différences significatives sont trouvées :

- Concernant les résultats à durée de traitement thermique donnée :
  - Pour un traitement thermique pendant 15 minutes : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité à 400°C à 17 mm de retrait. Le prototype traité à 400°C est statistiquement meilleur.
- Concernant les résultats à température de chauffe donnée :
  - Pour un traitement thermique à 400°C : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité pendant 15 minutes à 17 mm de retrait. Le prototype traité pendant 15 minutes est statistiquement meilleur. Une autre différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité pendant 60 minutes à 18 mm de retrait. Le prototype traité pendant 60 minutes est statistiquement meilleur.

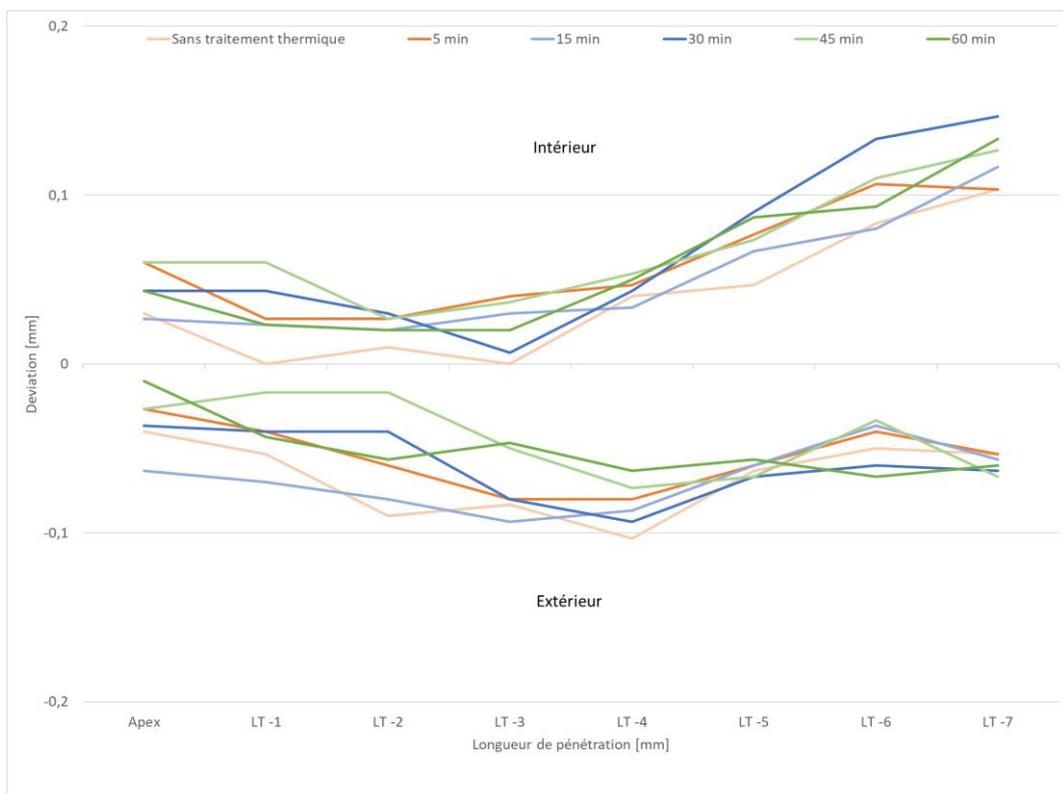
Malgré le très faible nombre de différences significatives, le prototype non traité thermiquement présente globalement les forces les plus importantes. Ces forces sont, en revanche, plus élevées pour les prototypes traités à 325°C-5 min, 325°C-15 min et 350°C-5 min pour une longueur de pénétration de 17,5 mm (**figure 4.13a, b**).

A noter que l'écart type est relativement important pour certains prototypes traités thermiquement avec des valeurs qui peuvent atteindre 8,7 N au maximum (le cas du prototype traité à 325°C pendant 15 minutes). Ces écart-types sont essentiellement constatés dans la partie apicale du canal (à 17,5 et 18 mm de pénétration). Lors des tests de P/R, des atteintes de couple

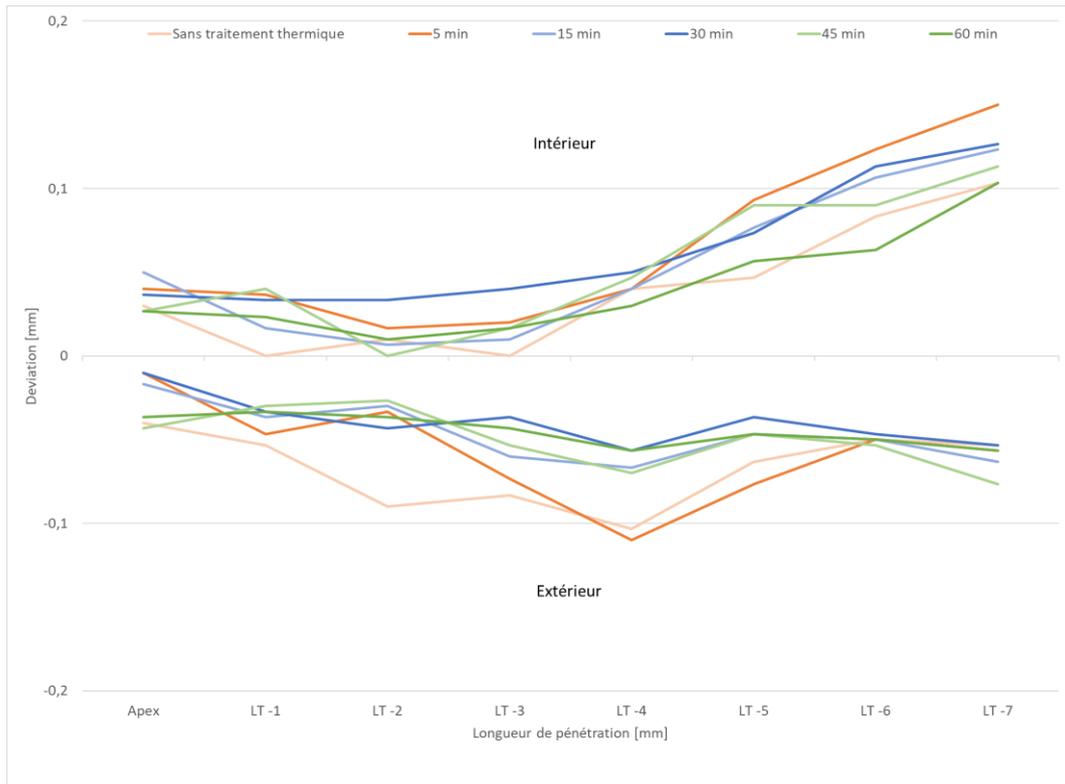
maximal ont été notées au niveau de tous les prototypes testés, ainsi que des mouvements d'*auto-reverse* indiqués par des signaux sonores par le moteur Dual Move.

### 4.2.3 Analyse de la déviation de trajectoire

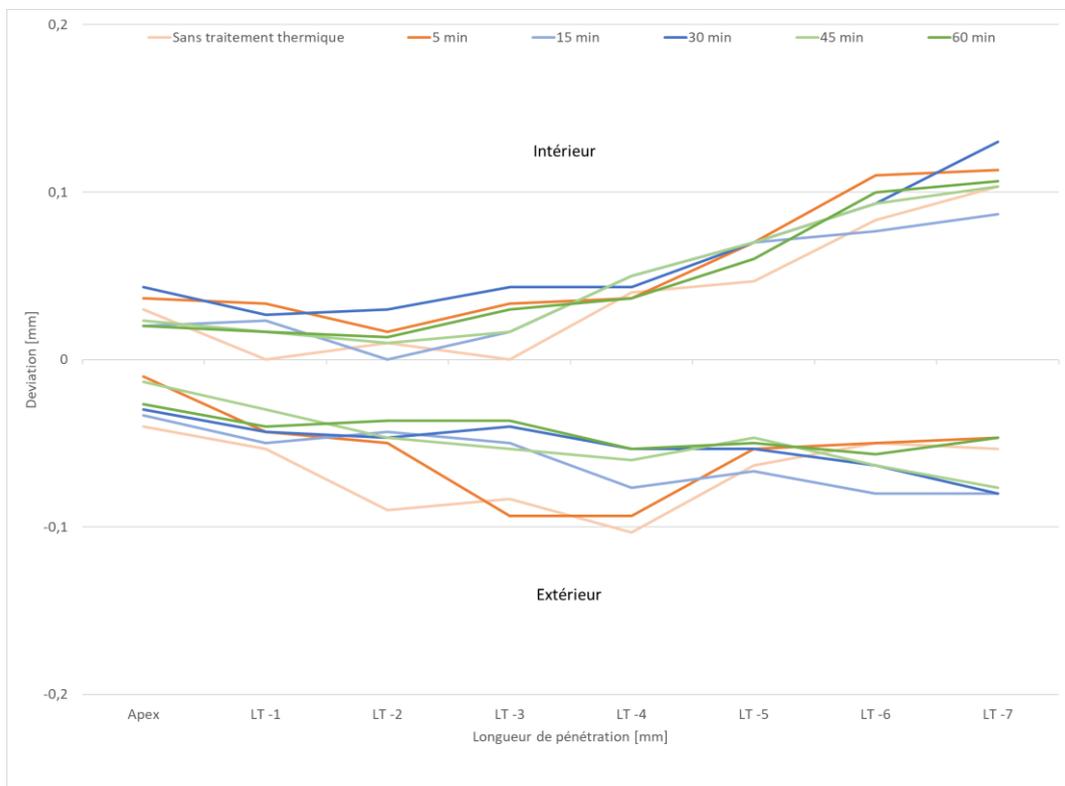
Le respect de l'anatomie canalaire a été mesuré en relevant tous les millimètres, à l'intérieur et à l'extérieur de la courbure, la différence existante entre la forme des canaux avant et après mise en forme par les prototypes traités thermiquement (**figures 4.14a-e et 4.15a-e**).



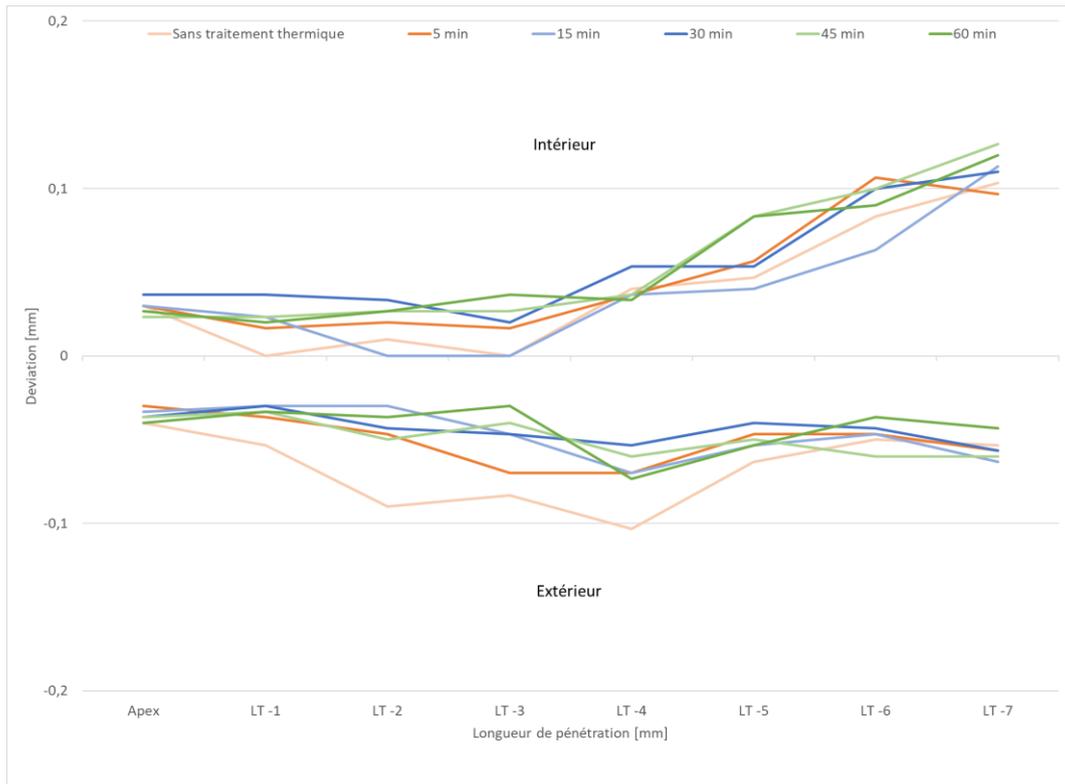
**Figure 4.14a Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 325°C.**



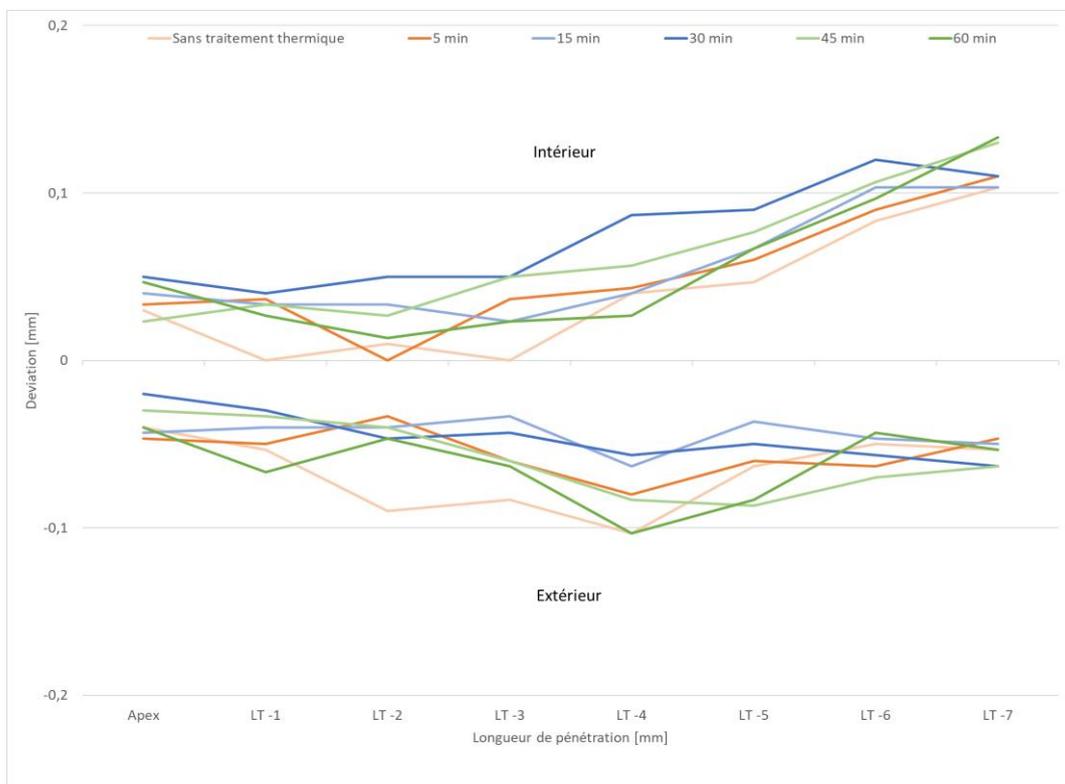
**Figure 4.14b** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 350°C.



**Figure 4.14c** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 375°C.



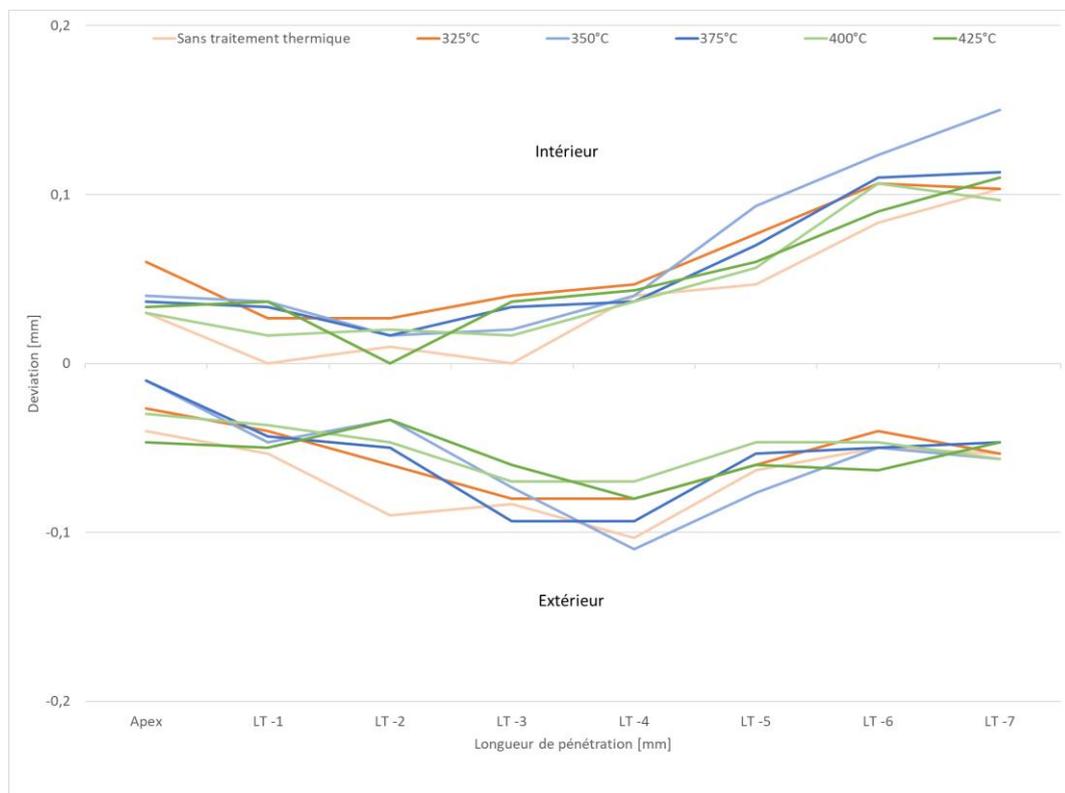
**Figure 4.14d Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 400°C.**



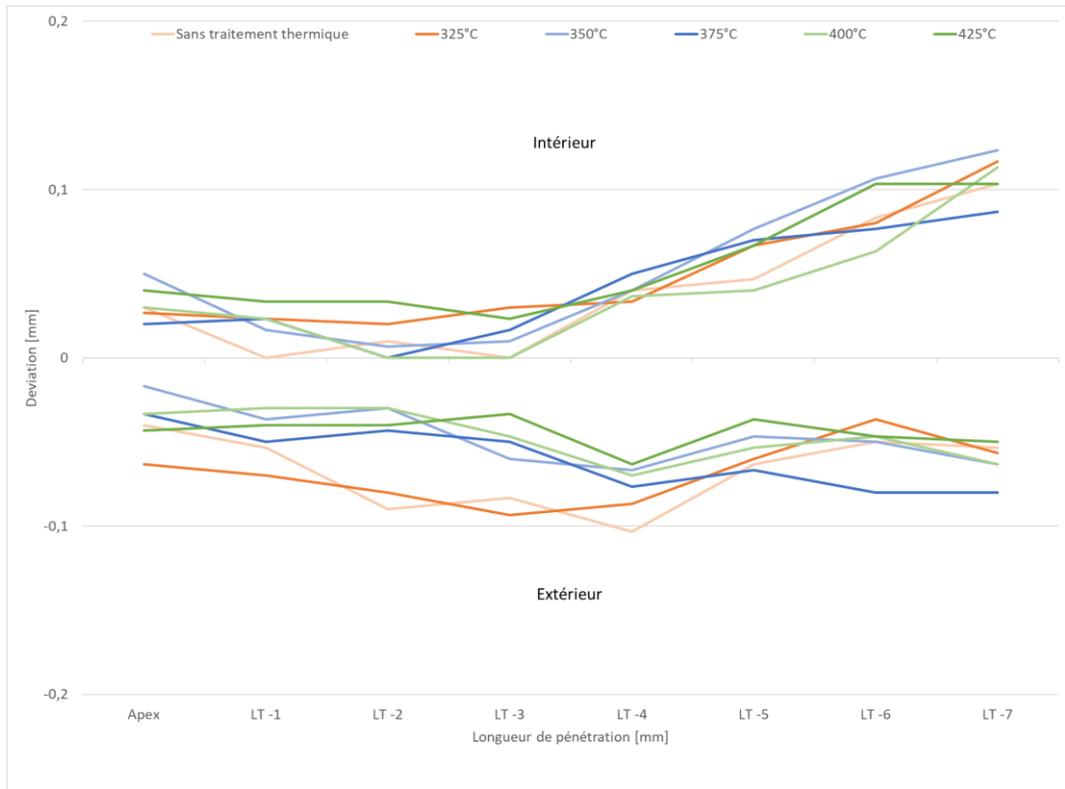
**Figure 4.14e Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement à 425°C.**

Sur le plan statistique, très peu de différences significatives ont été retrouvées quant à la déviation de trajectoire. Il faut noter qu'une erreur de 1 pixel lors de la saisie des données correspond à une erreur de 0,0323949 mm.

