







#### UNIVERSITE DE LILLE

#### ECOLE DOCTORALE BIOLOGIE-SANTE

#### U1008 INSERM "ADVANCED DRUG DELIVERY SYSTEMS"

Thèse de Doctorat

#### Mention : Sciences de la vie et de la santé

Spécialité : Recherche clinique, innovation technologique, santé publique – Odontologie Réhabilitation orale

Présentée et soutenue le 03/12/2024

Par Corentin DENIS

Né le 18 janvier 1989 à SAINT-OMER, FRANCE

# Variations dimensionnelles d'une céramique dentaire alumineuse mise en forme par technique additive

#### JURY

Président :	Monsieur le Professeur Jean-Christophe Hornez
Directeur :	Monsieur le Professeur Etienne Deveaux
Co-directeur :	Madame le Docteur Marion Dehurtevent
Rapporteurs :	Monsieur le Professeur Bruno Tavernier
	Monsieur le Professeur Michel Fages
Examinateur :	Monsieur le Docteur Jean-François Witz

## **Remerciements**

Au Pr Etienne Deveaux ; pour avoir dirigé ce travail et pour ses enseignements et son aide tout au long de mon parcours étudiant et professionnel.

Au Dr Marion Dehurtevent ; pour avoir co-dirigé ce travail, pour sa confiance pour poursuivre ses travaux, pour son aide et son immense soutien durant mon développement en tant qu'enseignant-chercheur. Marion, un grand merci.

Au Pr Jean-Christophe Hornez ; pour sa confiance et ses conseils avisés, prodigués depuis le début de mes travaux de recherche.

Au Pr Bruno Tavernier ; pour l'honneur que vous me faites en participant à ce jury et pour votre accompagnent bienveillant dans ce travail et dans mon parcours de titularisation.

Au Pr Michel Fages ; pour l'honneur que vous me faites en participant à ce jury et pour la future transmission de vos immenses compétences dans le domaine du numérique.

Au Dr Jean-François Witz ; pour votre accompagnent durant mes travaux et pour vos nombreux conseils avisés.

Au Pr Juergen Siepmann, au Pr Nicolas Blanchemain, au Dr Feng Chai et à toute l'équipe de l'INSERM U1008 ; pour m'avoir intégré au sein du laboratoire, pour leurs enseignements et leur accompagnement durant mon parcours et mes travaux de recherche.

Au Pr Christian Courtois et à toute l'équipe du Ceramaths, pour avoir permis cette collaboration sans laquelle ce travail n'aurait pu aboutir.

A M. Vincent Hornez, pour ses conseils et la mise en forme des pièces au sein de l'entreprise CryCeram.

Au Pr Lieven Robberecht ; pour son immense aide et immense soutien durant ces dernières années.

Au Pr Christophe Chaveau et à Jérôme Delattre ; pour leur collaboration avec le MABlab pour les premières acquisitions numériques.

Au Dr Jérôme Hosdez ; pour son aide précieuse dans les acquisitions en collaboration avec la plateforme ISIS4D de l'Ecole Centrale de Lille.

Au Pr Thomas Colard, pour son aide essentielle dans le traitement des données d'acquisition.

A mes tous collègues de l'UFR3S Odontologie et du centre de soins dentaires Abel Caumartin, et plus particulièrement à ceux du département de Prothèses ; pour leur soutien et l'ambiance de travail qui font que je ne regrette pas mes choix.

A tous ceux qui m'ont permis de mener à bien ce projet.

Enfin, à ma famille, mes amis et mes proches sans qui rien n'aurait était possible.

# TABLE DES MATIERES

Remerciements	3
Abréviations	8
Introduction générale	9
1. Etat de la question	10
1.1. Mise en forme de céramiques d'infrastructure dentaires par additives	techniques
1.1.1. Introduction	10
1.1.2. Caractéristiques de la céramique d'infrastructure commercialis 11	sée en 2024
1.1.2.1. Propriétés physiques	11
1.1.2.2. Propriétés mécaniques	13
1.1.2.3. Propriétés chimiques et biologiques	16
1.1.3. Techniques de mise en forme additive de céramiques	17
1.1.4. Photopolymérisation en cuve de pièce en alumine par masque au sein du Ceramaths	dynamique 20
1.2. Le taux de retrait anisotrope d'une céramique mise en forme pa additive	ar technique 23
1.3. Techniques d'évaluation dimensionnelle des céramiques mises e techniques additives	n forme par 27
1.4. Revue de littérature sur l'évaluation dimensionnelle des céramiques forme par techniques additives de photopolymérisation en cuve	es mises en 29
1.4.1. Introduction	29
1.4.2. Matériels et méthodes	30
1.4.3. Résultats et discussions	30
2. Etude dimensionnelle de pièces simples mises en forme par polym	érisation en
cuve « digital light processing » (DLP)	38
2.1. Problématique et objectif	38
2.2. Matériels et méthodes	38
2.2.1. Conception des modèles	38
2.2.2. Mise en forme des échantillons	40
2.2.2.1. Préparation de la barbotine	40
2.2.2.2. Paramétrages d'impression	40

2.2.3.	Traitement thermique des pièces	. 42
2.2.4.	Acquisition tridimensionnelle des échantillons	. 42
2.2.5.	Analyse dimensionnelle des échantillons	. 43
2.2.6.	Analyses statistiques	. 44
2.3.	Résultats et discussion	. 44
3. Mis	e en forme par DLP de modèles simplifiés d'armature de couronne	. 51
3.1.	Problématique et objectif	. 51
3.2.	Matériels et méthodes	. 52
3.2.1.	Conception des modèles	. 52
3.2.2.	Mise en forme des échantillons	. 53
3.2.3.	Acquisition tridimensionnelle des échantillons	. 53
3.2.4.	Analyse dimensionnelle des échantillons	. 53
3.2.5.	Analyses statistiques	. 54
3.3.	Résultats et discussion	. 55
4. Mise	e en forme par DLP d'une armature de couronne	. 60
4.1.	Problématique et objectif	. 60
4.2.	Matériels et méthodes	. 60
4.2.1.	Conception des modèles	. 60
4.2.2.	Mise en forme des échantillons	. 61
4.2.3.	Acquisition tridimensionnelle des échantillons	. 62
4.2.4.	Analyse dimensionnelle des armatures de couronne	. 62
4.2.5.	Analyses statistiques	. 64
4.3.	Résultats et discussion	. 65
4.3.	1. Justesse de mise en forme	. 65
4.3.	2. Fidélité de mise en forme	. 69
4.3.	3. Hiatus entre les restaurations et le pilier	. 72
5. Con	clusion générale et perspectives	. 76
5.1.	Conclusion de l'étude dimensionnelle	. 76
5.2.	Perspectives	. 77
5.2.	1. Test de confirmation de biocompatibilité	. 77
5.2.	1.1. Problématique et objectif	. 77
5.2.	1.2. Matériels et méthodes	. 78
5.2.	1.3. Résultats et discussion	. 78
5.3.	Perspectives cliniques	. 80

Bibliogr	aphie	82
Table d	es illustrations	93
1.1.	Tables des figures	93
1.2.	Tables des tableaux	96
1.3.	Tables des équations	98
Annexe	S	99
RESUM	1E	127

## **Abréviations**

- CAO : conception assistée par ordinateur
- CFAO : conception et fabrication assistées par ordinateur
- DLP : digital light processing
- FAO : fabrication assistée par ordinateur
- FDM : fused deposition modeling
- micro-CT : microtomographie à rayons X
- PIM : powder injection molding
- RMS-RMSE : Root mean square error
- SLA : stéréolithographie
- SLM : selective LASER melting
- SLS : sintering LASER selective

#### Introduction générale

Les restaurations prothétiques dentaires en céramique doivent répondre à un cahier des charges exigeant concernant leurs propriétés mécaniques élevées et leur précision d'adaptation à la préparation dentaire. Les infrastructures des couronnes céramo-céramiques permettent d'assurer les propriétés mécaniques de la restauration tandis que la couche superficielle qui la recouvre assure les propriétés cosmétiques. Le développement de la conception et la fabrication assistées par ordinateur (CFAO) en odontologie a été une révolution et a permis l'utilisation de nouveaux matériaux. Les techniques de mise en forme actuellement commercialisées sont des méthodes soustractives qui permettent, par usinage, la réalisation d'infrastructures en alumine et en zircone qui présentent un bon recul clinique. Ces techniques d'usinage d'un bloc à l'aide de fraises sont précises et reproductibles mais présentent des inconvénients comme l'usure des consommables, la perte de matériau, le stress engendré sur la pièce. Ces inconvénients peuvent être contournés par les techniques de mise en forme additive. Parmi les différents procédés additifs, la photopolymérisation en cuve, développé dans l'industrie dans les années 80, permet l'obtention de pièces en résine avec de propriétés mécaniques, un état de surface et une précision dimensionnelle compatibles avec un usage dentaire. La technique consiste en la photopolymérisation couche par couche d'une suspension. La photopolymérisation en cuve par masque dynamique, associé à des micro-miroirs, permet la mise en forme de pièces en alumine répondant aux critères pour une utilisation dentaire. Les précédents travaux de Dehurtevent et al, au sein du laboratoire Ceramaths de l'Université polytechnique Hauts-de-France, ont permis de développer et d'optimiser les différentes étapes du procédé et de sélectionner une barbotine, avec un taux de 80% d'alumine en poids et une grande granulométrie, compatible avec une utilisation clinique. Un traitement thermique de densification permet aux céramiques d'obtenir leurs propriétés physiques et mécaniques élevées mais, durant cette étape, un retrait du volume de la pièce se produit. Ce retrait anisotrope limite l'obtention de pièces prothétiques aux dimensions conformes à celles modélisées.

L'objectif de ce travail a été d'étudier le retrait de pièces en céramiques avec des formes simples puis complexes afin de l'anticiper pour obtenir une pièce clinique finale juste, fidèle, fiable et adaptée au pilier en vue d'une application clinique.

### 1. Etat de la question

## 1.1. Mise en forme de céramiques d'infrastructure dentaires par techniques additives

#### 1.1.1. Introduction

Les pertes de substances dentaires coronaires peuvent être restaurées par la réalisation de restaurations périphériques fixées (couronnes ou coiffes). Dans les cas où l'exigence esthétique est élevée, la réalisation de couronnes céramo-céramiques est indiquée. Ces couronnes présentent à leur surface des couches de céramiques cosmétiques qui recouvrent une infrastructure (ou armature) avec des propriétés mécaniques supérieures (figure 1).



Figure 1 : schéma d'une couronne céramo-céramique

Actuellement, la céramique cosmétique est réalisée par stratification manuelle de poudre céramique feldspathique tandis que la céramique d'infrastructure est mise en forme par conception et fabrication assistées par ordinateur (CFAO) soustractive (usinage) de céramiques polycristallines ou vitreuse comme les vitrocéramiques au disilicate de lithium (figure 2).



Figure 2 : schéma des microstructures des céramiques vitreuses et polycristallines [1]

Ces céramiques d'infrastructure doivent répondre à un cahier des charges précis afin de garantir la pérennité de la restauration.

# 1.1.2. Caractéristiques de la céramique d'infrastructure commercialisée en 2024

Les céramiques d'infrastructures dentaires doivent répondre à des normes concernant leurs propriétés physiques, mécaniques et biologiques, quelque soit la méthode de mise en forme selon les normes ISO 9693:2019, ISO 6872:2024, ISO 10993-5 :2009.

#### 1.1.2.1. Propriétés physiques

Les propriétés physiques des céramiques d'infrastructures se caractérisent par leur conductivité, leur translucidité dépendante de la structure cristalline, leur état de surface et leur coefficient de dilatation thermique.

Les céramiques sont des isolants thermiques et électriques. Cette propriété leur permet d'être inerte et de protéger le complexe dentino-pulpaire. Leur conductivité doit être égale à 0,01°C/cm² [2].

La microstructure finale de la pièce affecte les propriétés optiques et particulièrement la translucidité. La zircone (dioxyde de zirconium) possède trois formes allotropiques de sa structure cristalline en fonction de la température (figure 3). L'incorporation d'oxyde d'yttrium stabilise la phase tétragonale à température ambiante, plaçant le matériau dans un état métastable et susceptible de subir une transformation vers la forme monoclinique, notamment sous l'effet du stress, en particulier sous l'effet de la température ambiante. Ce potentiel de transformation permet, via l'augmentation de volume des cristaux, d'entraver la propagation des fissures et confère au matériau une très grande ténacité. Plus la proportion d'oxyde d'yttrium est importante et plus la phase cubique, translucide, est importante (figure 4). Cependant, la phase cubique n'ayant pas de potentiel de transformation cristalline, la résistance du matériau et sa ténacité s'en voient réduites de 4,5 à 2,5 MPa.m<sup>½</sup> [3].



Figure 3 : schéma des trois formes allotropiques de la structure cristalline de la zircone en fonction de la température [3].



Figure 4 : diagramme de phase de la zircone en fonction de la proportion d'oxyde d'yttrium [4]

De plus, l'état de surface, tout comme les défauts internes tels que les pores ou une inhomogénéité dans la densité, diffractent la lumière et affectent les propriétés optiques. Ces défauts internes apparaissent notamment lors du traitement thermique des pièces [5]. Aussi, l'état de surface, mesuré par un palpeur ou rugosimètre, est exprimé par la Ra (*Roughtness value*) qui correspond à la rugosité moyenne authentique. La valeur de la Ra doit être inférieure à 0,58 µm pour limiter l'adhésion bactérienne et être cliniquement acceptable [6]. Les infrastructures de couronnes céramiques n'étant pas directement visibles et exposées en bouche, l'impact de l'état de surface sur les propriétés optiques et biologiques est moindre.

Enfin, le coefficient de dilatation thermique de l'infrastructure de couronne doit être supérieur à la céramique stratifiée cosmétique qui la recouvre afin de garantir la cohésion des couches par compression [2]. Ceci permet d'éviter une exposition de la céramique d'infrastructure en bouche, compromettant les rendus esthétiques et fonctionnels de la restauration, mais aussi son état de surface.

#### 1.1.2.2. Propriétés mécaniques

Les forces masticatoires humaines sont comprises entre 11 et 150 MPa et peuvent atteindre des valeurs 1000 MPa pour des patients bruxomanes [7]. Les céramiques dentaires sont des matériaux durs mais fragiles car leur faible module d'élasticité empêchent les déformations, notamment en flexion, tandis que leur résistance en compression est élevée [2]. Les céramiques doivent donc répondre à certaines caractéristiques mécaniques en accord avec la norme ISO6872:2024.

- La résistance en flexion, exprimée en MPa, mesure l'aptitude à la déformation des matériaux soumis à un effort croissant. Une utilisation dans le domaine dentaire requiert une résistance minimale de 300 MPa selon la norme ISO 6872:2015 [7,8]. Les céramiques dentaires à base de zircone dopées à l'yttrium (Y-TZP) montrent des valeurs entre 400 et 1500 MPa en fonction de la proportion des différentes phases cubiques et tétragonales, les vitrocéramiques en disilicate de lithium 300 à 500 MPa, l'alumine 600 MPa [9].
- La ténacité, qui correspond à la résistance à la propagation d'une fissure préexistante, exprimée en MPa.m<sup>1/2</sup>. La valeur de ténacité correspond à la force minimale nécessaire pour étendre la fracture. Les zircones montrent des valeurs de ténacité de 2,2 MPa.m<sup>1/2</sup> pour celles de 3<sup>e</sup> génération (4Y-PSZ et 5Y-PSZ) à 4,5 MPa.m<sup>1/2</sup> pour celles de 2<sup>e</sup> génération (3Y-PSZ) comme la Vita YZ HT<sup>®</sup> utilisée pour les infrastructures de couronne céramo-céramiques. Les

céramiques alumineuses présentent des valeurs de 3 à 5 MPa/m<sup>2</sup> et les vitrocéramiques en disilicate de lithium 2 à 2,5 MPa/m<sup>2</sup> [9].

- La dureté, qui correspond à la résistance qu'oppose la surface du matériau à la pénétration d'un indenteur. Elle peut être exprimée en GPa. L'émail présente une dureté de 3 à 5 GPa, la dentine de 0,6 GPa, les vitrocéramiques au disilicate de lithium de 5,8 GPa, les zircones de 13,4 GPa, l'alumine de 11 à 20,5 en fonction de la technique de mise en forme [10–15].
- La fragilité des céramiques vient également de leur structure interne et de l'état de surface. Un défaut de structure est souvent à l'origine de fracture. Le module de Weibull permet de mesurer l'homogénéité des valeurs d'un échantillon. Un module de Weibull élevé indique des valeurs homogènes et donc une plus forte reproductibilité des valeurs de résistance en flexion (norme ISO 6872:2008). Actuellement les valeurs du module de Weibull pour la zircone Y-TZP vont de 4,31 à 21, de 1,80 à 5,80 pour le disilicate de lithium et de 6,2 à 16,1 pour l'alumine mise en forme par polymérisation en cuve [10–13,16,17]. Le module de Weibull pour la dentine a été estimé entre 3,15 et 6 et entre 13 et 32 pour l'émail [14,15]

Pour comparaison, les différentes propriétés mécaniques des zircones et disilicate de lithium disponibles pour l'usinage par CFAO, de l'alumine In-Ceram<sup>®</sup> dont la commercialisation a cessé en 2015 et de la céramique alumineuse utilisée dans ce travail (CT 1200SG, Almatis<sup>®</sup>) sont reprises ci-après (tableau 1) [8,18–20].

Tableau 1 : propriétés mécaniques de différentes céramiques dentaires. Module d'élasticité : E (GPa) ; dureté : H (GPa) ; ténacité : T (MPa.m<sup>1/2</sup>) ; résistance en flexion :  $\sigma$  (MPa) ; module de Weibull : m.

Matériau	Exemple du commerce	Phase cristalline (% volume)	E (GPa)	H (GPa)	T (MPa. m <sup>½</sup> )	σ (MPa)	m
VITROCERAMIQUE							
Disilicate de lithium	IPS e.max CAD®	Disilicate de	95	5,8	2-2,5	360-	1,80-
	(Ivoclar Vivadent)	lithium (70)				400	5,80
<b>CERAMIQUE POLYCRI</b>	STALLINE A BASE DE ZIR	CONE					
2 <sup>e</sup> génération 3Y-PSZ	Katana HT/ML® (Kuraray Noritake) Vita YZ HT® (Vita Zahnfabrik)	Tétragonale (85%) /cubique (15%) Zircone (>99)	210	13,4	4,5	1000- 1200	14
3 <sup>e</sup> génération 4Y-PSZ	IPS e.max ZirCAD MT® (Ivoclar Vivadent) Katana ST/STML® (Kuraray Noritake)	Tétragonale (75%) /cubique (25%) Zircone (>99)	210	13,4	3,5	600- 1000	2,12- 7,7
3° génération 5Y-PSZ	Katana UT/UTML (Kuraray Noritake)	Tétragonale (50%) /cubique (50%) Zircone (>99)	210	13,4	2,5	400- 800	2,84- 14,9
<b>CERAMIQUE POLYCRI</b>	STALLINE A BASE D'ALU	MINE					
	In-Ceram® (Vita Zahnfabrik)	Alumine (80)	265- 380	11-12	3,6-4,4	440- 594	9
	CT 1200SG, Almatis®	Alumine (>99)	356	18,9-	3-3,5	313-	6,1-
				20,5		409	16,1
DENT							
Dentine		Hydroxyapatite (95)	15-30	0,6	3	207	3,15-6
Email		Hydroxyapatite (95)	84-94	3-5	1,5	180	13-32

Actuellement, seules les méthodes soustractives sont commercialisées. Cependant, la littérature montre que la mise en forme influence les propriétés mécaniques, bien qu'il n'existe de consensus en faveur de l'usinage ou de l'additif. En effet, il existe de nombreuses méthodes additives et, selon le procédé, les propriétés mécaniques des pièces obtenues sont plus ou moins équivalentes à celles obtenus avec l'usinage, bien qu'il n'existe pas encore d'études cliniques utilisant des matériaux mis en forme par techniques additives pour les restaurations permanentes [21–23].

La littérature et les travaux précédents réalisés dans le cadre de la thèse de doctorat de l'université du Dr Dehurtevent ont montré que l'alumine est un matériau prometteur répondant aux cahiers des charges pour la mise en forme de céramiques dentaires mises en forme par technique additive [11,24,25].

#### 1.1.2.3. Propriétés chimiques et biologiques

Les céramiques d'infrastructure doivent pouvoir s'intégrer chimiquement et biologiquement dans le milieu buccal.

Les céramiques sont des matériaux bio-inertes qui présentent une tolérance biologique, pulpaire et parodontale [26]. A la différence des métaux, les céramiques ne subissent que très peu le phénomène de corrosion. Cette inertie chimique limite le risque de provoquer des allergies.

La zircone possède une solubilité en milieu acide inférieure à 20  $\mu$ g/cm<sup>2</sup> (norme ISO 6872) devant celle de la vitrocéramique enrichie en disilicate de lithium (10 à 50  $\mu$ g/cm<sup>2</sup>) et de l'alumine (<200  $\mu$ g/cm<sup>2</sup>) [27]. Par ailleurs, les vitrocéramiques à base de disilicate de lithium ne sont pas biologiquement inertes car elles peuvent réduire l'activité mitochondriale de 50 à 70%, néanmoins, ce risque diminue significativement avec le temps et devient insignifiant lorsque la surface est polie [28]. En effet, selon Grégoire *et al.*, la biocompatibilité de la restauration en céramique peut être compromise, non pas à cause du matériau en lui-même, mais en raison de l'état de sa surface. Les imperfections de surface, dues soit à un polissage insuffisant après des retouches, soit à une glaçure mal appliquée, peuvent devenir des foyers de rétention et de prolifération de plaque dentaire, entraînant des complications parodontales [28].

Enfin, cliniquement, les restaurations dentaires doivent présenter un hiatus marginal entre les pièces prothétiques et les tissus dentaires inférieur à 120 µm afin d'éviter le risque de percolations bactériennes [29]. Ce hiatus obtenu grâce aux techniques soustractives est inférieur à 80 µm [30].

L'ensemble de ces critères doivent être respectés afin de limiter le risque de descellement, de lésion carieuse ou de maladie parodontale. L'alumine et la zircone, avec leurs propriétés mécaniques élevées, sont indiquées et possèdent un bon recul clinique dans la conception et la fabrication assisté par ordinateur d'infrastructures dentaires [30].

#### 1.1.3. Techniques de mise en forme additive de céramiques

La fabrication assistée par ordinateur (FAO) permet une mise en forme d'un modèle CAO par procédé soustractif ou additif. Les méthodes soustractives consistent en l'usinage de pièces à partir de blocs de matière première. Au contraire, les techniques additives reposent sur la fabrication, couche par couche, d'un objet à partir d'un modèle numérique. Ce modèle est sectionné dans l'axe de mise en forme en couches successives (figure 5). Les techniques additives sont utilisées en chirurgie dentaire pour la mise en forme de la résine, de la cire ou du métal. L'utilisation des techniques additives pour la céramique permettrait de limiter l'usure des consommables, du stress sur la pièce ou encore la perte du matériau résiduel suite à une mise en forme par technique soustractive [31].



Figure 5 : schéma du procédé de mise en forme additive d'un modèle CAO [31].

Actuellement les différents procédés sont développés pour la mise en forme additive de pièces en céramique d'alumine, de zircone ou de vitrocéramique. Ces procédés sont classés selon la norme ASTM 2900:2005 en fonction de l'état initial du matériau avant la fabrication : sous forme « solide massif», sous forme « poudre » ou sous forme « liquide » [32,33].

Sous forme solide massif

Parmi les différents procédés de fabrication additive, le matériau initial peut être sous forme de solide « massif » comme dans la technique de découpe laser de feuillets (« sheet lamination ») ou fabrication d'objets laminés (« laminated object manufacturing »). Dans cette technique, un LASER CO2 est utilisé pour sectionner des bandes de céramique issues du coulage en bande. Ces bandes sont ensuite empilées successivement jusqu'à l'obtention de la pièce finale [34]. C'est en 1994 que Griffin a reporté l'utilisation de cette technique pour la fabrication de pièces en

céramique (alumine et zircone). Cependant ce procédé est limité par un risque de délaminage des couches lors des traitements thermiques [35], ce qui compromet son utilisation pour la pratique dentaire.

Le dépôt de fil fondu (« fused deposition modeling », FDM) consiste en l'extrusion, via une buse chauffée et mobile selon deux axes, d'un filament thermoplastique composé d'alumine ou de zircone associé à une résine thermoplastique. Le matériau se solidifie en contact avec la couche précédente. Des pièces crues sont obtenues et doivent être déliantées et densifiées par traitement thermique. Cette technique présente l'inconvénient d'avoir un risque de délamination élevé et une faible justesse, incompatible avec une utilisation en dentaire [32,34].

Le procédé PIM-like est un dérivé de la technologie PIM (« powder injection molding ») où la mise en forme par injection dans un moule est remplacée par impression couche par couche d'une matière première pâteuse composée de poudre céramique associée à une résine polymère suivi d'un usinage de chaque couche. Un traitement thermique de déliantage du squelette résineux et de densification est nécessaire [36,37]. Ce procédé, développé au cours de l'Interreg Peps n'a pas encore démontré une application dentaire clinique mais semble prometteur [38].

#### • Sous forme poudre

D'autres techniques permettent la mise en forme de poudre par « fusion sur lit de poudre » (« powder bed fusion »). Ces procédés sont le frittage sélectif par LASER (« sintering LASER selective », SLS), la fusion sélective par faisceau LASER (« selective LASER melting », SLM) ou encore le procédé de jet de liant (« binder jetting ») [39].

Le frittage sélectif par LASER consiste à construire, couche par couche, un objet par densification des zones sélectionnées des particules de céramique [40,41]. Toutefois, une densification plus complète est nécessaire pour augmenter la densité et les propriétés mécaniques. Celles-ci restent cependant faibles pour une application dentaire [42]. De plus, d'après la revue systématique d'Al Hamad *et al.* de 2022, l'état de surface obtenu est rugueux et est donc inadapté en chirurgie-dentaire [21].

La fusion sélective par faisceau LASER permet la mise en forme selon le même procédé que la SLS mais avec une température augmentée pour provoquer la fusion du matériau (2715°C pour la zircone, 2072°C pour l'alumine) par un LASER [43]. C'est un processus d'impression additive plus complexe, qui nécessitent un préchauffage de la poudre entre 1600°C et 1800°C, couramment utilisé pour réparer ou ajouter du matériau supplémentaire aux composants existants [39]. Wilkes *et al.* ont étudié en 2013 la possibilité d'appliquer ce processus à la réparation des pièces en céramique à base d'alumine et de zircone [43].

Le procédé de jet de liant (« binder jetting ») permet, via un dépôt sélectif de liant, d'agglomérer entre elles des couches successives d'alumine ou de zircone sur un plateau selon un motif défini. Une buse projette l'adhésif sur un lit de poudre. Des pièces crues sont obtenues et nécessitent un traitement thermique de déliantage et de densification [32]. Cependant la taille des gouttes formées avec le liant est à l'origine de rugosités importantes et de trop faibles propriétés mécaniques pour une application en chirurgie dentaire [21].

• Forme liquide

Les méthodes de mise en forme additive par voie « liquide » utilisent la polymérisation de matières liquides en suspension ou l'éjection de liquides.

Le procédé de jet de matériau (« material jetting ») ou mise en forme robotique (« robocasting ») consiste en l'éjection de fines gouttes d'un mélange d'alumine ou de zircone avec de l'eau et un liant organique. Les couches successives s'accumulent sur un plateau selon le motif du modèle CAO [44,45]. Des pièces crues sont obtenues et des traitements thermiques de déliantage et de densification sont nécessaires. Cette technique permet la fabrication de pièces avec une précision et une adaptation compatible pour des applications dentaires [46] mais des défauts dans les pièces peuvent être dus à la sédimentation des solutions à l'extrémité des buses [47] et le risque de délaminations et de fissures est élevé [48,49]. Zhang *et al.* ont cependant montré que la technologie « inkjet » permettait la réalisation d'implants denses qui peuvent intégrer une couche de surface poreuse avec une morphologie de pores lamellaires directionnelle. Ces derniers répondent aux exigences de fonctionnalité mécanique et biologique des implants dentaires [50].

Enfin, la mise en forme additive par voie « liquide » est possible par la photopolymérisation en cuve. D'abord réservée aux polymères, la photopolymérisation en cuve a été adaptée en 1996 à la conception de pièces en céramiques [51]. La technique de stéréolithographie par traçage vectoriel (« stereolithography ») consiste à la photopolymérisation d'une suspension de céramique associée à une résine photosensible, couche par couche, grâce à un faisceau LASER ultra-violet. Dans le cas de la technique de photopolymérisation par masque dynamique, via la technologie « digital light processing » (DLP), le LASER est remplacé par un puissant projecteur LED ; des micro-miroirs motorisés et orientables projettent une seule image sélective représentant une couche prédéfinie de la pièce à fabriquer sur l'ensemble du plateau [52]. Ils permettent d'augmenter la rapidité de mise en forme pour une même précision [32,53,54]. Cette méthode permet d'obtenir des propriétés mécaniques élevées et une faible rugosité de surface [54].

Une fois mises en forme, les pièces doivent subir un traitement thermique de déliantage et de densification.

Le jet de matériau et le « robocasting » permettent la mise en forme de pièces en céramique, mais leurs propriétés mécaniques (résistance à la fracture, résistance en flexion, dureté) et dimensionnelles (justesse et fidélité) sont plus faibles par rapport aux technologies de polymérisation en cuve (SLA et DLP), ce qui limite une possible application pour des restaurations dentaires [48,55–57].

