

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ CHADLI BENDJEDID - EL TARF



جامعة الشاذلي بن جديد - الطارف

FACULTÉ DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE  
DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE

## MÉMOIRE DE MASTER

DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIÈRE

FILIÈRE : Physique

OPTION : Physique des Matériaux

Thème

# CARACTERISATION DE L'AMALGAME DENTAIRE PAR DRX

Présenté par :  
SEBTI Khaoula

Encadré par :  
Dr. ADJMI Samah

Jury de soutenance :

Pr. Khiari Saidi	Président	Pr	UCBT, El Tarf
Dr. Boutarfa Hayette	Examineur	MCB	UCBT, El Tarf
Dr. ADJMI Samah	Rapporteur	MCA	UCBT, El Tarf

Année Universitaire : 2021/2022

# Remerciement

*Tout d'abord, je voudrais remercier Dieu Tout-Puissant de m'avoir donné la force et le courage de faire cet humble travail.*

*J'exprime ma profonde gratitude, mes remerciements et mon respect à mon encadrant, Docteur ADJMI SAMAH, maitre de conférence classe A à l'université d'El Tarf, pour ses conseils et son aide afin de me fournir le meilleur et de me suivre pendant la période de préparation du mémoire de fin d'étude.*

*Mes remerciements vont aux membres du jury, monsieur KHIARI Saidi, Professeur à l'université d'El Tarf, de présider le jury de soutenance, docteur BOUTARFA Hayette, maitre de conférence classe B à l'université d'El Tarf, qui a bien voulu accepter de faire partie du jury et d'examiner mon travail.*

*Je remercie sincèrement tous les enseignants qui, par leurs conseils et leurs efforts au cours des dernières années, nous ont permis d'être là.*

*Enfin, je remercie ma famille et tous ceux qui m'ont aidé à mener à bien mon parcours, et mes sincères remerciements à tous mes amis et collègues qui m'ont apporté leur soutien moral et intellectuel tout au long de ma vie.*



# Dédicace

*Je dédie fièrement ce travail à :*

*\* Ma chère mère, DJEMAA FLIDJANE, qui a travaillé pour mon succès avec son amour, son soutien, tous ses sacrifices et ses précieux conseils pour toute son aide et sa présence dans ma vie.*

*\* Mon cher père, Mizouni Sebti, tu as toujours été pour moi l'exemple d'une personne respectable, honnête et précise. Je veux honorer l'homme que tu es. Tu dois être fier de trouver ici le résultat de tant d'années de sacrifice pour m'aider à avancer dans la vie. Que Dieu vous récompense, vous et ma mère, et que le succès soit toujours sur mon chemin pour que je puisse vous rendre heureux.*

*\* Chez frères ACHRAF, ZINE EL-DINE et WAEL, que Dieu vous protège et vous accorde santé, bonheur et réussite.*

*\* Mon cher oncle, ALI SEBTI, je le remercie infiniment pour tous les conseils qu'il m'a donnés*



## *Table des matières*

<b>INTRODUCTION GÉNÉRALE.....</b>	<b>p2</b>
 <i>Partie 1 : Synthèse bibliographique</i>  	
<i>Chapitre I : Synthèse bibliographique sur l'amalgame dentaire</i>	
I.1. Introduction.....	p4
I.2. Historique .....	p4
I.3. Définition.....	p6
I.4. Données réglementaires nationales et internationales.....	p7
I.4.1. L'amalgame dentaire en Europe.....	p7
I.4.2. L'amalgame dentaire dans le reste du monde.....	p7
I.5. Les données récentes de la littérature.....	p8
I.5.1. Libération de vapeur de mercure.....	p8
I.5.2. Résistance à la dégradation dans le milieu.....	p9
I.5.3. Incidence des couplages galvaniques buccal.....	p9
I.5.4. Pouvoir bactéricide des produits de corrosion.....	p10
I.6. Les avantages et les inconvénients des amalgames.....	p10
I.7. Composition et préparation d'amalgame .....	p12
I.7.1. Caractérisation physico-chimique.....	p12
I.7.2. Classification de Mount et Hume 2002.....	p16
I.8. Rappels sur la structure et les propriétés des amalgames.....	p16
I.9. Propriétés des amalgames.....	p21
I.9.1. Propriétés mécaniques des amalgames.....	p21
I.9.1.1. Dureté.....	p21
I.9.1.2. Résistance a la traction diamétrale.....	p21
I.9.1.3. Résistance a la compression.....	p22
I.9.1.4. Fluage.....	p22
I.9.2. Propriétés physico-chimique des amalgames.....	p22
I.9.2.1. Variation dimensionnelles.....	p22
I.9.2.2. Conductivité thermique .....	p23
I.9.3. Propriétés électrochimique.....	p23
I.9.3.1. Paramètre de la corrosion.....	p24