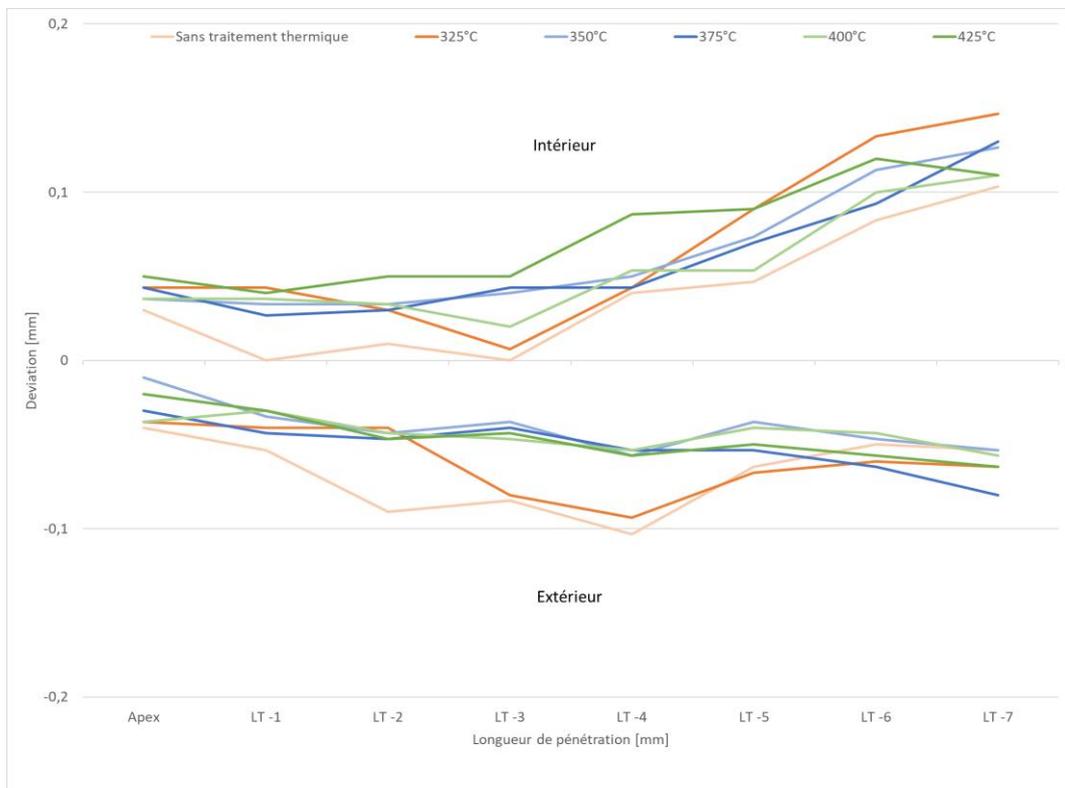
- Concernant les résultats à température de chauffe donnée :
  - Pour un traitement thermique à 375°C : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité pendant 30 minutes à une LT-3 mm à l'intérieur de la courbure. Le prototype traité pendant 30 minutes est statistiquement meilleur ;
  - Pour un traitement thermique à 400°C : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité pendant 15 minutes à une LT-1 mm à l'extérieur de la courbure. Le prototype traité pendant 15 minutes est statistiquement meilleur.



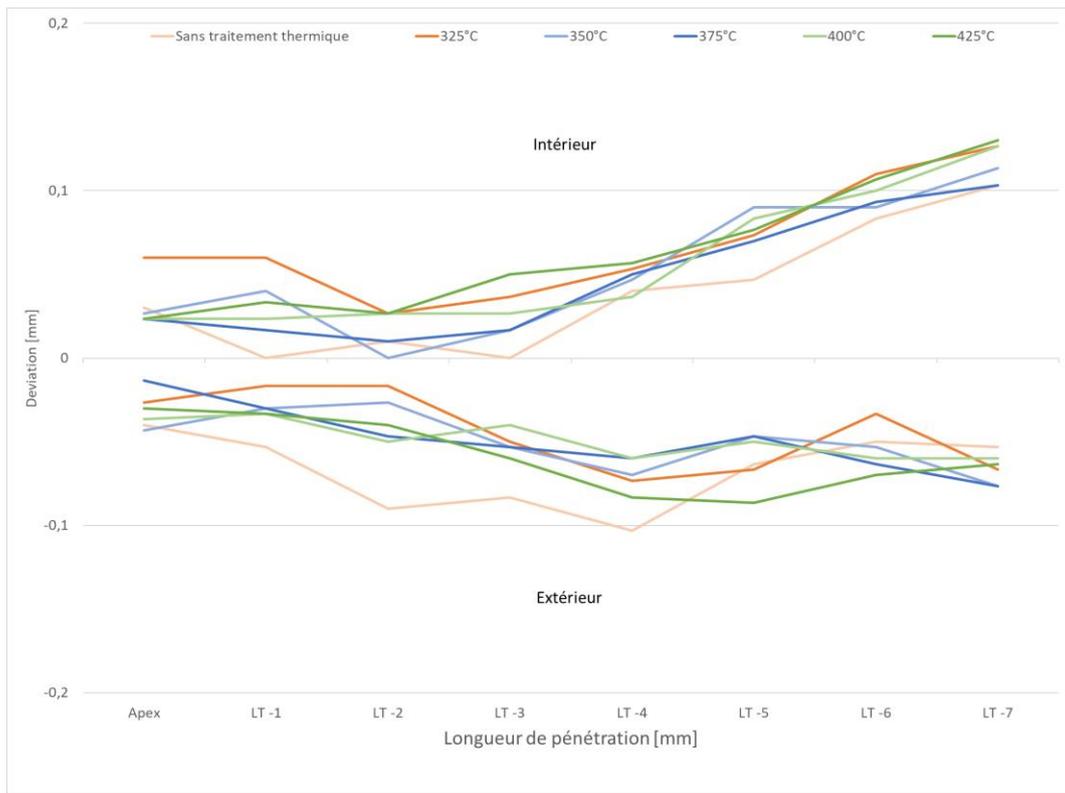
**Figure 4.15a Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 5 minutes.**



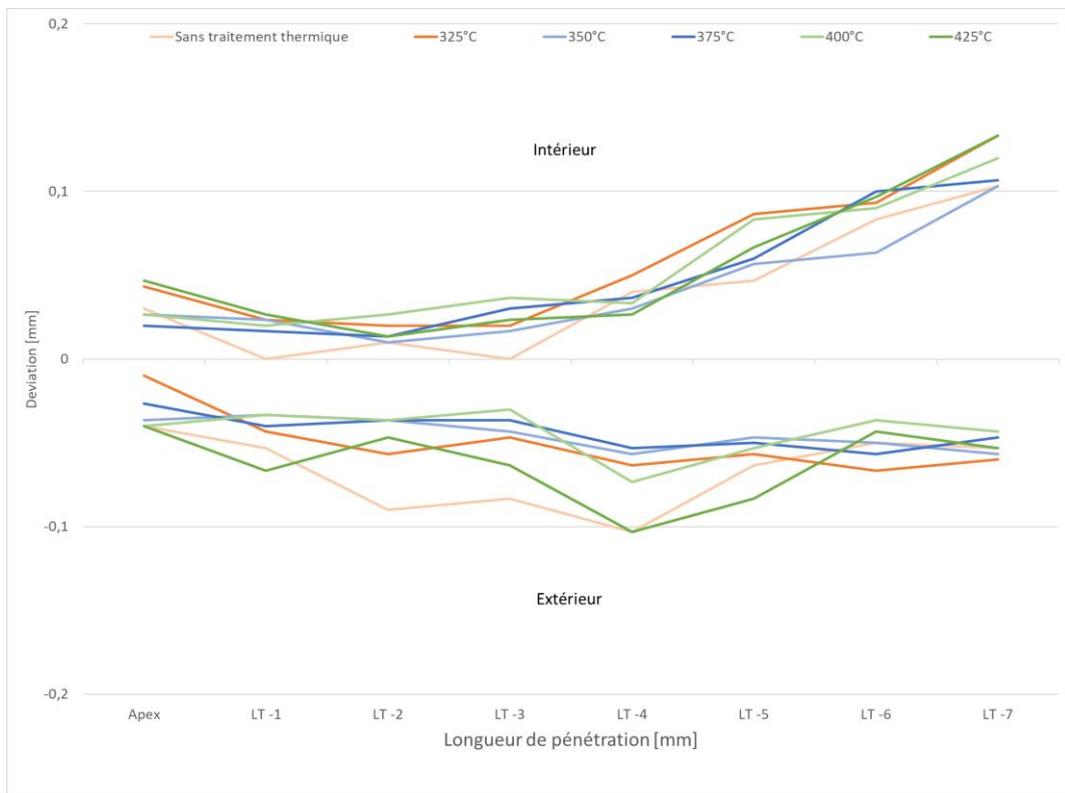
**Figure 4.15b Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 15 minutes.**



**Figure 4.15c Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 30 minutes.**



**Figure 4.15d** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 45 minutes.



**Figure 4.15e** Déviation de trajectoire après passage des prototypes traités thermiquement pendant 60 minutes.

- Concernant les résultats à durée de traitement donnée :
  - Pour un traitement pendant 45 minutes : une différence significative ( $P < 0,05$ ) entre le prototype non traité et celui traité à 325°C à une LT-1 mm et LT-2 mm à l'extérieur de la courbure. Le prototype traité à 325°C est statistiquement meilleur.

Ces résultats montrent que les déviations de trajectoires sont quasiment non perceptibles. Au-delà du contexte purement statistique, il n'existe aucune différence significative entre les groupes testés d'un point de vue clinique car ces dernières ne représentent cliniquement que des différences de l'ordre du centième de millimètre.

Les prototypes, traités comme non traités thermiquement, respectent la trajectoire canalaire. Les quelques différences retrouvées peuvent être dues à :

- un relevé moins précis ;
- une différence au niveau du rayon de courbure des blocs concernés.

### 4.3 Discussion et perspectives

Les paramètres géométriques des prototypes testés ont été choisis afin de se rapprocher de la réalité clinique et du *gold standard* en termes de thérapeutique endodontique permettant de répondre aux objectifs de l'endodontie moderne. En effet, un des *gold standard* pouvant être utilisé pour la préparation canalaire d'une biopulpectomie est un instrument présentant une conicité de 6% et un diamètre à la pointe de 0,25 mm. Ce dernier permettra (i) l'apport des irrigants canalaire au niveau apical, (ii) d'avoir un canal prêt à être obturé de façon tridimensionnelle et (iii) de préserver au mieux l'aspect biomécanique de l'organe dentaire (Fatima et al., 2021).

La capacité de coupe des instruments canalaire est le fruit d'une relation complexe entre différents paramètres tels que la section de coupe, la conicité, l'angle hélicoïdal et de coupe, la capacité d'élimination des copeaux dentinaires, les propriétés métallurgiques et le traitement de surface des instruments (Hulsmann et al., 2005 ; Schäfer and Oitzinger, 2008 ; Pedulla et al., 2013 ; Duque et al., 2017 ; Daou et al., 2020). Dans notre étude, les paramètres géométriques ont été fixés afin d'étudier uniquement l'effet du traitement thermique sur l'efficacité de coupe matérialisée par les forces enregistrées en pénétration et en retrait. Malgré la non-significativité statistique des résultats de cette étude, les instruments traités thermiquement montrent des résultats en P/R meilleurs que les instruments non traités, ce qui rend leurs efficacités de coupe

supérieures. L'influence du traitement thermique des limes NiTi et de leurs phases cristallographiques sur l'efficacité de coupe n'est toujours pas claire (Vasconcelos et al., 2018 ; Seracchiani et al., 2022). La littérature n'est pas unanime sur l'effet exacte du traitement thermique sur l'efficacité de coupe des instruments endodontiques, les différences obtenues pouvant être expliquées par les différentes conditions expérimentales.

Une hypothèse a été émise que l'efficacité de coupe pourrait être réduite en raison de la plus grande flexibilité des nouveaux alliages traités thermiquement (Shen et al., 2008 ; Vasconcelos et al., 2018). Le traitement thermique peut prédisposer les instruments à la déformation plastique et à la perturbation des arêtes de coupe lors de l'utilisation, réduisant leurs capacités de coupe (Shen et al., 2013a ; Gagliardi et al., 2015). En contrepartie, d'autres études ont montré qu'un instrument traité thermiquement présentait une efficacité de coupe similaire ou meilleure à celle d'un instrument équivalent non traité thermiquement (Jamleh et al., 2018 ; Vyver et al., 2019 ; Pedullà et al., 2021). Ce constat était expliqué par les propriétés métallurgiques spécifiques des limes traitées qui se traduisaient par des arêtes de coupe plus souples et plus douces, permettant des zones de contact plus uniformément réparties avec les parois dentinaire, favorisant une action de coupe plus efficace que les instruments non traités (Pedullà et al., 2021 ; Gambarini et al., 2021). Une fois encore, la contradiction de ces résultats pourrait être expliquée par la différence des conditions expérimentales.

Les paramètres liés à la conception géométrique et le processus de fabrication (phase de traitement thermique) des instruments endodontiques peuvent affecter les forces de réaction et l'effet de vissage. Les instruments traités thermiquement produisent des forces de réaction minimales sur la paroi du canal en comparaison aux instruments conventionnels (non traités) (Gao et al., 2012 ; Kwak et al., 2019). La capacité de centrage des instruments et le respect de la trajectoire canalaire sont fondamentalement liés à ces paramètres (Ha et al., 2015 ; Zanza et al., 2021). Dans une situation clinique, un instrument avec une faible flexibilité peut être responsable de plus de déviations anatomiques par rapport à des instruments plus flexibles (Burklein and Schäfer, 2013 ; Alcalde, 2020). La superélasticité est l'une des caractéristiques majeures de la lime NiTi, en particulier dans les canaux courbes. L'utilisation répétitive de la lime NiTi dans le canal courbé est susceptible d'augmenter la coupe de sa surface extérieure, tandis que le mouvement de va-et-vient fait que la lime se redresse par superélasticité, provoquant le transport du canal (Silva et al., 2016 ; Goo et al., 2017). Il est possible que le traitement thermique, qui affecte clairement la distribution contrainte-déformation des instruments endodontiques et augmente leurs flexibilités, limite la préparation du côté opposé

à la courbure en diminuant la tendance des instruments à se redresser dans les canaux courbes (Hieawy et al., 2015 ; Silva et al., 2016 ; Pinheiro et al., 2018). Différents instruments NiTi traités thermiquement ont démontré des préparations canalaires avec un faible transport apical, des canaux plus centrés et des résultats d'élimination des débris favorables (Gagliarli et al., 2015 ; Silva et al., 2016 ; De-Deus et al., 2017 ; Pinheiro et al., 2018 ; Vyver et al., 2019 ; Pivoto-João et al., 2020 ; Maki et al., 2020). Cependant, concernant ces critères d'évaluation, d'autres études n'ont pas détecté de différences significatives entre des instruments endodontiques traités et non traités thermiquement (Duque et al., 2017 ; Kabil et al., 2021). Cet écart pourrait être dû, encore une fois, à des différences dans les conditions expérimentales, telles que le type de canal radiculaire (blocs canalaires en résine, dents extraites), la courbure du canal radiculaire, la similitude géométrique des instruments testés et la méthode utilisée pour évaluer le respect de la trajectoire canalaire (Ha et al., 2015 ; Maki et al., 2020).

Bien que le protocole de mise en forme canalaire adopté dans notre étude soit piloté par un banc d'essai, des paramètres ont été identifiés comme sources de potentiels biais.

- Vue le nombre d'échantillons à tester, les tests ont été effectués sur plusieurs jours. Ceci peut engendrer des gestes différents d'un jour à l'autre comme par exemple une irrigation canalaire moins prononcée ou encore une vérification de la perméabilité apicale et un nettoyage de l'instrument moins poussés.
- La lecture au pixel près lors de l'analyse de déviation de trajectoire peut être différente en raison d'une analyse faite sur plusieurs jours. Cependant, les relevés effectués soulignent une bonne reproductibilité.
- Les blocs en résine utilisés dans notre étude ont déjà été validés comme modèle satisfaisant pour étudier la capacité de mise en forme des instruments endodontiques ; ils sont particulièrement intéressants en raison de la standardisation complète de l'anatomie du canal (Kim et al., 2021). Cependant, l'utilisation de blocs de résine présente certaines limites, notamment la différence de la dureté par rapport à la dentine radiculaire et les effets secondaires possibles créés par génération de chaleur pendant l'instrumentation qui peut ramollir le matériau en résine et coincer les lames de coupe de l'instrument (Zhang et al., 2008 ; Silva et al., 2016 ; Kim et al., 2021). Enfin, leur production par surmoulage entraîne une similitude relative concernant la reproductibilité anatomique du canal simulé. Des simulateurs endodontiques imprimés pourrait être une alternative intéressante.