La polymérisation par masque dynamique associé à des micro-miroirs permet la mise en forme de pièces en céramiques polycristallines et vitreuses répondant aux critères d'une application dentaire que sont : précision, propriétés mécaniques élevées et faible rugosité de surface. C'est cette technologie qui a été retenue pour la recherche vers l'application dentaire au sein du Ceramaths de l'Université Polytechnique Hauts de France (figures 6 et 7).

## 1.1.4. Photopolymérisation en cuve de pièce en alumine par masque dynamique au sein du Ceramaths

La technique consiste en la photopolymérisation couche par couche d'une barbotine. Cette barbotine est composée de particules de céramiques associées à une résine photosensible contenant des photo-initiateurs, des monomères photosensibles, des dispersants et des diluants (assurant la stabilité du mélange). La technologie utilisée au sein du Ceramaths est la photopolymérisation par projection d'un masque dynamique réalisée par le haut, ce qui limite le stress sur la pièce lors de la remontée du plateau plongeur sur lequel a lieu la mise en forme des couches successives (figure 8). La technologie utilisée ne présente pas de racleur et doit donc utiliser des suspensions fluides pour limiter un effet de bombé des pièces associées à une épaisseur inhomogène des couches.

Les précédents travaux de Dehurtevent et al. au sein du Ceramaths ont permis de développer et d'optimiser les différentes étapes du procédé de mise en forme [11,25]. L'alumine a été sélectionnée, par rapport à la zircone, pour ces travaux en raison de la présence de bons reculs dans son utilisation clinique en chirurgie dentaire [58] ainsi que son recul pour l'utilisation pour la mise en forme par SLA. De plus, l'alumine permet une meilleure stabilité des suspensions et possède un coefficient de pénétration de la lumière compatible avec le procédé de mise en forme utilisé au sein du Ceramaths, par rapport à la zircone [53]. La suppression du racleur a été permise par l'utilisation d'une barbotine haut taux de matière sèche et à faible viscosité. La mise en forme est donc assurée lorsque la viscosité est inférieure à 138 mPa.s [25]. L'augmentation du taux de matières sèches entraîne une augmentation des propriétés mécaniques mais également de la viscosité. Ce compromis entre un taux de matière sèche élevé et une viscosité maximale à ne pas dépasser a permis de sélectionner une formulation de barbotine avec un taux de 80% d'alumine en poids (CT 1200SG, Almatis<sup>®</sup>). Cette formulation permet de garantir les propriétés physiques et mécaniques requises pour application dentaire [25].



Figure 6 : schéma du procédé de mise en forme par stéréolithographie et masque dynamique à l'aide de micromiroirs vers le haut et sans racleur.



*Figure 7 : logiciel gérant la mise en forme par SLA sur l'ordinateur (à gauche) (CryoCeram<sup>®</sup>, CryoBeryl Software<sup>®</sup>) et à la machine de mise en forme (à droite) (CryoCeram Printer<sup>®</sup>, CryoBeryl Software<sup>®</sup>).* 



Figure 8 : cycle de fabrication lors d'une mise en forme par SLA [59].

Un composite solide est obtenu à la fin de la mise en forme. Cette pièce « crue » doit subir ensuite deux étapes de traitement thermique.

Premièrement le déliantage permet d'éliminer, par pyrolyse, le squelette organique de la pièce. La matière organique s'élimine sous forme gazeuse par l'augmentation de température [60]. La pièce est placée dans une étuve contrôlant les basses températures. L'atmosphère de déliantage ainsi que le profil thermique sont importants pour éviter la formation de fissures et le décollement des couches [60]. L'augmentation de la température doit donc être progressive et suivre des paliers de température. La pièce perd ainsi en masse et de nombreuses porosités se forment. Le

traitement thermique est à adapter en fonction de la composition en résine monomère de la barbotine [60,61].

Puis la densification (ou le frittage) est mise en œuvre : cela permet la fusion et le grossissement des particules de céramique entre elles et confère les propriétés mécaniques à la pièce (figure 9). A nouveau, un traitement thermique précis, avec des montées et des paliers de température, est à suivre afin d'assurer une densification de la pièce optimale. Le traitement thermique de frittage ne sera pas le même en fonction du type de céramique et de procédé de mise en forme de la pièce crue (taille des grains, taux de matière sèche). Elle sera maximale à 800 °C pour le disilicate de lithium [61], et de 1400 à 1700 °C pour l'alumine et la zircone [60,62].



Figure 9 : traitements thermiques de déliantage et de densification des céramiques mises en forme par SLA.

# 1.2. Le taux de retrait anisotrope d'une céramique mise en forme par technique additive

Durant la densification, les grains de céramique commencent par établir des soudures entre eux sous forme de pont, puis les contacts s'accroissent et forment des joints de grains [33]. Les particules continuent ensuite de s'agglomérer, entraînant la disparition des pores (figure 10).



Figure 10 : schéma représentant, la densité, le retrait, la taille des grains et la porosité d'une pièce en céramique en fonction de la température lors de la densification.

La fusion des grains entre eux entraine une augmentation de la densité nécessaire à la pièce pour acquérir ses propriétés mécaniques finales mais leur rapprochement engendre une rétraction de la pièce (figure 11). Dès que la pièce a atteint 95% de sa densité théorique, le retrait de la pièce devient moins important, même si la température continue d'augmenter [63].



Figure 11 : observation au microscope électronique à balayage (grossissement x500) de la surface d'une céramique crue mise en forme par SLA, (A) et d'une céramique densifiée grossissement (B).

Le retrait est la différence dimensionnelle entre la pièce crue et la pièce dense finale sortant du processus de densification. Le retrait dépend de la formulation de la barbotine (concentration et type de monomère et photo initiateur utilisés, caractéristiques de la poudre) mais aussi du procédé et des paramètres de mise en forme de la pièce crue (temps et intensité de la source lumineuse lors de la photopolymérisation, hiatus initiaux entre les particules [64]. Il existe également un retrait à l'étape de mise en forme de la pièce durant la gélification du monomère photosensible. En effet, les forces faibles de van der Walls sont remplacées par des doubles liaisons formées lors de la polymérisation entraînant un retrait. De même un retrait minime se produit lors du séchage de la pièce après la mise en forme ou après le déliantage, présentant des risques d'effondrement [64,65].

Lors de la densification, le retrait dépend de la cinétique de montée en température et de la température maximale atteinte.

Le taux de retrait correspond donc au rapport différentiel entre les dimensions initiales et finales d'une pièce en céramique avant et après densification. Il est calculé par l'équation suivante (équation 1) :

Retrait (%) = 
$$100.\frac{Di-Df}{Di}$$

Équation 1

*Di* est la dimension de la pièce initiale, avant traitement thermique et *Df* la dimension de la pièce finale. Le retrait provoqué par le traitement thermique doit être pris en considération sur la précision dimensionnelle finale en vue d'une application clinique dentaire. En effet, l'étude du taux de retrait est primordiale dans le développement de la mise en forme de céramiques dentaires. La justesse et la fidélité dimensionnelles de la pièce garantissent l'adaptation finale, essentielle cliniquement (adaptation marginale et contacts intra et inter arcades).

A l'échelle microscopique, la densification provoque une déformation de la pièce sujette à la gravité. En effet, les particules non soutenues sont déformées par gravité vers le bas, ce qui entraîne une variation de la cinétique du retrait par rapport aux autres zones en contact avec le support [33]. L'anisotropie peut également être influencée par la diffusion des joints de grains de céramique. La croissance des grains est induite par les différences de courbure des joints de grains et par la migration des pores par diffusion en surface. De plus, la direction et la quantité du retrait dépendent de la disposition des particules, des caractéristiques des particules [66–68] ainsi que du poids moléculaire des liants organiques [69]. En effet, les particules de tailles différentes entre elles ou non équiaxiales (qui possèdent un grand axe et un petit axe de longueur différente) peuvent provoquer un retrait anisotrope en fonction de leur alignement et de leur orientation dans la pièce crue dans le cas d'objets coulés en bandes ou mis en forme par photopolymérisation en cuve [67,69–72]. En parallèle, la forme des pores influence l'anisotropie de retrait [68]. Lors de la densification, la

présence de nombreux pores, dus à la calcination de la partie organique, entraîne la diffusion en surface des grains et l'apparition de porosité inter-granulaires. Les pores allongés, de forme elliptique, conduisent alors à un retrait anisotrope plus important dans la direction du grand axe des pores [73].

Les pièces mises en forme par procédé additif, quelle que soit la technique, montrent un retrait différent selon l'orientation des couches [74–76]. Le retrait dans l'axe perpendiculaire à la direction d'alignement des couches successives est supérieur à celui dans les axes parallèles [65,77] et engendre des contraintes diminuant les propriétés mécaniques [35,74,78,79] (figure 12).

L'anisotropie du retrait dimensionnel peut être anticipée par le contrôle des paramètres de mise en forme, de densification et de la géométrie de la pièce. Dans les cas où l'anisotropie est due au procédé de mise en forme additif, il convient de déterminer l'ampleur de l'anisotropie du retrait et de la compenser dans les dimensions finales [77]. Les travaux de Dehurtevent ont permis de calculer les taux de retrait d'une céramique mise en forme par DLP mais l'influence de la morphologie de la pièce sur le taux de retrait n'a pas été évaluée. La connaissance de ces taux de retrait sur des formes plus complexes est nécessaire pour une application en chirurgie dentaire, où chaque restauration possède, en fonction du patient, des dimensions précises et différentes.



Figure 12 : schéma représentant l'anisotropie de retrait ; le retrait perpendiculaire à la direction d'alignement des couches est supérieur à celui qui leur est parallèle. Les taux sont repris des travaux précédents [25] pour la céramique G80.

# 1.3. Techniques d'évaluation dimensionnelle des céramiques mises en forme par techniques additives

L'étude du retrait des céramiques densifiées peut être réalisée par des mesures au micromètre, au microscope optique par profilométrie d'image confocale, au dilatomètre, au palpeur tridimensionnel ou au micro-tomographe à rayons X.

L'évaluation du taux de retrait au micromètre ou pied à coulisse permet une évaluation précise, rapide et économique des dimensions pour des pièces aux formes simples. Les mesures d'une même distance sont le plus souvent répétées entre 3 et 5 fois [25,79–81]. Toutefois, celles-ci restent limitées par la précision du micromètre ( $\pm$  0,05 à  $\pm$  0,02 mm) [82]. De plus, cette technique ne permet pas la mesure des dimensions et des volumes pour des pièces aux géométries complexes.

Le retrait dimensionnel d'une pièce peut également être caractérisée à l'aide d'un microscope possédant un outil de mesure optique ou par profilométrie d'image confocale. En effet, l'observation en deux dimensions d'un objet y est combinée à la possibilité d'effectuer des mesures simples entre deux points de la surface. L'observation avant puis après traitement thermique permet de quantifier les changements dimensionnels entre deux points d'intérêt [83].

Le dilatomètre enregistreur est l'instrument de référence pour évaluer un taux de retrait par des mesures dimensionnelles continuellement pendant l'étape de frittage avec une précision de 0,1µm à 1 nm [82]. Cependant, la présence d'une contrainte externe supplémentaire sur l'échantillon, provoquée par le poussoir du dilatomètre, peut influencer la cinétique de frittage [84] entraînant une modification du retrait [85,86] ou une détérioration de la pièce devenu fragile après le déliantage. De plus, le dilatomètre ne permet pas de détecter les effets d'anisotropie de retrait dans les trois axes d'une pièce mise en forme par technique additive. En effet, les dilatomètres classiques permettent d'enregistrer le retrait de frittage dans une seule dimension [87]. Afin de pallier cette limite, le taux de retrait a été évalué sur deux pièces mises en forme l'une selon l'axe XY et l'autre selon Z. Les travaux réalisés dans le cadre de la thèse d'université de Curto ont montré un retrait anisotrope de céramique alumineuse G80 selon l'orientation de la mise en forme (environ 15% pour XY et 18% pour Z et une température finale de 1500°C) (figure 13) [88].



Figure 13 : analyse par dilatomètre réalisée sur des pièces mises en forme par SLA selon l'axe XY et selon l'axe Z de la céramique G80 (courtoisie Dr H. Curto).

Une autre possibilité serait d'utiliser un microscope chauffant, permettant de densifier la pièce, qui peut être associé à un dilatomètre optique capable d'enregistrer des retraits anisotropes dans les différents axes [87,89].

La mesure du retrait d'une pièce peut également être réalisée par l'utilisation d'un palpeur tridimensionnel. A l'aide d'un stylet tactile monté sur un bras multiaxe, un logiciel détecte la position et l'orientation du stylet par rapport à l'objet mesuré. Cette machine permet de déterminer les variations dimensionnelles d'une pièce à l'autre avec une précision de l'ordre du nanomètre. Une fonction de la machine est le « reverse engineering » ou « chemin de palpage ». Le stylet effectue un tracé automatisé sur la surface. Le logiciel informatique analyse les données et peut recréer une forme tridimensionnelle. Des modifications, telles que le retrait de matière, peuvent être incluses dans le programme [90]. Toutefois, ce procédé est limité par la morphologie de la pièce (creux, cavités) et le chemin de palpage ne permet pas de mesurer les pièces avant et après traitement thermique lorsque le retrait dimensionnel est trop important car, dans cette configuration, les deux pièces sont trop différentes.

La micro-tomographie à rayons X (micro-CT) permet de caractériser de manière non destructive la microstructure d'un matériau de forme complexe en trois dimensions à une résolution spatiale de l'ordre du micron [91]. La reconstruction des objets à l'aide des différentes coupes permet ensuite, via des logiciels de contrôle, d'effectuer des mesures de distance et de volume. Un alignement est réalisé entre le fichier .STL référence et les fichiers .STL des objets mis en forme puis numérisés. L'analyse des déviations dimensionnelles peut ainsi être réalisée par le calcul du « root mean square error » (RMS ou RMSE). La micro-tomographie à rayons X combinée à l'analyse dimensionnelle informatique est ainsi une technique fiable pour l'imagerie de structures dentaires et plus particulièrement pour les mesures métrologiques de l'adaptation de prothèses dentaires aux piliers dentaires. Ce protocole est retrouvé dans la littérature pour comparer des ensembles de données 3D [92–95]. Selon Güth *et al.*, l'écart moyen positif ou négatif pour chaque alignement pourrait être interprété comme la justesse, qui décrit la proximité spatiale entre le modèle analysé et la référence. Cependant, les valeurs peuvent être séparées en plages positives et négatives, ce qui complexifie l'analyse des données [94]. Par conséquent, la valeur moyenne de toutes les distances absolues des points mesurés entre la surface d'essai et la surface de référence (RMSE) est souvent calculée sans tenir compte du fait que ces points soient situés audessus ou au-dessous de la surface de référence. De nombreux protocoles de cette méthode d'évaluation de l'adaptation de la couronne sont décrits dans la littérature [30,96–98].

Par ailleurs, l'analyse par micro-CT permet d'étudier la précision d'adaptation des restaurations prothétiques fixées par mesure de l'espace comblé par le matériau d'assemblage. Cette technique tridimensionnelle présente l'avantage que la totalité de la surface de l'objet soit analysée et que le retrait et les déformations tridimensionnels puissent être représentés au moyen de cartographies colorimétriques [92,99].

Dans le cadre de la réalisation de ce travail, une revue de littérature a été réalisée afin d'adopter des protocoles validés par la littérature et de comparer les résultats du présent travail avec ceux disponibles.

# 1.4. Revue de littérature sur l'évaluation dimensionnelle des céramiques mises en forme par techniques additives de photopolymérisation en cuve 1.4.1. Introduction

Le protocole de recherche se base sur l'étude du taux de retrait, de la conformité des pièces et de la qualité d'adaptation au pilier des céramiques dentaires mises en forme par stéréolithographie. Cette revue de la littérature vient compléter celle opérée dans le cadre de la direction de la thèse de doctorat en chirurgie dentaire de Delormel [100].

#### 1.4.2. Matériels et méthodes

Les recherches ont été effectuées sur les dix dernières années de publication en anglais. La dernière recherche a été effectuée au 15 septembre 2023 dans les bases de données Pubmed, ScienceDirect et Google Scholar. Une équation propre à chaque base de données a été utilisée (tableau 1). Suivant le protocole PRISMA, les articles ont été triés après lecture de leurs titres puis de leurs résumés et de leurs corps en considérant les critères d'inclusion présentés dans le tableau 2.

Base de données	Équation de recherche	Résultats 2012-2023	Critères d'inclusion
PUBMED	((((((additive manufacturing)) OR (sla)) AND (accuracy)) OR (shrinkage)) AND (dental)) AND (ceramics)	128 résultats	<ul> <li>Article en anglais</li> <li>La technique de mise en forme utilisée est la SLA ou ses dérivés.</li> </ul>
ScienceDirect	stereolithography accuracy shrinkage dental ceramics	319 résultats	- Concerne tous types de restaurations en
Google Scholar	SLA AND ceramic AND dental accuracy OR shrinkage -polymers - composite -metal	243 résultats	céramique. - L'étude doit établir une analyse dimensionnelle. - Implication en dentisterie.

Tableau 2 : équation de recherche dans les différentes bases de données scientifiques

#### 1.4.3. Résultats et discussions

Après l'étude des résumés et l'élimination des doublons, les articles restants ont de nouveau été triés après une lecture brève jusqu'à identifier un critère de noninclusion (article non en anglais, technique de mise en forme autre que la polymérisation en cuve, absence d'étude dimensionnelle). L'ensemble des 32 articles retenus ont été étudiés intégralement. Le résumé de la démarche de recherche est présenté sous forme de diagramme de flux PRISMA (figure 14).



Figure 14: diagramme de flux présentant l'analyse des

articles.

Quatre articles concernaient la mise en forme d'alumine, publiés entre 2017 et 2020 [25,93,101,102], 23 articles concernaient la zircone, publiés entre 2014 et 2022 [5,16,62,92,93,103–120] et 5 articles étudiaient le disilicate de lihium, publiés entre 2019 et 2023 [61,63,121–123].

Les techniques de mise en forme, les aspects dimensionnels étudiés, les moyens de mesures, les résultats et les spécificités des articles retenus concernant les céramiques alumineuses sont résumés en annexe 1. Les mêmes critères sont développés pour les zircones en annexe 2 et en annexe 3 pour les vitrocéramiques en disilicate de lithium.

Cette revue a permis de compiler les données concernant les différentes technologies disponibles sur le marché ou en recherche et développement, l'influence du retrait sur les propriétés mécaniques, les différents taux de retrait obtenus en fonction des techniques de mise en forme, les déviations dimensionnelles et l'adaption des restaurations dentaires.

#### Technologies disponibles sur le marché et en recherche et développement

De nombreuses technologies de polymérisation en cuve et résine ont été utilisées par les auteurs (tableaux 3 et 4).

Il apparaît que certaines sont disponibles dans le commerce avec des résines compatibles [5,62,63,93,103,106,109,112,113,118,119,121,123]. D'autres auteurs ont utilisé des imprimantes disponibles sur le marché pour mettre en forme une barbotine de leur propre composition réalisée en laboratoire [16,102,105,114,120]. Enfin des technologies et des résines, toutes deux en recherche et développement, ont été étudiées [11,25,101,104,116,122]. Certains articles ne mentionnaient pas spécifiquement les technologies et/ou la résine en développement utilisées [61,107,108,111,115,117].

Il ressort que malgré un grand nombre de résines à base de céramique commercialisées, peu ont récemment été utilisées pour l'étude dimensionnelle de pièces pour un usage en odontologie (Ceramic Resin<sup>®</sup>, Formlabs<sup>®</sup>; 3DMix ZrO2<sup>®</sup>, 3DCeram<sup>®</sup>).

Il test cependant noter que la liste proposée dans ce travail n'est pas exhaustive et ne compile seulement que les technologies et résines qui ont été utilisées dans le cadre d'études dimensionnelles de céramiques d'infrastructures dentaires imprimées. D'autres gammes existent, comme l'Alumina 4N Resin<sup>®</sup> de Formlabs<sup>®</sup>, mais n'ont pas encore été étudiées pour leurs propriétés de stabilité dimensionnelles requises pour une application en odontologie. Tableau 3 : technologies et résines compatibles disponibles sur le marché ayant permis l'étude dimensionnelle de céramique dentaire.

<b>TECHNOLOGIES ET</b>	RESINES C	OMPATIBLES	S DISPONIBLES SUR LE MARCHE	
Technologies (noms commerciaux)	Résolution (µm)	Céramique	Résines compatibles (noms commerciaux)	Références
DLP				
CeraFab7500 <sup>®</sup> Lithoz <sup>®</sup>	30-75	Alumine	NR (LithaLox 350 <sup>®</sup> , 360 <sup>®</sup> , HP500 <sup>®</sup> Lithoz <sup>®</sup> )	[93]
CeraFab System S65 Medical <sup>®</sup> Lithoz <sup>®</sup>	40	Disilicate de lithium	3D-printed lithium disilicate crowns and veneers <sup>®</sup> , Lithoz <sup>®</sup>	[123]
SLA				
Ceramaker300 <sup>®</sup> 3D CERAM <sup>®</sup>	40	Zircone	NR	[120]
CERAMAKER C900 Flex <sup>®</sup> , 3DCeram <sup>®</sup>	35	Zircone	3DMix ZrO2 <sup>®</sup> , 3DCeram <sup>®</sup>	[62,103,106,110,118,119]
CSL100 3D Printer <sup>®</sup> PORIMY <sup>®</sup>	40	Zircone	Zirconia, HDDA, PET4A (Porimy 3D Printing Technology®	[5,112,113]
CSL150 3D Printer <sup>®</sup> PORIMY <sup>®</sup>	40	Zircone	Zirconia, HDDA, PET4A (Porimy 3D Printing Technology <sup>®</sup>	[93,109]
Form2 <sup>®</sup> , Formlabs <sup>®</sup>	140	Disilicate de lithium	Ceramic resin <sup>®</sup> , Formlabs <sup>®</sup>	[63,121]

Tableau 4 : technologies et résines compatibles en recherche et développement ayant permis l'étude dimensionnelle de céramique dentaire

RECHERCHE ET DE	VELOPPEME	INT		
Technologies (noms commerciaux ou systèm <b>e</b> )	Résolution (µm)	Céramique	Composition céramique / résines utilisées (noms commerciaux des matières premières)	Références
DLP				
CryoCeram Printer <sup>®</sup> CryoCeram <sup>®</sup>	50	Alumine	CT 1200SG <sup>®</sup> , Almatis <sup>®</sup> + résine CryoCeram <sup>®</sup>	[11,25]
SPS450B <sup>®</sup> Shaanxi Hengtong Intelligent Machine Co <sup>®</sup>	50	Zircone	Céramique : 3Y-TZP, Shanghai Chigong Inc <sup>®</sup> Résine : NR	[114]
J2 D140L CERAMICS <sup>®</sup> Junjing <sup>®</sup>	NR	Zircone	NR	[116]
ADMAFLEX 2.0 <sup>®</sup> ADMATEC <sup>®</sup>	40	Zircone	TZ-3YS-E (NR)	[16]
SLA				
Slicer : Magics, Materialise <sup>®</sup> Imprimante : NR	50	Alumine	Céramique : Taimicron TM-DAR <sup>®</sup> , Taimei Chemicals <sup>®</sup> ; AL-170 <sup>®</sup> , Showa Denko <sup>®</sup> ; Résine : KC1287 <sup>®</sup> , JSR <sup>®</sup>	[101]
AutoCera®	50	Alumine	Céramique : Zhongzhou <sup>®</sup> , Alloy Material Co <sup>®</sup> ; Résine : HDDA, Aladdin <sup>®</sup> ; TMPTA, Changshu Hengrong Trading Co <sup>®</sup>	[102]
CeraBuilder 100 <sup>®</sup> Wuhan Intelligent Laser Technology Co <sup>®</sup>	20-150	Zircone	Céramique : Jiangxi Size Materials Co <sup>®</sup> Résine : HDDA, Chengdu Fourth City New Material Co <sup>®</sup>	[105]

#### • Valeurs des taux de retrait

Cette revue de littérature a confirmé que les taux de retrait des céramiques dentaires mises en forme par polymérisation en cuve varient selon les technologies et les procédés (imprimantes, cycles thermiques) et selon les matériaux (barbotine céramique et résine). Les taux de retrait sont spécifiques à un protocole ne sont donc pas applicables directement à un autre.

Les taux de retrait moyens constatés lors de la mise en forme par stéréolithographie sont compris entre 15 et 30 %, sans considération d'axe. Les valeurs minimales de retrait sont de 6,7 % en horizontal (axe x,y) et de 8,1% en vertical (axe z) avec une densité finale de 99,8% avec de l'alumine (80% en volume de la barbotine) [101]. Les valeurs maximales de retrait obtenues sur de la zircone sont en x = 28,33%, y = 29,65% et z = 29,35% avec une densité finale de 97,6% sur des barres (mises en forme avec barbotine à 20% en poids de zircone) [111]. Meng *et al.* obtiennent un taux de retrait lors de la mise en forme de barre en zircone (40% en volume de la barbotine) de x = 25%, y = 24,6%, z = 25,4% alors que les taux de retrait mesurés lors de la mise en forme d'une couronne dans les mêmes conditions sont de x = 38,5%, y = 36,7%, z = 41,2%. La géométrie de la pièce, notamment celle des parois fines d'une couronne, semble donc influencer le retrait [117].

Dans l'ensemble des articles analysés, le taux de retrait majoritaire de la céramique est dans l'axe de mise en forme des couches (axe z). Cependant, certaines études ont rapporté des taux de retrait similaires, ou légèrement supérieurs voire inférieurs dans l'axe z. Baumgartner *et al.* rapportent un taux de retrait de 24,1% en x, y et de 23,3% dans l'axe z lors de la mise en forme de couronnes en disilicate de lithium (73% en poids) [61]. Li *et al.* rapportent des taux de retrait de 28,3%, 29,65% et 29,35% respectivement dans les axes x, y et z lors de la mise en forme de barres en zircone [111]. Hsu *et al.* ont obtenu des taux de retrait quasiment similaires de 22,6% avec moins de 0,03% de différence entre les axes lors de la mise en forme de barres et de couronnes en zircone (taux de matière sèche : 70% en poids) [107].

La conséquence clinique principale du retrait anisotrope des céramiques mises en forme par polymérisation en cuve est donc la gestion complexe des dimensions finales de la pièce en vue d'assurer une fiabilité de mise en forme du dispositif médical.
#### Déviations dimensionnelles issues de la littérature

De nombreuses études rapportent une déviation dimensionnelle moyenne des couronnes mises en forme par rapport au fichier .STL d'origine inférieure à 100  $\mu$ m. [16,61,93,112,113,116,119,122]. De plus, certaines études montrent des déviations dimensionnelles des couronnes sans différence significative quelle que soit la méthode mise en forme additive ou soustractive [92,112,119], voire même une reproduction du fichier STL significativement meilleure en additif [93,118]. Cependant, la taille des pièces semble influencer la stabilité dimensionnelle. En effet, les bridges présentent des déviations dimensionnelles plus importantes du fait de leur grande taille (150  $\mu$ m de déviation sur un bridge 3 éléments) [115].

La stabilité dimensionnelle est également influencée par le design de la structure support [112,122]. En effet, la pièce subit des variations dimensionnelles d'amplitude plus ou moins importantes en fonction de la géométrie de la structure support. En effet, le maintien et la stabilité de la pièce lors de sa mise en forme et pendant le traitement thermique sont influencés par la structure support [112,115,122]. D'autre part, la dépose des structures supports se fait manuellement et cette opération peut engendrer un risque d'imprécision sur les dimensions finales [16,115]. Les structures supports sont, par ailleurs, évitées au niveau des zones nécessitant une forte précision d'adaptation [122]. Le choix de la technique de mise en forme influence également la précision dimensionnelle : Luchtenborg *et al.* obtiennent des déformations inférieures lors de la mise en forme d'un bridge en zircone avec la technologie SLA en comparaison avec la DLP [92].

## • Adaptation des restaurations mises en forme par stéréolithographie et conséquences en chirurgie dentaire

Une mauvaise intégration de la pièce peut entraîner une inflammation parodontale et un risque de récidive carieuse en cas d'adaptation marginale inadéquate [105]. Actuellement, de nombreuses valeurs acceptables cliniquement sont rapportées par de nombreuses études [92,93,112,113,115,118,119,121,123].

Bien que de nombreuses études montrent des hiatus marginaux inférieurs à 120 µm mais supérieurs à ceux obtenus par usinage [93,112,113,115], d'autres montrent des espacements marginaux supérieurs à 120 µm [109,116,117].

## 2. <u>Etude dimensionnelle de pièces simples mises en forme</u> <u>par polymérisation en cuve « digital light processing »</u> (DLP)

## 2.1. Problématique et objectif

La littérature présente un manque des données concernant l'influence des variations dimensionnelles des céramiques en alumine mises en forme par photopolymérisation en cuve sur les déformations lors du processus de fabrication et lors de l'étape de densification. L'utilisation des modèles simplifiés est donc nécessaire pour constituer une base de compréhension de l'influence des variations du nombre et de la surface des couches sur les déformations.

L'objectif de cette première étude était d'évaluer, à l'aide de modèles simplifiés de céramique d'alumine mis en forme par DLP, l'influence des variations dimensionnelles (hauteur et longueur) sur les déformations causées par le processus de fabrication (impression DLP seule, et impression DLP et traitement thermique) et sur les taux de retrait tridimensionnel (dans la largeur, la longueur et la hauteur), à l'aide d'acquisitions par microtomographie à rayons X (micro-CT) suivies d'une analyse 3D à l'aide d'un logiciel d'inspection.