I.9.3.2. Facteurs influençant la corrosion.....	p24
I.9.3.3. Conséquences de la corrosion.....	p24
I.9.4. Propriétés biologiques des amalgames.....	p25
I.9.4.1. Toxicité des produits dégradation.....	p25
I.9.4.2. Toxicité de mercure.....	p25
I.10. Manipulation.....	p26
I.10.1. Section .....	p26
I.10.1.1.Type d'alliage.....	p26
I.10.1.2. Type de poudre.....	p26
I.10.1.3. Condensation.....	p27
I.10.2. Précaution à prendre.....	p27
I.11. Utilisations des amalgames.....	p27
I.12 Conclusion.....	p28

## ***Chapitre II : Techniques de caractérisation des échantillons***

I.1 Introduction.....	p31
II.2. Définition.....	p31
II.3. Principe de diffraction des rayons X.....	p32
II.3.1. Détermination des paramètres de la maille.....	p36
II.3.2. Détermination de la taille des grains (Méthode de Sherrer).....	p36
II.4. Montage Bragg Brentano.....	p37
II.5. Méthode de Rietveld.....	p39
II.6. Méthode et application.....	p39
II.7. Conclusion.....	p40

## ***Partie 2 : Etude expérimentale***

### ***Chapitre III : Résultats expérimentales***

III.1. Introduction.....	p43
III.2. Protocole expérimentale.....	p43
III.3. Etude structurale par diffractomètre des rayons X (DRX).....	p43
III.4. Variation de la taille dans grains $\langle D \rangle$ (nm) de la phase $Ag_3Sn$ et $Cu_6Sn_5$ .....	p46
III.5. Variation de la taille moyenne des cristallites de la phase $Ag_3Sn$ et $Cu_6Sn_5$ .....	p48
III.6. conclusion .....	p50

<b>CONCLUSION GENREALE.....</b>	<b>p52</b>
<b>BILIOGRAPHIE.....</b>	<b>p55</b>

## *Listes des figures*

Figure I.1 : Un amalgame dentaire contient en moyenne environ un gramme de mercure .....	p5
Figure I.2 : Radiographie et photographie d'une seconde molaire restaurée avec un important amalgame.....	p5
Figure I.3 : Photo d'un morceau d'amalgame.....	p6
Figure I.4 : Libération de mercure minérale.....	p10
Figure I.5 : Diagramme de phase Ag Sn.....	p13
Figure I.6 : Réaction de prise d'un amalgame conventionnelle.....	p17
Figure I.7 : Réaction de prise d'un amalgame à phase dispersée.....	p18
Figure I.8 : Réaction de prise d'un amalgame HCSC.....	p20
Figure II.1 : Exemple de diagramme de diffraction des rayons X de poudre .....	p32
Figure II.2 : Diffusion élastique : Les photons X rebondissent en gardant la même énergie.....	p33
Figure II.3 : Interférences des ondes diffusées - phénomène de diffraction.....	p33
Figure II.4 : Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg.....	p34
Figure II.5 : Indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan (h k l).....	p35
Figure II.6 : Modèle de fonctionnement des diffractomètres .....	p36
Figure II.7 : Illustration d'un pic de DRX.....	p37
Figure II.8 : Goniomètre de la marque Bruker-AXS,type D8.....	p38
Figure II.9 : Modèles de fonctionnement du diffractomètre de Bragg Brentano.....	p38
Figure III.1: Capsule d'amalgame dentaire.....	p43
Figure III.2 : Diffractomètre Bruker D8 -Advance.....	p44
Figure III.3 : Spectres des diffraction des rayons X d'alliage Ag-Cu-Sn .....	p45
Figure III.4 : Spectres de diffraction des rayons X d'alliage Ag-Cu-Sn.....	p46