Concernant les essais de P/R, ces derniers ont montré une dispersion qui pourrait être expliquée par :

- un faible nombre d'échantillon ;
- une différence de conicité des différents prototypes relevée lors de l'observation sous profilomètre ;
- une étape de brossage, utilisée pour éliminer les bavures formées lors de l'usinage de l'instrument endodontique, pouvant entraîner des instruments brossés de façon non homogène sur toute leurs parties actives ou même entre eux ;
- des différences de rayon de courbure et/ou de longueur (moins de 18 mm) entre les blocs de résine (lié à leur mode de production par surmoulage).

Les résultats expérimentaux permettent de comparer la réponse en P/R des instruments avec différents traitements thermiques mais cette comparaison n'est basée que sur les composantes verticales mesurées de la force et du déplacement, donc uniquement sur des grandeurs globales partielles (Vincent, 2017). Il serait utile d'utiliser un capteur tridimensionnel permettant de mesurer les trois composantes de forces et de moments afin d'analyser de manière exhaustive la réponse globale lors des protocoles de P/R. De plus, il serait également important de mesurer les grandeurs locales telles que la taille de la zone transformée en phase martensitique, un indicateur important de la rigidité et de la réponse à la fatigue des instruments endodontiques, ou encore la contrainte maximale. Enfin, des analyses expérimentales pourraient être complétées par des analyses par éléments finis (Vincent, 2017).

# Conclusions et perspectives

L'objectif principal de ce travail de thèse était de déterminer, à travers une approche expérimentale, l'influence de chaque paramètre du traitement thermique sur les performances mécaniques et la tenue en service des instruments endodontiques en NiTi.

L'approche expérimentale a débuté par la caractérisation de l'alliage utilisé au cours de cette thèse. Lors des essais de traction uni-axiale, cet AMF a montré une sensibilité au traitement thermique avec une visualisation de la phase-R sur les échantillons NiTi traité thermiquement. Lors des essais de DSC, le NiTi présente des températures de transformation avec quasiment un passage direct entre les phases austénitiques et martensitiques. En effet, bien qu'elle soit visible sur les courbes de traction des fils traités thermiquement, la phase-R n'apparaît sur les mesures de DSC que pour les fils traités à 325°C pendant 15 minutes.

À la suite de ces caractérisations, une campagne d'essais sur fils a ensuite été mise en place. Plusieurs études ont investigué l'effet du traitement thermique sur la flexibilité des instruments endodontiques en NiTi, mais peu d'études ont évalué cette influence sur le fil en NiTi utilisé pour la fabrication de ces instruments (Yahata et al., 2009 ; Miyara et al., 2014). L'enquête à travers ces études a été réalisée sans utiliser de plan d'expériences. Dans notre travail, des fils en NiTi conventionnels pour instruments endodontiques provenant du même fournisseur, de forme cylindrique et du même lot, ont été étudiés. Les facteurs géométriques pouvant influencer les résultats ont été figés. Enfin, l'influence du traitement thermique sur les propriétés de flexion de ces fils en NiTi a été étudiée à l'aide d'un plan d'expérience. Chaque paramètre du traitement thermique a été analysé au travers de ce plan. La température, la durée de chauffe et la vitesse de refroidissement ont été sélectionnées comme facteurs contributifs. Les différents niveaux de facteurs ont été choisis en se basant sur les données de la littérature et sur les essais préliminaires effectués. Le couple à rotation maximale, la taille de l'hystérésis et la rigidité pendant la transformation martensitique ont été sélectionnés comme réponses étudiées. Cette étude a montré que le traitement thermique décale les températures de transformations vers le chaud. Ceci impacte de manière importante la réponse du fil NiTi lors des tests de flexion. Il s'avère ainsi efficace pour augmenter la flexibilité des fils en NiTi traités. Il ressort de ce plan d'expérience que la température du traitement thermique est le facteur le plus important influençant la flexibilité et la taille de l'hystérésis du fil en NiTi, suivie du temps de maintien, tandis que la méthode de refroidissement a un effet négligeable. Le plan d'expérience factoriel

complet a permis de trouver le jeu de paramètres aboutissant à une flexibilité maximale : 425°C de température de chauffage avec un temps de maintien de 30 minutes. L'analyse de régression confirme l'efficacité de la température de traitement thermique et du temps de maintien sur la flexibilité et la taille de l'hystérésis des fils en NiTi.

La flexibilité des instruments endodontiques en NiTi étant influencée non seulement par le traitement thermique mais également par ses paramètres géométriques, un second plan d'expérience a été appliqué sur des prototypes d'instruments en NiTi. Le but de ce deuxième plan était de mieux comprendre l'interaction complexe des paramètres étudiés. Après modifications, ce plan d'expérience a éliminé les facteurs minoritaires tout en augmentant le nombre de niveaux des facteurs prédominants, permettant ainsi d'avoir une étude plus large de leur influence. Les résultats de cette étude montrent que le traitement thermique influence de façon plus variable la flexibilité des instruments endodontiques.

Enfin, la tenue en service des instruments endodontiques a été évaluée à travers des essais de P/R et d'analyse de déviation de trajectoire sur les prototypes testés en flexion. Ces essais permettent d'étudier les effets du traitement thermique sur l'efficacité de coupe et les sensations d'aspiration, matérialisée respectivement par les forces enregistrées en pénétration et en retrait. Malgré la non-significativité statistique des résultats de cette étude, les instruments traités thermiquement soulignent des résultats en P/R meilleurs que les instruments non traités. De plus, les instruments traités thermiquement semblent respecter, de façon similaire aux instruments non traités, la trajectoire canalaire.

L'analyse critique de nos travaux de recherches ont permis d'identifier plusieurs biais :

- Les essais de flexion réalisés au cours de cette étude sont quasi-statiques et constituent un bon moyen d'établir les propriétés mécaniques de base de l'alliage en NiTi utilisé pour la fabrication d'instruments endodontiques. Prendre en compte la dynamique des procédures d'instrumentation et la rotation des instruments en NiTi à plus grande vitesse est une des voies de recherche potentielle.
- Une autre voie de recherche permettant d'améliorer les performances mécaniques de nos prototypes est la réalisation des tests de torsion et de flexion-torsion combinées apportant ainsi une forte plus-value dans l'étude des instruments endodontiques.
- Les résultats du plan d'expérience réalisés sur prototypes ont montré de fortes dispersions contrairement à ceux sur fils. Le système de fixation de la pointe des limes (mors de pointe du banc d'essai) lors des essais de flexion ainsi que la géométrie complexe des prototypes

ont été identifiés comme des potentiels facteurs causant ces dispersions. Des essais supplémentaires afin de confirmer ces observations et de les corriger sont des voies d'améliorations du banc d'essai de flexion.

- Les résultats expérimentaux des essais de P/R sont basés sur les composantes verticales mesurées de la force et du déplacement. Une voie d'amélioration serait d'utiliser un capteur tridimensionnel permettant de mesurer les trois composantes de forces et de moments afin d'analyser de manière exhaustive la réponse globale lors de la P/R.
- Un autre axe de recherche non négligeable est l'utilisation de la réciprocité comme dynamique instrumentale. En effet, il a été démontré que cette dynamique, grâce aux mouvements alternés horaire et antihoraire, permet d'éliminer les risques d'aspiration et de vissage instrumental et de parfaire le centrage de l'instrument au sein du canal (Yared, 2008 ; Kiefner et al., 2014 ; Vincent, 2017).
- Ces essais de P/R ont montré une certaine dispersion pouvant également être expliquée par l'utilisation de blocs en résines présentant une reproductibilité toute relative liée à leur fabrication par moulage. Ainsi, utiliser des simulateurs fabriqués par impression 3D, parfaitement identiques entre eux, serait une autre voie d'amélioration du protocole de P/R.
- Dans ce travail de thèse, l'évaluation de la déviation de trajectoire des prototypes était réalisée de façon bidimensionnelle. L'apport de la 3D permet de localiser et de caractériser dans tous les sens de l'espace le canal radiculaire. La microtomographie (Micro-CT) est à ce jour la méthode *in vitro* la plus précise et de nombreuses études l'utilisent afin d'observer en détail l'anatomie endodontique et comparer les propriétés des instruments face au transport canalaire. Cette technique non destructive permet d'obtenir une image en 3D de la dent, afin de mesurer les variations de volume du canal et les variations de surface, sur l'ensemble des canaux. L'utilisation de la Micro-CT associée aux logiciels informatiques, devrait donc permettre l'évaluation du volume canalaire, du pourcentage de surfaces non instrumentées, de la quantité de dentine retirée et du transport canalaire (Huslmann et al., 2005 ; Boulic, 2014).
- Les prototypes utilisés dans notre travail de recherche sont usinés suivi d'un brossage permettant d'éliminer les ébavures post-usinage. Il pourrait donc être intéressant de réaliser des essais sur des prototypes non pas usinés mais plutôt torsadés ou électro-érodés afin de confronter les résultats mécaniques obtenus avec ces deux techniques de fabrications. Une autre voie de recherche est celle du traitement de surface de l'instrument. Des essais pourront être effectués en association ou non au traitement thermique afin de comparer l'influence isolée ou combinée de ces deux procédés post-usinage.

- De plus, ces tests ont été effectués à température ambiante. Cependant, l'environnement dans lequel l'instrument endodontique est utilisé est la température corporelle intra-orale. En effet, il a été démontré que la température environnementale affecte considérablement le comportement en fatigue des instruments endodontiques (De Vasconcelos et al., 2016 ; Grande et al., 2017 ; La Rosa et al., 2021). Il est crucial de considérer la variation de température dans les études au laboratoire surtout lorsque différents traitements thermiques sont évalués (Nehme et al., 2022). De nouvelles améliorations du dispositif de tests de flexion sont en cours de réalisation et consisteraient à disposer l'ensemble du banc d'essais dans une chambre thermique contrôlée à 35°C, température moyenne de la cavité buccale. Ces améliorations pourraient aussi s'appliquer aux essais de P/R. Une différence de 14°C pour des instruments faits en NiTi est importante à considérer comme indiqué lors des essais de DSC. Les tests alors réalisés seraient plus représentatifs des conditions d'utilisation de l'instrument, garantissant ainsi des résultats plus pertinents et significatifs sur le plan clinique.
- Enfin, un autre axe de recherche intéressant à exploiter est celui d'un traitement thermique avec plusieurs cycles à des températures de chauffage et durées différentes.

Tous ces points représentent donc des voies de recherches potentielles permettant de parfaire les réponses des instruments prototypes en flexion et en P/R.

Enfin, des analyses par éléments finis font aussi partie des voies de recherche à exploiter. Ils permettraient de simuler les réponses des limes pour les différents paramètres de traitement thermique et comparer les résultats à ceux obtenus expérimentalement. Les modèles numériques, une fois validés par les données expérimentales, permettront d'accéder à des informations locales en tout point matériel de l'instrument (état local de contraintes et de transformation martensitique, *etc.*).

## Annexe A

### Essais préliminaires de traction uni-axiale sur Fil FWM

Les essais préliminaires consistaient essentiellement à des tests de traction uni-axiale réalisés sur une machine de traction compression (Zwick/Roell® - cellule de force 10 kN, Ulm, Germany). Les éprouvettes en Ni-Ti sont des fils FWM qui présentent une forme cylindrique de 1,2 mm de diamètre. Elles sont testées sur 6 cycles de tractions pour une contrainte allant jusqu'à 700 MPa et à une vitesse de déformation de  $10^{-3}$ /s. Le 6<sup>e</sup> cycle correspond à un comportement d'un fil éduqué (comportement stabilisé). Ces valeurs ont été déterminées après des essais de traction destructifs, à température ambiante, permettant de visualiser la fin de la transformation martensitique et le début du domaine élastique de la martensite de l'alliage NiTi étudié.

Les fils testés sont répartis en deux groupes : un groupe de fil sans traitement thermique et un groupe de fil traité thermiquement utilisant le four Nabetherm.

Les paramètres des traitements thermiques appliqués sont les suivants :

- Température de chauffe : 300°C, 350°C, 400°C ;
- Durée du traitement thermique (palier) : 15 et 30 minutes ;
- Refroidissement : eau, air libre, four (laissé ouvert).

Pour chaque fil, 3 essais ont été réalisés afin de vérifier la reproductibilité des résultats.

Les courbes correspondent, pour chaque traitement thermique, à la moyenne du 6<sup>e</sup> cycle.

#### Concernant les traitements thermiques pendant 15 minutes :

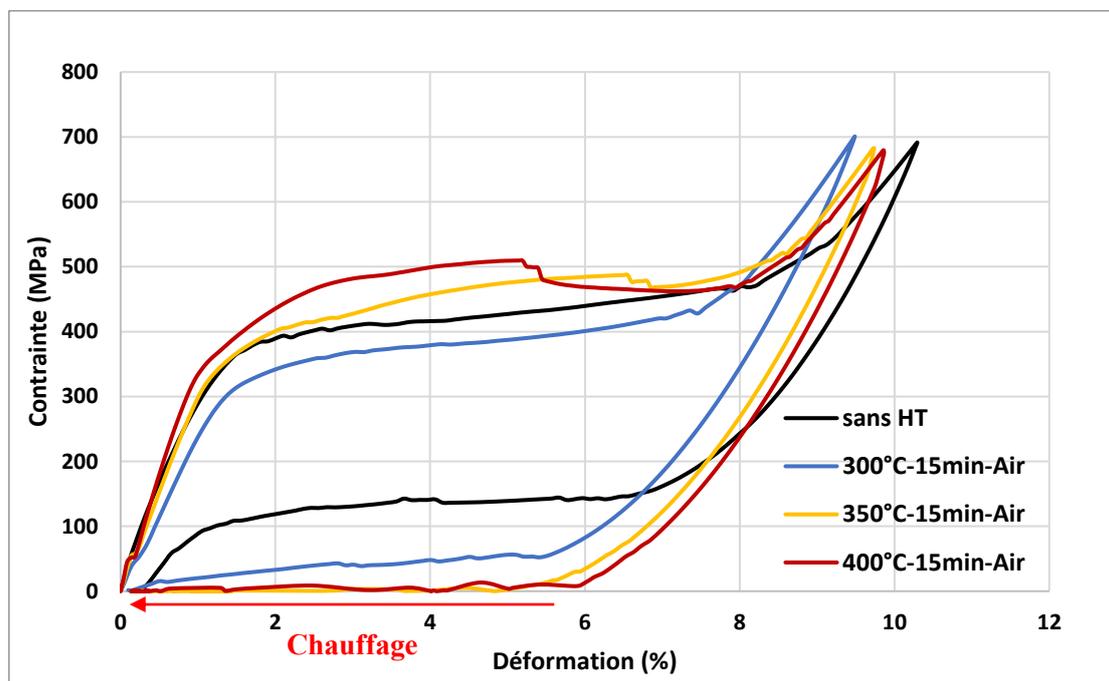
Le traitement thermique entraîne la diminution des contraintes de transformation martensitique. Ce phénomène est essentiellement marqué lors de la transformation inverse (martensite → austénite) avec des contraintes de fin de transformation austénitique presque nulle pour les fils traités à 300° - 15 minutes (**figures A.1, A.2 et A.3**). Ces fils traités thermiquement à 300°C pendant 15 minutes présentent des contraintes de transformation similaires quelle que soit la méthode de refroidissement. Cependant, les échantillons refroidis au four présentent une déformation maximale de transformation plus faible que ceux refroidis à l'air et à l'eau (**figure A.3**). À partir d'un traitement thermique à 350°C, l'alliage montre un effet mémoire de forme. En effet, La décharge, toujours à température constante, permet de recouvrir uniquement la déformation élastique. C'est seulement lors du chauffage que la déformation de transformation

est totalement recouverte (**figure A.1** et **A.2**). Tous les fils traités montrent une inflexion témoignant de la présence de la phase-R.

Concernant les traitements thermiques pendant 30 minutes :

Les **figure A.4** et **A.5** montrent que le traitement thermique entraîne la diminution des contraintes de transformation martensitique. Ce phénomène est essentiellement marqué lors de la transformation inverse (martensite  $\rightarrow$  austénite) surtout pour le fil traité à 300°C. Ces fils traités thermiquement à 300°C pendant 30 minutes présentent une déformation maximale de transformation plus faible que ceux traités à 350°C et 400°C. À partir d'un traitement thermique à 350°C, l'alliage montre aussi un effet mémoire de forme. Tous les fils traités montrent une inflexion témoignant de la présence de la phase-R.

Les **figures A.6** et **A.7** montrent que, pour une méthode de refroidissement donnée, les fils traités à 400°C pendant 15 minutes et 30 minutes présentent des contraintes de transformation similaires.



**Figure A.1** Courbe moyenne d'un essai de traction cyclique (6<sup>e</sup> cycle) sur un fil traité à 300°, 350° et 400° pendant 15 minutes et refroidi à l'air libre. La courbe noire correspond au fil non traité thermiquement. Flèche rouge = chauffage.

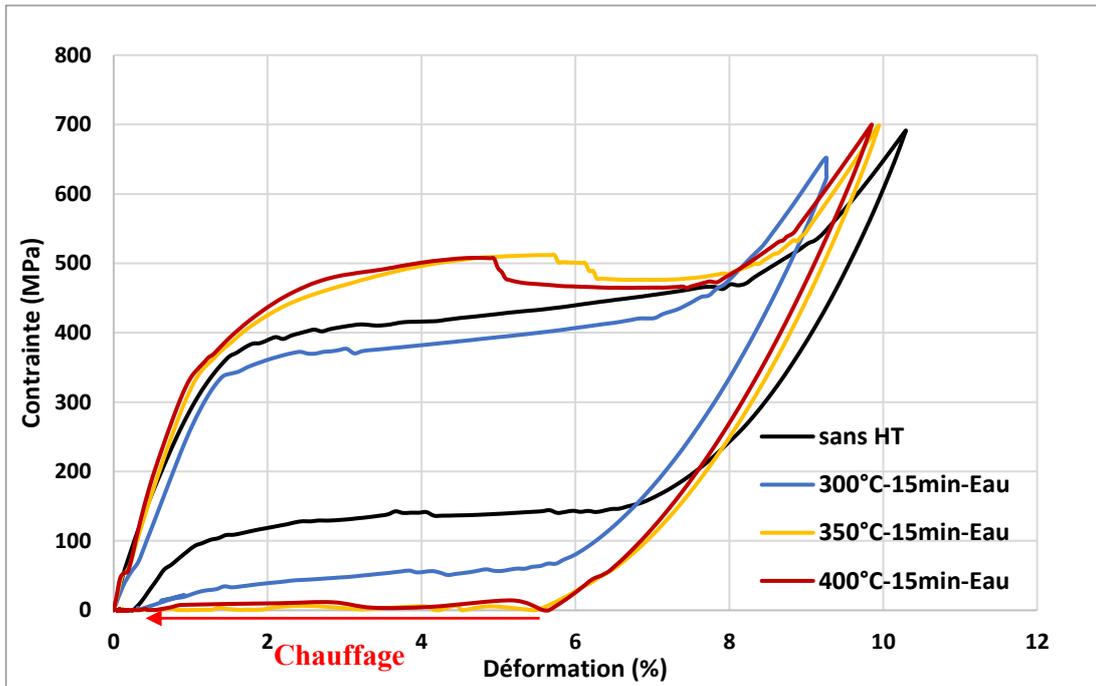


Figure A.2 Courbe moyenne d'un essai de traction cyclique (6<sup>e</sup> cycle) sur un fil traité à 300°, 350° et à 400° pendant 15 minutes et refroidi à l'eau. La courbe noire correspond au fil non traité thermiquement. Flèche rouge = chauffage.