L'hypothèse nulle testée était que les variations dimensionnelles d'une céramique d'alumine mises en forme par DLP n'influencent pas les déformations causées par le processus de fabrication ni le taux de retrait 3D.

## 2.2. Matériels et méthodes

### 2.2.1. Conception des modèles

Deux types de modèles en U ont été conçus par ordinateur pour évaluer l'influence de la longueur et du nombre des couches sur le retrait à l'aide du logiciel Catia V5<sup>®</sup> (Dassault Systèmes<sup>®</sup>). Ces modèles présentaient des formes géométriques plus complexes que les pavés précédemment évalués [25]. Ces modèles simplifiés ont été conçus pour comprendre de prime abord les déformations et le retrait des céramiques alumineuses présentant d'importantes variations de hauteur et de longueur.

Le modèle H (Height-variation), avec une variation de hauteur (figure 15A) est constitué, en plus de sa base, de deux parallélépipèdes rectangles (zone 1 et zone 2)

de hauteurs différentes (H1 :  $4 \times 5 \times 10 \text{ mm}$  et H2 :  $4 \times 5 \times 6 \text{ mm}$ ). Le modèle L (Lengthvariation), avec une variation de longueur (figure 15B), présente, quant à lui, deux parallélépipèdes rectangles (zone 1 et zone 2) (L1 :  $8 \times 5 \times 6 \text{ mm}$  et L2 :  $4 \times 5 \times 6 \text{ mm}$ ) de longueurs différentes. Pour chaque modèle, un congé rond d'arête de 0.5 mm de rayon est marqué afin de réduire le stress mécanique des pièces au niveau des angles lors de l'étape de densification.

Les deux modèles ont été exportés sous forme de fichier .STL afin d'être mis en forme par DLP. Ces deux modèles ont été mis en forme et ont représenté, pour l'analyse dimensionnelle, les fichiers référence des modèles crus.

Deux autres modèles ont été créés en appliquant les taux de retrait tridimensionnels issus de précédentes études avec le même équipement [25]. Ces deux modèles, aux dimensions attendues après traitement thermique, ont été utilisés comme référence pour l'analyse dimensionnelle des pièces densifiés.



Figure 15 : conception des pièces en U, composées de deux parallélépipèdes connectés (zone 1 et 2) de différentes hauteurs "Height-variation" (A) et différentes longueurs "Length-variation" (B). Pour l'analyse dimensionnelle, les différentes cotes sont nommées W1 et W2 dans la largeur, L1 et L2 dans la longueur et H1 et H2 dans la hauteur.

Des piliers d'une hauteur de 0,3 mm ont été générés et positionnés automatiquement afin de supporter les pièces mises en forme du plateau et de faciliter leur désinsertion à l'aide du logiciel Creation Workshop<sup>®</sup>. Les modèles STL ont ensuite été sectionnés dans l'axe de mise en forme (axe Z), en couches successives (« slice

») de 50 µm d'épaisseur. Lors de la section, les modèles sont convertis en fichier image .JPG.

## 2.2.2. Mise en forme des échantillons

#### 2.2.2.1. Préparation de la barbotine

Les barbotines à 80% en poids en alumine ont été réalisées dans le cadre de ce travail (PS800/X<sup>®</sup>, Radwag<sup>®</sup>, ±0.03g). Une poudre d'alumine α (CT1200SG<sup>®</sup> de Almatis<sup>®</sup>), préalablement déshydratée par un traitement à l'étuve à 150°C pendant 1 heure (Breschickung loading model 100-800, Memmert<sup>®</sup>) a été mélangé à une résine acrylique photo-polymérisable (C1-Alumina, CryoBeryl Sofware<sup>®</sup>), dont la composition reste confidentielle, pour obtenir une barbotine avec un taux de matière sèche de 80% en poids. Le mélange a été réalisé dans un creuset avec des billes de zircone de tailles différentes. Le creuset a ensuite été placé dans un broyeur planétaire (PM100<sup>®</sup>, Restch<sup>®</sup>) à 150 rotations par minute pendant 30 minutes afin de permettre l'homogénéisation de la barbotine.

#### 2.2.2.2. Paramétrages d'impression

• Mise en place du plateau

La planéité du plateau support d'impression a été validée à l'aide d'un niveau à bulle. Puis la hauteur du plateau a été ajustée à la focale à l'aide d'un motif projeté sur le plateau. La calibration est correcte lorsque le motif représente un carré net de 20 mm x 20 mm.

### • Paramètres d'impressions

Les paramètres d'impressions, confirmés par des travaux précédents, ont été :

- temps d'exposition : 5 sec,
- temps de plongée du plateau dans la barbotine : 4 sec,
- profondeur de plongée du plateau (immersion) : 3000 μm,
- temps de relaxation de la barbotine avant la photo-polymérisation (surface) : 13 sec,
- épaisseur des couches (résolution) : 50 μm,
- nombres de couches d'accroche au plateau avant la mise en forme de la pièce :
  4,

- temps d'exposition des couches d'accroche (Pre-Burn) : 15 sec,
- puissance de la lumière ultra-violette : 10 mW.cm<sup>-2</sup>.

Les quatre couches d'accroche permettent une fixation améliorée de la résine photo-polymérisée au plateau support et évitent tout glissement de la pièce durant la mise en forme.

Les images, issues des modèles, ont été envoyées au logiciel de stéréolithographie (CryoCeram<sup>®</sup>, CryoBeryl Software<sup>®</sup>) et à la machine (CryoCeram Printer<sup>®</sup>, CryoBeryl Software<sup>®</sup>). Celles-ci ont été projetées l'une après l'autre pour permettre la photopolymérisation des différentes couches successives (figure 16A).

Les pièces ont été mises en forme deux par deux (figure 16B) et ont été espacées d'au moins 0,5 mm (n = 5 par groupe). Le temps total d'impression des modèles H était de 2 heures et 5 minutes et celui du modèle L de 1 heure et 32 minutes. Des barbotines à usage unique ont été utilisées. En effet, les travaux précédents ont montré que leur viscosité augmente avec le temps et compromettent la stabilité du mélange avant la photopolymérisation, ce qui conduit à des défauts de mise en forme, comme des délaminages ou un effet de bombé des couches (figure 17). A la fin de la mise en forme, les pièces ont été décollées du plateau et ont été plongées successivement dans trois bains d'isopropanol. Le dernier bain a été complété par l'action ultrasonore durant 10 minutes afin d'éliminer tous les résidus de barbotine non polymérisées.





Figure 16: plateau dans la barbotine durant la mise en forme (A), plateau d'impression hors de la barbotine à la fin de la mise en forme de deux pièces par SLA (B).



Figure 17 : défauts de mise en forme par SLA pouvant être rencontrés. La flèche rouge montre un délaminage, les flèches orange des défauts de forme tel qu'un bombé

#### 2.2.3. Traitement thermique des pièces

Le traitement thermique a été réalisé en deux étapes de déliantage puis de densification. Les choix dans la sélection des rampes de montée de température, les températures « palier » et les durées du palier sont issus des études précédentes sur les pièces mises en forme avec la même formulation [25]. Le déliantage a été réalisé dans une étuve régulant les basses températures. La montée en température a été de 0,1°C par minute jusqu'à un palier de 460°C pendant 2 heures (LHT<sup>®</sup>, Carbolyte<sup>®</sup>). La densification à haute température a été réalisée dans un four (HT16/17<sup>®</sup>, Nabertherm<sup>®</sup>), montant de 5°C par minute jusqu'à un palier à 1690°C pendant 3 heures (figure 18).



Figure 18 : A = pièce en céramique alumineuse mise en forme par SLA du modèle H crue (à gauche) et densifiée (à droite) ; B = pièce en céramique alumineuse mise en forme par SLA du modèle L cru (à gauche) et densifié (à droite).

## 2.2.4. Acquisition tridimensionnelle des échantillons

Les pièces ont été scannées avant et après traitement thermique à l'aide d'un micro-tomographe à rayons X (Skyscan1172<sup>®</sup>, Bruker<sup>®</sup>) sous une source de voltage de 100 kV et de 100  $\mu$ A de courant au sein du laboratoire MABlab (EA 4490) dirigé par le Pr. C. Chauveau. La résolution était de 10  $\mu$ m, 2000 x 2000 pixel. Le pas de rotation était de 0,400 degré. Les données ont été reconstruites à l'aide du logiciel NRecon<sup>®</sup>, avec un paramètre de fonction de lissage de 1 et avec le filtre Al+Cu. L'absence de

porosité des céramiques d'alumine a été vérifiée. Les données ont ensuite été exportées au format .STL.

#### 2.2.5. Analyse dimensionnelle des échantillons

Tous les fichiers .STL ont été importés dans le logiciel d'inspection et de contrôle (Geomagic ControlX<sup>®</sup>, 3D solutions<sup>®</sup>) pour réaliser l'analyse dimensionnelle. Chaque fichier d'une pièce crue ou densifié a été apparié avec le fichier .STL du modèle cru ou du modèle densifié respectif, utilisés comme référence. Pour réaliser ce concordance, les outils « alignement initial » et « alignement meilleur ajustement » ont été utilisés.

Les différentes dimensions dans la largeur (W1, W2), longueur (L1, L2) et hauteur (H1, H2) des modèles et des échantillons ont été mesurées avec l'outil « dimension linéaire » pour permettre de réaliser une moyenne des distances entre les points pour l'ensemble de deux faces opposées orthogonalement.

L'écart entre les dimensions des modèles et des échantillons avant et après le traitement thermique a été calculé. Les données ont ensuite été exprimées en termes de déformations (%) entre les échantillons et leur modèle de référence en considérant les écarts relatifs pour permettre la comparaison de zones de tailles différentes au sein du même objet (modèle H ou L) en utilisant l'équation suivante (équation 2) :

 $Deformations(\%) = [(Dimension_{echantillon} - Dimension_{modèle}) / Dimension_{modèle}] \times 100$ 

#### Équation 2

Pour obtenir des valeurs positives, les différents taux de retrait (%) ont été calculés en largeur, longueur et hauteur comme les déformations (%) entre les mêmes échantillons crus et densifiés en utilisant l'équation suivante (équation 3) :

$$Taux \ de \ retrait \ (\%) = \ \left[1 - (Dimension_{densifiée} / Dimension_{crue})\right] \times 100$$

$$Equation \ 3$$

L'analyse du RMS n'a pas été retenue pour cette étude. En effet, le RMS ne permet que le calcul des déviations à la surface d'un objet et non l'analyse dimensionnelle entre deux faces de ce dernier en termes de longueur, largeur et hauteur, essentielle à l'obtention du taux de retrait.

## 2.2.6. Analyses statistiques

La normalité ne pouvant être contrôlée, les valeurs quantitatives relevées ont toutes été comparées à l'aide d'un test non paramétrique de Mann-Whitney ( $\alpha$ =0,05) à l'aide du logiciel Graph Pad 5<sup>®</sup> (Prism<sup>®</sup>).

Un test non paramétrique de Kruskall Wallis suivi d'un suivi d'un post test de comparaison multiple de Dunn ( $\alpha$ =0,05) a pu être réalisé pour comparer les valeurs de retrait pour les modèles « height-variation » H et « length-variation » L entre les différents axes de la largeur (W), de la longueur (L) et de la hauteur (H).

## 2.3. Résultats et discussion

Les résultats pour le modèle avec une variation de hauteur (« height-variation ») sont présentés dans le tableau 5 et pour le modèle avec une variation de longueur (« length-variation ») dans le tableau 6. Pour aider à la visualisation des résultats les figures correspondantes sont disponibles en annexe 4 et 5. De plus, des cartographies des déformations sont présentées en figure 19.

Tableau 5 : déformations des pièces crues, des pièces densifiées et taux de retrait pour les pièces avec variation de hauteur "Height-variation". Une lettre majuscule indique une différence statistique entre les valeurs W, H ou H au sein d'une même zone. Une lettre minuscule indique la différence statistique entre la zone 1 et la zone 2 pour les W, L ou H.

Variation de hauteur « HEIGHT-VARIATIONS »		Zone 1	Zone 2	P values
Déformations des pièces	W (largeur)	-0,85 ± 0,46	-0,91 ± 0.46 <sup>A</sup>	0,8254
crues (%)	L (longueur)	0,43 ± 1,16	1,90 ± 1,09	0,2222
	H (hauteur)	1,08 ± 1,81ª	$3,39 \pm 0,57^{aA}$	0,0317
	P values	0,1322	0,0002	
Déformations des pièces	W (largeur)	-3,12 ± 0,50 <sup>B</sup>	$-3,34 \pm 0,63^{\circ}$	0,5952
densifiées (%)	L (longueur)	2,04 ± 1,53 <sup>B</sup>	3,38 ± 1,50 <sup>C</sup>	0,2222
	H (hauteur)	-0,58 ± 0.47	0,13± 0,70	0,1508
	P values	<0,0001	<0,0001	
Taux de retrait (%)	W (largeur)	16,0 ± 0,1 <sup>D</sup>	16,1± 0,2 <sup>F</sup>	0,1508
	L (longueur)	15,9 ± 0,4 <sup>E</sup>	16,0 ± 0,5 <sup>G</sup>	0,5476
	H (hauteur)	2,4 ± 1,1 <sup>DE</sup>	21,7 ± 0,4 <sup>FG</sup>	0,0556
	P values	0,0025	0,0029	

Tableau 6 : Déformations des pièces crues, des pièces densifiées et taux de retrait pour les pièces avec variation de longueur "Length-variation". Une lettre majuscule indique une différence statistique entre les valeurs W, H ou H au sein d'une même zone. Une lettre minuscule indique la différence statistique entre la zone 1 et la zone 2 pour les W, L ou H.

Variation de hauteur « LENGHT-VARIATIONS »		Zone 1	Zone 2	P values
Déformations des pièces	W (largeur)	0,52 ± 2,03	0,89 ± 2,26	0,8413
crues (%)	L (longueur)	-1,28 ± 0,91 <sup>A</sup>	-0,22 ± 1,79	0,6905
	H (hauteur)	$4,03 \pm 0,95^{A}$	2,91 ± 1,11	0,1508
	P values	0,0005	0,0921	
Déformations des pièces	W (largeur)	-2,25 ± 2,18 <sup>B</sup>	-1,7 ± 2,25 <sup>c</sup>	0,6905
densifiées (%)	L (longueur)	0,04 ± 0,91	1,52 ± 1,18 <sup>c</sup>	0,2222
	H (hauteur)	2,67 ± 0,94 <sup>aB</sup>	$0,76 \pm 0,55^{a}$	0,0159
	P values	0,0001	0,0458	
Taux de retrait (%)	W (largeur)	16,4 ± 0,2 <sup>D</sup>	16,2 ± 0,1 <sup>F</sup>	0,0952
	L (longueur)	16,1 ± 0,3 <sup>E</sup>	15,7 ± 1,4 <sup>G</sup>	0,6905
	H (hauteur)	20,2 ± 0,7 <sup>DE</sup>	$20,8 \pm 0,5^{FG}$	0,2222
	P values	0,0002	0,0015	



Figure 19 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier des pièces numérisées et leur modèle informatique respectif pour les pièces avec variations de longueur crues (A) et denses (C) et les pièces avec variation de hauteur crues (B) et denses (D). Flèches noires en pointillés = axe Z de mise en forme des couches successives.

Des variations dimensionnelles ont été observées lors de la mise en forme et du traitement thermique, celles-ci étaient toutes inférieures à 5%. L'hypothèse nulle testée selon laquelle les variations dimensionnelles d'une céramique d'alumine mises en forme par photopolymérisation en cuve n'influencent pas les déformations causées par le processus de fabrication ni le taux de retrait tridimensionnel a donc été rejetée.

Les recommandations cliniques actuelles spécifient que l'écart marginal entre la préparation de la dent et la restauration prothétique ne doit pas dépasser 120 µm [29,124,125]. Transposé à une armature de couronne conventionnelle de 0,5 mm d'épaisseur, 120 µm représente une déformation de 24 %, bien au-dessus de la déformation maximale de 5 % mesurée ici. Ainsi, basé sur les conditions de la présente étude, la déformation mesurée suggère que le processus de fabrication DLP peut produire des pièces avec une adaptation marginale acceptable [126,127]. Cependant les déformations de la face supérieure pourraient compromettre l'adaptation de la restauration

En effet, avant le traitement thermique, les pièces avec une variation de hauteur (« height-variation ») présentaient une déformation positive plus élevée dans la zone H2 que dans les zones H1 et W2 (P<0,05) tandis que les pièces avec une variation de longueur (« length-variation ») présentaient une déformation positive plus élevée dans la zone H1 que dans la zone L1.

Ainsi, toutes les pièces crues présentaient des déformations positives convexes sur la surface supérieure à la suite de la fabrication. Les pièces avec une variation de longueur ont montré que plus la surface de couche était grande, plus la déformation positive sur la surface supérieure était élevée et plus la déformation négative (manque) sur les côtés verticaux adjacents était élevée. Ce phénomène a déjà été décrit et a été expliqué par un risque accru d'accumulation de défauts dans les grandes couches [11]. Cependant, cela pourrait également s'expliquer par l'influence de la viscosité adaptée de la barbotine en fonction de la superficie maximale de couche à mettre en forme. Dans les travaux précédents, la viscosité adaptée au processus de fabrication DLP était basée sur une surface de couche de 30 mm<sup>2</sup> [11,25]. Dans la présente étude, une surface de couche de 40 mm<sup>2</sup> (correspondant à la zone 1 du modèle « length-variation ») a montré la déformation positive la plus élevée. En outre, une viscosité élevée pourrait entraver l'écoulement des suspensions photosensibles [128,129].

De plus, il apparaît que, pour les pièces crues avec une variation de hauteur (« height-variation »), la zone 1, plus haute, présentait moins de déformation positive sur la surface supérieure que la zone 2, plus courte. Ainsi, plus le nombre de couches est élevé, plus la déformation positive sur la surface supérieure est petite. Une fois la zone 2, plus courte fabriquée, la zone 1, plus haute, était encore en cours de mise en forme permettant plus d'espace pour l'écoulement de la barbotine. Ceci montre un impact de la distance entre deux surfaces proches et de hauteur différentes sur les déformations. Il semble donc nécessaire d'étudier l'impact de la distance entre des objets fabriqués proches les uns des autres.

Ces résultats suggèrent que la viscosité maximale acceptable dépend de la surface de la couche mais aussi de la distance entre deux surfaces, c'est-àdire, par conséquent, de la forme de l'objet.



Figure 20 : déformations dépendant de la viscosité, de la surface et de l'écart entre les couches.

La viscosité maximale ayant été validée par les travaux précédents pour garantir les propriétés mécaniques requises [11], l'optimisation de la fiabilité dimensionnelle du processus de fabrication doit s'intéresser à l'orientation de mise en forme. Les travaux antérieurs ont montré que l'orientation de la céramique avec la plus petite surface de couche et l'orientation des couches imprimées perpendiculairement à la surface occlusale fournissent la meilleure résistance mécanique [11]. Dans la limite des résultats de cette étude, ceci suggère que, dans un contexte clinique et selon la configuration anatomique de la restauration, l'orientation de la fabrication doit être l'orientation bucco-palatine d'une armature de bridge permet un temps de fabrication rapide mais conduit à une couche de surface importante, notamment au niveau du pontique (figures 21C à 21G). L'orientation mésio-distale permet une diminution de la surface de la couche mais augmente le nombre de couches et le temps de fabrication (figures 21 H à 21L).

L'orientation optimale doit donc être un compromis entre temps de fabrication, limitation des déformations par la plus petite surface de couche possible et garantie des propriétés mécaniques optimales.



Figure 21 : armature de bridge réalisée par CAO ; DentalWings<sup>®</sup>, Straumann<sup>®</sup> (A). Orientation bucco-palatine ou mésio-distale de la construction (B ; flèche : axe de mise en forme). Surfaces de différentes couches successives le long de l'orientation bucco-palatine (C à G). Surface de différentes couches successives selon l'orientation mésio-distale (H à L).

Après le traitement thermique, les pièces avec une variation de hauteur présentaient une déformation positive plus élevée dans la zone L1 que dans la zone W1 et dans la zone L2 que dans la zone W2 (P<0,05) (tableau 6, p. 45). Les pièces avec variations de longueur présentaient des déformations plus élevées dans la zone H1 que dans les zones H2 et W1 (P < 0,05). L'étape de densification a donc diminué la déformation sur la surface supérieure de toutes les pièces dans le sens de la hauteur. Cette déformation positive était plus élevée sur la zone 1 que sur la zone 2 pour les pièces avec une variation de longueur (« length-variation »). Le retrait lors de l'étape de densification semble ainsi avoir permis de corriger la déformation des petites surfaces des couches. De plus, plus la surface de la couche est grande, plus la correction est faible. La fiabilité du procédé de fabrication additive doit maintenant être améliorée en déterminant la plus grande surface de couche acceptable.

Après traitement thermique, toutes les pièces présentaient une déformation négative dans les dimensions de la largeur et une déformation positive dans la dimension de la longueur, à l'exception de la dimension L1 des pièces avec une variation de longueur (« length-variation »). Ces observations pourraient s'expliquer par un mauvais taux de retrait appliqué lors de l'étape de conception des modèles

densifiés attendus. Les paramètres de taux de retrait choisis étaient basés sur les données de la littérature (14 % en largeur) [25]. Cependant, il a été observé, dans le présent travail, un taux de retrait de 16% pour les pièces dans le sens de la largeur. Malgré l'utilisation des mêmes matériaux, logiciels, équipements et paramètres que la précédente étude [25], cette différence pourrait s'expliquer par les différentes techniques de mesures réalisées. Les mesures précédentes avaient été déterminées à l'aide d'un micromètre, alors qu'ici, elles ont été déterminées par microtomographie puis par analyse en 3D, techniques plus précises.

Le profil des taux de retrait 3D était similaire pour les pièces à variation de hauteur et de longueur. Le taux de retrait était similaire dans une même direction et entre les directions dans la largeur et la longueur, correspondantes aux axes XY de mise en forme (P > 0,05) mais était plus élevé dans la direction de la hauteur, correspondante à l'axe Z de mise en forme (P < 0,05). Ces résultats sont en accord avec la plupart des études concernant les taux de retrait des pièces mises en forme par techniques additives [130,131].

## Les résultats suggèrent que les variations de forme (hauteur et longueur) des modèles simplifiés n'influencent pas les différents taux de retrait.

Cette étude a été publiée au Dental Material Journal en 2022 (disponible dans la partie « valorisation du travail ») [132]. Dans le but d'une application clinique, les hypothèses émises, quant à l'impact de la proximité des parois, de la surface de couche et de l'orientation des pièces sur les déformations, doivent être testées sur des morphologies désormais plus proches des infrastructures de couronne.

## 3. <u>Mise en forme par DLP de modèles simplifiés d'armature</u> <u>de couronne</u>

### 3.1. Problématique et objectif

L'étude précédente a montré que les déformations de mise en forme pourraient être expliquées par la morphologie de la pièce mise en forme. En effet, plus la surface de la couche est grande, plus le risque de défauts hétérogènes est élevé. Par ailleurs, la forme des couches successives varie selon l'orientation de mise en forme de l'objet. Cependant la morphologie parallélépipédique des pièces étudiées précédemment reste éloignée de la forme globale des restaurations dentaires périphériques. De plus, l'orientation de mise en forme de la pièce influence sur le nombre et sur la surface des couches successives. La fiabilité dimensionnelle de différentes pièces cylindriques dont la morphologie est proche d'une armature de couronne doit donc être étudiée lors de la mise en forme par DLP et suite au traitement du thermique.

L'objectif de l'étude, réalisée lors de l'encadrement du Master 1 « Sciences du Médicament et des Produits de Santé » de N. Raiah, a été d'évaluer, à l'aide de modèles simplifiés d'armature de couronne en céramique d'alumine fabriqués par DLP, l'influence de la variation de la longueur d'un cylindre creux sur les déformations causées par le processus de fabrication (avant et après traitement thermique) à l'aide de la microtomographie à rayons X combinée à l'analyse 3D. L'objectif secondaire a été d'étudier si l'orientation de mise en forme du même cylindre influence la fiabilité du procédé de fabrication (avant et après traitement thermique).

Les hypothèses nulles testées ont été que les variations de longueur (1) et l'orientation de mise en forme (2) de cylindres creux en céramique alumineuse fabriqués par DLP n'influencent pas l'apparition de déformations lors de la fabrication.

## 3.2. Matériels et méthodes 3.2.1. Conception des modèles

Trois modèles cylindriques simplifiés d'armature de couronne ont été modélisés à l'aide du logiciel Catia<sup>®</sup> (Dassault System<sup>®</sup>) avec une longueur variable. La longueur la plus petite était de 4 mm et représente la plus petite longueur de couronne de canine fiable cliniquement (S, « small »). La longueur intermédiaire était de 8 mm et représente la longueur moyenne d'une couronne de canine (M, « medium »). Enfin, la longueur la plus grande était de 12 mm et représente la longueur d'une couronne de canine de canine associée à une récession parodontale et une alvéolyse à la moitié de la dent (L, « large ») (figure 22).

Pour servir de référence lors de l'étude dimensionnelle, quatre modèles théoriques des 4 types de cylindres creux denses ont été modélisés avec le logiciel Creation Workshop<sup>®</sup> en appliquant les taux de retrait issus de l'étude précédente dans et en accord avec les orientations de mise en forme (moyennes axes x et x : 16,0% et moyenne axe z :20,7%). Les 4 fichiers .STL ont ensuite été convertis en fichier STEP afin de faciliter la sélection des zones géométriques étudiées.



Figure 22 : trois modèles cylindriques simplifiés d'armature de couronne : petit cylindre (« Small ») selon une orientation verticale (A) et horizontale (B), moyen cylindre (« Medium ») (C) et grand cyliondre (« Large ») (D) selon une orientation horizontale. Flèches noires = axe Z de mise en forme des couches successives par DLP.

## 3.2.2. Mise en forme des échantillons

Les pièces ont été mises en forme avec la barbotine à 80% en poids en alumine réalisée selon le protocole identique à l'étude précédente (cf. pages 40-42) (n = 12 par groupe) (figures 23 A et B). De même, les paramétrages d'impression et de traitements thermiques étaient identiques à ceux utilisés pour la mise en forme des pièces parallélépipédiques.



Figure 23 : photographies des petits cylindres creux (« Small ») à la fin de la mise en forme par DLP selon l'orientation horizontale (A) et verticale (B).

## 3.2.3. Acquisition tridimensionnelle des échantillons

En collaboration avec la plateforme ISIS 4D de l'école centrale de l'Université de Lille, les échantillons ont été scannés avant et après le traitement thermique à l'aide d'un microtomographe à rayons X (RX Solutions<sup>®</sup>) à 75 kV comme tension de la source, 80 µA comme courant de la source, une taille de voxel de 10 µm comme résolution. Les données ont été reconstruites à l'aide du logiciel X-Act<sup>®</sup> (RX Solutions<sup>®</sup>), avec un paramètre de fonction de lissage de 1 et avec le filtre « beam aluminuim 2 » Les données ont ensuite été exportées sous format .STL.

## 3.2.4. Analyse dimensionnelle des échantillons

Tous les fichiers .STL ont été transférés dans un logiciel d'inspection (Geomagic ControlX<sup>®</sup>, 3dsystems<sup>®</sup>) pour l'analyse dimensionnelle. Les modèles théoriques ont été définis comme fichier de référence. Les fichiers .STL, obtenus par numérisation des pièces, ont ensuite été successivement superposés selon la procédure identique à l'étude précédente sur les parallélépipèdes (cf. page 43).

Les comparaisons globales de déviations entre les modèles réels et théoriques ont été réalisées sur 2 zones : l'intrados de la pièce (face interne) et l'extrados (face externe) (figure 24).



Figure 24 : zone d'études des déformations sur l'extrados (A) et l'intrados (B) des échantillons.

Ces comparaisons ont permis le calcul la moyenne quadratique des déviations entre les modèles réels et théoriques pour l'extrados et l'intrados (« root mean square : RMS) (équation 4) où *D* représente la déformation en  $\mu$ m et *n* le nombre de point de mesures.

$$RMS = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} D_i^2}$$

Equation 4

#### 3.2.5. Analyses statistiques

La normalité des résultats a été contrôlée à l'aide d'un test d'Agostino et Pearson (α=0,05). Les comparaisons des valeurs de RMS entre intrados et extrados pour chaque modèle petit (SH), moyen (M) et grand (L) crus puis denses ont été réalisées à l'aide d'un test paramétrique de Student pour échantillons non appariés. Les comparaisons des valeurs de RMS entre les intrados puis les extrados des 3

modèles petit, moyen et grand crus puis denses ont été réalisées à l'aide d'un test paramétrique d'analyse de la variance ANOVA suivi d'un post-test de Tukey. Les comparaisons des valeurs de RMS entre l'intrados de la pièce crue et dense pour chaque modèle puis entre l'extrados de la pièce crue et dense ont été réalisées à l'aide d'un test paramétrique de Student pour échantillons appariés. Enfin la comparaison des valeurs de RMS des petits modèles mis en forme selon les 2 orientations a été réalisée à l'aide d'un test paramétrique de Student (GraphPad<sup>®</sup>, Prism<sup>®</sup>).

#### 3.3. Résultats et discussion

Les valeurs de RMS pour l'intrados et l'extrados des cylindres « Small », « Medium » et « Large » crus et denses sont présentées dans le tableau 7 ainsi que dans les figures disponibles en annexe 6. A la suite de ces résultats, l'hypothèse nulles testée que les variations de longueur (1) des cylindres creux en céramique alumineuse fabriqués par SLA n'influencent pas l'apparition de déformations lors de la fabrication est rejetée.

		Crue	Dense	P value
Small	Intrados	129,4±23,7 <sup>aA*</sup>	92,4±22,8 <sup>aA*</sup>	<0,001
	Extrados	58,5±9,4 <sup>aBC*</sup>	71,8±14 <sup>a*</sup>	0,0012
	P value	<0,0001	0,0139	
Medium	Intrados	172,3±17,2 <sup>bA*</sup>	134,7±16,4 <sup>bA*</sup>	<0,001
	Extrados	78,5±7,8 <sup>bB</sup>	78,1±5,7 <sup>b</sup>	0,8923
	P value	<0,0001	<0,0001	
Large	Intrados	219,5±22 <sup>cA*</sup>	167,6±23,2 <sup>cA*</sup>	<0,0001
	Extrados	89±8,9 <sup>cC</sup>	82,3±17,6 °	0,1096
	P value	<0,0001	<0,0001	

Tableau 7 : moyennes quadratiques des déviations (RMS, en  $\mu$ m) entre les modèles réels et théoriques pour l'extrados et l'intrados des petits (S), moyens (M) et grands cylindres (L). Les lettres similaires montrent une différence significative (P<0,05).

Les valeurs de RMS pour l'intrados et l'extrados des cylindres « Small » mis en forme avec une orientation horizontale et verticale sont présentées dans le tableau 8. Les valeurs de RMS variaient selon l'orientation de mise en forme des petits cylindres. Ainsi, l'hypothèse nulle testée que l'orientation de mise en forme (2) de cylindres creux en céramique alumineuse fabriqués par SLA n'influencent pas l'apparition de déformations lors de la fabrication est rejetée.

Tableau 8 : moyennes quadratiques des déviations entre les modèles réels et théoriques pour l'extrados et l'intrados des petits cylindres (S) mis en forme selon une orientation horizontale ou verticale. Les lettres similaires montrent une différence significative (P<0,05).

		Crue	Dense	P value
S horizontal	Intrados	129,4±23,7 <sup>aA</sup>	92,4±22,8 <sup>cA</sup>	<0,0001
	Extrados	58,5±16,8 <sup>aB</sup>	71,8±14 <sup>св</sup>	0,0012
	P value	<0,0001	0,0139	
S vertical	Intrados	168±0,02 <sup>bC</sup>	137,3±11,6 <sup>dC</sup>	<0,0001
	Extrados	48±0,01 <sup>bD</sup>	37±4,2 <sup>dD</sup>	0,0004
	P value	<0,0001	<0,0001	

Quelle que soit la variation de longueur ou l'orientation de mise en forme des cylindres creux, les déformations dans l'intrados étaient plus importantes que dans l'extrados avant et après traitement thermique (RMS Intrados > RMS extrados P<0,05). Ainsi, au-delà de la morphologie de la pièce, la morphologie de la couche (pour une même pièce orientée différemment) influence la fiabilité de mise en forme.

De plus, les valeurs de RMS dans l'intrados des petits cylindres mis en forme selon l'orientation horizontale (S.H) étaient plus faibles que celles issues de l'orientation verticale (S.V) avant traitement thermique (figure 24). De même, les valeurs de RMS dans l'intrados de S.H étaient significativement plus faibles que celles des cylindre « medium » et « large » et les valeurs des « medium » étaient significativement plus faibles que dans celles des « large » avant et après traitement thermique (figure 25). Ainsi dans l'intrados, la proximité des parois du cylindre semble entraîner une difficulté d'évacuation de la barbotine, contrairement à l'extrados, hormis pour les dernières couches mises en forme présentant une superficie supérieure (figure 26). Ce phénomène, de nouveau rencontré ici, a déjà été constaté lors de la précédente étude sur les morphologies parallélépipédiques et confirme l'impact de la proximité des parois sur les déformations, pouvant entraîner des défauts d'ajustage à

la préparation dentaire des couronnes céramiques mises en forme par SLA. Mitteramskogler *et al.* ont montré que la diffusion de la lumière dans la barbotine provoquait un élargissement des dimensions dans la géométrie finale et qui dépendait à la fois de la surface de la zone d'exposition globale et du temps d'exposition [133].



Figure 25 : variations des déformations au niveau de la couche centrale dans l'intrados des petits cylindres verticaux (S.V), des petits cylindres horizontaux (S.H), des cylindres « medium » (M) et « large » (L). En bleu : superficie de la couche

Par ailleurs, la numérisation des pièces crues a montré que, bien qu'aucune différence significative des déformations dans l'extrados n'ait été observée entre les moyens et grands cylindres crus, leurs déformations étaient plus importantes que pour le petit cylindre mis en forme selon la même orientation (figure 26). De même, l'extrados des petits échantillons mis en forme verticalement présentait moins de déformations que l'horizontal (figure 26). Ces résultats peuvent s'expliquer, comme dans l'étude précédente, par deux phénomènes impactant les déformations de l'extrados. Le premier phénomène retrouvé concerne l'influence des dernières couches mises en forme qui présentent les superficies les plus importantes et peuvent entraîner, par mauvais écoulement de la barbotine, un effet de bombé en surface à l'inverse des couches intermédiaires présentant des superficies beaucoup plus faibles (figures 25 et 26). Deuxièmement, la suppression des piliers supports entraîne une détérioration des surfaces inférieures de l'extrados [16,115]. En effet, plus le nombre de piliers augmente avec la longueur des échantillons, plus les déformations peuvent être importantes. Plus la surface de couche augmente, plus le risque de défaut augmente également.



Figure 26 : variations des déformations au niveau de la dernière couche de l'extrados des petits cylindres verticaux (S.V), des petits cylindres horizontaux (S.H), des cylindres Medium (M) et Large (L). En bleu : superficie de la couche

Ainsi, lors d'une mise en forme par polymérisation en cuve, il se confirme également pour des morphologies simplifiées d'armature de couronne, qu'il est primordial d'orienter la pièce pour permettre l'écartement maximal entre deux parois et pour obtenir les parois les plus courtes et moins étendues possibles (figure 27).



Figure 27 : déformations dépendant de la viscosité, de l'écart entre les couches, de la surface totale de l'intrados, de l'extrados et de la couche intermédiaire en fonction des petits cylindres verticaux (S.V), des petits cylindres horizontaux (S.H), des cylindres Medium (M) et Large (L).

Le traitement thermique a diminué les déformations issues de la mise en forme par SLA dans l'intrados des cylindres, quelle que soit la longueur du cylindre ou l'orientation de mise en forme (RMS Intrados Denses < RMS Intrados Crues, P<0,05). Ces résultats sont en accord avec les travaux précédents réalisés sur les formes parallélépipédiques et peuvent montrer que le retrait dans l'intrados ait été plus important que prévu par rapport à l'étude précédente sur les formes parallélépipédiques. Meng *et al.* ont montré que la géométrie des pièces, notamment avec des parois fines peut influencer le retrait [117]. Cependant, sur l'extrados, le traitement thermique n'a pas impacté les déformations issues de la mise en forme sur les pièces de grande et de moyenne longueurs, ce qui montre une anticipation du retrait correcte. En effet, les défauts issus de la mise en forme sur l'extrados étaient plus petits que sur l'intrados. Concernant l'impact du traitement thermique sur les déformations de l'extrados des petits cylindres, celui-ci a entraîné une augmentation de la déformation pour la mise en forme horizontale et une diminution pour la mise en forme verticale.

Ainsi, il se confirme par rapport aux travaux précédents sur les formes parallélépipédiques que :

- l'augmentation de la longueur des pièces tend à minimiser l'impact du traitement thermique sur l'extrados,

- l'orientation de la pièce influence les déformations lors du traitement thermique.

Ces résultats ont permis la réalisation d'une communication affichée dans le cadre du Drug Delivery Day 2022 (disponible dans la partie valorisation du travail).

Dans l'optique d'une application clinique, le choix de l'orientation impliquant des surfaces de couches les plus faibles possible et la validation des taux de retrait obtenus précédemment apparaît désormais capital. Ainsi, l'étude des déformations d'armatures de couronnes mises en forme selon différentes orientations a été entreprise.

## 4. Mise en forme par DLP d'une armature de couronne

## 4.1. Problématique et objectif

L'étude des pièces parallélépipédiques a permis de déterminer les taux de retraits tridimensionnels tandis que celle des armatures simplifiées cylindriques a permis d'observer l'influence du sens d'orientation de mise en forme sur les déformations.

Désormais, en vue d'une application clinique, ces résultats doivent être appliqués à une pièce prothétique de type infrastructure de couronne céramo-céramique.

L'objectif de l'étude a été d'évaluer, l'influence de l'orientation de mise en forme sur la précision (justesse et fidélité) et sur l'ajustage au pilier dentaire d'armature de couronne à l'aide de la microtomographie à rayons X combinée à l'analyse 3D. Les hypothèses nulles testées ont été que l'orientation de mise en forme n'influence pas la justesse (1), la fidélité (2) et le hiatus avec le pilier dentaire (3) des armatures de couronne en céramique alumineuse fabriquées par DLP.

# 4.2. Matériels et méthodes4.2.1. Conception des modèles

Un modèle d'armature de couronne céramique sur canine maxillaire a été modélisé à l'aide du logiciel Dental Wings<sup>®</sup> (Staumann<sup>®</sup>)). Un espacement de 80 µm préfigurant l'épaisseur de ciment a été anticipé. Le fichier STL de l'armature a ensuite été orienté selon trois orientations : sens mésio-distal (MD), sens vestibulo-palatin (VP) et sens occluso-cervical (OC), puis surdimensionné dans les trois axes de l'espace selon les coefficients de retrait précédemment calculés (CreationWorkshop<sup>®</sup>) (figure 28).



Figure 28 : capture d'écran du logiciel CreationWorkshop® où les armatures de couronnes ont été orientées selon trois sens (de gauche à droite : vestibulo-palatin, occluso-cervical, mésio-distal) puis surdimensionnées et supportés par des piliers.

## 4.2.2. Mise en forme des échantillons

Une barbotine à 80% en poids en alumine réalisée selon le protocole identique aux travaux précédents a été utilisée (cf. pages 40-41). Les échantillons ont été mis en forme au sein de l'entreprise CryoCeram<sup>®</sup>.

La mise en forme a été réalisée lors d'une seule impression par stéréolithographie (n=8 par groupe) (figure 29).



Figure 29 : vue en projection des armatures sur le plateau d'impression.

Le traitement thermique a été réalisé au sein du laboratoire Ceramaths suivant le protocole identique aux précédentes études (cf. page 42).

#### 4.2.3. Acquisition tridimensionnelle des échantillons

Après un traitement thermique identique aux précédents travaux, chaque échantillon a été positionné sur le pilier dentaire et maintenu dans l'intrados par l'application d'un silicone basse viscosité (Express Light Body Standard Quick<sup>®</sup>, 3M<sup>®</sup>). La méthode optimale de mesure de l'adaptation des couronnes est encore controversée. Dans cette étude, l'espace interne de la couronne a été évalué par la méthode numérique avec utilisation d'un silicone de maintien et de comblement de l'espace cimentaire, qui simule avec précision la pratique clinique [103,134]. Cette méthode numérique réduit les erreurs causées par la déformation du matériau silicone, qui, ici, est resté en place entre le pilier et l'armature durant l'acquisition numérique par microtomographie et a permis le calcul de l'espace interne 3D de manière non destructive [116]. Les échantillons ont été scannés à l'aide d'un microtomographe à rayons X (plateforme ISIS 4D, RX Solutions®) et les données ont été reconstruite selon les mêmes paramètres d'acquisition que pour les cylindres de la précédente étude. Avec la collaboration du Pr. T. Colard, les données ont été segmentées afin d'isoler les restaurations et les piliers dentaires surfacés par le silicone basse viscosité à l'aide du logiciel Aviso<sup>®</sup> (Thermo Fisher Scientist<sup>®</sup>). Les données des armatures et des piliers surfacés numérisés ont ensuite été exportées sous format .STL.

#### 4.2.4. Analyse dimensionnelle des armatures de couronne

Les données ont ensuite été transférées dans un logiciel d'inspection (Geomagic ControlX<sup>®</sup>, 3dsystems<sup>®</sup>) pour l'analyse dimensionnelle.

Pour l'étude de la justesse de mise en forme, le fichier .STL de l'armature modélisée à partir de Dental Wings<sup>®</sup> été défini comme fichier de référence. Les fichiers .STL des échantillons ont été définis comme l'élément comparé. Ils ont ensuite été successivement superposés à l'aide de l'outil « alignement initial » puis « alignement au meilleur ajustement ». Les comparaisons globales de déviations entre les fichiers .STL du modèle et les fichiers .STL des armatures numérisées ont ensuite été réalisées. Ces comparaisons ont permis le calcul de la moyenne quadratique des déviations (« root mean square », RMS) entre les pièces réelles et le modèle pour l'extrados, l'intrados et la marge cervicale (figures 30 A, B et C).



Figure 30 : zone d'études des déformations sur l'extrados (A), l'intrados (B) et la marge cervicale (C)

Pour l'étude de la fidélité de mise en forme, le fichier .STL auparavant "données mesurées" de l'échantillon numéro 1 de chaque série a été défini comme le fichier référence, puis les fichiers .STL des échantillons numéro 2 à 8 ont été successivement superposés selon les mêmes outils en tant que "données mesurées" (figures 31 A et B). Ces comparaisons ont permis le calcul de la moyenne quadratique des déviations (« root mean square », RMS) entre l'échantillon 1 et les autres pour l'extrados, l'intrados et la marge cervicale. Ce protocole est retrouvé dans la littérature. De même que pour l'analyse de la justesse, plus la valeur RMS est élevée, moins la fabrication présente une fidélité élevée [103].



Figure 31 : fichier .STL de l'échantillon 1 (BP 1, MD 1, ou OC 1) (A), fichier .STL (en rouge) de l'échantillon 2 à 8 superposé au fichier STL de l'échantillon 1 pris comme référence (B)

Pour l'étude des hiatus entre l'armature et le pilier dentaire, les fichiers STL des piliers surfacés du silicone numérisés ont été comparés au fichier du pilier « nu » scanné pour la conception du modèle d'armature, défini comme élément de référence. Chaque échantillon a été superposé au fichier référence. Un premier alignement par transformation en 3 points a été nécessaire (figure 32A) puis, en sélectionnant uniquement la zone du talon radiculaire du pilier dentaire, un alignement initial puis un alignement au meilleur ajustement a été réalisé (figure 32B).



Figure 32 : captures d'écran du logiciel Geomagic ControlX<sup>®</sup>. Alignement par transformation en 3 points (A), zones sélectionnées sur le talon radiculaire pour effectuer l'alignement au meilleur ajustement (B).

Afin de quantifier l'espace entre le pilier dentaire et l'armature, matérialisé par le silicone, un calcul de la moyenne quadratique des déviations (RMS) a été effectué, ces déviations représentant l'épaisseur de silicone et donc le hiatus entre l'armature et le pilier. Trois zones ont été étudiées : l'espacement occlusal (figure 33A), l'espacement axial (figure 33B) et l'espacement cervical (figure 33C).



Figure 33 : captures d'écran du logiciel Geomagic ControlX<sup>®</sup> des 3 zones étudiées : occlusale (A), axiale (B) et marginale (C).

#### 4.2.5. Analyses statistiques

Les analyses statistiques ont été menées avec le logiciel GraphPad<sup>®</sup> (Prism<sup>®</sup>). La normalité des résultats a été contrôlée à l'aide d'un test d'Agostino et Pearson ( $\alpha$ =0,05) pour les études de la justesse de mise en forme et des hiatus et à l'aide d'un test de Shapiro-Wilk ( $\alpha$ =0,05) pour l'étude de la fidélité de mise en forme. Pour la justesse et la fidélité, les comparaisons des valeurs de RMS entre intrados, extrados et la marge cervicale pour une même orientation, puis les comparaisons d'une même zone entre les différentes orientations ont été réalisées à l'aide d'un test paramétrique d'analyse de la variance ANOVA suivi d'un post-test de Tukey. De même, pour l'étude des hiatus, les comparaisons des valeurs de RMS au niveau occlusal, axial et cervical pour une même orientation, puis les comparaisons d'une même zone entre les différentes orientations ont été réalisées à l'aide d'un test paramétrique d'analyse de la variance ANOVA suivi d'un post-test de Tukey.

#### 4.3. Résultats et discussion 4.3.1. Justesse de mise en forme

L'ensemble des moyennes et écart-types de RMS a été présenté dans le tableau 9. Les cartographies colorimétriques permettent une visualisation de l'amplitude des déformations entre le fichier référence et les échantillons (figures 34 et 35).

Tableau 9 : moyennes et écart-types des moyennes quadratiques des déviations (RMS, en µm) représentant la justesse de mise en forme entre l'armature initiale modélisée et les armatures numérisées mises en forme par SLA pour l'extrados, l'intrados et la marge cervicale selon l'orientation vestibulo-palatine (VP), mésio-distale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étudiées pour une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05). Les valeurs de RMS de zone étudiée présentant des lettres majuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05).

RMS (µm)	Orientation vestibulo- palatine (VP)	Orientation mésio-distale (MD)	Orientation occluso- cervicale (OC)	P value
Extrados	62 ± 14 ª	67 ± 12 <sup>b</sup>	$56 \pm 13$ <sup>d</sup>	0,2323
Intrados	30 ± 20 ª	49 ± 6 °	42 ± 5 <sup>e</sup>	0,2118
Marge cervicale	115 ± 21 ª	126 ± 26 <sup>Abc</sup>	90 ± 21 <sup>Ade</sup>	0,0070
P value	<0,0001	<0,0001	<0,0001	



Figure 34 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier de l'armature numérisée et le modèle informatique. Vues de l'extrados d'armatures mises en forme selon l'orientation vestibulo-palatine (VP) (A, B, C), mésio-distale (MD) (D,E,F) et occluso-cervicale (OC) (G,H,I). Flèches noires en pointillés = axe Z de mise en forme des couches successives.



Figure 35 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier de l'armature numérisée et le modèle informatique. Vues de l'intrados et de la zone marginale d'armatures mises en forme selon l'orientation vestibulopalatine (A, B), mésio-distale (D, E,) et occluso-cervicale (E,F).

Les valeurs de RMS ont été inférieures à 120 µm, hormis pour la valeur moyenne de RMS pour la marge cervicale obtenue lors de la mise en forme dans le sens mésio-distal.

Pour chaque orientation, les valeurs de RMS de l'extrados et de l'intrados étaient significativement plus faibles que celles de la marge cervicale. De plus, pour l'orientation vestibulo-palatine, les valeurs de RMS pour l'intrados étaient significativement plus faibles que pour l'extrados (P<0,05). L'hypothèse nulle (1) que l'orientation de mise en forme n'influence pas la justesse des armatures a donc été rejetée.

Ces résultats sont en accord avec la littérature qui montre des résultats soit équivalent en termes de déformations entre l'intrados et l'extrados soit supérieurs concernant ce dernier [116]. En effet, les déformations de l'extrados des pièces mises en forme selon le sens vestibulo-palatin peuvent ici en partie être expliquées par la persistance des reliquats de piliers supports qui s'avéraient les plus nombreux pour cette orientation. Cette problématique de déformations due aux piliers a également été évoqué dans l'étude de Lyu *et al.* [116].

Cependant les résultats de justesse de cette étude sont en accord avec la littérature qui montre des valeurs équivalentes [92,116]. Les déformations au niveau de la marge cervicale sont supérieures à celles de l'intrados et celles de l'extrados. Ces dernières peuvent être dues à l'effet d'escalier (« <u>staircase effect »</u>) [135]. En effet, les technologies additives impliquent une mise en forme par stratification séquentielle, c'est-à-dire couche par couche. La surface externe présente donc une morphologie plus grossière faisant apparaître la succession de chaque couche le long de la direction de fabrication s'apparentant à un escalier. Les régions courbes et fines qui bordent la pièce, telle que la marge cervicale sont donc plus impactées par cet effet et donc plus sujettes aux erreurs, comme des marges légèrement plus étirées par rapport à la forme du fichier numérique [110]. De plus, ces stries sont susceptibles d'affecter la morphologie de la surface et la précision dimensionnelle globale de la pièce, ce qui peut poser un problème clinique [136,137].

L'orientation de la pièce n'impacterait pas les déformations dans l'intrados et l'extrados. Cependant l'orientation occluso-cervicale permet de limiter

significativement les déformations de la marge cervicale par rapport à l'orientation mésio-distale. En effet, les déformations sont moins importantes au niveau de la zone marginale lorsque la pièce est mise en forme dans le sens occluso-cervical. Cette orientation permettrait un meilleur soutien des couches successives « échafaudées ». limitant les défauts. Ce résultat est en accord avec la littérature qui montre une importance de l'architecture de soutien des couches successives. Cependant, il a été montré par des travaux précédents, notamment au sein du laboratoire CERAMATHS, que les pièces dont les couches sont mises en forme successivement selon un axe parallèle au sens des contraintes occlusales, c'est-à-dire ici, selon l'orientation occluso-cervicale, présentent des propriétés mécaniques plus faibles que celles dont les couches successives sont mises en forme selon un axe perpendiculaire. Ces valeurs restaient toutefois en adéquation avec les standards dentaires et ont été obtenus sur des échantillons en forme de barreaux. Ici, les surfaces de couches plus faibles sont susceptibles d'entrainer moins de défauts susceptibles de compromettre le module de Weibull. Des études mécaniques sur des pièces cliniques seraient nécessaires pour confirmer cette hypothèse. Il n'en reste pas moins qu'un compromis est nécessaire dans le choix de l'orientation de mise en forme afin de limiter les défauts dimensionnels des pièces tout en garantissant des propriétés mécaniques en adéquation avec les standards dentaires.

Enfin, une anticipation incorrecte du retrait lors de la densification contribue à l'imprécision de la morphologie. Pour une utilisation clinique pérenne des pièces, les valeurs de déformations doivent être inférieures à 120 µm. Seule la marge cervicale obtenue lors de la mise en forme dans le sens mésio-distal présente une valeur moyenne de RMS supérieure.

Face à ce résultat, les orientations à privilégier seraient celles vestibulopalatine ou occluso-cervicale.

#### 4.3.2. Fidélité de mise en forme

L'ensemble des moyennes et écart-types de RMS est présenté dans le tableau 10. Les cartographies colorimétriques permettent une visualisation de l'amplitude des déformations entre le fichier de l'échantillon 1 choisi comme référence et les échantillons 2 à 8 (figures 36 et 37).

Tableau 10 : moyennes et écart-types des moyennes quadratiques des déviations (RMS, en  $\mu$ m) représentant la fidélité de mise en forme entre l'échantillon n°1 et les échantillons 2 à 8 numérisés mises en forme par SLA pour l'extrados, l'intrados et la marge cervicale selon l'orientation vestibulo-palatine (VP), mésio-distale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étudiées pour une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05).

RMS (µm)	Orientation vestibulo- palatine (VP)	Orientation mésio-distale (MD)	Orientation occluso- cervicale (OC)	P value
Extrados	35 ± 9 ª	29 ± 7 °	34 ± 9 °	0,4323
Intrados	32 ± 8 <sup>b</sup>	27 ± 7 <sup>d</sup>	$29 \pm 7$ f	0,5401
Marge cervicale	63 ± 25 <sup>ab</sup>	$63 \pm 31$ <sup>cd</sup>	55 ± 17 <sup>ef</sup>	0,7725
P value	0,0033	0,0027	0,0023	



Figure 36 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier de l'armature numérisée (échantillons 2 à 8) et le fichier de l'armature numérisée de l'échantillon 1 pris comme référence. Vues de l'extrados d'armatures mises en forme selon l'orientation vestibulo -palatine (A, B,C), mésio-distale (D,E,F) et occluso-cervicale (G,H,I).



Figure 37 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier de l'armature numérisée (échantillons 2 à 8) et le fichier de l'armature numérisée de l'échantillon 1 pris comme référence. Vues de l'intrados et de la zone marginale d'armatures mises en forme selon l'orientation vestibulo-palatine (A, B), mésio-distale (D, E,) et occluso-cervicale (E,F).

Les valeurs de RMS ont été inférieures à 50  $\mu$ m, soit la résolution de l'imprimante, hormis pour les valeurs moyennes de RMS pour la marge cervicale obtenue pour les trois orientations.

Pour chaque orientation, les valeurs de RMS pour la marge cervicale étaient significativement plus élevées que celles de l'extrados et de l'intrados (P<0,05). Les valeurs de RMS pour les extrados, les intrados et les marges cervicales entre les trois orientions n'ont pas montré de différence significative (P>0,05). L'hypothèse nulle (2) que l'orientation de mise en forme n'influence pas la fidélité des armatures n'a donc pas été rejetée

# Les résultats obtenus dans cette étude montrent une reproductibilité acceptable de la technologie DLP Cryoceram<sup>®</sup> pour une utilisation clinique.

Cependant, les valeurs de déformations pour la marge cervicale sont plus importantes et supérieures à 50 µm. La reproductibilité de la marge cervicale est donc plus complexe à obtenir. Ceci peut entraîner un ajustage clinique plus complexe des restaurations sur les restaurations plurales de type bridges. L'étude de Abualsaud *et al.* en 2023 a montré des valeurs de fidélité inférieures. Cependant l'équipement utilisé possède la technologie SLA avec un diamètre de LASER équivalent à 35 µm qui présente donc une résolution inférieure à celui utilisé dans cette étude [103].

#### 4.3.3. Hiatus entre les restaurations et le pilier

L'ensemble des moyennes et écart-types de RMS est présenté dans le tableau 11. Les cartographies colorimétriques permettent une visualisation de l'amplitude des déformations entre le fichier du pilier nu choisi comme référence et les piliers surfacés au silicone (figures 38).

Tableau 11 : moyennes et écart-types des moyennes quadratiques des déviations (RMS, en µm) entre le pilier dentaire nu et les piliers dentaires surfacé au silicone numérisés représentant les hiatus entre les armatures mises en forme par SLA au niveau occlusal, axial et cervical selon l'orientation vestibulo-palatine (VP), mésio-distale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étudiées pour une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05). Les valeurs de RMS d'orientations de mise en forme pour une même zone étudiée présentant des lettres majuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05).

Hiatus	Orientation vestibulo- palatine (VP)	Orientation mésio-distale (MD)	Orientation occluso- cervicale (OC)	P value
Occlusal	238 ± 41 <sup>abA</sup>	297 ± 52 <sup>cdA</sup>	182 ± 28 <sup>eA</sup>	<0,0001
Axial	182 ± 40 <sup>aB</sup>	172 ± 67 °	121 ± 12 <sup>eB</sup>	0,0325
Marge cervicale	138 ± 35 <sup>b</sup>	127 ± 61 <sup>d</sup>	98 ± 10 <sup>e</sup>	0,804
P value	0,0002	<0,0001	<0,0001	


Figure 38 : cartographie de couleurs des déviations entre le pilier dentaire nu et les piliers dentaires surfacé au silicone numérisés représentant les hiatus entre les armatures mises en forme par SLA au niveau occlusal, axial et cervical selon l'orientation vestibulo-palatine (A, B, C), mésio-distale (D, E, F) et occluso-cervicale (G, H, I).

Dans une revue systématique [29] des restaurations tout céramique réalisées par CFAO et basée sur 54 études *in vivo* et *in vitro*, l'espace marginal moyen était de 120 µm avec une plage de 3,7 à 174 µm. Les valeurs obtenues dans la présente étude sont accord avec la littérature et se situent dans cette plage. L'hétérogénéité significative des valeurs rapportées était liée au grand nombre de systèmes et de matériaux utilisés et aux divergences entre les études sur les techniques de mesure.

Pour chaque orientation, les valeurs de RMS pour les hiatus occlusaux étaient significativement plus élevées que pour les hiatus axiaux ou marginaux de l'extrados et de l'intrados. De plus, pour la mise en forme selon l'orientation occluso-cervicale, la valeur de RMS pour les hiatus axiaux était significativement plus élevée que pour les hiatus cervicaux (P<0,05).

Les comparaisons entre les trois orientations montrent que les hiatus occlusaux sont significativement plus faibles lorsque les armatures sont mises en forme selon l'orientation occluso-cervicale et plus élevés lorsqu'elles le sont selon l'orientation mésio-distale. De même, la mise en forme selon l'orientation occluso-cervicale montre des valeurs de RMS significativement plus faibles pour les hiatus axiaux que celles vestibulo-palatine ( $\alpha$ <0,05). L'hypothèse nulle (3) que l'orientation de mise en forme n'influence pas l'ajustage au pilier dentaire des armatures a été rejetée

Bien que les valeurs ne présentent pas de différence significative, seule l'orientation occluso-cervicale permet l'obtention d'un hiatus marginal inférieur à 120  $\mu$ m (98 ± 10  $\mu$ m), valeur maximale pour une utilisation clinique pérenne.

Pour comparaison, par rapport à l'orientation occluso-palatine choisie dans cette étude, Li et *al.* [109] ont rapporté des valeurs inférieures pour les hiatus occlusaux (63 µm) mais plus élevées pour ceux axiaux (135 µm) et marginaux (169 µm). Revilla-León et *al.* [118] ont trouvé des écarts médians plus importants dans les zones marginales (146 µm). De même, Lyu et *al.* [116] ont obtenu, avec une technologie DLP, des valeurs plus importantes (occlusales 239,0 ±60,1 µm; axiales 84,9 ± 29,1 µm et marginales 140,4 ± 84,3 µm) que celles retrouvées avec l'orientation occluso-cervicale. Cependant, bien que la méthode numérique par superposition 3D pour analyser l'ajustement et l'adaptation permette une visualisation complète de la surface et la mesure d'un grand nombre de points, les comparaisons entre études sont complexes du fait des différences de répartition et d'étendue des zones mesurées (occlusales, axiales, marginales, internes, externes) [103].