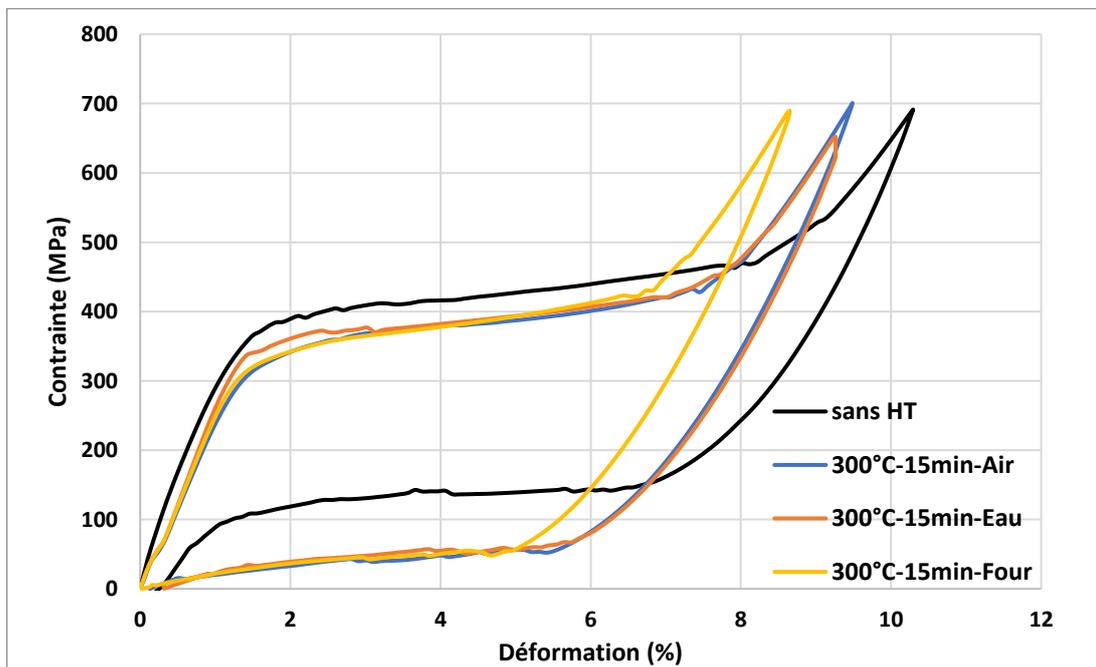


Figure A.3 Courbe moyenne d'un essai de traction cyclique (6<sup>e</sup> cycle) sur un fil traité à 300° pendant 15 minutes et refroidi à l'air libre, l'eau et au four. La courbe noire correspond au fil non traité thermiquement.

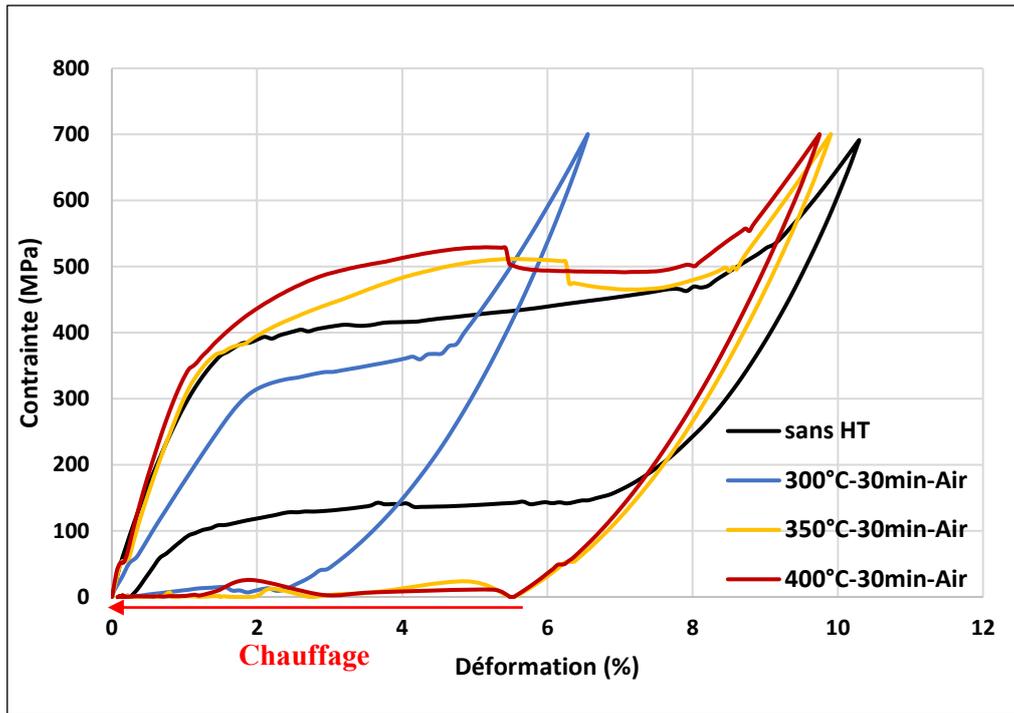


Figure A.4 Courbe moyenne d'un essai de traction cyclique (6<sup>e</sup> cycle) sur un fil traité à 300°, 350° et 400° pendant 30 minutes et refroidi à l'air libre. La courbe noire correspond au fil non traité thermiquement. Flèche rouge = chauffage.

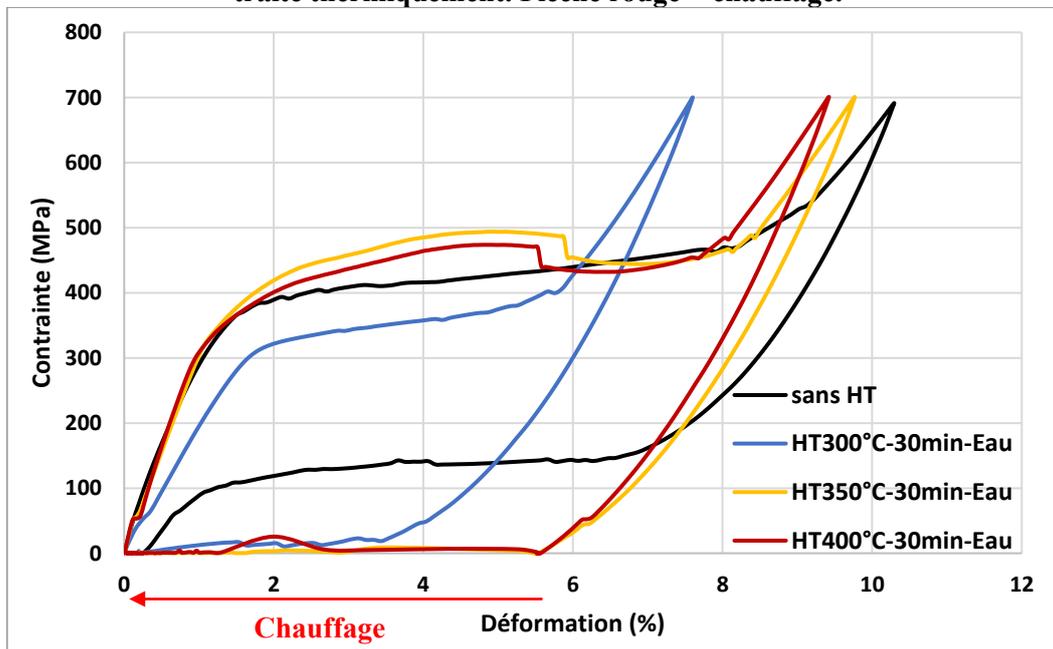


Figure A.5 Courbe moyenne d'un essai de traction cyclique (6<sup>e</sup> cycle) sur un fil traité à 300°, 350° et à 400° pendant 30 minutes et refroidi à l'eau. La courbe noire correspond au fil non traité thermiquement. Flèche rouge = chauffage.

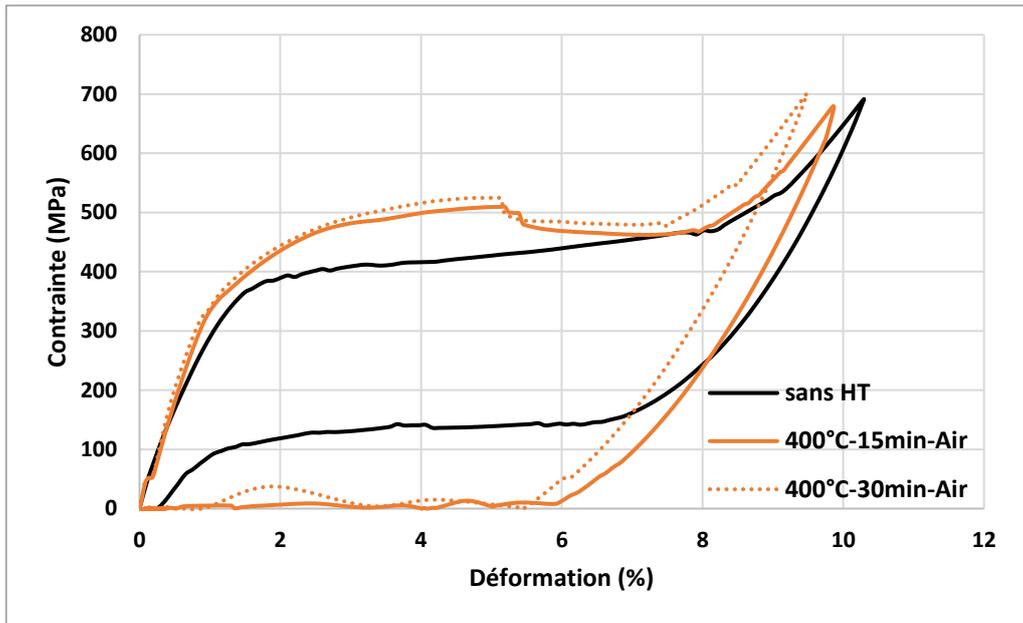


Figure A.6 Courbe moyenne d'un essai de traction cyclique (6<sup>e</sup> cycle) sur un fil traité à 400° pendant 15 et 30 minutes et refroidi à l'air libre. La courbe noire correspond au fil non traité thermiquement.

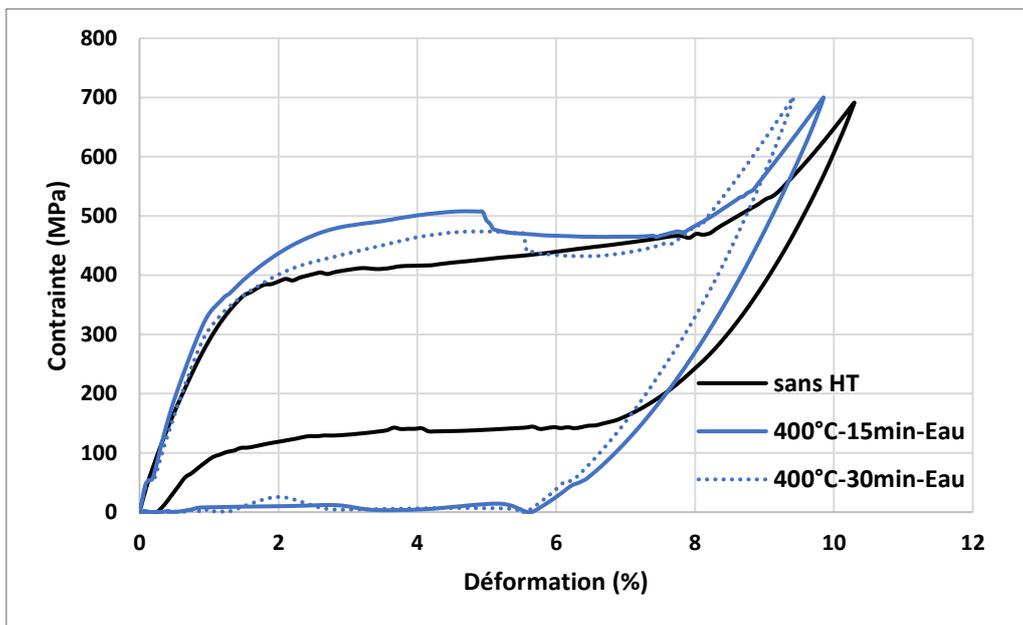


Figure A.7 Courbe moyenne d'un essai de traction cyclique (6<sup>e</sup> cycle) sur un fil traité à 400° pendant 15 et 30 minutes et refroidi à l'eau. La courbe noire correspond au fil non traité thermiquement.

## Annexe B

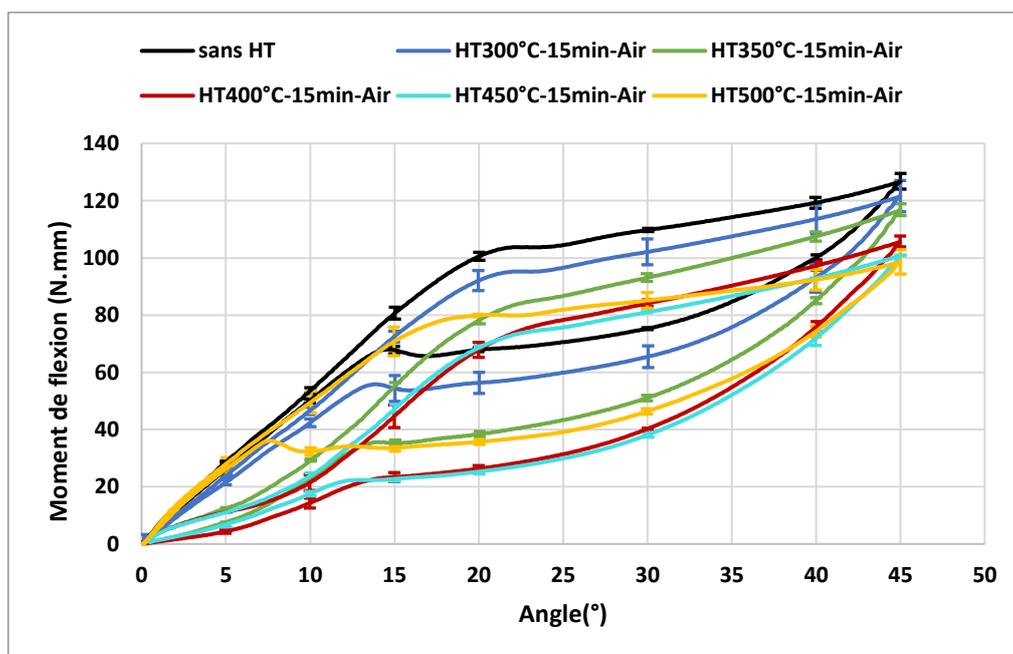
### Essais préliminaires de flexion sur Fil FWM

Les essais de flexion ont été réalisés sur des fils FWM de 1 mm de diamètre avec 5 cycles de chargement simple à 45° (le protocole opératoire est décrit dans le chapitre 2). Le **tableau B** présente les traitements thermiques effectués sur les fils testés.

**Tableau B Traitements thermiques appliqués au fil FWM.**

Températures	Durée	Refroidissement
300°-350°-400°-450°-500°	15 min	Air

La **figure B** montre la réponse des fils FWM traités thermiquement pour un chargement de flexion simple. Le traitement thermique permet d'augmenter la flexibilité des fils testés avec une diminution de la réponse en couple. À partir d'un traitement thermique de 350°C, la diminution de rigidité apparaît au tout début du chargement en flexion (la partie linéaire correspondant à la déformation élastique de l'austénite n'est plus visible). La réponse des fils traités à 400°C et 450°C est quasiment similaire. La réponse du fil FWM traité à 500°C ne présente pas de différence avec le fil non traité thermiquement pendant sa déformation élastique. En revanche, il montre une flexibilité supérieure lors de la transformation directe durant la charge et jusqu'à la fin de la transformation inverse en décharge.



**Figure B Courbe moyenne de la réponse des fils NiTi traités thermiquement à un chargement de flexion simple (45°).**

# Bibliographie

Abdelmomen I, Vincent M, Thiebaud F, Budzinski J, Bastogne T, Ben Zineb T, et al. Experimental Analysis of the Influence of Heat Treatments on the Flexibility of NiTi Alloy for Endodontic Instruments Manufacturing. *Materials*. 2023 ;16(9) :3437.

Abu-Tahun IH, Ha JH, Kwak SW, Kim HC. Evaluation of dynamic and static torsional resistances of nickel-titanium rotary instruments. *J Dent Sci*. 2018; 13(3):207-12.

Agarwal N, Ryan Murphy J, Hashemi TS, Mossop T, O'Neill D, Power J, et al. Effect of Heat Treatment Time and Temperature on the Microstructure and Shape Memory Properties of Nitinol Wires. *Materials*. 2023; 16(19):6480.

Akbulut MB, Akman M, Terlemez A, Magat G, Sener S, Shetty H. Efficacy of Twisted File Adaptive, Reciproc and ProTaper Universal Retreatment instruments for root-canal-filling removal: A cone-beam computed tomography study. *Dent Mater J*. 2016;35(1):126-31.

Alapati SB, Brantley WA, Iijima M, Schricker SR, Nusstein JM, Li UM, et al. Micro-XRD and temperature-modulated DSC investigation of nickel–titanium rotary endodontic instruments. *Dental Materials*. 2009; 25(10):1221-9.

Alapati SB, Brantley WA, Iijima M, Clark WAT, Kovarik L, Buie C, et al. Metallurgical Characterization of a New Nickel-Titanium Wire for Rotary Endodontic Instruments. *J Endod*. 2009b ;35(11):1589-93.

Alcalde MP, Tanomaru-Filho M, Bramante CM, Duarte MAH, Guerreiro-Tanomaru JM, Camilo-Pinto J, et al. Cyclic and Torsional Fatigue Resistance of Reciprocating Single Files Manufactured by Different Nickel-titanium Alloys. *J Endod*. 2017;43(7):1186-91.

Alcalde M. Mechanical properties of ProTaper Gold, EdgeTaper Platinum, Flex Gold and Pro-T rotary systems. *Eur Endod J*. 2020; 3:205-11.

Al-Hadlaq SM. Evaluation of cyclic flexural fatigue resistance of 25/0.04 and 25/0.06 twisted file rotary nickel-titanium endodontic instruments. *Aust Endod J*. 2013 ; 39: 62-65.

Almeida BCD, Ormiga F, De Araújo MCP, Lopes RT, Barbosa Lima IC, Dos Santos BC, et al. Influence of Heat Treatment of Nickel-Titanium Rotary Endodontic Instruments on Apical Preparation: A Micro–Computed Tomographic Study. *J Endod*. 2015 ;41(12):2031-5.

Almeida G, Aun D.P, Resende P.D, da Cunha Peixoto I.F, Viana A.C.D, Bueno V.T.L, Bahia M.G. Comparative analysis of torque and apical force to assess the cutting behaviour of protaper next and protaper universal endodontic instruments. *Aust Endod J*. 2020 ; 46: 52-9.

Al-Sudani D, Grande NM, Plotino G, Pompa G, Di Carlo S, Testarelli L, et al. Cyclic Fatigue of Nickel-Titanium Rotary Instruments in a Double (S-shaped) Simulated Curvature. *J Endod*. 2012 ;38(7): 987-9.

Alves Bandeira, S.; Souza de Paula, A.; De Souza Oliveira, H. The influence of heat treatments on NiTi springs hysteresis loop. In Proceedings of the 24th ABCM International Congress of Mechanical Engineering ABCM, Curitiba, Brazil, 3–8 December 2017.

Anderson ME, Price JWH, Parashos P. Fracture Resistance of Electropolished Rotary Nickel-Titanium Endodontic Instruments. *J Endod.* 2007;33(10):1212-6.

Anil S, Neelakantan P, Nassif W. Evolution of Nickel–titanium Alloys in Endodontics. *J Contemp. Dent. Pract.* 2017;18(11):1090-6.

Aoun CM, Nehme WB, Naaman AS, Khalil IT. Review and classification of heat treatment procedures and their impact on mechanical behavior of endodontic files. *International Journal of Current Research.* 2017; 9 (5):51300-6.

Arbab-Chirani R, Chevalier V, Arbab-Chirani S, Calloch S. Comparative analysis of torsional and bending behavior through finite-element models of 5 Ni–Ti endodontic instruments. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology.* 2011;111(1):115-21.

Arens F, Hoen M, Steiman H, Dietzjr G. Evaluation of Single-use Rotary Nickel-titanium Instruments. *J Endod.* 2003 ;29(10) :664-6.

Ashok L, Krishnan V, Nair RS, Angelo MC. An Overview of Thermomechanically Heat-treated Nickel–Titanium Alloy Used in Endodontics. *Conserv Dent Endod J.* 2019; 4(2):34-8.

ASTM International. ASTM: F2004–17—Standard Test Method for Transformation Temperature of Nickel-Titanium Alloys by Thermal Analysis; ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2004; pp. 1-5.

Ataya M, Ha JH, Kwak SW, Abu-Tahun IH, El Abed R, Kim HC. Mechanical Properties of Orifice Preflaring Nickel-titanium Rotary Instrument Heat Treated Using T-Wire Technology. *J Endod.* 2018;44(12):1867-71.

Baek SH, Lee CJ, Versluis A, Kim BM, Lee W, Kim HC. Comparison of Torsional Stiffness of Nickel-Titanium Rotary Files with Different Geometric Characteristics. *J Endod.*2011; 37(9):1283-6.

Baigonakova GA, Marchenko ES, Kovaleva MA, Chudinova EA, Volinsky AA, Zhang Y. Thickness Effects on the Martensite Transformations and Mechanical Properties of Nanocrystalline NiTi Wires. *Nanomaterials.* 2022; 12: 4442.

Barbosa FOG, Gomes JA da CP, de Araújo MCP. Influence of electrochemical polishing on the mechanical properties of K3 nickel-titanium rotary instruments. *J Endod.* 2008 ; 34(12):1533-6.

Baron MP. Etude du comportement des interfaces austénite/martensite et martensite/martensite de deux alliages à mémoire de forme le CuZnAl et le CuAlBe. » Thèse d’université. École des Matériaux de Lyon. Institut national des sciences appliquées de Lyon. 1998.

Basheer Ahamed SB, Vanajassun PP, Rajkumar K, Mahalaxmi S. Comparative Evaluation of Stress Distribution in Experimentally Designed Nickel-titanium Rotary Files with Varying Cross Sections: A Finite Element Analysis. *J Endod.*2018;44(4):654-8.

Bastogne T, Hassler L, Bruniaux J, Thomassin M, Gidrol X, Sulpice E, Navarro FP. A Bayesian implementation of Quality-by-Design for the development of Cationic Nano-Lipid for siRNA Transfection. *IEEE Trans. Nanobioscience* 2022.

Bataillard L. Transformation martensitique multiple dans un alliage à mémoire de forme Ni-Ti. Thèse d'université. Ecole Polytechnique fédérale de Lausanne. 1996.

Berendt CJ. Inventor Method of preparing NiTiinol for use in manufacturing instruments with improved fatigue resistance, in: US Patent Application 200700721472007, 2007.

Berutti E, Chiandussi G, Gaviglio I, Ibba A. Comparative Analysis of Torsional and Bending Stresses in Two Mathematical Models of Nickel-Titanium Rotary Instruments: ProTaper versus ProFile. *J Endod.* 2003; 29(1):15-9.

Bhagabati N, Yadav S, Talwar S. An In Vitro Cyclic Fatigue Analysis of Different Endodontic Nickel-Titanium Rotary Instruments. *J Endod.* 2012; 38(4):515-8.

Blum JY, Machtou P, Ruddle C, Micallef JP. Analysis of mechanical preparations in extracted teeth using protaper rotary instruments: Value of the safety quotient. *J Endod.* 2003, 29, 567-75.

Boessler C, Paque F, Peters OA. The Effect of Electropolishing on Torque and Force During Simulated Root Canal Preparation with ProTaper Shaping Files. *J Endod.* 2009;35(1):102-6.

Boulic R. Transport canalaire : expérimentation préliminaire relative à une nouvelle méthode d'exploration en imagerie 3D. Université de Bretagne occidentale. 2014.

Braga LCM, Faria Silva AC, Bueno VTL, de Azevedo Bahia MG. Impact of Heat Treatments on the Fatigue Resistance of Different Rotary Nickel-titanium Instruments. *J Endod.* 2014; 40(9):1494-7.

Brantley WA, Svec TA, Iijima M, Powers JM, Grentzer TH. Differential scanning calorimetric studies of nickel titanium rotary endodontic instruments. *J Endod.*2002;28:567-72.

Bui TB, Mitchell JC, Baumgartner JC. Effect of electropolishing ProFile nickel-titanium rotary instruments on cyclic fatigue resistance, torsional resistance, and cutting efficiency. *J Endod.* 2008;34(2):190-3.

Bürklein S, Schäfer E. Critical evaluation of root canal transportation by instrumentation. *Endodontic Topics.* 2013 ;29(1) :110-24.

Bürklein S, Benten S, Schafer E. Shaping ability of different single-file systems in severely curved root canals of extracted teeth. *Int Endod J.*2013b; 46:590-7.

Butcher S. Influence of apical preparation size on effective conventional irrigation in the apical third: a scanning electron microscopic study. *Eur Endod J.* 2019; 4 :9-14.

Caicedo DR. HyFlex® CM rotary files: an excellent innovation for endodontic treatment. *Endodontic practice.* 2012; 4(6):10-7.

Camara AS, de Castro Martins R, Viana ACD, et al. Flexibility and torsional strength of ProTaper and ProTaper Universal rotary instruments assessed by mechanical tests. *J Endod* 2009; 35:113-6.

- Campbell F, Cunliffe J, Darcey J. Current technology in endodontic instrumentation: advances in metallurgy and manufacture. *Br Dent J.* 2021;231(1):49-57.
- Çapar ID, Arslan H. A review of instrumentation kinematics of engine-driven nickel–titanium instruments. *Int Endod J.* 2016;49(2):119-35.
- Celik D, Tasdemir T, Er K. Comparative Study of Six Rotary Nickel-Titanium Systems and Hand Instrumentation for Root Canal Preparation in Severely Curved Root Canals of Extracted Teeth. *J. Endod.*, 2013, 39(2), 278-82.
- Chan WS, Gulati K, Peters OA. Advancing Nitinol: From heat treatment to surface functionalization for nickel–titanium (NiTi) instruments in endodontics. *Bioactive Materials.* 2023; 22 :91-111.
- Cheung GSP, Peng B, Bian Z, Shen Y, Darvell BW. Defects in ProTaper S1 instruments after clinical use: fractographic examination. *Int Endod J.* 2005;38(11):802-9.
- Cheung GS, Darvell BW. Fatigue testing of a NiTi rotary instrument. Part 2: fractographic analysis. *Int Endod J.* 2007;40: 619-25.
- Cheung GSP. Instrument fracture: mechanisms, removal of fragments, and clinical outcomes. *Endodontic Topics.* 2009 ;16(1):1-26.
- Cheung GSP, Liu CSY. A Retrospective Study of Endodontic Treatment Outcome between Nickel-Titanium Rotary and Stainless-Steel Hand Filing Techniques. *J Endod.* 2009b ; 35(7):938-43.
- Chevalier V, Pino L, Arbab-Chirani R, Calloch S, Arbab Chirani S. Experimental Validation of Numerical Simulations of a New-Generation NiTi Endodontic File Under Bending. *J Materi Eng and Perform* 2018; 27: 5856-64.
- Chi CW, Li CC, Lin CP, Shin CS. Cyclic fatigue behavior of nickel–titanium dental rotary files in clinical simulated root canals. *J Formos Med Assoc.* 2017; 116(4):306-12.
- Choi J, Oh S, Kim YC, Jee KK, Kum K, Chang S. Fracture Resistance of K3 Nickel-Titanium Files Made from Different Thermal Treatments. *Bioinor Chem Appl.* 2016 ;2016:1-6.
- Claisse A, Haikel Y, Serfaty R. Les dossiers de l'ADF : les systèmes Nickel-Titane en rotation continue. Paris, ADF édit, 2000.
- Coleman CL, Svec TA. Analysis of Ni-Ti versus stainless steel instrumentation in resin simulated canals. *J Endod.* 1997; 23(4): 232-5.
- Condorelli GG, Bonaccorso A, Smecca E, Schäfer E, Cantatore G, Tripi TR. Improvement of the fatigue resistance of NiTi endodontic files by surface and bulk modifications: Fatigue resistance of NiTi files. *Int Endod J.* 2010 ; 43(10):866-73.
- Coppin P, Lhote B, Buffin M, Cantacuzène S. Atmosphères de traitement thermique. *Trait Métaux.* 2000.
- Dablanc-Blanco AB, Castelo-Baz P, Miguéns-Vila R, Álvarez-Novoa P, Martín-Biedma B. Endodontic Rotary Files, What Should an Endodontist Know? *Medicina (Mex).* 2022;58(6):719.

- Darabara M, Bourithis L, Zinelis S, Papadimitriou G. Assessment of Elemental Composition, Microstructure, and Hardness of Stainless-Steel Endodontic Files and Reamers. *J Endod.* 2004 ;30(7):523-6.
- Da Silva FM, Kobayashi C, Suda H. Analysis of forces developed during mechanical preparation of extracted teeth using RaCe rotary instruments and ProFiles. *Int Endod J.* 2005;38(1):17-21.
- Da Silva MAC, Ponciano Gomes JADC, Ormiga F. Influence of electrochemical polishing on the mechanical behaviour of nickel-titanium rotary files. *Aust Endod J.* 2013; 39(2):73-7.
- Daou C, El Hachem R, Naaman A, Zogheib C, El Osta N, Khalil I. Effect of 2 Heat-treated Nickel-Titanium Files on Enlargement and Deformation of the Apical Foramen in Curved Canals: A Scanning Electronic Microscopic Study. *J Endod.*2020; 46(10):1478-84.
- De-Deus G, Moreira EJM, Lopes HP, Elias CN. Extended cyclic fatigue life of F2 ProTaper instruments used in reciprocating movement. *Int Endod J.* 2010; 43(12):1063-8.
- De-Deus G, Silva EJNL, Vieira VTL, Belladonna FG, Elias CN, Plotino G, et al. Blue Thermomechanical Treatment Optimizes Fatigue Resistance and Flexibility of the Reciproc Files. *J Endod.*2017;43(3) :462-6.
- De Vasconcelos RA, Murphy S, Carvalho CAT, Govindjee RG, Govindjee S, Peters OA. Evidence for Reduced Fatigue Resistance of Contemporary Rotary Instruments Exposed to Body Temperature. *J Endod.*2016;42(5):782-7.
- Diemer F, Calas P. Effect of pitch length on the behavior of rotary triple helix root canal instruments. *J Endod.* 2004, 30, 716-8.
- Diemer F, Michetti J, Mallet JP, Piquet R. Effect of Asymmetry on the Behavior of Prototype Rotary Triple Helix Root Canal Instruments. *J Endod.* 2013; 39(6):829-32.
- Di Nardo D, Galli M, Morese A, Seracchiani M, Ferri V, Miccoli G, et al. A comparative study of mechanical resistance of two reciprocating files. *J Clin Exp Dent.* 2019 ;11(3): e231-5.
- Do TD. Etude des liaisons entre éléments Nickel-Titane en vue d'élaboration de matériaux architecturés : réalisation, caractérisation, métallurgique et mécanique. Thèse d'université. Université de Grenoble. 2014.
- Drexel M, Selvaduray G, Pelton A. The Effects of Cold Work and Heat Treatment on the Properties of Nitinol Wire. In: *ASME 2007 2nd Frontiers in Biomedical Devices* Irvine, California, USA: ASMEDC; 2007: p 447-454.
- Drukteinis S, Peciuliene V, Dummer P.M.H, Hupp J. Shaping ability of BioRace, ProTaper NEXT and Genius nickel-titanium instruments in curved canals of mandibular molars: A MicroCT study. *Int Endod J.* 2019; 52: 86-93.
- Duerig TW, Bhattacharya K. The Influence of the R-Phase on the Superelastic Behavior of NiTi. *Shape Mem Superelasticity.* 2015 ;1(2):153-61
- Duque JA, Vivan RR, Cavenago BC, Amoroso-Silva PA, Bernardes RA, Vasconcelos BCD, et al. Influence of NiTi alloy on the root canal shaping capabilities of the ProTaper Universal and ProTaper Gold rotary instrument systems. *J Appl Oral Sci.* 2017 ;25(1):27-33.

- Duval A. Modélisation du comportement thermomécanique d'alliages à mémoire de forme. Application au dimensionnement de microsystèmes et extension en non local. Thèse d'université. 2009.
- Ebihara A, Yahata Y, Miyara K, Nakano K, Hayashi Y, Suda H. Heat treatment of nickel-titanium rotary endodontic instruments: effects on bending properties and shaping abilities. *Int Endod J*. 2011;44(9):843-9.
- Elnaghy AM. Cyclic fatigue resistance of ProTaper Next nickel-titanium rotary files. *Int Endod J*. 2014;47(11):1034-9.
- Elnaghy AM, Elsaka SE. Torsion and Bending Properties of OneShape and WaveOne Instruments. *J Endod*. 2015;41(4):544-7.
- Elnaghy AM, Elsaka SE. Cyclic Fatigue Resistance of One Curve, 2Shape, ProFile Vortex, Vortex Blue, and RaCe Nickel-Titanium Rotary Instruments in Single and Double Curvature Canals. *J Endod*. 2018;44(11):1725-30.
- Esposito PT, Cunningham CJ. A comparison of canal preparation with nickel-titanium and stainless-steel instruments. *J Endod*. 1995; 21(4):173-6.
- Fatima S, Kumar A, Andrabi SMUN, Mishra SK, Tewari RK. Effect of Apical Third Enlargement to Different Preparation Sizes and Tapers on Postoperative Pain and Outcome of Primary Endodontic Treatment: A Prospective Randomized Clinical Trial. *J Endod*. 2021;47(9):1345-51.
- Felt RA, Moser JB, Heuer MA. Flute design of endodontic instruments: its influence on cutting efficiency. *J Endod*. 1982; 8: 253-59.
- Fernandes DJ, Peres RV, Mendes AM, Elias CN. Understanding the Shape-Memory Alloys Used in Orthodontics. *ISRN Dent*. 2011; 2011 :1-6.
- Ferreira F, Adeodato C, Barbosa I, Aboud L, Scelza P, Zaccaro Scelza M. Movement kinematics and cyclic fatigue of NiTi rotary instruments: a systematic review. *Int Endod J*. 2017; 50(2):143-52.
- Filhol G. Apport du traitement thermique sur les instruments endodontiques en nickel-titane. Thèse d'exercice. Université de Lorraine. 2021.
- Filizola De Oliveira DJ, Leoni GB, Da Silva Goulart R, Sousa-Neto MDD, Silva Sousa YTC, Silva RG. Changes in Geometry and Transportation of Root Canals with Severe Curvature Prepared by Different Heat-treated Nickel-titanium Instruments: A Micro-computed Tomographic Study. *J Endod*. 2019;45(6):768-73.
- Fisher, R.A. The arrangement of field experiments. *J. Minist. Agric. Great Br*. 1926, 33, 503-13.
- Fisher, R.A. Design of experiments. *Brmed. J*. 1936, 1, 554.
- Frick C, Ortega A, Tyber J, Maksound M, Maier H, Liu Y, Gall K. Thermal processing of polycrystalline NiTi shape memory alloys. *Mat Sci Eng A*. 2005; 405: 34-49.

Gagliardi J, Versiani MA, De Sousa-Neto MD, Plazas-Garzon A, Basrani B. Evaluation of the Shaping Characteristics of ProTaper Gold, ProTaper NEXT, and ProTaper Universal in Curved Canals. *J Endod.* 2015;41(10):1718-24.

Galal M, Hamdy TM. Evaluation of stress distribution in nickel-titanium rotary instruments with different geometrical designs subjected to bending and torsional load: a finite element study. *Bull Natl Res Cent.* 2020;44(1):121.

Gambarini G, Gerosa R, De Luca M, Garala M, Testarelli L. Mechanical properties of a new and improved nickel-titanium alloy for endodontic use: an evaluation of file flexibility. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology.* 2008;105(6):798-800.

Gambarini G, Grande NM, Plotino G, Somma F, Garala M, De Luca M, et al. Fatigue Resistance of Engine-driven Rotary Nickel-Titanium Instruments Produced by New Manufacturing Methods. *J Endod.* 2008b;34(8):1003-5.

Gambarini G, Pompa G, Di Carlo S, De Luca M, Testarelli L. An initial investigation on torsional properties of nickel-titanium instruments produced with a new manufacturing method. *Aust Endod J.* 2009;35(2):70-2.

Gambarini G, Plotino G, Grande NM, Al-Sudani D, De Luca M, Testarelli L. Mechanical properties of nickel-titanium rotary instruments produced with a new manufacturing technique: Mechanical properties of rotary instruments. *Int Endod J.* 2011;44(4):337-41.