L'augmentation du hiatus peut également être due à une anticipation incorrecte du retrait lors de la densification. En effet, Lyu et *al.* ont montré que ces erreurs contribuent à l'imprécision de la morphologie de la pièce [116]. Les déformations en positif entraînent des contacts prématurés dans certaines zones occlusales, axiales et marginales (figure 39). En conséquence, bien que l'anticipation de l'épaisseur de matériau d'assemblage (ici 80 µm) apporte une certaine tolérance, ces contacts empêchent l'insertion complète de la restauration provoquant une augmentation importante du hiatus dans d'autres zones. Ce phénomène peut expliquer les différences dans les résultats pour la justesse et ceux pour les hiatus entre les différentes orientations. Par exemple, une armature présentant un léger surdimensionnement présentera une justesse moyenne (avec une valeur de RMS augmentée), mais peut permettre une adaption correcte en cervical mais avec des hiatus occlusaux et axiaux plus importants (figure 39B). A l'inverse, une armature avec

une justesse correcte (valeurs de RMS globale faible) peut présenter des zones ponctuelles ou des déformations en positif (valeurs RMS localisées importantes) qui provoquent des contacts prématurés empêchant l'insertion complète et augmentant les hiatus en cervical (figure 39C).



Figure 39 : coupe transversale (imagerie micro-tomographique) d'armatures sur le pilier dentaire. A : adaptation correcte avec faibles hiatus occlusaux, axiaux et marginaux (flèches vertes). B : adaptation moyenne avec hiatus marginaux correcte mais hiatus occlusaux et axiaux importants. C : adaptation mauvaise malgré des hiatus occlusaux et axiaux faibles car hiatus marginaux importants (flèches pointillées rouge) dus à des contacts prématurés sur les parois occlusale et axiale (flèches pleines rouges)

### 5. Conclusion générale et perspectives

#### 5.1. Conclusion de l'étude dimensionnelle

De nombreux protocoles et techniques de mise en forme de céramique par polymérisation en cuve existent sur le marché ou sont en cours de développement. Cependant peu ont fait l'objet d'études pour caractériser et confirmer leurs propriétés dimensionnelles compatibles avec un usage en chirurgie dentaire. L'analyse de la littérature a montré que l'anticipation des déformations dues à la mise en forme et aux traitements thermiques étaient spécifiques à chaque technique.

Les résultats sur des pièces avec variation de la largeur de couches et des pièces avec variations du nombre de couches ont montré des taux de retraits anisotropes, équivalents dans le sens perpendiculaire de mise en forme mais supérieurs dans le sens de la mise en forme. La surface de la couche et la proximité des parois impactent les déformations dues à la mise en forme et au traitement thermique.

L'étude dimensionnelle des pièces cylindriques creuses a montré que plus la surface de couche augmente, plus le risque de défaut augmente, de même que l'orientation de la pièce influence les déformations lors du traitement thermique.

Les résultats concernant la fidélité de mise en forme ont montré que la fabrication d'armature de couronne combinant l'imprimante CryoPrinter<sup>®</sup> (CryoCeram<sup>®</sup>), la résine CryoCeram<sup>®</sup> et l'alumine CT 1200SG<sup>®</sup>, (Almatis<sup>®</sup>) est reproductible, quelle que soit l'orientation de mise en forme. Les valeurs de justesse des restaurations imprimées se trouvent sous le seuil de 120 µm hormis pour la zone marginale lorsque l'orientation mésio-distale est choisie. L'orientation occluso-cervicale permet d'obtenir les restaurations les plus conformes au modèle numérique au niveau marginale. Enfin, les valeurs de hiatus occlusaux sont significativement plus faibles pour l'orientation occluso-cervicale par rapport à celle vestibulo-palatine, cette dernière étant la seule à présenter également une valeur moyenne des hiatus marginaux sous les 120 µm.

Ainsi, pour la mise en forme avec le procédé développé par CryoCeram<sup>®</sup>, l'orientation occluso-cervicale semble à privilégier pour la réalisation d'infrastructures

de couronnes cliniquement acceptables avec anticipation des taux de retrait de 16,00 % dans les axes X et Y et 20,70% dans l'axe Z (figure 40).

Cependant, en fonction de l'anatomie de la restauration, le choix de l'orientation de mise en forme devra être déterminé suivant un compromis garantissant un temps de production optimisé, les meilleures propriétés mécaniques répondant aux standards dentaires et la plus fiable conformité dimensionnelle de la pièce au modèle numérique.



Figure 40 : vues mésiale (à gauche), vestibulaire (au centre) et distale à (droite), sur son pilier dentaire, d'une armature densifiée mise en forme à l'aide de l'équipement CryoCeram<sup>®</sup> selon l'axe occluso-cervical.

### 5.2. Perspectives

Ces travaux sur l'alumine ont permis de développer une méthode de mise en forme garantissant des pièces répondant au cahier des charges mécaniques et présentant une fiabilité dimensionnelle pour une application dentaire.

Dans l'objectif d'une utilisation clinique, des tests de confirmation de biocompatibilité des céramiques alumineuses mises en forme par polymérisation en cuve ont été réalisés.

# 5.2.1. Test de confirmation de biocompatibilité 5.2.1.1. Problématique et objectif

L'alumine a déjà prouvé sa biocompatibilité [138,139]. Cependant les céramiques mises en forme par technique additive présentent une surface rugueuse due à l'effet de bord des couches successives (figure 41). Cet état de surface est susceptible d'impacter la biocompatibilité des restaurations dans la cavité orale [6].



Figure 41 : surface d'une pièce mise en forme par SLA densifiée, observée par profilométrie d'image confocale grossissement x10

L'objectif de cette étude était d'évaluer l'impact de la surface sur la prolifération des cellules épithéliales. L'hypothèse nulle est que la surface spécifique des céramiques alumineuses (matière sèche CT 1200SG<sup>®</sup>, Almatis<sup>®</sup>) mise en forme par polymérisation en cuve par masque dynamique DLP (CryoCeram Printer<sup>®</sup>, CryoCeram<sup>®</sup>) n'influence pas la viabilité des cellules épithéliales L132.

#### 5.2.1.2. Matériels et méthodes

Pour réaliser des tests préliminaires de biocompatibilité, deux disques d'une surface de 3 cm<sup>2</sup> après densification ont été mise en forme par DLP. Les paramètres d'impression et de traitement thermique sont identiques à ceux utilisés lors des études dimensionnelles précédentes.

Ensuite des tests en contact direct avec des cellules épithéliales L132 ont été réalisés en comparaison avec des pastilles témoin (TCPS) dont la biocompatibilité est confirmée. Huit pastilles d'alumine de diamètre compris entre 14,5 et 14,8 mm et d'épaisseur de 1,5 mm ont été mises en forme par DLP. Les relevés ont été réalisés à 3 et 6 jours.

#### 5.2.1.3. Résultats et discussion

Les résultats du test par élution ont montré une absence de cytotoxicité des céramiques mises en forme par DLP sur les cellules épithéliales L132 (tableau 12).

Tableau 12 : résultats test de contact indirec	t
--	---

Test ceramic material with L132 epithelial cells									
								mean - blanc	% to med alone
culture medium with disk 1	23710	22820	23880	22220	22550	22920	22730	17081	94%
culture medium with disk 2	24950	23200	23660	22590	20840	22950	24290	17316	96%
culture medium alone	23830	23770	24070	23470	22740	24430	25520	18081	100%
blanc	6090	5940	5730	5910	5880	5820	5895		

Les résultats des tests à 3 jours et à 6 jours n'ont pas révélé de différence entre les pastilles SLA et TCPS à 6 jours (tableau 13). L'hypothèse nulle n'a donc pas été rejetée. Selon la norme ISO 10993-5, ces résultats confirment la biocompatibilité sur les cellules épithéliales des pièces mises en forme par DLP ainsi que l'absence d'influence de la surface (effet de bord) sur la biocompatibilité.

	mean	3js mean - blanc	3js % to TCPS
SLA disk	3689698	3503803	75%
TCPS	4857052	4671157	100%
blanc	185895	185895	
		6js mean - blanc	6js % to TCPS
SLA disk	7614954	6js mean - blanc 7429059	6js % to TCPS 100%
SLA disk TCPS	7614954 7642510	6js mean - blanc 7429059 7456615	6js % to TCPS 100% 100%

Tableau 13 : résultats des tests de contact direct à 3 et 6 jours.

Avant de procéder au test de contact direct, les pastilles ont été stérilisées par un procédé ultraviolet. Une modification de la couleur des échantillons a été observée, prenant une teinte jaune orangé. Afin de comprendre si ce changement de couleur été lié à la méthode de mise en forme, des pastilles d'alumine ont été réalisé par coulage. Certaines pastilles ont ensuite été soumise au rayonnement UV. L'analyse visuelle a montré également un changement de coloration des pastilles mises en forme par coulage, tout comme pour celles mises en forme par DLP (figure 42).



Figure 42 : comparaison de la couleur des pastilles mises en forme par coulage ou par SLA avant traitement UV (à droite) et après traitement UV (à gauche).

D'après Yanagisawa *et al.*, ce changement de couleur s'explique par la polarisation UV de l'alumine densifiée selon la réaction photochimique  $Mn^{2+} + Fe^{3+} = Mn^{3+} + Fe^{2+}$  [140]. Des traces de ces éléments pourraient être présentes, selon la fiche descriptive de l'alumine CT 1200 SG d'Almatis<sup>®</sup> et expliquer ce changement de couleur. Par ailleurs, les résultats des tests de contact direct ont montré que la biocompatibilité n'était pas compromise par ces discolorations. Toutefois, ce phénomène n'impactera pas le résultat esthétique d'une restauration avec une armature alumineuse mise en forme avec le procédé développé dans ce travail, l'infrastructure recouverte de céramique cosmétique n'étant pas en contact direct avec les ultra-violets.

#### 5.3. Perspectives cliniques

Les travaux précédents de Dehurtevent *et al.* ont confirmé que les pièces céramiques alumineuses mise en forme par polymérisation en cuve possèdent les propriétés mécaniques compatibles pour un usage dentaire. Cependant ces échantillons étaient normés (barreaux). Avant d'envisager une utilisation chez le patient, des morphologies cliniques doivent être testées mécaniquement. De même,

l'armature seule ne peut être posée en bouche et doit être stratifiée. La cohésion entre la céramique feldspathique de stratification et l'armature alumineuse mise en forme par technique additive doit être testée par des tests de résistance à la fracture [141]. Ce travail devrait faire l'objet d'une étude réalisée dans le cadre d'un master 1 encadré par l'équipe au sein de l'unité INSERM U1008.

Enfin, une fois les propriétés mécaniques des couronnes céramo-céramiques avec armature mise en forme par technique additive confirmées, une étude clinique sera envisagée.

# **Bibliographie**

- 1. Mainjot A. Partie 1 À la rencontre de céramiques pas comme les autres. Biomatériaux Clin Dent. 2018;3:22-32.
- 2. Poujade JM, Zerbib C, Serre D. Céramiques dentaires. EMC Dent. 2004;1(2):101-17.
- 3. Mainjot A. Zircone(s) Partie 2 Restaurations émaillées ou monolithiques? Biomatériaux Clin Dent. 2019;(2):10-21.
- 4. Vagkopoulou T, Koutayas S, Koidis P, Strub J. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. Eur J Esthet Dent. 2009;4:130-51.
- 5. Xiang D, Xu Y, Bai W, Lin H. Dental zirconia fabricated by stereolithography: Accuracy, translucency and mechanical properties in different build orientations. Ceram Int. 2021;47(20):e28837-47.
- Zhang M, Zhang Z, Ding N, Zheng D. Effect of airborne-particle abrasion of presintered zirconia on surface roughness and bacterial adhesion. J Prosthet Dent. 2015;113(5):448-52
- 7. Yilmaz H, Aydin C, Gul BE. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. J Prosthet Dent. 2007;98(2):120-8.
- 8. Della Bona A, Anusavice KJ, DeHoff PH. Weibull analysis and flexural strength of hot-pressed core and veneered ceramic structures. Dent Mater. 2003;19(7):662-9.
- 9. Zhang Y, Lawn BR. Novel zirconia materials in dentistry. J Dent Res. 2018;97(2):140-7.
- 10. Marsico C, Carpenter I, Kutsch J, Fehrenbacher L, Arola D. Additive manufacturing of lithium disilicate glass-ceramic by vat polymerization for dental appliances. Dent Mater. 2022;38(12):2030-40.
- Dehurtevent M, Robberecht L, Thuault A, Deveaux E, Leriche A, Petit F, et al. Effect of build orientation on the manufacturing process and the properties of stereolithographic dental ceramics for crown frameworks. J Prosthet Dent. 2021;125(3):453-61.
- 12. Bruhnke M, Awwad Y, Müller WD, Beuer F, Schmidt F. Mechanical properties of new generations of monolithic, multi-layered zirconia. Materials. 2023;16(1):276.
- Machry RV, Dapieve KS, Cadore-Rodrigues AC, Werner A, de Jager N, Pereira GKR, et al. Mechanical characterization of a multi-layered zirconia: flexural strength, hardness, and fracture toughness of the different layers. J Mech Behav Biomed Mater. 2022;135:e105455.

- 14. Staninec M, Marshall GW, Hilton JF, Pashley DH, Gansky SA, Marshall SJ, et al. Ultimate tensile strength of dentin: Evidence for a damage mechanics approach to dentin failure. J Biomed Mater Res. 2002;63(3):342-5.
- 15. Padmanabhan SK, Balakrishnan A, Chu MC, Kim TN, Cho SJ. Micro-indentation fracture behavior of human enamel. Dent Mater. 2010;26(1):100-4.
- 16. Osman RB, van der Veen AJ, Huiberts D, Wismeijer D, Alharbi N. 3D-printing zirconia implants; a dream or a reality? An in-vitro study evaluating the dimensional accuracy, surface topography and mechanical properties of printed zirconia implant and discs. J Mech Behav Biomed Mater. 2017;75:521-8.
- 17. Al-Thobity AM, Alsalman A. Flexural properties of three lithium disilicate materials: An in vitro evaluation. Saudi Dent J. 2021;33(7):620-7.
- 18. Al-Sanabani F, Madfa A, Al-Qudaimi N. Alumina ceramic for dental applications: A review article. Am J Mater Res. 2014;1(1):26-34.
- 19. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. Dent Mater. 2004;20(5):441-8.
- 20. Silva LH da, Lima E de, Miranda RB de P, Favero SS, Lohbauer U, Cesar PF. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. Braz Oral Res. 2017;31:133-46.
- 21. Al Hamad KQ, Al-Rashdan BA, Ayyad JQ, Al Omrani LM, Sharoh AM, Al Nimri AM, et al. Additive manufacturing of dental ceramics: a systematic review and meta-analysis. J Prosthodont. 2022;31(8):67-86.
- 22. Khanlar LN, Salazar Rios A, Tahmaseb A, Zandinejad A. Additive manufacturing of zirconia ceramic and its application in clinical dentistry: a review. Dent J. 2021;9(9):104-25.
- Frąckiewicz W, Szymlet P, Jedliński M, Światłowska-Bajzert M, Sobolewska E. Mechanical characteristics of zirconia produced additively by 3D printing in dentistry - A systematic review with meta-analysis of novel reports. Dent Mater. 2024;40(1):124-38.
- 24. Uçar Y, Aysan Meriç İ, Ekren O. Layered manufacturing of dental ceramics: fracture mechanics, microstructure, and elemental composition of lithography-sintered ceramic: mechanical properties of additive manufactured ceramics. J Prosthodont. 2019;28(1):e310-8.
- 25. Dehurtevent M, Robberecht L, Hornez JC, Thuault A, Deveaux E, Béhin P. Stereolithography: A new method for processing dental ceramics by additive computer-aided manufacturing. Dent Mater. 2017;33(5):477-85.
- 26. Sjögren G, Sletten G, Dahl JE. Cytotoxicity of dental alloys, metals, and ceramics assessed by millipore filter, agar overlay, and MTT tests. J Prosthet Dent. 2000;84(2):229-36.

- 27. Perelmuter S, Duret F, Lelièvre F, Lecardonnel A, Chéron R. La prothèse céramocéramique par CFAO. Quintessence International. Paris; 2009. 122 p.
- 28. Gregoire G, Populer P, Magne S, Guyonnet JJ. Biocompatibilité des matériaux utilisés en odontologie. Odontologie, 23-063-G-15. Encycl. Méd. Chir. 2016;12.
- 29. Contrepois M, Soenen A, Bartala M, Laviole O. Marginal adaptation of ceramic crowns: A systematic review. J Prosthet Dent. 2013;110(6):447-454.e10.
- 30. Boitelle P, Mawussi B, Tapie L, Fromentin O. A systematic review of CAD/CAM fit restoration evaluations. J Oral Rehabil. 2014;41(11):853-74.
- Bhargav A, Sanjairaj V, Rosa V, Feng LW, Yh JF. Applications of additive manufacturing in dentistry: A review. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2018;106(5):2058-64.
- 32. Chartier T, Dupas C, Lasgorceix M, Brie J, Delhote N, Chaput C. Additive manufacturing to produce complex 3D ceramic parts. J Ceram Sci Technol. 2014;6(2):95-104.
- 33. Fantozzi G, Le Gallet S, Niepce JC, éditeurs. Science & technologies céramiques. Les Ulis, France: EDP Sciences; 2009. 834 p.
- 34. Javaid M, Haleem A. Current status and applications of additive manufacturing in dentistry: A literature-based review. J Oral Biol Craniofacial Res. 2019;9(3):179-85.
- 35. Cawley JD. Solid freeform fabrication of ceramics. Curr Opin Solid State Mater Sci. 1999;4(5):483-9.
- 36. Rane K, Strano M. A comprehensive review of extrusion-based additive manufacturing processes for rapid production of metallic and ceramic parts. Adv Manuf. 2019;7(2):155-73.
- 37. Wang J, Shaw LL, Cameron TB. Solid freeform fabrication of permanent dental restorations via slurry micro-extrusion. J Am Ceram Soc. 2006;89(1):346-9.
- 38. Martinez LVT, Witz JF, Najjar D, Boidin X, Lesaffre F, Martin V, et al. Hybrid FFF/CNC: An open source hardware & software system. HardwareX. 2024;18:e00536.
- 39. Galante R, Figueiredo-Pina CG, Serro AP. Additive manufacturing of ceramics for dental applications: A review. Dent Mater. 2019;35(6):825-46.
- 40. Subramanian K, Vail N, Barlow J, Marcus H. Selective laser sintering of alumina with polymer binders. Rapid Prototyp J. 1995;1(2):24-35.
- 41. Deckers J, Meyers S, Kruth JP, Vleugels J. Direct selective laser sintering/melting of high density alumina powder layers at elevated temperatures. Phys Procedia. 2014;56:117-24.

- 42. Bertrand Ph, Bayle F, Combe C, Goeuriot P, Smurov I. Ceramic components manufacturing by selective laser sintering. Appl Surf Sci. 2007;254(4):989-92.
- 43. Wilkes J, Hagedorn YC, Meiners W, Wissenbach K. Additive manufacturing of ZrO2-Al2O3 ceramic components by selective laser melting. Rapid Prototyp J. 2013;19(1):51-7.
- 44. Cesarano J. A Review of Robocasting Technology. MRS Online Proc Libr Arch. 1998;542:133-9.
- 45. Peng E, Zhang D, Ding J. Ceramic Robocasting: Recent Achievements, Potential, and Future Developments. Adv Mater. 2018;30(47):e1802404.
- 46. Camargo B, Willems E, Jacobs W, Van Landuyt K, Peumans M, Zhang F, et al. 3D printing and milling accuracy influence full-contour zirconia crown adaptation. Dent Mater. 2022;38(12):1963-76.
- 47. Ebert J, Özkol E, Zeichner A, Uibel K, Weiss Ö, Koops U, et al. Direct inkjet printing of dental prostheses made of zirconia. J Dent Res. 2009;88(7):673-6.
- 48. Willems E, Turon-Vinas M, Camargo dos Santos B, Van Hooreweder B, Zhang F, Van Meerbeek B, et al. Additive manufacturing of zirconia ceramics by material jetting. J Eur Ceram Soc. 2021;41(10):5292-306.
- 49. Shi Y, Wang W. 3D inkjet printing of the zirconia ceramic implanted teeth. Mater Lett. 2020;261:e127131.
- 50. Zhang F, Spies BC, Willems E, Inokoshi M, Wesemann C, Cokic SM, et al. 3D printed zirconia dental implants with integrated directional surface pores combine mechanical strength with favorable osteoblast response. Acta Biomater. 2022;150:427-41.
- 51. Griffith M, Halloran J. Freeform Fabrication of Ceramics via Stereolithography. J Am Ceram Soc. 1996;(79):2601-8.
- 52. Felzmann R, Gruber S, Mitteramskogler G, Tesavibul P, Boccaccini AR, Liska R, et al. Lithography-Based Additive Manufacturing of Cellular Ceramic Structures. Adv Eng Mater. 2012;14(12):1052-8.
- 53. Provin C, Monneret S, Gall HL, Corbel S. Three-dimensional ceramic microcomponents made using microstereolithography. Adv Mater. 2003;15(12):994-7.
- 54. Pan Y, Zhao X, Zhou C, Chen Y. Smooth surface fabrication in mask projection based stereolithography. J Manuf Process. 2012;14(4):460-70.
- 55. Branco AC, Colaço R, Figueiredo-Pina CG, Serro AP. Recent advances on 3Dprinted zirconia-based dental materials: A review. Materials. 2023;16(5):1860-94.
- 56. Rodrigues I, Guedes M, Olhero S, Chefdor A, Branco AC, Leite M, et al. Development of free binder zirconia-based pastes for the production of dental pieces by robocasting. J Manuf Process. 2020;57:1-9.

- 57. Fayazfar H, Liravi F, Ali U, Toyserkani E. Additive manufacturing of high loading concentration zirconia using high-speed drop-on-demand material jetting. Int J Adv Manuf Technol. 2020;109(9):2733-46.
- 58. Odman P, Andersson B. Procera AllCeram crowns followed for 5 to 10.5 years: a prospective clinical study. Int J Prosthodont. 2001;14(6):504-9.
- 59. Dehurtevent M, Denis C, Béhin P. Céramiques additives et CFAO. Cah Prothèse. 2019;(185):2-11.
- 60. Li H, Liu Y, Liu Y, Hu K, Lu Z, Liang J. Investigating the relation between debinding atmosphere and mechanical properties of stereolithography-based threedimensional printed AI 2 O 3 ceramic. Proc Inst Mech Eng Part B J Eng Manuf. 2020;234(14):1686-94.
- 61. Baumgartner S, Gmeiner R, Schönherr JA, Stampfl J. Stereolithography-based additive manufacturing of lithium disilicate glass ceramic for dental applications. Mater Sci Eng C. 1 2020;116:e111180.
- 62. Revilla-León M, Mostafavi D, Methani MM, Zandinejad A. Manufacturing accuracy and volumetric changes of stereolithography additively manufactured zirconia with different porosities. J Prosthet Dent. 2022;128(2):211-5
- 63. Manière C, Kerbart G, Harnois C, Marinel S. Modeling sintering anisotropy in ceramic stereolithography of silica. Acta Mater. 2020;182:163-71.
- 64. Qian C, Hu K, Lu Z, Li P. Volume shrinkage and conversion rate of Al2O3 ceramic stereolithography suspension polymerised by ultraviolet light. Mater Chem Phys. 2021;267:e124661.
- 65. Rahaman MN. Kinetics and mechanisms of densification. In: Fang ZZ, éditeur. Sintering of Advanced Materials. Woodhead Publishing; 2010. p. 33-64. (Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering).
- 66. Tikare V, Braginsky M, Olevsky E, Johnson DL. Numerical Simulation of Anisotropic Shrinkage in a 2D Compact of Elongated Particles. J Am Ceram Soc. 2005;88(1):59-65.
- 67. Zavaliangos A, Missiaen JM, Bouvard D. Anisotropy in Shrinkage During Sintering. Sci Sinter. 2006;38(1)13-25.
- 68. Olevsky E, Skorohod V. Deformation aspects of anisotropic-porous bodies sintering. J Phys IV Colloq. 1993;03(C7):739-42.
- 69. Heunisch A, Dellert A, Roosen A. Effect of powder, binder and process parameters on anisotropic shrinkage in tape cast ceramic products. J Eur Ceram Soc. 2010;30(16):3397-406.
- 70. Krug S, Evans JRG, ter Maat JHH. Differential sintering in ceramic injection moulding: particle orientation effects. J Eur Ceram Soc. 2002;22(2):173-81.

- 71. Patwardhan JS, Cannon WR. Factors influencing anisotropic sintering shrinkage in tape-cast alumina: effect of processing variables. J Am Ceram Soc. 2006;89(10):3019-26.
- 72. Shui A, Zeng L, Uematsu K. Relationship between sintering shrinkage anisotropy and particle orientation for alumina powder compacts. Scr Mater. 2006;55(9):831-4.
- 73. Pan J, Ch'ng HN, Cocks ACF. Sintering kinetics of large pores. Mech Mater. 2005;37(6):705-21.
- 74. Raj PM, Cannon WR. Anisotropic shrinkage in tape-cast alumina: role of processing parameters and particle shape. J Am Ceram Soc. 1999;82(10):2619-25.
- 75. Ozer IO, Suvaci E, Karademir B, Missiaen JM, Carry CP, Bouvard D. Anisotropic sintering shrinkage in alumina ceramics containing oriented platelets. J Am Ceram Soc. 2006;89(6):1972-6
- 76. Wu M, Messing GL. Fabrication of oriented sic-whisker-reinforced mullite matrix composites by tape casting. J Am Ceram Soc. 1994;77(10):2586-92.
- 77. Fang ZZ. Sintering of Advanced Materials. Elsevier; 2010. 502 p.
- 78. Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: A systematic review. Dent Mater. 2005;21(10):962-70.
- 79. Schwarzer E, Holtzhausen S, Scheithauer U, Ortmann C, Oberbach T, Moritz T, et al. Process development for additive manufacturing of functionally graded alumina toughened zirconia components intended for medical implant application. J Eur Ceram Soc. 2019;39(2):522-30.
- 80. He R, Liu W, Wu Z, An D, Huang M, Wu H, et al. Fabrication of complex-shaped zirconia ceramic parts via a DLP- stereolithography-based 3D printing method. Ceram Int. 2018;44(3):3412-6.
- Liu K, Shi Y, Li C, Hao L, Liu J, Wei Q. Indirect selective laser sintering of epoxy resin-Al2O3 ceramic powders combined with cold isostatic pressing. Ceram Int. 2014;40(5):7099-106.
- 82. German R. Sintering: from empirical observations to scientific principles. Butterworth-Heinemann; 2014. 549 p.
- 83. Cheng YC, Lin DH, Jiang CP, Lin YM. Dental implant customization using numerical optimization design and 3-dimensional printing fabrication of zirconia ceramic. Int J Numer Methods Biomed Eng. 2017;33(5):e2820.
- 84. Jagota A, Mikeska KR, Bordia RK. Isotropic constitutive model for sintering particle packings. J Am Ceram Soc. 1990;73(8):2266-73.

- 85. Boccaccini AR. Shrinkage anisotropy of glass powder compacts sintered in dilatometers. J Mater Res. 1998;13(6):1693-7.
- 86. Boccaccini AR, Olevsky EA. Anisotropic shrinkage during sintering of glasspowder compacts under uniaxial stresses: Qualitative assessment of experimental evidence. Metall Mater Trans A. 1997;28(11):2397-404.
- Boccaccini AR, Trusty PA. In Situ Characterization of the Shrinkage Behavior of Ceramic Powder Compacts during Sintering by Using Heating Microscopy. Mater Charact. 1998;41(4):109-21
- Curto H. Couplage de la stéréolithographie et du frittage par micro-ondes pour l'élaboration rapide de pièces céramiques en alumine et zircone [Thèse de doctorat]. [Valenciennes, France]. Université Polytechnique Hauts-de-France; 2020.
- 89. Lichtner A, Roussel D, Röhrens D, Jauffres D, Villanova J, Martin C, et al. Anisotropic sintering behavior of freeze-cast ceramics by optical dilatometry and discrete-element simulations. Acta Mater. 2018;155:343-9.
- 90. Crawford RJ, Throne JL. Mechanical part design. In: Rotational Molding Technology. Norwich, NY: William Andrew Publishing; 2002. p. 307-65. (Plastics Design Library).
- 91. Landis EN, Keane DT. X-ray microtomography. Mater Charact. 2010;61(12):1305-16.
- 92. Lüchtenborg J, Willems E, Zhang F, Wesemann C, Weiss F, Nold J, et al. Accuracy of additively manufactured zirconia four-unit fixed dental prostheses fabricated by stereolithography, digital light processing and material jetting compared with subtractive manufacturing. Dent Mater. 2022;38(9):1459-69.
- 93. Wang W, Sun J. Dimensional accuracy and clinical adaptation of ceramic crowns fabricated with the stereolithography technique. J Prosthet Dent. 2020;125(4):657-63.
- 94. Güth JF, Keul C, Stimmelmayr M, Beuer F, Edelhoff D. Accuracy of digital models obtained by direct and indirect data capturing. Clin Oral Investig. 2013;17(4):1201-8.
- 95. Rudolph H, Luthardt RG, Walter MH. Computer-aided analysis of the influence of digitizing and surfacing on the accuracy in dental CAD/CAM technology. Comput Biol Med. 2007;37(5):579-87.
- 96. Pelekanos S, Koumanou M, Koutayas SO, Zinelis S, Eliades G. Micro-CT evaluation of the marginal fit of different In-Ceram alumina copings. Eur J Esthet Dent Off J Eur Acad Esthet Dent. 2009;4(3):278-92.
- Tapie L, Chiche N, Boitelle P, Morenton P, Attal JP, Schmitt N, et al. Adaptation measurement of CAD/CAM dental crowns with X-ray micro-CT: metrological chain standardization and 3D gap size distribution. Adv Mater Sci Eng. 2016;16(1): e7963928.