Gambarini G, Piasecki L, Di Nardo D, Miccoli G, Di Giorgio G, Carneiro E, et al. Incidence of Deformation and Fracture of Twisted File Adaptive Instruments after Repeated Clinical Use. *J Oral Maxillofac Res.* 2016;7(4):e5.

Gambarini G, Galli M, Di Nardo D, Seracchiani M, Donfrancesco O, Testarelli L. Differences in cyclic fatigue lifespan between two different heat treated NiTi endodontic rotary instruments: WaveOne Gold vs EdgeOne Fire. *J Clin Exp Dent.* 2019 ;11(7): e609-e613.

Gambarini G, Cicconetti A, Di Nardo D, Miccoli G, Zanza A, Testarelli L, et al. Influence of Different Heat Treatments on Torsional and Cyclic Fatigue Resistance of Nickel–Titanium Rotary Files: A Comparative Study. *Appl Sci.* 2020;10(16):5604.

Gambarini G, Seracchiani M, Miccoli G, Nardo DD, Obino FV, Galli M, et al. Operative Torque Analysis to Evaluate Cutting Efficiency of Two Nickel-Titanium Rotary Instruments for Glide Path: An In Vitro Comparison. *J Contemp Dent Pract.* 2021;22(3):215-8.

Gao Y. Effects of Raw Material and Rotational Speed on the Cyclic Fatigue of ProFile Vortex Rotary Instruments. *J Endod.* 2010;36(7): 1205-9.

Gao Y, Gutmann JL, Wilkinson K, Maxwell R, Ammon D. Evaluation of the Impact of Raw Materials on the Fatigue and Mechanical Properties of ProFile Vortex Rotary Instruments. *J Endod.* 2012;38(3):398-401.

Gavini G, Dos Santos M, Caldeira C.L, Machado M.E.D.L, Freire L.G, Iglecias E.F, Peters O, Candeiro G. Nickel–titanium instruments in endodontics: A concise review of the state of the art. *Braz Oral Res.* 2018; 32: 44-65.

- Generali L, Malovo A, Bolelli G, Borghi A, La Rosa GRM, Puddu P, et al. Mechanical Properties and Metallurgical Features of New Green NiTi Reciprocating Instruments. *Materials*. 2020;13(17):3736.
- Gergi R, Rjeily JA, Sader J, Naaman A. Comparison of canal transportation and centering ability of twisted files, PathfileProTaper system, and stainless-steel hand K-files by using computed tomography. *J Endod*. 2010, 36, 904-907.
- Goo HJ, Kwak SW, Ha JH, Pedullà E, Kim HC. Mechanical Properties of Various Heat-treated Nickel-titanium Rotary Instruments. *J Endod*. 2017;43(11):1872-7.
- Gonzalez CH, Oliveira CA do N, Pina EAC de, Urtiga Filho SL, Araújo Filho OO de, Araújo CJ de. Heat treatments and thermomechanical cycling influences on the R-phase in Ti-Ni shape memory alloys. *Mater Res*. 2010;13(3):325-31.
- Grande NM, Plotino G, Pecci R, Bedini R, Malagnino VA, Somma F. Cyclic fatigue resistance and three-dimensional analysis of instruments from two nickel–titanium rotary systems. *Int Endod J*. 2006;39(10):755-63.
- Grande NM, Plotino G, Silla E, Pedullà E, DeDeus G, Gambarini G, Somma F. Environmental temperature drastically affects flexural fatigue resistance of nickel-titanium rotary files. *J Endod*. 2017; 43:1157-60.
- Guo W, Wang L, Li J, Li W, Li F, Gu Y. Prediction of thrust force and torque in canal preparation process using Taguchi method and Artificial Neural Network. *Adv Mech Eng*. 2021;13(10):1-15.
- Gutmann JL, Gao Y. Alteration in the inherent metallic and surface properties of nickel-titanium root canal instruments to enhance performance, durability and safety: a focused review: Treatment of NiTi instruments. *Int Endod J*. 2012;45(2):113-28.
- Ha JH, Kim SK, Cohenca N, Kim HC. Effect of R-phase Heat Treatment on Torsional Resistance and Cyclic Fatigue Fracture. *J Endod*. 2013;39(3):389-93.
- Ha JH, Cheung GSP, Versluis A, Lee CJ, Kwak SW, Kim HC. ‘Screw-in’ tendency of rotary nickel–titanium files due to design geometry. *Int Endod J*. 2015;48(7):666-72.
- Ha JH, Kwak SW, Kim SK, Kim HC. Screw-in forces during instrumentation by various file systems. *Restor Dent Endod*. 2016;41(4):304.
- Ha JH, Kwak SW, Versluis A, Lee CJ, Park SH, Kim HC. The geometric effect of an off-centered cross-section on nickel-titanium rotary instruments: A finite element analysis study. *J Dent Sci*. 2017;12(2):173-8.
- Haapasalo M, Udnæs T, Endal U. Persistent, recurrent, and acquired infection of the root canal system post-treatment. *Endodontic Topics*. 2003;6(1):29-56.
- Haikel Y, Serfaty R, Lwin TTC, Allemann C. Measurement of the cutting efficiency of endodontic instruments: a new concept. *J Endod* 1996; 22: 651-56.
- Haïkel Y, Serfaty R, Wilson P, Speisser JM, Allemann C. Cutting efficiency of nickel-titanium endodontic instruments and the effect of sodium hypochlorite treatment. *J Endod*.1998 ; 24(11):736-9.

Hamant N. Qualifications précliniques en pénétration/retrait et déviation de trajectoire sur banc d'essai d'un instrument endodontique : intérêt d'un nouvel alliage. Université de Lorraine. 2022.

Hamdy TM, Galal M, Ismail AG, Abdelraouf RM. Evaluation of Flexibility, Microstructure and Elemental Analysis of Some Contemporary Nickel-Titanium Rotary Instruments. Open Access Maced J Med Sci. 2019;7(21):3647-54.

Hamid HR, Gluskin AH, Peters OA, Peters CI. Rotary Versus Reciprocation Root Canal Preparation: Initial Clinical Quality Assessment in a Novice Clinician Cohort. J Endod. 2018; 44(8):1257-62.

Hamid NA Ibrahim A, Adnan A. Smart Structures with Pseudoelastic and Pseudoplastic Shape Memory Alloy: A critical review of their prospective, feasibility and current trends. IOP Conf. Ser Mater Sci Eng. 2019; 469: 012123.

Hayashi Y, Yoneyama T, Yahata Y, Miyai K, Doi H, Hanawa T, et al. Phase transformation behaviour and bending properties of hybrid nickel-titanium rotary endodontic instruments. Int Endod J. 2007;40(4):247-53.

He R, Ni J. Design Improvement and Failure Reduction of Endodontic Files through Finite Element Analysis: Application to V-Taper File Designs. J Endod. 2010;36(9):1552-7.

Hieawy A, Haapasalo M, Zhou H, Wang Z jun, Shen Y. Phase Transformation Behavior and Resistance to Bending and Cyclic Fatigue of ProTaper Gold and ProTaper Universal Instruments. J Endod. 2015 ;41(7) :1134-8.

Hou XM, Yahata Y, Hayashi Y, Ebihara A, Hanawa T, Suda H. Phase transformation behaviour and bending property of twisted nickel-titanium endodontic instruments: Phase transformation behaviour and bending property. Int Endod J. 2011;44(3):253-8.

Hou XM, Yang YJ, Qian J. Phase transformation behaviors and mechanical properties of NiTi endodontic files after gold heat treatment and blue heat treatment. J Oral Sci. 2020 ;63(1): 813.

Hiran-us S, Morakul S. Effect of Temperatures on Cyclic Fatigue Resistance of 3 Different Ni-Ti Alloy Files. Int Dent J. 2023; 7: S0020-6539(23)000990.

Holec D. On the precipitation in NiTi based shape memory alloys. Thèse de doctorat. Université de Masaryk University. 2005.

Htun PH, Ebihara A, Maki K, Kimura S, Nishijo M, Okiji T. Cleaning and Shaping Ability of Gentlefile, HyFlex EDM, and ProTaper Next Instruments: A Combined Micro-computed Tomographic and Scanning Electron Microscopic Study. J Endod. 2020;46(7):973-9.

Hübscher W, Barbakow F, Peters O.A. Root canal preparation with FlexMaster: Assessment of torque and force in relation to canal anatomy. Int Endod. J. 2003, 36, 883-90.

Hulsmann M, Peters O. A, Dummer P. M. H. Mechanical preparation of root canals: shaping goals, techniques and means. Endodontic Topics. 2005;10 :30-76.

Ismail AG, Galal M, Roshdy NN. Assessment of cyclic fatigue resistance of Protaper Next and WaveOne Gold in different kinematics. Bull Natl Res Cent. 2020;44(1):164.

ISO 3630-1:2019; Dentistry-Endodontic instruments-Part 1: General requirements. International Organization for Standardization: London, UK, 2019.

Jabir H. Caractérisation à l'échelle locale des propriétés superélastiques d'alliages de titane massifs et sous forme de revêtements. Thèse d'université. Université Bretagne Loire. 2019.

Jamleh A, Alfadley A, Alfouzan K. Vertical Force Induced with WaveOne and WaveOne Gold Systems during Canal Shaping. *J Endod.* 2018;44(9):1412-5.

Jamleh A. Effect of Blue Heat Treatment on Vertical Force Induced with Endodontic Files. *Eur Endod J.* 2022;7: 193-197.

Jo HJ, Kwak SW, Kim H-C, Kim SK, Ha J-H. Torsional Resistance of Heat-Treated Nickel-Titanium Instruments under Different Temperature Conditions. *Materials* 2021;14: 5295.

Johnson E, Lloyd A, Kuttler S, Namerow K. Comparison between a Novel Nickel-Titanium Alloy and 508 Nitinol on the Cyclic Fatigue Life of ProFile 25/.04 Rotary Instruments. *J Endod.* 2008; 34(11):1406-9.

Jordan L, Rocher P. Les alliages Nickel-Titane (NiTi). Société Francophone des Biomatériaux Dentaires.2009.

Juran JM. Juran on Quality by Design: The New Steps for Planning Quality into Goods and Services; Free Press: New York, NY, USA,1992.

Kabil E, Katić M, Anić I, Bago I. Micro-computed Evaluation of Canal Transportation and Centering Ability of 5 Rotary and Reciprocating Systems with Different Metallurgical Properties and Surface Treatments in Curved Root Canals. *J Endod.* 2021;47(3):477-84.

Kang YJ, Alshehhi A, Al Raeesi D, Alkhatib Z, Jamal M, El Abed R, et al. Effect from usage and autoclave sterilization on torsional fracture resistance of heat-treated nickel-titanium instruments: an in-vitro study. *Front Mater.* 2023;10: 1215780.

Karataşlıoğlu E, Aydın U, Yıldırım C. Cyclic Fatigue Resistance of Novel Rotary Files Manufactured from Different Thermal Treated Nickel-Titanium Wires in Artificial Canals. *Niger J Clin Pract.* 2018; 21(2):231-5.

Kataia EM, Nagy MM, Kataia MM, Khalil HF. Cutting efficiency of two heat-treated files in rotation and reciprocation motions. *Bull Natl Res Cent.* 2021;45(1):120.

Kazemi RB, Stenman E, Spangberg LSW. Machining efficiency and wear resistance of nickel-titanium endodontic files. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology.* 1996; 81(5):596-602.

Keskin C, Sivas Yılmaz Ö, Keleş A, Inan U. Comparison of cyclic fatigue resistance of Rotate instrument with reciprocating and continuous rotary nickel-titanium instruments at body temperature in relation to their transformation temperatures. *Clin Oral Investig.* 2021;25(1):151-7.

Khalil WA, Natto ZS. Cyclic fatigue, bending resistance, and surface roughness of ProTaper Gold and EdgeEvolve files in canals with single- and double-curvature. *Restor Dent Endod.* 2019;44(2): e19.

- Khasnis SA, Kar PP, Kamal A, Patil JD. Rotary science and its impact on instrument separation: A focused review. *J Conserv Dent.* 2018; 21(2): 116-4.
- Kiefner P, Ban M, De-Deus G. Is the reciprocating movement per se able to improve the cyclic fatigue resistance of instruments? *Int Endod J.* 2014; 47(5):430-6.
- Kim JW, Griggs JA, Regan JD, Ellis RA, Cai Z. Effect of cryogenic treatment on nickel-titanium endodontic instruments. *Int Endod J* 2005; 38: 364-71.
- Kim HC, Kim HJ, Lee CJ, Kim BM, Park JK, Versluis A. Mechanical response of nickel–titanium instruments with different cross-sectional designs during shaping of simulated curved canals. *Int Endod J.* 2009;42(7):593-602.
- Kim HC, Yum J, Hur B, Cheung GSP. Cyclic Fatigue and Fracture Characteristics of Ground and Twisted Nickel-Titanium Rotary Files. *J Endod.* 2010;36(1):147-52.
- Kim BH, Ha JH, Lee WC, Kwak SW, Kim HC. Effect from surface treatment of nickel-titanium rotary files on the fracture resistance. *Scanning.* 2015;37(1):82-7.
- Kim H, Jeon SJ, Seo MS. Comparison of the canal transportation of ProTaper GOLD, WaveOne GOLD, and TruNatomy in simulated double-curved canals. *BMC Oral Health.* 2021;21(1):533.
- Kimura S, Ebihara A, Maki K, Kyaw MS, Kasuga Y, Omori S, et al. Phase transformation behavior and mechanical properties of HyFlex EDM nickel-titanium endodontic rotary instrument: Evaluation at body temperature. *J Dent Sci.* 2023; S1991790223002441.
- Kokkinos A, Kostopoulos V, Aslanidis D. The Effect of Thermal Ageing on The Transformation Temperatures of Superelastic Nitinol Tubing. 2017;3(3):47-51.
- Kocich R, Szurman I, Kurs M. The Methods of Preparation of Ti-Ni-X Alloys and Their Forming. *Shape Memory Alloys - Processing, Characterization and Applications InTech.* 2013:27-52.
- Kosti E, Zinelis S, Molyvdas I, Lambrianidis T. Effect of root canal curvature on the failure incidence of ProFile rotary Ni-Ti endodontic instruments: Failure incidence of rotary Ni-Ti endodontic instruments. *Int Endod J.* 2011;44(10):917-25.
- Kuhn G, Tavernier B, Jordan L. Influence of Structure on Nickel-Titanium Endodontic Instruments Failure. *J Endod.* 2001;27(8):516-20.
- Kuhn G, Jordan L. Fatigue and Mechanical Properties of Nickel-Titanium Endodontic Instruments. *J Endod.* 2002;28(10):716-20.
- Kwak SW, Ha JH, Lee CJ, El Abed R, Abu-Tahun IH, Kim HC. Effects of Pitch Length and Heat Treatment on the Mechanical Properties of the Glide Path Preparation Instruments. *J Endod.* 2016;42(5):788-92.
- Kwak SW, Lee JY, Goo HJ, Kim HC. Effect of surface treatment on the mechanical properties of nickel-titanium files with a similar cross-section. *Restor Dent Endod.* 2017;42(3):216-23.
- Kwak SW, Lee CJ, Kim SK, Kim HC, Ha JH. Comparison of Screw-In Forces during Movement of Endodontic Files with Different Geometries, Alloys, and Kinetics. *Materials.* 2019;12(9):1506.

- Kwak SW, Shen Y, Liu H, Wang Z, Kim HC, Haapasalo M. Heat Treatment and Surface Treatment of Nickel–Titanium Endodontic Instruments. *Front Dent Med.* 2021; 2:769977.
- La Rosa GRM, Palermo C, Ferlito S, Isola G, Indelicato F, Pedullà E. Influence of surrounding temperature and angle of file access on cyclic fatigue resistance of two single file nickel-titanium instruments. *Aust Endod J.* 2021; 47:260-4.
- Larsen CM, Watanabe I, Glickman GN, He J. Cyclic Fatigue Analysis of a New Generation of Nickel Titanium Rotary Instruments. *J Endod.* 2009;35(3):401-3.
- Laurindo FV, Figueiredo JAPD. Reciprocating versus Rotary instruments: a review. *Rev Odonto Ciênc.* 2016; 31(3):135-9.
- Lebreton C. Alliages à mémoire de forme de type nickel titane - Fiches matériaux. *Téchniques de l'ingénieur.* 2004.
- Lee JY, Kwak SW, Ha JH, Abu-Tahun IH, Kim HC. Mechanical Properties of Various Glide Path Preparation Nickel-titanium Rotary Instruments. *J Endod.* 2019;45(2):199-204.
- Lewis G.A, Mathieu D, Phan-Tan-Luu R. *Pharmaceutical Experimental Design*; Marcel Dekker: New York, NY, USA, 2005.
- Lexcellent C. *Les alliages à mémoire de forme.* 2013.
- Liang Y, Yue L. Evolution and development: engine-driven endodontic rotary nickel-titanium instruments. *Int J Oral Sci.* 2022;14(1):12.
- Liu Y, Van Humbeeck J, Stalmans R, Delaey L. Some aspects of the properties of NiTi shape memory alloy. *J Alloys Compd.* 1997; 247: 115-21.
- Liu Y, Houver I, Xiang H, Bataillard L, Miyazaki S. Strain dependence of pseudoelastic hysteresis of NiTi. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 1999; 30: 1275-82.
- Lokhande PR, Salunkhe SS, Balaguru S. Numerical simulation and experimentation of endodontic file using Taguchi DoE. Salunkhe S, Guessasma S, Naranje V, éditeurs. *Int J Simul Multidiscip Des Optim.* 2021; 12:32.
- Lopes HP, Elias CN, Vieira VTL, Moreira E JL, Marques RVL, Machado De Oliveira JC, et al. Effects of Electropolishing Surface Treatment on the Cyclic Fatigue Resistance of BioRace Nickel-Titanium Rotary Instruments. *J Endod.* 2010; 36(10):1653-7.
- Mac Spadden J. Une nouvelle approche pour la préparation et l'obturation canalaire : les instruments mécanisés en NiTi. *Rev Fr Endo.* 1993;12(1):9-19.
- Madarati AA, Watts DC, Qualtrough AJE. Factors contributing to the separation of endodontic files. *Br Dent J.* 2008 ;204(5) :241-5.
- Madureira RG, Forner Navarro L, Llana MC, Costa M. Shaping ability of nickel-titanium rotary instruments in simulated S-shaped root canals. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology.* 2010;109(2): e136-44.
- Maki K, Ebihara A, Kimura S, Nishijo M, Tokita D, Miyara K, et al. Enhanced root canal-centering ability and reduced screw-in force generation of reciprocating nickel-titanium instruments with a post-machining thermal treatment. *Dent Mater J.* 2020;39(2):251-5.