- 98. Edwards Rezende CE, Sanches Borges AF, Macedo RM, Rubo JH, Griggs JA. Dimensional changes from the sintering process and fit of Y-TZP copings: Micro-CT analysis. Dent Mater. 2017;33(11):e405-13.
- 99. O'Toole S, Osnes C, Bartlett D, Keeling A. Investigation into the accuracy and measurement methods of sequential 3D dental scan alignment. Dent Mater. 2019;35(3):495-500.
- 100. Delormel V. Mise en forme des céramiques dentaires par stéréolithographie : état de l'art et problématique du taux de retrait. [Thèse d'exercice de chirurgie dentaire]. [Lille, France]: Université de Lille; 2022.
- 101. Kirihara S. Systematic compounding of ceramic pastes in stereolithographic additive manufacturing. Materials. 2021;14(22):7090-102.
- 102. Zhang K, He R, Ding G, Bai X, Fang D. Effects of fine grains and sintering additives on stereolithography additive manufactured Al2O3 ceramic. Ceram Int. 2021;47(2):2303-10.
- 103. Abualsaud R, Alalawi H. Fit, precision, and trueness of 3D-printed zirconia crowns compared to milled counterparts. Dent J. 2022;10(11):215.
- 104. Anssari Moin D, Hassan B, Wismeijer D. A novel approach for custom threedimensional printing of a zirconia root analogue implant by digital light processing. Clin Oral Implants Res. 2017;28(6):668-70.
- 105. Chen F, Wu YR, Wu JM, Zhu H, Chen S, Hua SB, et al. Preparation and characterization of ZrO2-Al2O3 bioceramics by stereolithography technology for dental restorations. Addit Manuf. 2021;44:e102055
- 106. Fu X, Zou B, Xing H, Li L, Li Y, Wang X. Effect of printing strategies on forming accuracy and mechanical properties of ZrO2 parts fabricated by SLA technology. Ceram Int. 2019;45(14):e17630-7.
- 107. Hsu H, Lee SY, Chang S, Lo C, Lin YM. Shrinkage prediction using finite element analysis and experimental validation using three-dimension slurry printing system. Int J Adv Manuf Technol. 2017;91:1289–96
- 108. Jiang CP, Hsu HJ, Lee SY. Development of mask-less projection slurry stereolithography for the fabrication of zirconia dental coping. Int J Precis Eng Manuf. 2014;15(11):2413-9.
- 109. Li R, Wang Y, Hu M, Wang Y, Xv Y, Liu Y, et al. Strength and adaptation of stereolithography-fabricated zirconia dental crowns: an in vitro study. Int J Prosthodont. 2019;32(5):439-43.
- 110. Lee HB, Bea EJ, Lee WS, Kim JH. Trueness of stereolithography ZrO<sub>2</sub> crowns with different build directions. Dent Mater J. 2023;42(1):42-8.
- 111. Li H, Song L, Sun J, Ma J, Shen Z. Stereolithography-fabricated zirconia dental prostheses: concerns based on clinical requirements. Adv Appl Ceram. 2020;119(5-6):236-43.

- 112. Li R, Xu T, Wang Y, Sun Y. Accuracy of zirconia crowns manufactured by stereolithography with an occlusal full-supporting structure: an in vitro study. J Prosthet Dent. 2023;130(6):902-7.
- 113. Li B, Jiang Q, Meng D. Evaluation of the trueness and adaptation of zirconia crowns fabricated with stereolithography. Dent Mater J. 2023;42(3):441-8.
- 114. Lian Q, Sui W, Wu X, Yang F, Yang S. Additive manufacturing of ZrO2 ceramic dental bridges by stereolithography. Rapid Prototyp J. 2018;24(1):114-9.
- 115. Lian Q, Wu X, Li D, He X, Meng J, Liu X, et al. Accurate printing of a zirconia molar crown bridge using three-part auxiliary supports and ceramic mask projection stereolithography. Ceram Int. 2019;45(15):e18814-22.
- 116. Lyu J, Yang X, Li Y, Tan J, Liu X. Dimensional accuracy and clinical adaptation of monolithic zirconia crowns fabricated with the nanoparticle jetting technique. J Prosthet Dent. 2023 ; [article in press].
- 117. Meng J, Lian Q, Xi S, Yi Y, Lu Y, Wu G. Crown fit and dimensional accuracy of zirconia fixed crowns based on the digital light processing technology. Ceram Int. 2022;48(12):e17852-63.
- 118. Revilla-León M, Methani MM, Morton D, Zandinejad A. Internal and marginal discrepancies associated with stereolithography (SLA) additively manufactured zirconia crowns. J Prosthet Dent. 2020;124(6):730-7.
- 119. Wang W, Yu H, Liu Y, Jiang X, Gao B. Trueness analysis of zirconia crowns fabricated with 3-dimensional printing. J Prosthet Dent. 2019;121(2):285-91.
- 120. Xing H, Zou B, Li S, Fu X. Study on surface quality, precision and mechanical properties of 3D printed ZrO2 ceramic components by laser scanning stereolithography. Ceram Int. 2017;43(18):e16340-7.
- 121. Alenezi A, Yehya M. Evaluating the accuracy of dental restorations manufactured by two cad/cam milling systems and their prototypes fabricated by 3d printing methods: an in vitro study. Int J Prosthodont. 2023;36(3):293-300.
- 122. Schönherr JA, Baumgartner S, Hartmann M, Stampfl J. Stereolithographic additive manufacturing of high precision glass ceramic parts. Materials. 2020;13(7):1492-504.
- 123. Unkovskiy A, Beuer F, Metin DS, Bomze D, Hey J, Schmidt F. Additive manufacturing of lithium disilicate with the lcm process for classic and non-prep veneers: preliminary technical and clinical case experience. Materials. 2022;15(17):e6034-41.
- 124. McLean JW, von Fraunhofer JA. The estimation of cement film thickness by an in vivo technique. Br Dent J. 1971;131(3):107-11.
- 125. Bosch G, Ender A, Mehl A. A 3-dimensional accuracy analysis of chairside CAD/CAM milling processes. J Prosthet Dent. 2014;112(6):1425-31.

- 126. Omori S, Komada W, Yoshida K, Miura H. Effect of thickness of zirconia-ceramic crown frameworks on strength and fracture pattern. Dent Mater J. 2013;32(1):189-94.
- 127. Urapepon S, Taenguthai P. The effect of zirconia framework design on the failure of all-ceramic crown under static loading. J Adv Prosthodont. 2015;7(2):146-50.
- 128. Zhang K, Meng Q, Zhang X, Qu Z, Jing S, He R. Roles of solid loading in stereolithography additive manufacturing of ZrO2 ceramic. Int J Refract Met Hard Mater. 2021;99:e105604.
- 129. Zhang K, Xie C, Wang G, He R, Ding G, Wang M, et al. High solid loading, low viscosity photosensitive Al2O3 slurry for stereolithography based additive manufacturing. Ceram Int. 2019;45(1):203-8.
- 130. Cramer CL, Wilt JK, Campbell QA, Han L, Saito T, Nelson AT. Accuracy of stereolithography printed alumina with digital light processing. Open Ceram. 2021;8:e100194.
- 131. Gonzalez P, Schwarzer E, Scheithauer U, Kooijmans N, Moritz T. Additive manufacturing of functionally graded ceramic materials by stereolithography. JoVE J Vis Exp. 2019;(143):e57943.
- 132. Denis C, Robberecht L, Delattre J, Deveaux E, Hornez JC, Dehurtevent M. Effect of dimensional variations on the manufacturing process and the 3D shrinkage ratio of stereolithographic dental alumina ceramics. Dent Mater J. 2023;2022-102.
- 133. Mitteramskogler G, Gmeiner R, Felzmann R, Gruber S, Hofstetter C, Stampfl J, et al. Light curing strategies for lithography-based additive manufacturing of customized ceramics. Addit Manuf. 2014;1-4:110-8.
- 134. Laurent M, Scheer P, Dejou J, Laborde G. Clinical evaluation of the marginal fit of cast crowns validation of the silicone replica method. J Oral Rehabil. 2008;35(2):116-22.
- 135. Halloran JW. Ceramic stereolithography: additive manufacturing for ceramics by photopolymerization. Annu Rev Mater Res. 2016;46(1):19-40.
- 136. Abduo J, Lyons K, Bennamoun M. Trends in computer-aided manufacturing in prosthodontics: a review of the available streams. Int J Dent. 2014:e783948.
- 137. Tian X, Li D, Chen Z, Zhou W. Study on the fabrication accuracy of ceramic parts by direct stereolithography. Virtual Phys Prototyp. 2012;7(3):195-202.
- 138. Denes E, Barrière G, Poli E, Lévêque G. Alumina biocompatibility. J Long Term Eff Med Implants. 2018;28(1):9-13.
- 139. Rahmati M, Mozafari M. Biocompatibility of alumina-based biomaterials–A review. J Cell Physiol. 2019;234(4):3321-35.

140. Yanagisawa M, Hotta T, Tsubzki JI, Hosona H. Discoloration of alumina ceramics with ultraviolet radiation and elucidation of its mechanism. J Ceram Soc Jpn. 1993;101(1178):1189-91.

141. Lima JM da C, Tribst JPM, Anami LC, de Melo RM, Moura DMD, Souza ROA, et al. Long-term fracture load of all-ceramic crowns: Effects of veneering ceramic thickness, application techniques, and cooling protocol. J Clin Exp Dent. 2020;12(11):e1078-85.

# Table des illustrations

## 1.1. Tables des figures

Figure 1 : schéma d'une couronne céramo-céramique...... 10 Figure 2 : schéma des microstructures des céramiques vitreuses et polycristallines [1] Figure 3 : schéma des trois formes allotropiques de la structure cristalline de la zircone Figure 4 : diagramme de phase de la zircone en fonction de la proportion d'oxyde Figure 5 : schéma du procédé de mise en forme additive d'un modèle CAO [31].... 17 Figure 6 : schéma du procédé de mise en forme par stéréolithographie et masque Figure 7 : logiciel gérant la mise en forme par SLA sur l'ordinateur (à gauche) (CryoCeram<sup>®</sup>, CryoBeryl Software<sup>®</sup>) et à la machine de mise en forme (à droite) Figure 8 : cycle de fabrication lors d'une mise en forme par SLA [59]...... 22 Figure 9 : traitements thermiques de déliantage et de densification des céramiques Figure 10 : schéma représentant, la densité, le retrait, la taille des grains et la porosité d'une pièce en céramique en fonction de la température lors de la densification..... 24 Figure 11 : observation au microscope électronique à balayage (grossissement x500) de la surface d'une céramique crue mise en forme par SLA, (A) et d'une céramique Figure 12 : schéma représentant l'anisotropie de retrait ; le retrait perpendiculaire à la direction d'alignement des couches est supérieur à celui qui leur est parallèle. Les taux Figure 13 : analyse par dilatomètre réalisée sur des pièces mises en forme par SLA Figure 15 : conception des pièces en U, composées de deux parallélépipèdes connectés (zone 1 et 2) de différentes hauteurs "Height-variation" (A) et différentes longueurs "Length-variation" (B). Pour l'analyse dimensionnelle, les différentes cotes sont nommées W1 et W2 dans la largeur, L1 et L2 dans la longueur et H1 et H2 dans Figure 16: plateau dans la barbotine durant la mise en forme (A), plateau d'impression hors de la barbotine à la fin de la mise en forme de deux pièces par SLA (B). ...... 41 Figure 17 : défauts de mise en forme par SLA pouvant être rencontrés. La flèche rouge montre un délaminage, les flèches orange des défauts de forme tel qu'un bombé.. 42 Figure 18 : A = pièce en céramique alumineuse mise en forme par SLA du modèle H crue (à gauche) et densifiée (à droite) ; B = pièce en céramique alumineuse mise en Figure 19 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier des pièces numérisées et leur modèle informatique respectif pour les pièces avec variations de longueur crues (A) et denses (C) et les pièces avec variation de hauteur crues (B) et denses (D). Flèches noires en pointillés = axe Z de mise en forme des couches Figure 20 : déformations dépendant de la viscosité, de la surface et de l'écart entre les Figure 21 : armature de bridge réalisée par CAO ; DentalWings<sup>®</sup>, Straumann<sup>®</sup> (A). Orientation bucco-palatine ou mésio-distale de la construction (B ; flèche : axe de mise en forme). Surfaces de différentes couches successives le long de l'orientation buccopalatine (C à G). Surface de différentes couches successives selon l'orientation mésio-Figure 22 : trois modèles cylindriques simplifiés d'armature de couronne : petit cylindre (« Small ») selon une orientation verticale (A) et horizontale (B), moyen cylindre (« Medium ») (C) et grand cyliondre (« Large ») (D) selon une orientation horizontale. Flèches noires = axe Z de mise en forme des couches successives par DLP. ...... 52 Figure 23 : photographies des petits cylindres creux (« Small ») à la fin de la mise en Figure 24 : zone d'études des déformations sur l'extrados (A) et l'intrados (B) des Figure 25 : variations des déformations au niveau de la couche centrale dans l'intrados des petits cylindres verticaux (S.V), des petits cylindres horizontaux (S.H), des Figure 26 : variations des déformations au niveau de la dernière couche de l'extrados des petits cylindres verticaux (S.V), des petits cylindres horizontaux (S.H), des Figure 27 : déformations dépendant de la viscosité, de l'écart entre les couches, de la surface totale de l'intrados, de l'extrados et de la couche intermédiaire en fonction des petits cylindres verticaux (S.V), des petits cylindres horizontaux (S.H), des cylindres Figure 28 : capture d'écran du logiciel CreationWorkshop® où les armatures de couronnes ont été orientées selon trois sens (de gauche à droite : vestibulo-palatin, occluso-cervical, mésio-distal) puis surdimensionnées et supportés par des piliers. 61 Figure 30 : zone d'études des déformations sur l'extrados (A), l'intrados (B) et la marge Figure 31 : fichier .STL de l'échantillon 1 (BP 1, MD 1, ou OC 1) (A), fichier .STL (en rouge) de l'échantillon 2 à 8 superposé au fichier STL de l'échantillon 1 pris comme Figure 32 : captures d'écran du logiciel Geomagic ControlX<sup>®</sup>. Alignement par transformation en 3 points (A), zones sélectionnées sur le talon radiculaire pour Figure 33 : captures d'écran du logiciel Geomagic ControlX<sup>®</sup> des 3 zones étudiées : Figure 34 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier de l'armature numérisée et le modèle informatique. Vues de l'extrados d'armatures mises en forme selon l'orientation vestibulo-palatine (VP) (A, B, C), mésio-distale (MD) (D,E,F) et occluso-cervicale (OC) (G,H,I). Flèches noires en pointillés = axe Z de mise en forme 

Figure 35 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier de l'armature numérisée et le modèle informatique. Vues de l'intrados et de la zone marginale d'armatures mises en forme selon l'orientation vestibulo-palatine (A, B), mésio-distale Figure 36 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier de l'armature numérisée (échantillons 2 à 8) et le fichier de l'armature numérisée de l'échantillon 1 pris comme référence. Vues de l'extrados d'armatures mises en forme selon l'orientation vestibulo -palatine (A, B,C), mésio-distale (D,E,F) et occluso-cervicale Figure 37 : cartographie de couleurs des déviations entre le fichier de l'armature numérisée (échantillons 2 à 8) et le fichier de l'armature numérisée de l'échantillon 1 pris comme référence. Vues de l'intrados et de la zone marginale d'armatures mises en forme selon l'orientation vestibulo-palatine (A, B), mésio-distale (D, E,) et occluso-Figure 38 : cartographie de couleurs des déviations entre le pilier dentaire nu et les piliers dentaires surfacé au silicone numérisés représentant les hiatus entre les armatures mises en forme par SLA au niveau occlusal, axial et cervical selon l'orientation vestibulo-palatine (A, B, C), mésio-distale (D, E, F) et occluso-cervicale Figure 39 : coupe transversale (imagerie micro-tomographique) d'armatures sur le pilier dentaire. A: adaptation correcte avec faibles hiatus occlusaux, axiaux et marginaux (flèches vertes). B : adaptation moyenne avec hiatus marginaux correcte mais hiatus occlusaux et axiaux importants. C : adaptation mauvaise malgré des hiatus occlusaux et axiaux faibles car hiatus marginaux importants (flèches pointillées rouge) dus à des contacts prématurés sur les parois occlusale et axiale (flèches pleines rouges)......75 Figure 40 : vues mésiale (à gauche), vestibulaire (au centre) et distale à (droite), sur son pilier dentaire, d'une armature densifiée mise en forme à l'aide de l'équipement Figure 41 : surface d'une pièce mise en forme par SLA densifiée, observée par Figure 42 : comparaison de la couleur des pastilles mises en forme par coulage ou par Figure 43 : graphique illustrant les moyennes et écart-types des moyennes quadratiques des déviations (RMS, en mm) représentant la fidélité de mise en forme entre l'échantillon n°1 et les échantillons 2 à 8 numérisés mises en forme par SLA pour l'extrados, l'intrados et la marge cervicale selon l'orientation vestibulo-palatine (VP), mésio-distale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étudiées pour une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules 

## 1.2. Tables des tableaux

Tableau 1 : propriétés mécaniques de différentes céramiques dentaires. Module d'élasticité : E (GPa) ; dureté : H (GPa) ; ténacité : T (MPa.m<sup>1</sup>/<sub>2</sub>) ; résistance en flexion Tableau 2 : équation de recherche dans les différentes bases de données scientifiques Tableau 3 : technologies et résines compatibles disponibles sur le marché ayant Tableau 4 : technologies et résines compatibles en recherche et développement ayant Tableau 5 : déformations des pièces crues, des pièces densifiées et taux de retrait pour les pièces avec variation de hauteur "Height-variation". Une lettre majuscule indique une différence statistique entre les valeurs W, H ou H au sein d'une même zone. Une lettre minuscule indique la différence statistique entre la zone 1 et la zone Tableau 6 : Déformations des pièces crues, des pièces densifiées et taux de retrait pour les pièces avec variation de longueur "Length-variation". Une lettre majuscule indique une différence statistique entre les valeurs W, H ou H au sein d'une même zone. Une lettre minuscule indique la différence statistique entre la zone 1 et la zone Tableau 7 : moyennes quadratiques des déviations (RMS, en µm) entre les modèles réels et théoriques pour l'extrados et l'intrados des petits (S), moyens (M) et grands cylindres (L). Les lettres similaires montrent une différence significative (P<0,05)... 55 Tableau 8 : moyennes quadratiques des déviations entre les modèles réels et théoriques pour l'extrados et l'intrados des petits cylindres (S) mis en forme selon une orientation horizontale ou verticale. Les lettres similaires montrent une différence Tableau 9 : moyennes et écart-types des moyennes quadratiques des déviations (RMS, en µm) représentant la justesse de mise en forme entre l'armature initiale modélisée et les armatures numérisées mises en forme par SLA pour l'extrados, l'intrados et la marge cervicale selon l'orientation vestibulo-palatine (VP), mésio-distale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étudiées pour une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05). Les valeurs de RMS d'orientations de mise en forme pour une même zone étudiée présentant des lettres majuscules Tableau 10 : moyennes et écart-types des moyennes guadratiques des déviations (RMS, en µm) représentant la fidélité de mise en forme entre l'échantillon n°1 et les échantillons 2 à 8 numérisés mises en forme par SLA pour l'extrados, l'intrados et la marge cervicale selon l'orientation vestibulo-palatine (VP), mésio-distale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étudiées pour une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules similaires montrent une Tableau 11 : moyennes et écart-types des moyennes guadratiques des déviations (RMS, en µm) entre le pilier dentaire nu et les piliers dentaires surfacé au silicone numérisés représentant les hiatus entre les armatures mises en forme par SLA au

niveau occlusal, axial et cervical selon l'orientation vestibulo-palatine (V	'P), mésio-
distale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étu	idiées pour
une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules	s similaires
montrent une différence significative (P<0,05). Les valeurs de RMS d'oriel	ntations de
mise en forme pour une même zone étudiée présentant des lettres i	majuscules
similaires montrent une différence significative (P<0,05)	72
Tableau 12 : résultats test de contact indirect	79
Tableau 13 : résultats des tests de contact direct à 3 et 6 jours	79

# 1.3. Tables des équations

Équation 1	
Équation 2	
Équation 3	
Equation 4	
1	

## <u>Annexes</u>

Annexe 1 : résultats détaillés de la revue de littérature concernant l'alumine, d'après [100].

Auteur, journal, année	Technique de mise en forme/ pièce	Aspect dimensionnel étudié et moyen de mesure	Résultats	Spécificités /Commentaires
Dehurtevent, 2017. Dental Materials [25]	DLP (CryoCeram Printer <sup>®</sup> ) sur des barres en alumine	- Mesure au micromètre de précision 0,01mm.	<ul> <li>Le retrait est, dans tous les cas, supérieur dans l'axe de mise en forme des couches</li> <li>Retrait moyen pour le groupe L80 : <ul> <li>longueur 17,2%</li> <li>épaisseur 14%</li> <li>largeur 19,1%</li> </ul> </li> </ul>	<ul> <li>Mise en forme de barre de dimension 22x4x1,3 mm.</li> <li>6 groupes différents avec 10 pièces par groupe : mise en forme par SLA avec des concentrations et des tailles de particules de céramiques différentes.</li> <li>Les groupes sont répartis en particules larges et petites à différentes concentrations de matière sèche. Un groupe contrôle de pièces usinées est présent.</li> <li>Test de mise en forme d'une couronne avec le groupe L80.</li> <li>L'augmentation en matière sèche diminue le retrait.</li> <li>La taille des particules n'influence pas le retrait.</li> <li>Le retrait dans les groupes de pièces mises en forme par SLA est plus important que le retrait dans le groupe des pièces usinées.</li> <li>Le retrait est anisotrope.</li> </ul>
Kirihara, 2021. Materials [101]	SLA, couronne en alumine	- Scanner 3D (SOL 3D®) des pièces et du fichier STL.	<ul> <li>Retrait en volume de 20%.</li> <li>Retrait linéaire en verticale de 8,1% et en horizontal de 6,7%.</li> </ul>	- Mélange de particules larges (1,7 μm) et de particules fines (170nm) à 70% et 10% respectivement.
Wang, 2020. The Journal of Prosthetic Dentistry [93]	DLP (CeraFab7500 <sup>®</sup> ) (CF) pour l'alumine et CSL150 <sup>®</sup> (CL) pour la zircone sur une couronne de première molaire maxillaire	<ul> <li>Scannage par scanner extraoral (D700, 3Shape<sup>®</sup>) et comparaison dans Geomagic 2014<sup>®</sup>.</li> <li>Méthode par réplica au silicone sous pression digitale mesurée en 4 points.</li> </ul>	<ul> <li>Précision dimensionnelle : CF=41±11 μm, CL= 65±6μm et usinée= 72 ±13μm</li> <li>Adaptation marginale CF=93±32 μm, CL= 109±27μm et usinée= 62±9μm</li> </ul>	<ul> <li>Espace interne pour le ciment paramétré à 30 µm.</li> <li>Fabrication de 10 couronnes par groupes.</li> <li>Comparaison de la précision d'adaptation et de forme entre la SLA et la fabrication soustractive.</li> <li>Précision dimensionnelle significativement meilleure en SLA par rapport à la fabrication soustractive.</li> <li>Adaptation moins bonne pour les couronnes fabriquées par SLA notamment en marginal, occlusal et aux pointes cuspidiennes mais néanmoins cliniquement acceptable.</li> </ul>

Zhang,	DLP (AutoCera®)	- Étude du retrait au micromètre	Retrait linéaire mesuré	- Test de différentes compositions de barbotine en
2020.	barre de 36x4x3 mm	digital (211-101)	dans les différents axes :	mélangeant de différentes tailles de particules.
International	en alumine		$x = 17,22\pm0,35\%$ $y = 17.12\pm0.49\%$	de particules fines et larges d'alumine et contenant un melange
[102]			z= 21,43±0,54%	mélange d'additifs de cuisson
				- L'ajout de grains fins à permet d'améliorer les propriétés
				finales de la pièce

Auteur, journal, année	Technique de mise en forme/ pièce	Aspect dimensionnel étudié et moyen de mesure	Résultats	Spécificités /Commentaires
Abualsaud, 2022. Dentistry journal [103]	SLA Ceramaker C900 Flex, (3DCeram Sinto <sup>®</sup> ), couronnes monolithiques sur première molaire mandibulaire	- Geomagic Control X. Justesse et fidélité : 5 zones d'intérêt (total, occlusal, marginal, axial, intrados). Espacement au pilier : 4 zones (totalité, occlusale, axiale, marginale)	Justesse RMSE 8,77 à 23,90μm. Fidélité : 7,82 à 10,68 μm. Espacement : 38,26 à 47,5 μm.	<ul> <li>Acquisition par scanner 3Shape TRIOS 3</li> <li>Comparaison entre le fichier STL de la pièce et celui du scan optique de la pièce.</li> <li>Comparaison entre le scan du pilier sans (référence) et avec le matériau d'espacement (silicone basse viscosité)</li> </ul>
Anssari Moin, 2017. Clinical Oral Implants Resarch [104]	DLP (Admatec <sup>®</sup> ), incisive naturelle mandibulaire en céramique (pas de précision sur le type de céramique)	- Scanner optique (Atos II®).	RMSE entre 0,15 et 0,18 mm en fonction des pièces comparées. Erreurs maximales entre 0,86 et 0,66 mm.	<ul> <li>Acquisition de la dent par CBCT.</li> <li>Comparaison entre le scan optique de la dent naturelle et celui de la pièce imprimée.</li> <li>Comparaison entre le fichier STL de la pièce et celui du scan optique de la pièce.</li> </ul>
Chen, 2021. Additive Manufacturing [105]	SLA (CeraBuilder 100 <sup>®</sup> ), barre 30x 5x 4 mm en zircone et alumine mélangés (ZrO2-Al2-O3)	- Non renseigné	- Retrait moyen x et y= 21,8 % et z= 23%.	<ul> <li>Expérience sur la biocompatibilité par culture cellulaire : pas de cytotoxicité et très bonne biocompatibilité.</li> </ul>
Fu, 2019. Ceramics International [106]	SLA (CeraMaker <sup>®</sup> ), barre de 35x4x3mm en zircone	- La longueur est mesurée par pied à coulisse et la largeur et la hauteur par micromètre digital (précision de 0,001mm).	<ul> <li>Retrait moyen de 19,5% dont 7,2% au déliantage avec des différences entres les axes.</li> <li>Paramètres de surdimensionnement x= 1,2402, y= 1,2343 et z= 1,2442.</li> <li>Barre finale : 34,95 x 3,99 x 3,00mm.</li> </ul>	<ul> <li>Étude de l'influence de la puissance du laser sur la précision dimensionnelle : meilleure stabilité dimensionnelle à 360 mW.</li> <li>Mise en forme suivant deux orientations : largeur ou hauteur dans l'axe z.</li> <li>Le retrait dans l'axe de mise en forme (axe z) est supérieur à celui des deux autres axes.</li> </ul>

## Annexe 2 : résultats détaillés de la revue de littérature concernant la zircone, d'après [100].

Hsu, 2016, The International Journal of Advanced Manufacturing [107]	SLA sur zircone. Barre de 20x10 x 1 à 4 mm et couronne incisive	- Mesure de l'espacement interne par scannage d'une demi- couronne et mesure avec SolidWorks <sup>®</sup> ou mesure manuelle par image 2,5D.	Retrait moyen en fonction des axes : x=22,68% y=22,65% z=22,65% et retrait volumique est de 53,74%	<ul> <li>- L'étude donne une équation de régression qui permet d'anticiper le retrait en fonction des paramètres d'impression.</li> <li>- Mesure de l'espacement sur une couronne d'incisive : espacement maximal inférieur à 100 μm.</li> </ul>
Jiang, 2014. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing [108]	DLP modèle multi- angle en zircone	- Machine de mesure d'image 2.5D	<ul> <li>Variation dimensionnelle inférieure à 20 μm sur la pièce crue.</li> <li>Retrait global linéaire de 23,5% après traitement thermique.</li> </ul>	-Test de nombreuses variations dans les paramètres : la taille des particules sur la rhéologie du bain, variations dans le temps d'exposition par couche sur la profondeur de polymérisation.
Li, 2019. Digital Dental Technologies [109]	SLA top down (CSL150®) - cube de 5x2,5x30mm et disque de diamètre 12,5mm et d'épaisseur 2,5mm en zircone - couronne d'une première molaire maxillaire en zircone	<ul> <li>Pied à coulisse (précision 0,01mm) pour mesurer le retrait.</li> <li>Méthode du réplica en silicone et scan par scanner intra-oral (CEREC<sup>®</sup>) pour l'adaptation.</li> </ul>	Retrait du cube en fonction des axes : x=18,1% y=20% z=24,3% Espacement pour le ciment : -occlusal = 63,4±6,54 µm -axial= 135,08±10,55 µm -marginal=169,58±18,13 µm	<ul> <li>- 28 cubes (pour mesures dimensionnelles) et 5 couronnes (pour mesures d'adaptation) sont mis en place.</li> <li>- 3 zones de mesures d'adaptation : marginale, axiale et occlusale.</li> <li>- Cliniquement l'adaptation marginale n'est pas acceptable.</li> </ul>

Lee, 2023. Dental Materials Journal [110]	SLA Ceramaker C900 Flex, (3DCeram Sinto <sup>®</sup> ), Couronne pour première molaire maxillaire	- Deux zones d'études (marginale et intrados) (Geomagic Verify)	RMSE : - intrados : de 38,24μm (BO) à 10'μm (BM) - marginal : de 48 ,59μm (BO) à 145,85 μm (BM)	- Acquisition par scanner intra-oral (Medit T500) - Comparaison en fonction de l'orientation de mise en forme : (face occlusal BO) ou zone marginale (BM) sur le plateau
Li, 2020. Advances in Applied Ceramics [111]	SLA sur zircone	- Calcul du retrait avant et après traitement thermique.	<ul> <li>Déviation moyenne sur pièce crue : x= +0,375mm y= +0,228mm z= -0,013mm</li> <li>Taux de retrait sur pièce cuite : x= 28,33% y=29,65% z=29,35%</li> </ul>	- Mise en forme de 6 pièces de dimensions théoriques en post- impression de 30x5x2,5mm.
Li, 2023, The Journal of Prosthetic Dentistry [112]	SLA (CS100 <sup>®</sup> ), première molaire maxillaire en zircone	<ul> <li>Mesure de la déviation dimensionnelle moyenne avec scanner 3D (TRIOS 3®) puis reverse engineering dans Geomagic studio 2013 ®.</li> <li>Mesure de l'adaptation avec la méthode du triple scan avec scanner 3D (D2000<sup>®</sup>)</li> </ul>	RMSE en $\mu$ m pour SLA/ usiné : - externe = 17,8±3,3 / 15,6±1, - interne = 16,4±2,3 / 13,1± 1,5 Adaptation en $\mu$ m pour SLA/ usiné : - occlusale = 111±21 / 97±11 - axiale = 90±14 / 83±19 - marginale = 66±12 / 64±8	<ul> <li>Comparaison de la précision de mise en forme et de l'adaptation entre 2 méthodes par SLA et l'usinage avec 6 couronnes par groupe.</li> <li>Espace pour le ciment paramétré à 80 µm en interne et 30 µm en marginal</li> <li>Comparaison de 2 structures supports entre les groupes misent en forme par SLA. Meilleur RMSE pour le groupe avec la structure support complète comparé aux piliers et pas de différence statistique pour adaptation externe entre SLA et usiné.</li> <li>Méthode du triple scan avec scellement par silicone sous 20 N de pression.</li> <li>Pas de différence significative pour la précision d'adaptation</li> </ul>

Li, 2023. Dental Materials Journal [113]	SLA (csl-100, Porimy 3D Printing Technology <sup>®</sup> ) Couronne pour première molaire maxillaire	<ul> <li>Mesure des déviations dimensionnelles (Geomagic studio 2013)</li> <li>Mesures de l'adaptation interne et marginale</li> </ul>	RMSE : - justesse : de 37,8 à 42,5 μm - fidélité: 37,8 μm -espacement occlusal : 144,2 μm - espacement marginal : 109,5 μm	- Acquisition par scanner intra-oral (3shape trios-3)
Lian, 2018. Rapid Prototyping Journal [114]	SLA (SPS450B <sup>®</sup> ) bridge 3 éléments en zircone	- Mesure de la déviation de la pièce crue par micro-CT et comparaison dans Geomagic Qualify 12 <sup>®</sup> .	<ul> <li>Meilleure précision pour la pièce mise en forme à 1200 mm/s.</li> <li>Retrait final compris entre 20 et 30%.</li> </ul>	<ul> <li>- 3 vitesses de déplacement du laser sont testées (800,1000 et 1200 mm/s).</li> <li>- Mesure du retrait approximatif sur une barre de 50x10x4mm.</li> <li>- Uniquement une pièce mise en forme.</li> <li>- Le retrait est anisotrope mais sans précision des valeurs.</li> </ul>
Lian, 2019. Ceramics International [115]	DLP, bridge 3 éléments en zircone	<ul> <li>Étude de la déviation de pièce crue, cuite et étude de l'adaptation.</li> <li>Scan des pièces par micro-CT (XYLON<sup>®</sup>) et analyse tri- dimensionnelle par Geomagic Qualify 2012<sup>®</sup> pour la pièce crue et mesure manuelle en 6 points pour la pièce cuite et l'adaptation marginale.</li> </ul>	<ul> <li>Pièce crue : variation dimensionnelle moyenne de ±150 μm ; retrait dans les axes x,y de 14,2% et en z de 16,6%</li> <li>Piece cuite : variation moyenne de 0,14 mm, retrait en x,y de 25,2% et en z de 28,6%.</li> <li>Adaptation marginale moyenne de 0,71 mm et de 0,44 mm.</li> </ul>	<ul> <li>Comparaison de placement et du design des structures support : choix de la surface occlusale.</li> <li>Retrait supérieur dans l'axe de mise en forme de la pièce (axe z).</li> </ul>

Luchtenborg, 2022. Dental Materials [92]	SLA Ceramaker900 <sup>®</sup> DLP1 prototype DLP-printer <sup>®</sup> DLP2 CeraFab <sup>®</sup> Bridge 4 éléments en zircone	- Dynamic depth scanning technology (Primescan®) puis analyse tri- dimensionnelle par Geomagic ControlX <sup>®</sup> .	Valeur RMSE (µm) - Interne : SLA=68 ± 8, DLP1=288 ±48, DLP2=141±7 - Externe : SLA=73±16, DLP1=243±26, DLP2=108±15 - Marginale : SLA=70±46, DLP1=389±80, DLP2=67±40	<ul> <li>2 groupes témoins de pièces mises en forme par soustraction (S1 et S2).</li> <li>Mesures divisées en 3 zones (interne, externe et marginale).</li> <li>Comparaison de la reproductibilité de 4 méthodes de mesure dimensionnelle.</li> <li>La dépose du support entraîne des déviations dimensionnelles.</li> <li>La SLA n'a pas montré de déviation dimensionnelle significative avec S1 et S2 sauf en externe.</li> </ul>
Lyu, 2023. The Journal of Prosthetic Dentistry [116]	DLP (J2 D140L CERAMICS) Couronne pour première molaire mandibulaire	<ul> <li>Geomagic Studio 2013 pour mesures de la justesse.</li> <li>Geomagic Control X pour mesures de l'adaptation</li> </ul>	Justesse (RMSE) - Total : 36,4±5,9 - Externe : 33,3±4,3 - Interne : 36,1±10,7 - Marginal : 79,4±12,9 Espacement (RMSE) - Occlusal : 239,0±60,1 - Axial : 84,9±29,1 - Marginal 140,4 ±84,3	<ul> <li>Acquisition par scanner intra-oral (TRIOS 3; 3Shape)</li> <li>Les couronnes mises en forme par DLP présentaient une justesse et une adaption moins bonnes que celles usinées.</li> </ul>

Meng, 2022. Ceramics International [117]	DLP, modèle multi- angle, couronne et bridge 3 éléments	<ul> <li>Mesure au laser confocal (OLS4000<sup>®</sup>) des 11 valeurs d'angles, des 6 valeurs d'aires et des 2 mesures de longueurs du modèle multi-angle.</li> <li>Méthode de mesure de l'adaptation après scellement au silicone et scan par micro-CT (XYLON<sup>®</sup>)</li> <li>Mesure des variations dimensionnelles des couronnes en 8 points occlusaux par scanner 3D (MAP600<sup>®</sup>)</li> <li>.</li> </ul>	<ul> <li>Retrait des barres : x= 25% y=24,6% z=25,4%</li> <li>Retrait moyen des couronnes et bridges en fonction des axes : x= 38,5% y=36,7% z= 41,2%</li> <li>Adaptation moyenne marginale 128,1±7,1 µm et interne de 239,3±7,9 µm.</li> <li>RMSE=0,2 en X, 0,28 en Y et 0,55 en Z. Déviation moyenne de 0,14±0,06 mm</li> <li>Épaisseur du silicone en occlusal de 280,5±46,6 µm et en marginal de 74,6±58,7µm.</li> </ul>	<ul> <li>Première étude sur un modèle multi-angle pour déterminer les paramètres de mise en forme.</li> <li>-10 couronnes mises en forme avec les paramètres idéaux calculés par DLP.</li> <li>- Le retrait calculé sur des formes simples est inférieur au retrait constaté car la structure complexe d'une couronne influence le retrait.</li> </ul>
Osman, 2017. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials [16]	DLP, ADMAFLEX 2.0 <sup>®</sup> Implant en zircone	<ul> <li>Dimension globale étudiée par RMSE sur pièce cuite.</li> <li>Digital substraction technique : superposition du fichier STL d'origine et du scan (par ISCAN<sup>®</sup>) de la pièce imprimée dans Geomagic studio 2014<sup>®</sup>.</li> </ul>	RMSE= 0,1mm et déviation moyenne +0,089 et – 0,129 mm (± 0,068).	<ul> <li>Meilleure résistance mécanique de la pièce si les couches sont imprimées perpendiculairement aux forces du test de flexion.</li> <li>La déviation dimensionnelle maximale est causée par la dépose des structures supports.</li> </ul>

Revilla-Leon, 2020. The Journal of Prosthetic Dentistry [118]	SLA (Ceramaker 900®), prémolaire maxillaire en zircone	- Mesure de l'espace cémentaire par réplica au silicone et microscope digital (VHX-2000®).	Précision d'adaptation en µm des 2 groupes par SLA / soustractif : - marginale : 37,5±50 et 146±103,2 / 79,5±49,2 - interne : 73,0±44,7 et 79±46 / 85±48	<ul> <li>Comparaison de la précision d'adaptation entre 2 groupes de couronnes mises en forme par SLA et un groupe de couronnes usinées (n=10/groupe).</li> <li>Le design des couronnes mises en forme entre les groupes par SLA, varie en externe mais les dimensions internes restent identiques.</li> <li>Les mesures ont été répétées 50 fois en interne et 25 fois en marginal.</li> <li>Une différence d'adaptation significativement meilleure est observée en faveur des couronnes mises en forme par SLA.</li> </ul>
Revilla-Leon, 2022. The Journal of prosthetic Dentistry [62]	SLA (CeraMaker®), barre de 25x4x3mm en zircone	- Pied à coulisse digital précision 0,01mm.	Dimensions des barres : - 0% de porosité : 20,9x 3,4x 2,3mm - 20% : 22,8x 3,7x 2,6mm - 40% : 25,1x 4,1x 2,96mm	<ul> <li>Mise en forme à différentes porosités 0%, 20% et 40%</li> <li>Meilleure précision dimensionnelle pour le groupe à 40% de porosité avec des différences statistiques significatives entre les groupes.</li> <li>Retrait anisotrope constaté entre les différents axes.</li> </ul>

Wang, 2019. The Journal of Prosthetic Dentistry [119]	SLA (Ceramaker 900®), seconde molaire maxillaire en zircone	Scan des couronnes (DS100®) et comparaison des fichiers STL dans Geomagic Qualify 2013®.	Variations dimensionnelles en RMSE (en $\mu$ m) SLA/ CAD : - externe = 53,9±9 / 52±18 - interne = 38±12 / 43±12 - marginale = 34±5 / 35±7 - occlusale = 27±17 / 41±15	<ul> <li>Comparaison de la précision d'adaptation entre 10 couronnes mises en forme par SLA et 10 couronnes par fabrication soustractive.</li> <li>La précision dimensionnelle n'est pas significativement différente entre la fabrication additive et soustractive.</li> </ul>
Wang, 2021. The Journal of Prosthetic Dentistry [93]	SLA : CeraFab75000 <sup>®</sup> (CF) pour l'alumine et CSL150 <sup>®</sup> (CL) pour la zircone sur une couronne de première molaire maxillaire	<ul> <li>Scannage par scanner extraoral (D700, 3Shape<sup>®</sup>) et comparaison dans Geomagic 2014<sup>®</sup>.</li> <li>Méthode par réplica au silicone sous pression digitale mesurée en 4 points.</li> </ul>	<ul> <li>Précision dimensionnelle : CF=41±11 μm, CL= 65±6μm et usinée= 72 ±13μm.</li> <li>Adaptation marginale : CF=93±32 μm, CL= 109±27μm et usinée= 62±9μm</li> </ul>	<ul> <li>Espace interne pour le ciment paramétré à 30µm.</li> <li>Fabrication de 10 couronnes par groupes.</li> <li>Comparaison de la précision d'adaptation et de forme entre la SLA et la fabrication soustractive.</li> <li>Précision dimensionnelle significativement meilleure en SLA par rapport à la fabrication soustractive.</li> <li>Adaptation moins bonne pour les couronnes fabriquées par SLA notamment en marginal, occlusal et aux pointes cuspidiennes mais néanmoins cliniquement acceptable.</li> </ul>
Xiang, 2021. Ceramics International [5]	SLA (CSL100 <sup>®</sup> ), barre de 22x4x3mm en zircone	- Mesure au pied à coulisse et comparée aux valeurs théoriques.	<ul> <li>Retrait constaté plus important que les valeurs théoriques.</li> <li>Valeurs dimensionnelles moyennes des barres après cuisson en mm : H= 21,97x 3,96x 2,98 U= 22,23x 3,96x 2,94</li> </ul>	<ul> <li>2 orientations de mise en forme sont testées : U (barre en verticale) et H (barre à l'horizontale).</li> <li>Le retrait le plus important est constaté dans l'épaisseur de la barre mise en forme en H et dans la longueur de la barre mise en forme en U. Le retrait est plus important dans l'axe de mise en forme.</li> <li>La plupart des valeurs de retrait sont inférieures au retrait théorique sauf dans le cas de la pièce mise en forme à la verticale dans la longueur.</li> </ul>
--	--	--	--	--
Xing, 2017. Ceramics International [120]	SLA (Ceramaker 300®) barre de 80x4x3 mm en zircone	Mesure dimensionnelle de déformation et de planéité avec une machine de mesure coordonnée (Croma-8126 <sup>®</sup> ).	Déformations en fonction des surfaces : XOY= 0,04 et 0,026mm XOZ= 0,026 et 0,016mm	<ul> <li>Considération des surfaces XOY et XOZ.</li> <li>Les déformations augmentent lorsque les dimensions augmentent.</li> </ul>

# Annexe 3 : résultats détaillés de la revue de littérature concernant le disilicate de lithium, d'après [100].

Auteur, journal, année	Technique de mise en forme/ pièce	Aspect dimensionnel étudié et moven de mesure	Résultats	Spécificités /Commentaires
Alenezi, 2023. The International Journal of Prosthodontics [121]	SLA (Form 2 <sup>®</sup> ) et DLP (Asiga MAX UV <sup>®</sup> ) pour des onlays pour la première molaire mandibulaire en tout céramique	- Positionnement manuel des onlays sans scellement et mesure sous microscope digital avec une micro-règle en 6 points.	- Tous les groupes présentent une adaptation marginale comprise entre 59 et 84 μm sans différence statistique entre les groupes que ce soit en fonction de la technique d'impression choisie ou du scanner pour la numérisation.	<ul> <li>2 scanners différents sont utilisés pour la numérisation des 10 cavités (ARTICA AutoScan<sup>®</sup> et CEREC Omnicam<sup>®</sup>).</li> <li>Espacement pour le ciment paramétré à 50 µm.</li> <li>Comparaison avec la méthode par soustraction. Au total 60 pièces sont mises en forme.</li> </ul>
Baumgartner, 2020. Materials Science and Engineering [61]	DLP, Couronne antérieure en disilicate de lithium	- Numérisation d'une couronne avec un scanner intra-oral (iTero <sup>®</sup> ) et comparaison au fichier STL par logiciel dentaire (3Shape <sup>®</sup> )	<ul> <li>Retrait en fonction des axes : x et y = 24,1% z = 23,3%</li> <li>Déviation moyenne inférieure à 50 µm.</li> </ul>	- La technique de scannage de la couronne (optique) a conduit à des erreurs (zones non enregistrées).
Manière, 2019. Acta Materialia [63]	SLA (Form 2 <sup>®</sup> ) sur des cubes de 5 mm en disilicate	- Utilisation d'un dilatomètre (SeteramTMA96 <sup>®</sup> ) dans 2 configurations spatiales : perpendiculaire ou parallèle à l'axe d'impression des couches.	Plus grand retrait dans l'axe de mise en forme des couches (axe Z).	<ul> <li>Porosité plus importante entre les couches par rapport au sein de la couche.</li> <li>Il est observé sur les courbes de dilatométrie, une réaction à la température identique entre les deux orientations mesurées mais une différence d'amplitude (anisotropie) forte en début de frittage qui tend à l'isotropie.</li> <li>Un arrêt brutal de la densification est observé à 1170°C malgré la température qui continue d'augmenter. Ce phénomène serait expliqué par la présence de pores larges.</li> </ul>

Schönherr, 2020. Materials [122]	DLP sur couronne de molaire en disilicate. Fabrication de cube de 9 mm avec une concavité sur une face de 8 mm de profondeur et de diamètre 8 mm.	- Mesure du retrait par micro-CT (Scanco®) puis comparaison des fichiers STL avec le logiciel GOM Inspect®	<ul> <li>Retrait approximatif de 20% dans toutes les directions.</li> <li>Déviation plus importante avec le support en étoile.</li> <li>Déviation moyenne de 20 µm avec la deuxième structure support.</li> <li>Reproductibilité : déviation maximale de 30 µm.</li> </ul>	<ul> <li>Comparaison de 4 méthodes pour scanner les couronnes : <ul> <li>Scanner à laser rouge (D810, 3Shape®) précision 15 µm</li> <li>Microscope optique 3D (Alicona Infinite focus®) précision 8 µm</li> <li>Palpeur tactile (Renishaw Cyclone 2®) précision 15 µm</li> <li>Scan Micro-CT (Scanco®)</li> </ul> </li> <li>Utilisation de la dernière méthode pour la numérisation des couronnes. <ul> <li>Évaluation du retrait par mesure sur des cubes.</li> <li>Test de 2 structures supports : une étoile interne ou un support en cadre composé de plots.</li> </ul> </li> <li>Test de reproductibilité : mise en forme de 2 couronnes avec le même support et comparaison de leurs fichiers STL.</li> </ul>
--	--	---	--	---

Unkovskiy, 2022. Materials [123]	DLP (CeraFab System S65 <sup>®</sup> ) sur facette avec et sans préparation dentaire en disilicate de lithium	<ul> <li>Mesure de l'adaptation de la pièce prothétique : scanner intra oral (Trios<sup>®</sup>) pour les préparations et scanner de laboratoire (D2000, 3Shape<sup>®</sup>) pour les facettes.</li> <li>Comparaison des fichiers STL avec Geomagic ControlX<sup>®</sup>.</li> </ul>	<ul> <li>Adaptation de 100 µm sur la plupart des surfaces.</li> <li>Maximum de150 µm au sommet des préparations avec une tendance à décroitre jusqu'en marginal.</li> </ul>	<ul> <li>Étude in vitro.</li> <li>Mise en forme par DLP possible à partir de 0,1 à 0,2mm d'épaisseur.</li> <li>Adaptation cliniquement adéquate.</li> </ul>

## [Tapez ici]

## Annexe 4



Box plots (box : médiane, Q1, Q3 ; moustaches : 10-90 percentile) des différentes zones (W1, W2, L1, L2, H1 et H2) des spécimens avec une variation de hauteur « height-variation ». A gauche : déformations pour les pièces crues (« gree n ») et densifiées (« sintered »). A droite : taux de retrait. Une lettre majuscule indique une différence statistique entre les valeurs W, H ou H au sein d'une même zone. Une lettre minuscule indique la différence statistique entre la zone 1 et la zone 2 pour les W, L ou H

## Annexe 5



Box plots (box : médiane, Q1, Q3 ; moustaches : 10-90 percentile) des différentes zones (W1, W2, L1, L2, H1 et H2) des spécimens avec une variation de longueur «length-variation ». A gauche : déformations pour les pièces crues (« green ») et densifiées (« sintered »). A droite : taux de retrait. Une lettre majuscule indique une différence statistique entre les valeurs W, H ou H au sein d'une même zone. Une lettre minuscule indique la différence statistique entre la zone 1 et la zone 2 pour les W, L ou H.



Moyennes et écart-types des moyennes quadratiques des déviations (RMS, en mm) entre les modèles réels et théoriques pour l'extrados (ext) et l'intrados (int) des cylindres « small » (S), « medium » (M) et « large » (B) crues (A) et denses (B) et des petits cylindres mis en forme selon une orientation horizontale (S.H) ou verticale (S.V) crues (C) et denses (D). Les lettres similaires montrent une différence significative (P<0,05).



Graphique illustrant les moyennes et écart-types des moyennes quadratiques des déviations (RMS, en mm) entre l'armature initiale modélisée et les armatures numérisées mises en forme par SLA pour l'extrados, l'intrados et la marge cervicale selon l'orientation vestibulo-palatine (VP), mésio-distale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étudiées pour une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05). Les valeurs de RMS d'orientations de mise en forme pour une même zone étudiée présentant des lettres majuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05).



Figure 43 : graphique illustrant les moyennes et écart-types des moyennes quadratiques des déviations (RMS, en mm) représentant la fidélité de mise en forme entre l'échantillon n°1 et les échantillons 2 à 8 numérisés mises en forme par SLA pour l'extrados, l'intrados et la marge cervicale selon l'orientation vestibulo-palatine (VP), mésiodistale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étudiées pour une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05).



Graphique illustrant les moyennes et écart-types des moyennes quadratiques des déviations (RMS, en μm) entre le pilier dentaire nu et les piliers dentaires surfacé au silicone numérisés représentant les hiatus entre les armatures mises en forme par SLA au niveau occlusal, axial et cervical selon l'orientation vestibulo-palatine (VP), mésio-distale (MD) et occluso-cervicale (OC). Les valeurs de RMS des zones étudiées pour une même orientation de mise en forme présentant des lettres minuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05). Les valeurs de RMS d'orientations de mise en forme pour une même zone étudiée présentant des lettres majuscules similaires montrent une différence significative (P<0,05).

### Article publié en novembre 2022 dans le Dental Materials Journal

Dental Materials Journal 2023: .

#### Effect of dimensional variations on the manufacturing process and the 3D shrinkage ratio of stereolithographic dental alumina ceramics

Corentin DENIS<sup>1,2</sup>, Lieven ROBBERECHT<sup>2,3</sup>, Jérôme DELATTRE<sup>4</sup>, Etienne DEVEAUX<sup>2,3</sup>, Jean-Christophe HORNEZ<sup>5</sup> and Marion DEHURTEVENT<sup>1,</sup>

<sup>1</sup> Department of Prosthodontics, Faculty of Dental Surgery, University of Lille, place de Verdun, 59000 Lille, France

<sup>2</sup> INSERM U1008 - Controlled Drug Delivery Systems and Biomaterials, School of Medicine, University of Lille, 1 place de Verdun, 59000 Lille, France

<sup>3</sup> Department of Restorative Dentistry, Faculty of Dental Surgery, University of Lille, place de Verdun, 59000 Lille, France

<sup>4</sup>ULR 4490, Marrow Adiposity and Bone Laboratory, University of Lille, place de Verdun, 59000 Lille, France <sup>5</sup>Laboratory of Ceramic Materials and Associated Processes, Université Polytechnique des Hauts de France, boulevard Charles de Gaulle, 59600 Maubeuge, France

Corresponding author, Corentin DENIS; E-mail: corentin.denis@univ-lille.fr

The purpose of the present study was to evaluate the influence of height and length variations of alumina ceramics manufactured by stereolithography on deformations caused by the manufacturing process and on the 3D shrinkage ratio to control the final dimensions and improve the adaptation of stereolithographic ceramic dental prostheses. Two different U-shaped models were designed with variable heights or lengths. The specimens were manufactured by stereolithography and were scanned using a microtomographic device before and after the heat treatment. Dimensional variations were measured using inspection software. The number and surface of layers of alumina ceramic influenced the reliability of the stereolithography manufacturing but did not influence the 3D shrinkage ratio. The larger the layer surface, the larger the deformation of the ceramic. Dental ceramics manufactured by stereolithography with smallest layer surface are the most reliable. This helps in the selection of the build orientation.

Keywords: Aluminum oxide, Ceramics, Dental prosthesis, Stereolithography

#### INTRODUCTION

Additive manufacturing is a fast-spreading technology based on building metal, polymer, or dental ceramic objects layer-by-layer<sup>1-4)</sup>. It is an effective way to avoid the major drawbacks encountered with subtractive manufacturing such as the waste of raw material, the wear of milling tools, the limitations in shape, and the risk of microscopic cracks  $^{25.6)}.$  Stereolithography (SLA), an additive manufacturing technique, produces objects by selectively curing a photosensitive resin using an ultraviolet beam. It shows good results for polymers used in dental applications due to its high reliability, its accuracy, and the smooth surfaces it produces  $^{6,7)}\!\!\!$  . SLA also has a promising future for shaping dental ceramics by curing a photosensitive ceramic slurry to obtain a green body  $^{3,3:10)}.$  The raw object must be heat-treated to remove the organic parts by pyrolysis (debinding) and obtain the final physical and mechanical properties of the ceramic (sintering). However, the heat treatment causes shrinkage<sup>11)</sup>. Previous research has shown that SLA manufacturing of alumina ceramics can be used to build crown frameworks that meet dental standards (high density, flexural strength, and Weibull modulus values (ISO 6872:2015))<sup>3,12)</sup>. Today, SLA manufacturing of dental zirconia ceramics is growing fast, but alumina is still promising due to high stability at high temperatures and in physiological fluids<sup>11</sup>

However, the build orientation influences the microstructure of alumina ceramics and has an impact

Received May 6, 2022: Accepted Aug 2, 2022

on their mechanical behavior<sup>12-16)</sup>. Indeed, the larger the layer surface, the higher the risk of heterogeneous defects, as shown by a decrease in the Weibull moduli. The best mechanical properties are observed when the orientation of the printed layers is parallel to the direction of the main masticatory stresses and thus perpendicular to the occlusal surface<sup>12)</sup>.

Subtractive manufacturing by milling provides excellent marginal openings between the tooth preparation and the prosthetic restoration of approximately 80  $\mu m,$  which is better than the recommended  $120\,\mu m^{17.19)}$  SLA-manufacturing results in larger marginal gaps of 169 µm, which can be explained by deformations that occur during the manufacturing and the sintering  $\rm steps^{9)}.$  These deformations must be anticipated and are difficult to control<sup>3,20</sup>). It is well known that the parameters of additive manufacturing (layer thickness, degree of polymerization, excessive polymerization, staircase effect) and shrinkage influence deformations<sup>10,11,21-28</sup>

Ceramics manufactured by the additive technique show tridimensional anisotropic shrinkage. The shrinkage ratio is higher in the manufacturing axis of layer stacking than in both axes in the plane of the printed layer. This can be explained by the microstructure where porosities or particles are oriented parallel to the manufacturing axis<sup>14,24,26</sup>. Some authors have shown that the shrinkage ratios calculated in the same plane of the printed layer are similar<sup>14,26-28)</sup>. However, another study has shown that the anisotropic shrinkage ratio

doi:10.4012/dmj.2022-102 JOI JST.JSTAGE/dmj/2022-102

of parallelepiped SLA-manufactured alumina samples are significantly different in this plane  $(14\pm1.8\%)$ and  $17.2\pm0.3\%^{(0)}$ . All these results were obtained by micrometer measurements that are commonly used to evaluate the deformation of objects. However,  $\mu$ -CT combined with 3D analysis is more appropriate for measuring the deformation and shrinkage of radiopaque complex objects due to its high accuracy, its ability to analyze the entire volume of the object, and its nondestructive nature, which makes it possible to obtain 3D images<sup>10,29,30</sup>.

There is a lack of data regarding the influence of the dimensional variations of alumina ceramics on deformation during the manufacturing process and the sintering step. Simplified models could form the basis for understanding the influence of variations of the number and surface of layers on the deformations. These variations are commonly described for dental bridge frameworks.

The aim of the present study was to evaluate, using simplified models of SLA-manufactured alumina ceramic, the influence of dimensional variations (height and length) on the deformations caused by the manufacturing process (SLA alone, SLA and heat treatment) and on the 3D shrinkage ratio (width, length, and height) using a microtomographic device combined with a 3D analysis. The null hypothesis tested was that the dimensional variations of an alumina ceramic manufactured by SLA do not influence the deformations caused by the manufacturing process and the 3D shrinkage ratio.

#### MATERIALS AND METHODS

The alumina powder used in the present study (CT1200SG, Almatis, Frankfurt, Germany) was dried for 1 h at 150°C in an oven (Beschickung loading model 100-800, Memmert, Schwabach, Germany). Slurries were obtained by incorporating alumina powders into a photosensitive acrylic resin (C1-alumina, CryoBeryl Software, Eth, France) to obtain 80% (w/w) dry matter content. The slurries were homogenized at 150 rpm by planetary milling for 30 min (PM100, Retsch, Haan, Germany). The viscosity was controlled to fit with previous data in the literature (113 MPa.s±5.54)<sup>30</sup>.

Two types of U-shaped models were designed using CAD software (Catia, Dassault Systèmes, Vélizy-Villacoublay, France) by varying the height (heightvariation) or the length (length-variation) of the green bodies. These simplified models were designed to understand initially the deformation and shrinkage behavior of dental ceramics with wide variations in height and length. The U-shape permits a best fit adjustment with the inspection software. The green height-variation model was composed of two connected parallelepipeds (area 1 and area 2) with different heights (H1: 4×5×10 mm and H2: 4×5×6 mm). The green length-variation model was composed of two connected parallelepipeds with different lengths (L1: 8×5×6 mm and L2: 4×5×6 mm) (Fig. 1). One height and one length expected sintered models were too designed using CAD software (Catia).





The respective dimensions of the sintered models were determined based on a proportional theorical shrinkage ratio of the green model reported in the literature with the same equipment<sup>3</sup>.