- Maletta C, Sgambitterra E, Furgiuele F, Casati R, Tuissi A. Fatigue properties of a pseudoelastic NiTi alloy: Strain ratcheting and hysteresis under cyclic tensile loading. *Int J Fatigue*. 2014; 66:78-85.
- Maroof M, Sujithra R, Tewari RP. Superelastic and shape memory equi-atomic nickel-titanium (Ni-Ti) alloy in dentistry: A systematic review. *Materials Today Communications*. 2022; 33 :104352.
- Martín B, Zelada G, Varela P, Bahillo JG, Magán F, Ahn S, et al. Factors influencing the fracture of nickel-titanium rotary instruments: Fracture of rotary instruments. *Int Endod J*. 2003;36(4):262-6.
- Martins JNR, Silva EJNL, Marques D, Pereira MR, Vieira VTL, Arantes-Oliveira S, et al. Design, Metallurgical Features, and Mechanical Behaviour of NiTi Endodontic Instruments from Five Different Heat-Treated Rotary Systems. *Materials*.2022;15(3):1009.
- McGuigan MB, Louca C, Duncan HF. Endodontic instrument fracture: causes and prevention. *Br Dent J*. 2013;214(7):341-8.
- Medha A. Evaluation of Forces Generated on Three Different Rotary File Systems in Apical Third of Root Canal using Finite Element Analysis. *J Clin Diagn Res*. 2014; 8(1):243-246.
- Melo MCC, Pereira ESJ, Viana ACD, Fonseca AMA, Buono VTL, Bahia MGA. Dimensional characterization and mechanical behaviour of K3 rotary instruments. *Int Endod J*.2008;41(4):329-38.
- Metzger Z, Solomonov M, Kfir A. The role of mechanical instrumentation in the cleaning of root canals. *Endodontic Topics*. 2013 ;29(1) :87-109.
- Miccoli G, Gaimari G, Seracchiani M, Morese A, Khrenova T, Di Nardo D. In vitro resistance to fracture of two nickel-titanium rotary instruments made with different thermal treatments. *Ann Stomatol (Roma)*. 2017;8(2):53-8.
- Miccoli G, Cicconetti A, Gambarini G, Del Giudice A, Ripanti F, Di Nardo D, et al. A New Device to Test the Bending Resistance of Mechanical Endodontic Instruments. *Appl Sci*. 2020; 10(20):7215.
- Mickel AK, Chogle S, Liddle J, et al. The role of apical size determination and enlargement in the reduction of intracanal bacteria. *J Endod*. 2007; 33:21-3.
- Miyai K, Ebihara A, Hayashi Y, Doi H, Suda H, Yoneyama T. Influence of phase transformation on the torsional and bending properties of nickel–titanium rotary endodontic instruments. *Int Endod J*.2006; 39 :119-26.
- Miyara K, Yahata Y, Hayashi Y, Tsutsumi Y, Ebihara A, Hanawa T, et al. The influence of heat treatment on the mechanical properties of Ni-Ti file materials. *Dent Mater J*. 2014 ;33(1) :27-31.
- Miyazaki S, Ohmi Y, Otsuka K, Suzuki Y. Characteristics of deformation and transformation pseudoelasticity in Ti-Ni alloys. *J Phys Colloq*. 1982 ;43(C4):C4- 255-C4-260.
- Miyazaki S, Otsuka K. *Metall Trans* 1986;17A:53.

- Miyazaki S, Otsuka K. Development of shape memory alloys. *ISIJ International* 1989; 29: 353-77.
- Morgental RD, Vier-Pelisser FV, Kopper PMP, De Figueiredo JAP, Peters OA. Cutting efficiency of conventional and martensitic nickel-titanium instruments for coronal flaring. *J Endod.* 2013; 39: 1634-38.
- Nasreddine G. Intérêts potentiels de l'utilisation de l'alliage Cuivre-Aluminium-Béryllium monocristallin en Endodontie. Université de Lorraine.2016.
- Nayak A, Kankar P, Jain PK, Jain N. Force and vibration generated in apical direction by three endodontic files of different kinematics during simulated canal preparation: An in vitro analytical study. *Proc. Inst. Mech. Eng. H.* 2019;233: 839-48.
- Necchi S, Taschieri S, Petrini L, Migliavacca F. Mechanical behaviour of nickel-titanium rotary endodontic instruments in simulated clinical conditions: a computational study. *Int Endod J.* 2008;41(11):939-49.
- Nehme W, Araji S, Michetti J, Zogheib C, Naaman A, Khalil I, et al. Assessment of root canal transportation of 2SHAPE and PROTAPER gold in mandibular molar mesial canals: A micro-computed tomographic study. *Microsc Res Tech.*2021; 84(4):746-52.
- Nehme W, Naaman A, Diemer F, Leotta ML, La Rosa GRM, Pedullà E. Influence of different heat treatments and temperatures on the cyclic fatigue resistance of endodontic instruments with the same design. *Clin Oral Investig.* 2022;27(4):1793-8.
- Nematollahi M, Baghbaderani K.S, Amerinatanzi A, Zamanian H, Elahinia M. Application of NiTi in Assistive and Rehabilitation Devices: A Review. *Bioengineering.* 2019; 6: 37.
- Ninan E, Berzins DW. Torsion and Bending Properties of Shape Memory and Superelastic Nickel-Titanium Rotary Instruments. *J Endod.* 2013;39(1):101-4.
- Nguyen HH, Fong H, Paranjpe A, Flake NM, Johnson JD, Peters OA. Evaluation of the Resistance to Cyclic Fatigue among ProTaper Next, ProTaper Universal, and Vortex Blue Rotary Instruments. *J Endod.*2014; 40(8):1190-3.
- Oh SR, Chang SW, Lee Y, Gu Y, Son WJ, Lee W, et al. A comparison of nickel-titanium rotary instruments manufactured using different methods and cross-sectional areas: ability to resist cyclic fatigue. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology.* 2010;109(4):622-8.
- Oh S, Kum KY, Cho K, Lee SH, You SH, Go J, et al. Torsional and Bending Properties of V Taper 2H, ProTaper NEXT, NRT, and One Shape. *Biomed Res Int.* 2019; 2019:1-8.
- Oh S, Kum KY, Kim HJ, Moon SY, Kim HC, Chaniotis A, et al. Bending resistance and cyclic fatigue resistance of WaveOne Gold, Reciproc Blue, and HyFlex EDM instruments. *J Dent Sci.* 2020 ;15(4):472-8.
- Oncel L, Acma ME. Effect of Heat Treatment Temperature and Heat Treatment Time on Properties and use of NiTi Shape Memory Implant Material. *IARJSET.* 2017;4(1):64-9.
- Otsuka K, Wayman CM. K. Otsuka and C. M. Wayman, *Shape Memory Materials*, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1998.

- Otsuka K, Ren X. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Prog Mater Sci.* 2005 ;50(5) :511-678.
- Özyürek T, Gündoğar M, Uslu G, Yılmaz K, Staffoli S, Grande NM, Plotino G, Polimeni A. Cyclic fatigue resistances of Hyflex EDM, WaveOne gold, Reciproc blue and 2shape NiTi rotary files in different artificial canals. *Odontology.* 2018; 106:408-13
- Özyürek T. Cyclic Fatigue Resistance of Reciproc, WaveOne, and WaveOne Gold Nickel-Titanium Instruments. *J Endod.*2016; 42(10):1536-9.
- Parashos P, Gordon I, Messer HH. Factors Influencing Defects of Rotary Nickel- Titanium Endodontic Instruments After Clinical Use. *J Endod.* 2004;30(10):4.
- Parashos P, Messer H.H. Rotary NiTi instrument fracture and its consequences. *J Endod.* 2006; 32:1031-43.
- Park H. A comparison of Greater Taper files, ProFiles, and stainless-steel files to shape curved root canals. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology.*2001;91(6):715-8.
- Park SY, Cheung GSP, Yum J, Hur B, Park JK, Kim HC. Dynamic Torsional Resistance of Nickel-Titanium Rotary Instruments. *J Endod.* 2010;36(7):1200-4.
- Paula AS, Canejo JPHG, Martins RMS, Braz Fernandes FM. Effect of thermal cyclin on the transformation temperature ranges of a Ni-Ti shape memory alloy. *Materials Science & Engineering A.* 2004; 378:92-96.
- Pawar AM, Khanvilkar U, Mallishery S, Sawant K, Machado R, Plotino G, et al. Cyclic Fatigue, Torsional Resistance, and Angular Deflection of Two Heat-Treated Files: M-Wire Versus New F-Wire Technology. *Metals.* 2020;10(10):1359.
- Pedullà E, Grande NM, Plotino G, Gambarini G, Rapisarda E. Influence of Continuous or Reciprocating Motion on Cyclic Fatigue Resistance of 4 Different Nickel-Titanium Rotary Instruments. *J Endod.* 2013;39(2):258-61.
- Pedullà E, Lo Savio F, Boninelli S, Plotino G, Grande NM, Rapisarda E, et al. Influence of cyclic torsional preloading on cyclic fatigue resistance of nickel – titanium instruments. *Int Endodontic J.* 2015; 48(11) :1043-50.
- Pedullà E, La Rosa GRM, Albani MS, Isola G, Özyürek T, Generali L. Effects of Simultaneous Liquid or Gel Sodium Hypochlorite Irrigation on the Cyclic Fatigue of Two Single-File Nickel-Titanium Instruments. *Appl Sci.* 2020;10(19):6666.
- Pedullà E, La Rosa GRM, Virgillito C, Rapisarda E, Kim HC, Generali L. Cyclic Fatigue Resistance of Nickel-titanium Rotary Instruments according to the Angle of File Access and Radius of Root Canal. *J Endod.* 2020b; 46(3):431-6.
- Pedullà E, La Paglia P, La Rosa GRM, Gueli AM, Pasquale S, Jaramillo DE, et al. Cutting efficiency of heat-treated nickel–titanium single-file systems at different incidence angles. *Aust Endod J.*2021;47(1):20-6.
- Pedullà E, Kharouf N, Caruso S, La Rosa GRM, Jmal H, Haikel Y, et al. Torsional, Static, and Dynamic Cyclic Fatigue Resistance of Reciprocating and Continuous Rotating Nickel-Titanium Instruments. *J Endod.* 2022;48(11):1421-7.

Pelton A.R, Dicello J, Miyazaki S. Optimisation of processing and properties of medical grade Nitinol wire. *Min. Invas. Ther. Allied. Technol.* 2000; 9:107-18.

Pereira ESJ, Peixoto IFC, Viana ACD, Oliveira II, Gonzalez BM, Buono VTL, et al. Physical and mechanical properties of a thermomechanically treated NiTi wire used in the manufacture of rotary endodontic instruments: Properties of a thermomechanically treated NiTi wire. *Int Endod J.* 2012;45(5):469-74.

Pereira ESJ, Gomes RO, Leroy AMF, Singh R, Peters OA, Bahia MGA, et al. Mechanical behavior of M-Wire and conventional NiTi wire used to manufacture rotary endodontic instruments. *Dent Mater.* 2013; 29(12): e318-24.

Pereira ESJ, Viana ACD, Buono VTL, Peters OA, Azevedo Bahia MG de. Behavior of Nickel-Titanium Instruments Manufactured with Different Thermal Treatments. *J Endod.* 2015; 41(1):67-71.

Pérez-Higueras JJ, Arias A, De La Macorra JC. Cyclic Fatigue Resistance of K3, K3XF, and Twisted File Nickel-Titanium Files under Continuous Rotation or Reciprocating Motion. *J Endod.* 2013;39(12):1585-8.

Peters OA, Peters CI, Schönenberger K, Barbakow F. ProTaper rotary root canal preparation: Assessment of torque and force in relation to canal anatomy. *Int. Endod. J.* 2003, 36, 93-9.

Peters OA, Gluskin AK, Weiss RA, Han JT. An in vitro assessment of the physical properties of novel Hyflex nickel-titanium rotary instruments: In vitro assessment of Hyflex rotary instruments. *Int Endod J.* 2012;45(11):1027-34.

Peters OA, Morgental RD, Schulze KA, Paque F, Kopper PMP, Vier-Pelisser FV. Determining cutting efficiency of nickel-titanium coronal flaring instruments used in lateral action. *Int Endod J.* 2014; 4: 505-13.

Peters OA, De Azevedo Bahia MG, Pereira ESJ. Contemporary Root Canal Preparation. *Dental Clinics of North America.* 2017;61(1):37-58.

Peters OA, Arias A, Choi A. Mechanical Properties of a Novel Nickel-titanium Root Canal Instrument: Stationary and Dynamic Tests. *J Endod.* 2020;46(7):994-1001.

Pettiette M, Olutayodelano E, Trope M. Evaluation of Success Rate of Endodontic Treatment Performed by Students with Stainless-Steel K-Files and Nickel-Titanium Hand Files. *J Endod.* 2001; 27(2):124-7.

Pillay M, Vorster M, Van Der Vyver PJ. Fracture of endodontic instruments - Part 1: Literature review on factors that influence instrument breakage. *S Afr dent j.* 2020; 75(10):553-63.

Pillet M. Les plans d'expériences par la méthode Taguchi. 2011.

Pinheiro SR, Alcalde MP, Vivacqua-Gomes N, Bramante CM, Vivian RR, Duarte MAH, et al. Evaluation of apical transportation and centring ability of five thermally treated NiTi rotary systems. *Int Endod J.* 2018;51(6):705-13.

Pivoto-João MMB, Tanomaru-Filho M, Pinto JC, Espir CG, Guerreiro-Tanomaru JM. Root Canal Preparation and Enlargement Using Thermally Treated Nickel-Titanium Rotary Systems in Curved Canals. *J Endod.* 2020; 46(11):1758-65.

- Plotino G, Grande NM, Cordaro M, Testarelli L, Gambarini G. A Review of Cyclic Fatigue Testing of Nickel-Titanium Rotary Instruments. *J Endod.*2009;35(11):1469-76.
- Plotino G, Grande NM, Cordaro M, Testarelli L, Gambarini G. Influence of the shape of artificial canals on the fatigue resistance of NiTi rotary instruments: Influence of trajectory on fatigue resistance. *Int Endod J.* 2010a;43(1):69-75.
- Plotino G, Grande NM, Melo MC, Bahia MG, Testarelli L, Gambarini G. Cyclic fatigue of NiTi rotary instruments in a simulated apical abrupt curvature. *Int Endod J.* 2010b;43(3):226-30.
- Plotino G, Giansiracusa Rubini A, Grande NM, Testarelli L, Gambarini G. Cutting Efficiency of Reciproc and WaveOne Reciprocating Instruments. *J Endod* 2014a; 40:1228-30.
- Plotino G, Testarelli L, Al-Sudani D, Pongione G, Grande NM, Gambarini G. Fatigue resistance of rotary instruments manufactured using different nickel–titanium alloys: a comparative study. *Odontology.* 2014b;102(1):31-5.
- Plotino G, Grande NM, Cotti E, Testarelli L, Gambarini G. Blue Treatment Enhances Cyclic Fatigue Resistance of Vortex Nickel-Titanium Rotary Files. *J Endod.*2014c;40(9):1451-3.
- Plotino G, Grande NM, Mercadé Bellido M, Testarelli L, Gambarini G. Influence of Temperature on Cyclic Fatigue Resistance of ProTaper Gold and ProTaper Universal Rotary Files. *J Endod* 2017; 43:200-2.
- Plotino G, Özyürek T, Grande NM, Gündoğar M. Influence of size and taper of basic root canal preparation on root canal cleanliness: a scanning electron microscopy study. *Int Endod J.*2019; 52(3):343-51.
- Poly A, AlMalki F, Marques F, Karabucak B. Canal transportation and centering ratio after preparation in severely curved canals: Analysis by micro-computed tomography and double-digital radiography. *Clin. Oral Investig.* 2019; 23: 4255-62.
- Pruett J.P, Clement D.J, Carnes D.L. Cyclic fatigue testing of nickel-titanium endodontic instruments. *J Endod.*1997; 23: 77-85.
- Roda-Casanova V, Pérez-González A, Zubizarreta-Macho A, Faus-Matoses V. Influence of Cross-Section and Pitch on the Mechanical Response of NiTi Endodontic Files under Bending and Torsional Conditions-A Finite Element Analysis. *JCM.* 2022 ;11(9):2642.
- Rodrigues RCV, Lopes HP, Elias CN, Amaral G, Vieira VTL, De Martin AS. Influence of Different Manufacturing Methods on the Cyclic Fatigue of Rotary Nickel-Titanium Endodontic Instruments. *J Endod.* 2011;37(11):1553-7.
- Rodrigues RCV, Zandi H, Kristoffersen AK, Enersen M, Mdala I, Ørstavik D, et al. Influence of the Apical Preparation Size and the Irrigant Type on Bacterial Reduction in Root Canal-treated Teeth with Apical Periodontitis. *J Endod.* 2017;43(7):1058-63.
- Romanò J, Lazzari F, Garavaglia L, Pittaccio S. Short Duration Heat Treatments before Aging Increase Mechanical Hysteresis of Pseudoelastic NiTi Alloy. *J Mater Eng Perform.* 2022; 31;5478-84.
- Rubini AG, Plotino G, Al-Sudani D et al. A new device to test cutting efficiency of mechanical endodontic instruments. *Med Sci Monitor.* 2014. 20:374-378.

- Ruddle CJ. Nickel-titanium rotary systems: review of existing instruments and geometries. *Dent. Today*. 2000; 19 (10): 86-88, 90-5.
- Ruddle CJ, Machtou P, West JD. The shaping movement: Fifth-generation technology. *Dent Today*. 2013; 32(4):94 -99.
- Sabre R. Plans d'expériences Méthode de Taguchi. *Techniques de l'ingénieur*, F 1 006 :1-10, 2007.
- Santos LDA, Bahia MGDA, Las Casas EBD, Buono VTL. Comparison of the Mechanical Behavior between Controlled Memory and Superelastic Nickel-Titanium Files via Finite Element Analysis. *J Endod*.2013;39(11):1444-7.
- Sattapan B, Palamara J, Messer H. Torque During Canal Instrumentation Using Rotary Nickel-Titanium Files. *J Endod*.2000; 26(3) :156-60.
- Schäfer E, Tepel J. Cutting efficiency of Hedstrom, S and U files made of various alloys in filing motion. *Int Endod J*. 1996;29(5):302-8.
- Schäfer E, Dzepina A, Danesh G. Bending properties of rotary nickel-titanium instruments. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology*. 2003;96(6):757-63.
- Schäfer E, Schulz-Bongert U, Tulus G. Comparison of hand stainless steel and nickel titanium rotary instrumentation: a clinical study. *J Endod*. 2004a; 30: 432-5.
- Schäfer E, Oitzinger M. Cutting Efficiency of Five Different Types of Rotary Nickel–Titanium Instruments. *J Endod*. 2008; 34(2):198-200.
- Schilder H. Filling root canals in three dimensions. *Dent Clin North Am*. 1967; 723-44.
- Schilder H. Cleaning and shaping the root canal. *Dent Clin North Am*. 1974;18: 269-96.
- Seracchiani M, Miccoli G, Di Nardo D, Zanza A, Cantore M, Gambarini G, et al. Effect of Flexural Stress on Torsional Resistance of NiTi Instruments. *J Endod*.2021;47(3):472-6.
- Seracchiani M, Reda R, Zanza A, D'Angelo M, Russo P, Luca T. Mechanical Performance and Metallurgical Characteristics of 5 Different Single-file Reciprocating Instruments: A Comparative In Vitro and Laboratory Study. *J Endod*. 2022;48(8):1073-80.
- Silva EJNL, Muniz BL, Pires F, Belladonna FG, Neves AA, Souza EM, et al. Comparison of canal transportation in simulated curved canals prepared with ProTaper Universal and ProTaper Gold systems. *Restor Dent Endod*. 2016; 41(1):1-5.
- Silva EJNL, Giraldes JFN, Lima CO, Vieira VTL, Elias CN, Antunes HS. Influence of heat treatment on torsional resistance and surface roughness of nickel-titanium instruments. *Int Endod J*. 2019; 52(11):1645-51.
- Silva EJNL, Martins JNR, Lima CO, Vieira VTL, Braz Fernandes FM, De-Deus G, et al. Mechanical Tests, Metallurgical Characterization, and Shaping Ability of Nickel-Titanium Rotary Instruments: A Multimethod Research. *J Endod*. 2020 ;46(10) :1485-94.
- Singh H. Hyflex CM and EDM Files: Revolutionizing the Art and Science of Endodontics. *J Dent Health Oral Disord Ther*. 2016;5(7): 00182.

- Sittner P, Liu Y, Novak V. On the origin of Lüders-like deformation of NiTi shape memory alloys. *J Mech Phys Solids*. 2005;53(8):1719-46.
- Shen Y, Haapasalo M. Three-dimensional analysis of cutting behavior of nickel-titanium rotary instruments by microcomputed tomography. *J Endod*. 2008;34: 606-10.
- Shen Y, Cheung GS, Peng B, et al. Defects in nickel-titanium instruments after clinical use. Part 2: fractographic analysis of fractured surface in a cohort study. *J Endod* 2009; 35:133-6.
- Shen Y, Zhou H min, Zheng Y feng, Campbell L, Peng B, Haapasalo M. Metallurgical Characterization of Controlled Memory Wire Nickel-Titanium Rotary Instruments. *J Endod*. 2011; 37(11):1566-71.
- Shen Y, Qian W, Abtin H, Gao Y, Haapasalo M. Fatigue Testing of Controlled Memory Wire Nickel-Titanium Rotary Instruments. *J Endod*. 2011b;37(7):997-1001.
- Shen Y, Zhou H min, Zheng Y feng, Peng B, Haapasalo M. Current Challenges and Concepts of the Thermomechanical Treatment of Nickel-Titanium Instruments. *J Endod*. 2013a ;39(2) :163-72.
- Shen Y, Cheung GSP. Methods and models to study nickel–titanium instruments. *Endod Top*. 2013b;29(1):18-41.
- Shen Y, Zhou H min, Wang Z, Campbell L, Zheng Y feng, Haapasalo M. Phase Transformation Behavior and Mechanical Properties of Thermomechanically Treated K3XF Nickel-Titanium Instruments. *J Endod*.2013c ;39(7):919-23.
- Shen Y, Hieawy A, Huang X, Wang Z jun, Maezono H, Haapasalo M. Fatigue Resistance of a 3-dimensional Conforming Nickel-Titanium Rotary Instrument in Double Curvatures. *J Endod*. 2016;42(6):961-4.
- Shim KS, Oh S, Kum K, Kim YC, Jee KK, Chang SW. Mechanical and Metallurgical Properties of Various Nickel-Titanium Rotary Instruments. *BioMed Res Int*. 2017; 2017:1-13.
- Sonntag D, Raab WH, Martin E, Keppel R. Intracanal use of heated rinsing solutions: a pilot study. *Quintessence Int*.2017; 48(4): 281-5.
- Sousa-Neto M.D, Silva-Sousa Y.C, Mazzi-Chaves J.F, Carvalho K.K.T, Barbosa A.F.S, Versiani M.A, Jacobs R, Leoni G. Root canal preparation using micro-computed tomography analysis: A literature review. *Braz Oral Res*. 2018; 32: e66.
- Staffoli S, Grande NM, Plotino G, Özyürek T, Gündoğar M, Fortunato L, et al. Influence of environmental temperature, heat-treatment and design on the cyclic fatigue resistance of three generations of a single-file nickel–titanium rotary instrument. *Odontology*. 2018;107(3):301-7.
- Stoeckel D, Yu W. The transformational superelasticity in Ni-Ti wire is about ten times higher than the elasticity in ordinary materials. *Wire J Int*. 1991 :45-50.
- Suter B, Lussi A, Sequeira P. Probability of removing fractured instruments from root canals. *Int Endo J*. 2005; 38(2):112-23.
- Tabassum S, Khan FR. Failure of endodontic treatment: The usual suspects. *Eur J Dent*. 2016 ;10(01):144-7.

- Tabassum S, Zafar K, Umer F. NiTi Rotary Systems: What's New. *Eur Endod J.* 2019; 3: 111-7.
- Tan G, Liu Y, Sittner P, Saunders M. Lüders-like deformation associated with stress-induced martensitic transformation in NiTi. *Scr Mater.* 2004;50(2):193-8.
- Tepel J, Schäfer E, Hoppe W. Properties of endodontic hand instruments used in rotary motion. Part 3. Resistance to bending and fracture. *J Endod.* 1997;23(3):141-5.
- Testarelli L, Grande NM, Plotino G, Lendini M, Pongione G, Paolis GD, et al. Cyclic Fatigue of Different Nickel-Titanium Rotary Instruments: A Comparative Study. *Open Dent J.* 2009;3(1):55-8.
- Testarelli L, Plotino G, Al-Sudani D, Vincenzi V, Giansiracusa A, Grande NM, et al. Bending Properties of a New Nickel-Titanium Alloy with a Lower Percent by Weight of Nickel. *J Endod.* 2011;37(9):1293-5.
- Thu M, Ebihara A, Adel S, Okiji T. Analysis of Torque and Force Induced by Rotary Nickel-Titanium Instruments during Root Canal Preparation: A Systematic Review. *Appl Sci.* 2021; 11(7):3079.
- Tocci L, Plotino G, Al-Sudani D, Rubini AG, Sannino G, Piasecki L, et al. Cutting Efficiency of Instruments with Different Movements: a Comparative Study. *J Oral Maxillofac Res.* 2015; 6(1): p5.
- Thompson SA. An overview of nickel-titanium alloys used in dentistry. *Int Endod J.* 2000;33(4):297-310.
- Tripi TR, Bonaccorso A, Condorelli GG. Cyclic fatigue of different nickel-titanium endodontic rotary instruments. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology.* 2006;102(4): e106-14.
- Turpin Y, Chagneau F, Vulcain J. Impact of Two Theoretical Cross-Sections on Torsional and Bending Stresses of Nickel-Titanium Root Canal Instrument Models. *J Endod.* 2000; 26(7):414-7.
- Tyc O, Heller L, Vronka M, Šittner P. Effect of temperature on fatigue of superelastic NiTi wires. *Int J Fatigue* 2020; 134:105470.
- Unno H, Ebihara A, Hirano K, Kasuga Y, Omori S, Nakatsukasa T, et al. Mechanical Properties and Root Canal Shaping Ability of a Nickel-Titanium Rotary System for Minimally Invasive Endodontic Treatment: A Comparative In Vitro Study. *Materials.* 2022 ;15(22):7929.
- Uslu G, Özyürek T, Gündoğar M, Yılmaz K. Cyclic fatigue resistance of 2Shape, Twisted File and EndoSequence Xpress nickel-titanium rotary files at intracanal temperature. *J Dent Res Dent Clin Dent Prospects.* 2018;12(4):283-7.
- Usman N, Baumgartner JC, Marshall JG. Influence of instrument size on root canal debridement. *J Endod.* 2004 ;30:110-2.
- Uygun AD, Kol E, Topcu MK, Seckin F, Ersoy I, Tanriver M. Variations in cyclic fatigue resistance among ProTaper Gold, ProTaper Next and ProTaper Universal instruments at different levels. *Int Endod J* 2016; 49(5):494-9.

- Van Der Vyver PJ, Paleker F, Vorster M, De Wet FA. Root Canal Shaping Using Nickel Titanium, M-Wire, and Gold Wire: A Micro-computed Tomographic Comparative Study of One Shape, ProTaper Next, and WaveOne Gold Instruments in Maxillary First Molars. *J Endod* 2019; 45:62-7.
- Vaudt J, Bitter K, Neumann K, Kielbassa AM. *Ex vivo* study on root canal instrumentation of two rotary nickel-titanium systems in comparison to stainless steel hand instruments. *Int Endod J*. 2009;42(1):22-33.
- Vasconcelos RA, Arias A, Peters OA. Lateral and axial cutting efficiency of instruments manufactured with conventional nickel-titanium and novel gold metallurgy. *Int Endod J*.2018;51(5):577-83.
- Velozo C, Silva S, Almeida A, Romeiro K, Vieira B, Dantas H, de Sousa F.B, De Albuquerque D.S. Shaping ability of XP-endo Shaper and ProTaper Next in long oval-shaped canals: A micro-computed tomography study. *Int Endod J*. 2020; 53: 998-1006.
- Viana ACD, Chaves Craveiro De Melo M, Guiomar De Azevedo Bahia M, Lopes Buono VT. Relationship between flexibility and physical, chemical, and geometric characteristics of rotary nickel-titanium instruments. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology*. 2010; 110(4):527-33.
- Vieira EP, Nakagawa RKL, Buono VTL, Bahia MGA. Torsional behaviour of rotary NiTi ProTaper Universal instruments after multiple clinical use. *Int Endod J*. 2009; 42(10):947-53.
- Vincent M. Développement d'un instrument endodontique en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux. Thèse d'université. Université de Lorraine.2017.
- Vincent M, Xolin P, Gevrey AM, Thiebaud F, Engels-Deutsch M, Ben Zineb T. Experimental and numerical analysis of penetration/removal response of endodontic instrument made of single crystal Cu-based SMA: comparison with NiTi SMA instruments. *Smart Mater Struct*. 2017; 26 (4) :0-35.
- Vinothkumar TS, Kandaswamy D, Prabhakaran G, Rajadurai A. Mechanical behavior of deep cryogenically treated martensitic shape memory nickel-titanium rotary endodontic instruments. *Eur J Dent*.2016; 10: 183-87.
- Walia H. An initial investigation of the bending and properties of nitinol root canal files. *J Endod*. 1988;14(7):346-51.
- Wang Z, Everaerts J, Salvati E, Korsunsky AM. Evolution of thermal and mechanical properties of Nitinol wire as a function of ageing treatment conditions. *J Alloys Compd*. 2019; 819:153024.
- Wang Z, Korsunsky AM. Effect of Temperature on Shape Memory Materials. In: *Encyclopedia of Smart Materials*. 2020 p. 239-53.
- Wolcott J, Himel V.T. Torsional properties of nickel-titanium versus stainless steel endodontic files. *J Endod*. 1997; 23: 217-220.
- Xolin P. Contribution au développement d'une nouvelle génération de limes endodontiques en alliage à mémoire de forme monocristallin cuivreux. Thèse d'université. Université de Lorraine. 2020.

- Xolin P, Becker S, Thiébaud F, Engels-Deutsch M, Ben Zineb T. Combined bending–torsion testing device for characterization of shape memory alloy endodontic files. *J Intel Mater Syst Struct*. 2020;31(15):1763-81.
- Xu X, Eng M, Zheng Y, Eng D. Comparative Study of Torsional and Bending Properties for Six Models of Nickel-Titanium Root Canal Instruments with Different Cross-Sections. *J Endod*. 2006; 32(4):372-5.
- Yahata Y, Yoneyama T, Hayashi Y, Ebihara A, Doi H, Hanawa T, et al. Effect of heat treatment on transformation temperatures and bending properties of nickel–titanium endodontic instruments. *Int Endod J*. 2009; 42(7): 621-6.
- Yared G, Sleiman P. Failure of ProFile instruments used with air, high torque control, and low torque control motors. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology*. 2002;93(1):92-6.
- Yared G, Bou Dagher F, Kulkarni K. Influence of torque control motors and the operator’s proficiency on ProTaper failures. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology*. 2003;96(2):229-33.
- Yared G. Canal preparation using only one Ni-Ti rotary instrument: preliminary observations. *Int Endod J*. 2008;41(4):339-44.
- Ye J, Gao Y. Metallurgical Characterization of M-Wire Nickel-Titanium Shape Memory Alloy Used for Endodontic Rotary Instruments during Low-cycle Fatigue. *J Endod*. 2012;38(1):105-7.
- Yguel-Henry S, von Stebut J. Cutting efficiency loss of root canal instruments due to bulk plastic deformation, surface damage, and wear. *J Endod*. 1994; 20: 367-72.
- Yoneyama T, Doi H, Hamanaka H, Yamamoto M, Kuroda T. Bending Properties and Transformation Temperatures of Heat-Treated Ni-Ti Alloy Wire for Orthodontic Appliances. *J Biomed Mater Res*. 1993; 27 (3): 399-402.
- Yoneyama T, Kobayashi C. Endodontic instruments for root canal treatment using Ti-Ni shape memory alloys. In: Yoneyama T, Miyazaki S, eds. *Shape Memory Alloys for Biomedical Applications*. Cambridge: Woodhead Publishing Limited; 2009:297-305.
- Young JM, Van Vliet KJ. Predicting *in vivo* failure of pseudoelastic NiTi devices under low cycle, high amplitude fatigue. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005;72B (1):17-26.
- Yum J, Cheung GSP, Park JK, Hur B, Kim HC. Torsional Strength and Toughness of Nickel-Titanium Rotary Files. *J Endod*. 2011;37(3):382-6.
- Zanza A, D’Angelo M, Reda R, Gambarini G, Testarelli L, Di Nardo D. An Update on Nickel-Titanium Rotary Instruments in Endodontics: Mechanical Characteristics, Testing and Future Perspective-An Overview. *Bioengineering*. 2021; 8(12):218.
- Zanza A, Russo P, Reda R, Di Matteo P, Donfrancesco O, Ausiello P, et al. Mechanical and Metallurgical Evaluation of 3 Different Nickel-Titanium Rotary Instruments: An In Vitro and In Laboratory Study. *Bioengineering*. 2022; 9(5):221.

- Zhang X, Sehitoglu H. Crystallography of the B2 → R → B19' phase transformations in NiTi. *Mater Sci Eng A*. 2004;374(1-2):292-302.
- Zhang L, Luo HX, Zhou XD, Tan H, Huang DM. The shaping effect of the combination of two rotary nickel-titanium instruments in simulated S-shaped canals. *J Endod* 2008; 34:456-8.
- Zhou HM, Shen Y, Zheng W, Li L, Zheng Y feng, Haapasalo M. Mechanical Properties of Controlled Memory and Superelastic Nickel-Titanium Wires Used in the Manufacture of Rotary Endodontic Instruments. *J Endod*. 2012;38(11):1535-40.
- Zhou H, Peng B, Zheng YF. An overview of the mechanical properties of nickel-titanium endodontic instruments: An overview of the mechanical properties of nickel-titanium endodontic instruments. *Endod Top*. 2013;29(1):42-54.
- Zhu J, Wu HH, Wu Y, Wang H, Zhang T, Xiao H, et al. Influence of Ni<sub>4</sub>Ti<sub>3</sub> precipitation on martensitic transformations in NiTi shape memory alloy: R phase transformation. *Acta Mater*. 2021; 207:116665.
- Zinelis S, Darabara M, Takase T, Ogane K, Papadimitriou GD. The effect of thermal treatment on the resistance of nickel-titanium rotary files in cyclic fatigue. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endodontology*. 2007;103(6):843-7.
- Zinelis S, Eliades T, Eliades G. A metallurgical characterization of ten endodontic Ni-Ti instruments: assessing the clinical relevance of shape memory and superelastic properties of Ni-Ti endodontic instruments. *Int Endod J*. 2010;43(2):125-34.
- Zupanc J, Vahdat-Pajouh N, Schäfer E. New thermomechanically treated NiTi alloys - a review. *Int Endod J*. 2018 ;51(10) :1088-103.

## Résumé

Dans le but d'améliorer la résistance à la rupture des instruments endodontique en NiTi, les recherches s'orientent de plus en plus vers les procédés de post-fabrication tels que les traitements de surface et l'application de traitements thermiques. Cependant, peu de recherches se sont tournées vers une analyse approfondie du traitement thermique en endodontie. Ce travail se propose, en collaboration avec l'entreprise Coltène Micro-Mega, de déterminer l'influence des différents paramètres du traitement thermique sur les performances et la tenue en service d'un instrument endodontique en NiTi à géométrie donnée. Les différents paramètres étudiés sont la température de chauffage, la durée de chauffage et la méthode de refroidissement. Afin de mieux comprendre l'influence des traitements thermiques sur le comportement des instruments endodontiques, chaque paramètre est analysé à l'aide d'un plan d'expériences sur fil puis sur prototype. Ainsi, des essais de flexion sur banc d'essai et de pénétration-retrait dans des simulateurs endodontiques en résine sont réalisés sur des fils et des instruments vierges de tout traitement thermique ainsi que sur des fils et des prototypes ayant subi différents types de traitements thermiques. Les principaux résultats expérimentaux ont montré que la température de chauffage est le facteur le plus critique influençant la flexibilité des fils ou instruments NiTi, suivi de la durée du chauffage, tandis que la méthode de refroidissement présente un effet négligeable.

**Mots-clés :** Instruments endodontiques, Alliage à Mémoire de Forme, NiTi, transformation martensitique, traitement thermique, essais de flexion, plans d'expériences, essais de pénétration-retrait.

## Abstract

With the aim of improving the fracture resistance of NiTi endodontic instruments, research is increasingly oriented towards post-manufacturing processes such as surface treatment and the application of heat treatments. However, few studies have focused on an in-depth analysis of heat treatment in endodontics. This PhD work aims, in collaboration with the Coltène Micro-Mega company, to determine the influence of different heat treatment parameters on the performance and service life of a NiTi endodontic instrument with a given geometry. The different studied parameters are the heating temperature, heating duration and cooling method. To better understand the influence of heat treatments on the response of endodontic instruments, each parameter is analyzed by a design of experiments on wire then on prototype. Thus, bench testing bending and penetration-removal tests in endodontic resin simulators are carried out on wires and instruments without any heat treatment and on wires and prototypes having undergone different types of heat treatments. The principal experimental results showed that heat treatment temperature is the most critical factor influencing the flexibility of the NiTi wires or instruments followed by the heating duration, while the cooling rate method has negligible effect.

**Keywords:** Endodontic instruments, Shape Memory Alloy, NiTi, martensitic transformation, heat treatment, bending tests, design of experiments, penetration-removal tests.