The green models were supported by pillars (end diameter: 0.2 mm, base diameter: 0.7 mm, height: 2 mm) and were sliced (Creation Workshop software, Datatree3D, Dallas, TX, USA) (layer thickness=50 µm). The data were transferred to SLA software (CryoCeram, CryoBeryl Software) and equipment (CryoCeram Printer, CryoBeryl Software) for additive manufacturing (digital light processing technology, polymerization energy=10 mW.cm<sup>2</sup>, resolution=50 µm, photopolymerization time=5 s, diving time=4 s, relaxation time=13 s) (Fig. 2). The green specimens were debinded (0.1°C/min, 450°C, 2 h dwell time) in an oven (LHT, Carbolite, Sheffield, UK) and were sintered (15°C/min, 1,690°C, 3 h dwell time) (HT16/17, Nabertherm, Lilienthal, Germany) to obtain the sintered specimens (height specimen: n=5/group; length specimen: n=5/group) (Fig. 2). The sample size was estimated to reach a minimal statistical power of 75%.

The green and sintered specimens were scanned before and after the heat treatment, respectively, using a microtomographic device (SkyScan 1172, Bruker, Billerica MA, USA) at 100 kV as source voltage, 100  $\mu$ A as source current, a 10- $\mu$ m voxel size as resolution. The camera binning was at 2×2 and the rotation step

 $\mathbf{2}$ 



Fig. 2 Representative photographs of U-shaped SLA manufactured height-variation (A) and lengthvariation (B) specimens. Green specimens are on the left and sintered specimens are on the right.

was over 0.400 degree. The scan was over 180 degrees due to the simplified shape of the specimens. The frame averaging was 3 according to the recommendation of the manufacturer. Data were reconstructed using NRecon software, with a smoothing function parameter of 1 and with the Al+Cu filter. The alumina ceramics were checked for the absence of porosity. Data were then exported in .STL format.

All the .STL files were loaded in inspection software (Geomagic ControlX, 3dsystems, Rock Hill, SC, USA) for dimensional analysis. The green and sintered models were used as references and were matched by image registration to the green and sintered specimens, respectively ("initial adjustment" and "best fit adjustment" tools). A 3D deviation analysis was performed.

The widths (W1, W2), lengths (L1, L2), and heights (II1, II2) of the models and the specimens were measured with the "linear dimension" tool to determine the reliability of the manufacturing process and the 3D shrinkage ratio.



Fig. 3 Specifications and study design.



The gap between the dimensions of the models and the specimens before and after the heat treatment was calculated (Fig. 3). The data were then expressed as deformations (%) between the specimens and their expected shape by considering the relative gaps to make it possible to compare different-sized areas in the same object using the following equation (equation 1):

Deformations (%)=[(Dimension<sub>specimen</sub>-Dimension<sub>model</sub>) |Dimension<sub>model</sub>]×100 (1). To obtain positive values, the shrinkage ratio (%) was

calculated in width, length, and height as the deformation (%) between the green and sintered specimens using the following equation (equation 2):

Shrinkage ratio (%) = [1-(Dimension<sub>sintered</sub>) Dimension<sub>green</sub>)]×100

The normality of the data distribution was verified by using the Kolmogorov-Smirnov test. The values were analyzed using the Mann-Whitney test to compare the width, length, and height values between areas 1 and 2. The width, length, and height were compared within the same area using the one-way Kruskal-Wallis test and Dunn's *post hoc* test. The statistical analyses were performed using GraphPad 5 software (Prism, CA, USA) ( $\alpha$ =0.05).

#### RESULTS

The deformation and shrinkage ratio results of the height-variation and the length-variation models and specimens are summarized in Tables 1 and 2, respectively. The deformation of all the green and the sintered specimens was below 5%. Color-difference maps of superimposition between specimen and model show the positive or negative errors (Fig. 4).

The height-variation green specimens had higher positive deformations within the H2 area  $(3.39\pm0.57\%)$ than within the H1  $(1.08\pm1.81\%)$  and W2  $(-0.91\pm0.46\%)$ areas (p<0.05). The length-variation green specimens had higher positive deformations within the H1 area  $(4.03\pm0.95\%)$  than within the L1  $(-1.28\pm0.91\%)$  area (p<0.05). The W1, W2, L1, and L2 areas of all the green specimens and the H1 area for the height-variation specimens had absolute deformation mean values below 2%.

The height-variation sintered specimens exhibited

(2)

	Height-variations					
H	AREA —	Area 1		Area 2		
AREA 2		Mean	SD	Mean	SD	
	W	-0.85	(0.46)	-0.91 <sup>A</sup>	(0.46)	
Deformations of the green	L	0.43	(1.16)	1.90	(1.09)	
specimens (%)	Н	1.08ª	(1.81)	3.39ªA	(0.57)	
	W	$-3.12^{B}$	(0.50)	$-3.34^{\circ}$	(0.63)	
Deformations of the sintered	L	2.04 <sup>B</sup>	(1.53)	3.38 <sup>c</sup>	(1.50)	
specimens (%)	Н	-0.58	(0.47)	0.13	(0.70)	
	W	16.0 <sup>D</sup>	(0.1)	$16.1^{\mathrm{F}}$	(0.2)	
Shrinkage ratio (%)	$\mathbf{L}$	$15.9^{E}$	(0.4)	$16.0^{G}$	(0.5)	
	Н	$20.4^{\text{DE}}$	(1.1)	$21.7^{\mathrm{FG}}$	(0.4)	

Table 1 Deformations and shrinkage ratio (%) of the height-variation specimens of SLA-manufactured ceramics (n=5/ group)

W: width, L: length, H: height. The same superscript letters indicate statistical differences between the groups (p<0.05). Capital case letters indicate statistical differences between W, L, or H values in the same area. Lower case letters indicate statistical differences between area 1 and area 2 for the respective W, L, or H.

Table 2 Deformations and shrinkage ratio (%) of the length-variation specimens of SLA-manufactured ceramics (n=5/group)

	Length-variations					
AREA 1 H W AREA 2	AREA —	Area	Area 1		Area 2	
		Mean	SD	Mean	SD	
Deformations of the green $\mathcal{R}(\mathbf{x})$	W L	$0.52 - 1.28^{A}$	(2.03) (0.91)	0.89 -0.22	(2.26) (1.79)	
specimens (%)	Н	4.03 <sup>A</sup>	(0.95)	2.91	(1.11)	
Deformations of the sintered specimens (%)	W L H	$-2.25^{B}$ 0.04 2.67 $^{aB}$	(2.18) (0.91) (0.94)	$^{-1.67^{\circ}}_{1.52^{\circ}}_{0.76^{*}}$	(2.25) (1.18) (0.55)	
Shrinkage ratio (%)	W L H	$16.4^{D}$ $16.1^{E}$ $20.2^{E}$	(0.2) (0.3) (0.7)	$16.2^{\rm F}$ $15.7^{\rm G}$ $20.8^{\rm FG}$	(0.1) (1.4) (0.5)	

W: width, L: length, H: height. The same superscript letters indicate statistical differences between the groups (p<0.05). Capital case letters indicate statistical differences between the W, L, or H values in the same area. Lower case letters indicate statistical differences between area 1 and area 2 for the respective W, L, or H.

higher positive deformations within the L1 area (2.04±1.53%) than within the W1 area (-3.12±0.50%) as well as within the L2 area (3.38±1.50%) than within the W2 area (-3.34±0.63%) (p<0.05). The W1, W2, L1, and L2 areas had absolute deformation mean values above

2%. The length-variation specimens exhibited higher positive deformations within the H1 area (2.67±0.94%) than within the H2 area (0.76±0.55%) and the W1 area (-2.25±2.18%) (p<0.05). The L2 area (1.52±1.18%) also had higher positive deformations than the W2 area

4



Fig. 4 Representative color-difference maps of superimposition between specimen and model: height-variation green (A) and sintered (B), length-variation green (C) and sintered (D). Red indicates a positive error, blue indicates negative a error, and green indicates good trueness.

(-1.67 $\pm$ 2.25%) (p<0.05). The absolute deformation of the length-variation specimens remained below 2% within the W2, L1, L2, and H2 areas.

The general 3D shrinkage ratio behavior was similar for both the height- and length-variation specimens. The shrinkage ratio was similar in the same directions and between the W and L directions (p<0.05). Both the height- and length-variation specimens had higher shrinkage ratios within the H direction than within the W and L directions (p<0.05).

#### DISCUSSION

Before the heat treatment, the height-variation green specimens exhibited higher positive deformations in the height direction within the area 1 than within the area 2. After the heat treatment, these specimens exhibited higher positive deformations in both areas within the length than within the width. In terms of lengthvariation, the green specimens exhibited higher positive deformations within the height than within the length in the area 1, and after the heat treatment, within the area 1 than the area 2 in the height. The shrinkage ratio was similar in the same directions and between the width and length directions but was higher in the height direction.

The null hypothesis that dimensional variations of the alumina ceramic manufactured by SLA do not influence the deformations caused by the manufacturing process and the 3D shrinkage ratio was thus rejected.

Current clinical recommendations specify that the marginal gap between the tooth preparation and the prosthetic restoration should not exceed 120  $\mu$ m<sup>18,31)</sup>. Transposed to a 0.5-mm-thick conventional crown framework, 120  $\mu$ m represents a 24% deformation, far above the maximal 5% deformation measured in the present study. Based on the conditions of the present study, the deformation measured suggests that the SLA manufacturing process may produce specimens with acceptable marginal adaptation<sup>22,33)</sup>.

In terms of the manufacturing process, all the specimens had positive deformations on the upper surface as indicated by their convex shape. The length-variation specimens showed that the greater the layer surface, the higher the positive deformation on the upper surface, and the higher the negative deformation on the adjacent vertical sides. This phenomenon has already been described and has been explained by an increased risk of the accumulation of defects in large layers<sup>12</sup>. However, it could also be explained by a link between the viscosity

of the alumina slurries and the layer surface used in the present work. Previously, the viscosity suitable for SLA manufacturing process was based on layer surface of 30 mm<sup>2</sup>. In the present study, a layer surface of 40 mm<sup>2</sup> showed the highest positive deformation. Moreover, a high viscosity could lead to insufficient degassing and hinder the flow of the photosensitive suspensions<sup>34,35</sup>. These results suggest that the maximal acceptable viscosity depended on the layer surface and, as such, on the shape of the manufactured object. This parameter should be further investigated to optimize the reliability of the manufacturing process. In fact, transposed to a clinical setting, the value of the upper deformation could compromise the adaptation of the restoration<sup>17,18</sup>.

The higher the number of layers in the heightvariation specimens, the smaller the positive deformation on the upper surface. This was observed on specimens where the short and height areas were close to each other. Once the short area was manufactured, the height area was still being printed, which could provide more space for the outflow of the slurry. It is thus of great importance to investigate the impact of the distance between close built-up objects.

The sintering step decreased the deformation on the upper surface of all the specimens in the height dimension. This positive deformation was higher in area 1 than in area 2 for the specimen with the largest layer surface. The shrinkage that occurred during the sintering step thus reduced the deformation of the small layer surface areas. In addition, the larger the layer surface, the lower the correction. The reliability of the additive manufacturing process must now be improved by determining the largest acceptable layer surface.

All the sintered specimens had a negative deformation within the width dimension and a positive deformation within the length dimension, except for the L1 dimension of the length-variation specimens. The shrinkage ratios settings chosen for the design step of the expected models were based on data in the literature (14% in width)<sup>3)</sup>. We observed a 16% width shrinkage ratio for our specimens. This difference could be explained by the fact that the shrinkage ratio described in the literature was not adapted. The reason for this difference, despite the use of the same additive manufacturing materials, software, equipment, and parameters, could be that the measurements reported in the literature were determined using a micrometer on single localized spots, whereas ours were determined using a 3D sensitive microtomographic device and considered the entire 3D volume of the specimens.

Furthermore, shrinkage behavior was similar for both the height- and length-variation samples. The shrinkage ratios were similar within the same layer (W and L) and between areas 1 and 2, and were higher in the H dimension, which corresponds to the manufacturing axis. Gonzales *et al.* and Cramer *et al.* reported similar results, suggesting that the shrinkage ratio of two dimensions within the same layer are linked<sup>36,37)</sup>. The results of the present study suggest that the dimensional variations (height and length) of simplified models did not influence the shrinkage ratio.

When transposed to a clinical setting, our results suggest that SLA-manufactured restorations, after the CAD, must be oriented to obtain the smallest layer surface according to its anatomical configuration. This is in agreement with previous work showing that the build orientation of ceramic with the smallest layer surface and the orientation of the printed layers perpendicular to the occlusal surface provide the best mechanical strength<sup>12</sup>.

#### CONCLUSION

Within the limitations of the present study, the dimensional variations of SLA-manufactured alumina influence the reliability of the manufacturing process, but the deformations may remain acceptable in terms of providing a prosthesis restoration for clinical use. Deformation increases with the layer surface. SLA dental ceramics manufactured with the smallest layer surface thus had fewer deformations. This will help in the selection of the build orientation. The shrinkage ratio was higher in the manufacturing axis and was not influenced by the dimensional variations of the object but by the orientation of the printed layers.

#### REFERENCES

- van Noort R. The future of dental devices is digital. Dent Mater 2012; 28: 3-12.
   Eckel ZC, Zhou C, Martin JH, Jacobsen AJ, Carter WB,
- Scheel Z., Zhou C., Martin J.H., Szcobsen AJ, Carter WB, Schaedler TA. Additive manufacturing of polymer-derived ceramics. Science 2016; 351: 58-62.
- Dehurtevent M, Robberecht L, Hornez J-C, Thuault A, Deveaux E, Béhin P. Stereolithography: A new method for processing dental ceramics by additive computer-aided manufacturing. Dent Mater 2017; 33: 477-485.
- 4) Liu W, Qing H, Pei X, Wang J. Internal adaptation of cobalt-chromium posts fabricated by selective laser melting technology. J Prosthet Dent 2019; 121: 455-460.
- Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. Dent Mater 2008; 24: 633-638.
- 6) Jockusch J, Özcan M. Additive manufacturing of dental polymers: An overview on processes, materials and applications. Dent Mater J 2020; 39: 345-354.
- 7) Zou Y, Han Q, Weng X, Zou Y, Yang Y, Zhang K, et al. The precision and reliability evaluation of 3-dimensional printed damaged bone and prosthesis models by stereo lithography appearance. Medicine 2018; 97: 6.
- Barazanchi A, Li KC, Al-Amleh B, Lyons K, Waddell JN. Additive technology: Update on current materials and applications in dentistry. J Prosthodont 2017; 26: 156-163.
- 9) Li R, Wang Y, Hu M, Wang Y, Xv Y, Liu Y, et al. Strength and adaptation of stereolithography-fabricated zinconia dental crowns: An in vitro study. Int J Prosthodont 2019; 32: 439-443.
- Wang W, Sun J. Dimensional accuracy and clinical adaptation of ceramic crowns fabricated with the stereolithography technique. J Prosthet Dent 2021; 125: 657-663.
- Fang ZZ. Sintering of Advanced Materials. Sawston: Woodhead Publishing; 2010.
- 12) Dehurtevent M, Robberecht L, Thuault A, Deveaux E, Leriche A, Petit F, et al. Effect of build orientation on the manufacturing process and the properties of stereolithographic

dental ceramics for crown frameworks. J Prosthet Dent 2021; 125: 453-461.

- 13) Shi HY, Pang R, Yang J, Fan D, Cai H, Jiang HB, et al. Overview of several typical ceramic materials for restorative dentistry. Biomed Res Int 2022; 2022: 1-18.
- Raj PM, Cannon WR. Anisotropic shrinkage in tape-cast alumina: Role of processing parameters and particle shape. J Am Ceram Soc 1999; 82: 2619-2625.
   Ozer IO, Suvaci E, Karademir B, Missiaen JM, Carry CP,
- 15) Ozer IO, Suvaci E, Karademir B, Missiaen JM, Carry CP, Bouvard D. Anisotropic sintering shrinkage in alumina ceramics containing oriented platelets. J Am Ceram Soc 2006; 89: 1972-1976.
- 16) Methani MM, Revilla-León M, Zandinejad A. The potential of additive manufacturing technologies and their processing parameters for the fabrication of all-ceramic crowns: A review. J Esthet Restor Dent 2020; 32: 182-192.
- McLean JW, von Fraunhofer JA. The estimation of cement film thickness by an in vivo technique. Br Dent J 1971; 131: 107-111.
- Contrepois M, Soenen A, Bartala M, Laviole O. Marginal adaptation of ceramic crowns: A systematic review. J Prosthet Dent. 2013; 110: 447-454.
   Boitelle P, Mawussi B, Tapie L, Fromentin O. A systematic
- Boitelle P, Mawussi B, Tapie L, Fromentin O. A systematic review of CAD/CAM fit restoration evaluations. J Oral Rehabil 2014; 41: 853-874.
- 20) Xing H, Zou B, Li S, Fu X. Study on surface quality, precision and mechanical properties of 3D printed ZrO<sub>2</sub> ceramic components by laser scanning stereolithography. Ceram Int 2017; 43: 16340-16347.
- Cawley JD. Solid freeform fabrication of ceramics. Curr Opin Solid State Mater Sci 1999; 4: 483-489.
- Tian X, Li D, Chen Z, Zhou W. Study on the fabrication accuracy of ceramic parts by direct stereolithography. Virtual Phys Prototyp 2012; 7: 195-202.
   Halloran JW. Ceramic stereolithography: Additive
- 23) Halloran JW. Ceramic stereolithography: Additive manufacturing for ceramics by Photopolymerization. Annu Rev Mater Res 2016: 46: 19-40.
- 24) Exner HE, Giess EA. Anisotropic shrinkage of cordierite-type glass powder cylindrical compacts. J Mater Res 1988; 3: 122-125.
- 25) Rauscher M, Roosen A. Effect of particle shape on anisotropic

packing and shrinkage behavior of tape-cast glass-ceramic composites. Int J Appl Ceram Technol 2009; 6: 24-34.

- 26) Marchelli G, Prabhakar R, Storti D, Ganter M. The guide to glass 3D printing: Developments, methods, diagnostics and results. Rapid Prototyp J 2011; 17: 187-194.
- 27) Guo J, Zeng Y, Li P, Chen J. Fine lattice structural titanium dioxide ceramic produced by DLP 3D printing. Ceram Int 2019; 45: 23007-23012.
- 28) Li H, Liu Y, Liu Y, Hu K, Lu Z, Liang J. Effects of solvent debinding on the microstructure and properties of 3D-printed alumina ceramics. ACS Omega 2020; 5: 27455-27462.
- 29) Pacquet W, Tapie L, Mawussi B, Boitelle P. Evaluation of the dimensional accuracy of a manufactured dental prosthesis in relation to its computer-aided model. Int J Comput Dent 2020; 23: 335-342.
- Schönherr JA, Baumgartner S, Hartmann M, Stampfl J. Stereolithographic additive manufacturing of high precision glass ceramic parts. Materials 2020; 13: 1492.
- Bosch G, Ender A, Mehl A. A 3-dimensional accuracy analysis of chairside CAD/CAM milling processes. J Prosthet Dent 2014; 112: 1425-1429.
- 32) Omori S, Komada W, Yoshida K, Miura H. Effect of thickness of zirconia-ceramic crown frameworks on strength and fracture pattern. Dent Mater J 2013; 32: 189-194.
- Urapepon S, Taenguthai P. The effect of zirconia framework design on the failure of all-ceramic crown under static loading. J Adv Prosthodont 2015; 7: 146-150.
   Zhang K, Meng Q, Zhang X, Qu Z, Jing S, He R. Roles of solid
- 34) Zhang K, Meng Q, Zhang X, Qu Z, Jing S, He R. Roles of solid loading in stereolithography additive manufacturing of ZrO<sub>2</sub> ceramic. Int J Refract Met 2021; 99: 105604.
- 35) Zhang K, Xie C, Wang G, He R, Ding G, Wang M, et al. High solid loading. low viscosity photosensitive Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> slurry for stereolithography based additive manufacturing. Ceram 2019; 45: 203-208.
- 36) Gonzalez P, Schwarzer E, Scheithauer U, Kooijmans N, Moritz T. Additive manufacturing of functionally graded ceramic materials by stereolithography. J Vis Exp 2019; 143: 1-8.
- 37) Cramer CL, Wilt JK, Campbell QA, Han L, Saito T, Nelson AT. Accuracy of stereolithography printed alumina with digital light processing. Open Ceramics. 2021; 8: 100194.

## Communication affichée internationale au Drug Discovery Day



2. Dehurtvent M, Robberecht L, Thuault A, Deveaux E, Leriche A, Petit F, et al. Effect of build orientation on the manufacturing process and the properties of stereolithographic dental ceramics for John Central Ministration of Control of Co

Poster presented by Corentin DENIS ......1

# Simplified crown frameworks manufactured by stereolithography:impact of length and manufacturing orientation variations.

Denis, Corentin  $^{(1,2)}$ ; Raiah, Nihal  $^{(2)}$ ; Hornez, Jean-Christophe  $^{(3)}$ ; Deveaux, Etienne  $^{(1,2)}$ ; Dehurtevent, Marion  $^{(1,2)}$ 

<sup>(1)</sup>UFR3S Odontology - University of Lille, Lille, France;
<sup>(2)</sup>INSERM U1008 - University of Lille, Lille, France; (3) CERAMATHS - UPHF, Maubeuge, France

Stereolithography (SLA) allows to manufacture alumina dental ceramics meeting dental standards <sup>(1,2)</sup>. However, SLA-manufacturing provides larger marginal openings between the tooth preparation and the restoration than milling, which can be explained by deformations that occur during the manufacturing and the sintering steps <sup>(3)</sup>. The purpose of the study was to evaluate the influence of length variations firstly and of the orientation variation secondly of alumina ceramics manufactured by SLA on deformations caused by the manufacturing and the sintering step.

Four types of simplified crown framework were designed, manufactured by SLA and sintered. The samples were scanned before and after heat treatment using an X-ray microtomograph, then the dimensional analysis was performed using an inspection software in order to calculate the root mean square error (RMS) (Geomagic ControlX<sup>®</sup>).

The results showed that the longer the cylinder the higher intrados RMS values, before and after heat treatment (ANOVA post-hoc Tukey, P<0.05). The extrados RMS values of the small cylinders were significantly lower than those of medium and large before heat treatment ANOVA post-hoc Tukey, P<0.05). Concerning the orientation variations, the intrados RMS values of cylinder manufactured horizontally were lower than cylinder manufactured vertically before and after heat treatment and conversely for the extrados RMS values (Student's t-test, P<0.05).

These results could be explained by the proximity of the cylinder walls in the intrados and the larger surface of the layer on the extrados, which influence the deformations and the reliability of alumina ceramics manufactured by SLA.

The length variations and the manufacturing orientations variations of SLA simplified crown frameworks influence the manufacturing reliability. Clinically, SLA dental ceramics fabricated with the smallest layer area appear to be the most reliable. Similarly, a large restoration would show more defects than a smaller sized restoration These results will help to control the final dimensions and improve the adaptation of stereolithographic ceramic dental prostheses.

<sup>(1)</sup> Dehurtevent M, Robberecht L, Hornez J-C, Thuault A, Deveaux E, Béhin P. Stereolithography: A new method for processing dental ceramics by additive computer-aided manufacturing. Dent Mater 2017; 33: 477–485.
 <sup>(2)</sup> Dehurtevent M, Robberecht L, Thuault A, Deveaux E, Leriche A, Petit F, et al. Effect of build orientation on the manufacturing process and the properties of stereolithographic dental ceramics for crown frameworks. J Prosthet Dent 2021; 125: 453–461.

<sup>(3)</sup> Wang W, Sun J. Dimensional accuracy and clinical adaptation of ceramic crowns fabricated with the stereolithography technique. J Prosthet Dent. 2020; 125(4):657-663

## **RESUME**

Une méthode de mise en forme additive de céramique dentaire a été développée au sein du Ceramaths de l'Université de polytechnique Hauts-de-France. Les travaux précédents ont montré qu'à partir de suspensions de céramique alumineuse à 80% de taux de matière sèche en poids, la photopolymérisation en cuve permet la mise en forme de céramiques d'infrastructure avec des propriétés mécaniques en adéquation avec les exigences dentaires en vigueur. En effet, les armatures en céramique doivent répondre à un cahier des charges exigeant concernant leur précision d'adaptation à la préparation dentaire et leurs propriétés mécaniques.

Les pièces en céramiques mises en forme par techniques additives présentent un retrait anisotrope (diminution différente selon les trois dimensions du volume d'une pièce frittée par rapport à son volume initial) à la suite du traitement thermique de déliantage et de densification. La pièce prothétique doit impérativement être surdimensionnée pour assurer une adaptation de la restauration à la préparation dentaire après traitement thermique et limiter le risque l'échec de la restauration. Pour ce faire, l'étude des taux de retrait et les déformations de pièces à la géométrie variable et de plus en plus complexe a été réalisée. Ces différentes morphologies de pièces ont été numérisées à l'aide de la microtomographie puis les fichiers ont été analysés à l'aide d'un logiciel d'inspection et de contrôle.

Par l'étude de morphologie simple parallélépipédique, la variation de la largeur de couches et la variation du nombre de couches ont montré des taux de retraits anisotropes, équivalents dans le sens perpendiculaire de mise en forme mais supérieurs dans le sens de la mise en forme. Les variations de forme des modèles simplifiés n'influencent pas les différents taux de retrait. La viscosité maximale acceptable dépend de la surface de la couche mais aussi de la distance entre deux surfaces qui impactent les déformations dues à la mise en forme et au traitement thermique. L'étude dimensionnelle des pièces cylindriques creuses a montré que plus la surface de couche augmente, plus le risque de défaut augmente ; de même que l'orientation de la pièce influence les déformations lors du traitement thermique. L'orientation optimale doit donc être un compromis entre temps de fabrication, limitation des déformations par la plus petite surface de couche possible et garantie des propriétés mécaniques optimales.

Suite à l'étude des déformations d'une armature de couronne clinique, les résultats en terme fidélité de mise en forme ont montré que la fabrication combinant l'imprimante CryoPrinter<sup>®</sup> (CryoCeram<sup>®</sup>), la résine CryoCeram<sup>®</sup> et l'alumine CT 1200SG<sup>®</sup>, (Almatis<sup>®</sup>) est reproductible quelle que soit l'orientation de mise en forme. Les valeurs de justesse des restaurations imprimées se trouvent sous le seuil de 120 µm hormis pour la zone marginale lorsque l'orientation mésio-distale est choisie. L'orientation occluso-cervicale permet d'obtenir les restaurations les plus conformes au modèle numérique au niveau marginal. Enfin, les valeurs de hiatus occlusaux sont significativement plus faibles pour l'orientation occluso-cervicale par rapport à celle vestibulo-palatine, cette dernière étant la seule à présenter également une valeur moyenne des hiatus marginaux sous les 120 µm. Ainsi, pour la mise en forme avec le procédé développé par CryoCeram<sup>®</sup>, l'orientation occluso-cervicale semble à privilégier pour la réalisation d'infrastructures de couronnes cliniquement acceptables.

Enfin, une évaluation de la non-cytotoxicité des pièces mises en forme à l'aide de ce nouveau procédé a été réalisée afin d'envisager une utilisation clinique.

# Abstract

An additive manufacturing method for dental ceramics was developed at Ceramaths, part of the Polytechnic University of Hauts-de-France. Previous work has shown that using alumina ceramic suspensions with 80% solid content by weight, vat photopolymerization enables the shaping of infrastructure ceramics with mechanical properties that meet current dental requirements. Indeed, ceramic frameworks must adhere to strict specifications regarding their fit precision to the dental preparation and their mechanical properties.

Ceramic parts fabricated using additive techniques exhibit anisotropic shrinkage (different shrinkage rates along the three dimensions of a sintered part compared to its initial volume) following thermal debinding and densification treatment. The prosthetic part must be oversized to ensure the restoration adapts to the dental preparation after thermal treatment and to minimize the risk of restoration failure. A study on shrinkage rates and deformations of parts with increasingly complex geometries was conducted. These different part morphologies were digitized using microtomography, and the files were analyzed using inspection and control software.

In the study of simple parallelepiped morphologies, variations in layer width and the number of layers showed anisotropic shrinkage rates, equivalent in the direction perpendicular to the forming process but higher in the forming direction. Shape variations of the simplified models do not influence the different shrinkage rates. The maximum acceptable viscosity depends on the layer surface area as well as the distance between two surfaces, which impacts the deformations due to the forming process and thermal treatment.

The dimensional study of hollow cylindrical parts showed that the larger the layer surface area, the greater the risk of defects, and the orientation of the part also influences deformations during thermal treatment. The optimal orientation must therefore be a compromise between manufacturing time, limiting deformations with the smallest possible layer surface area, and ensuring optimal mechanical properties.

Following the study of deformations in a clinical crown framework, the results in terms of forming accuracy showed that the manufacturing process combining the CryoPrinter® (Cryoceram®) printer, CryoCeram® resin, and CT 1200SG® alumina (Almatis®) is reproducible regardless of the forming orientation. The accuracy values

of the printed restorations were below the 120  $\mu$ m threshold except for the marginal zone when the mesio-distal orientation was chosen. The occluso-cervical orientation produced the most accurate restorations relative to the digital model at the marginal level. Lastly, the occlusal gap values were significantly lower for the occluso-cervical orientation compared to the vestibulo-palatal orientation, with the latter being the only one also presenting a mean marginal gap value below 120  $\mu$ m. Thus, for shaping using the process developed by CryoCeram®, the occluso-cervical orientation seems preferable for producing clinically acceptable crown frameworks.

Finally, an evaluation of the non-cytotoxicity of the parts formed using this new process was conducted to consider potential clinical use.