***Listes des tableaux***

Tableau I.1 : Dureté vickers.....	p21
Tableau I.2 : Résistance à la traction diamétrale.....	p21
Tableau I.3: Résistance à la compression.....	p22
Tableau III.1 : Evolution de la taille moyenne des graine $\langle D \rangle$ (nm) de la phase $\text{Ag}_3\text{Sn}$ .....	p47
Tableau III.2 : Evolution de la taille moyenne des grains $\langle D \rangle$ (nm) de la phase $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ .....	p47
Tableau III.3 : Paramètres structureaux (a,bet c) des deux phases $\text{Ag}_3\text{Sn}$ et $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ dans l'alliage Ag-Sn-Cu.....	p48

# *Introduction generale*



## Introduction generale

Les amalgames dentaires restent le matériau d'obturation des dents permanentes le plus ancien, leurs nombreuses évolutions ont permis des améliorations importantes de leurs propriétés physiques et électrochimiques.

En dentisterie, après le nettoyage de la cariée, l'amalgame indique un matériau utilisé pour boucher les caries qui se forment dans les dents ce qu'on appelle « un plombage ».

Un amalgame traditionnel est formé d'un mélange de mercure liquide (1 gramme environ par amalgame) et d'autres métaux en poudre tels que : le mercure qui permet à la plasticité du matériau lors de sa mise en place et qui représente 50 % de l'alliage ; l'argent qui le métal majoritaire après le mercure (30 % de la masse) ; le cuivre ; l'étain ; le zinc (pas toujours présent) et des autres métaux tels que le palladium et le béryllium qui sont ajoutés par les fabricants mais non illustrés pour améliorer le temps de prise ou les propriétés mécaniques finales du mélange.

Ce mélange conduit à un matériau final très performant pour obturer les dents cariées. La formation de l'amalgame se fait en trois étapes ;

1. « trituration » : imprégnation du mercure liquide dans les métaux en poudre,
2. « amalgamation » : réaction chimique du mercure sur les métaux,
3. « cristallisation » du matériau final.

Malgré le développement des biomatériaux, l'amalgame dentaire restera l'un des meilleurs matériaux pour la plupart des restaurations ultérieures, et certainement comme tous les autres matériaux d'obturation, il a ses propres inconvénients tels qu'il plus dur que la dent et il est inesthétique mais des avantages majeurs de facilité d'utilisation, de durabilité et d'un bon rapport qualité-prix. , les auteurs eux-mêmes se sont appuyés sur des études Les nombreuses études menées sur ce sujet, qui n'ont révélé aucun danger réel pour la santé des patients, ont unanimement convenu que l'amalgame n'est pas nocif et qu'il n'y avait aucune justification pour empêcher son utilisation ou pour le retirer.

L'objectif de notre travail est caractériser un échantillon d'amalgame dentaire par DRX.

Ce mémoire est divisé en une introduction, trois chapitres et une conclusion. Dans le premier chapitre, elle a traité des informations générales et de base sur l'amalgame

dentaire en plus de sa composition, ses propriétés et ses domaines d'utilisation. Le deuxième chapitre décrit sur la diffraction des rayons X, où les concepts de base de la théorie de la diffraction des poudres ont été présentés comme l'une des techniques qui donnent des informations sur la composition. Dans le troisième chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux obtenus lors de cette étude. Et enfin, nous terminerons par une conclusion.

***Partie 1***  
***Synthèse bibliographique***



***Chapitre I: Synthèse  
bibliographique sur l'amalgame  
dentaire***



## 1.1. Introduction

Dans ce premier chapitre, nous présentons une étude bibliographique sur l'amalgame dentaire tel que sa composition et quelques différentes propriétés.

## 1.2. Historique

Selon Geir Björklund l'amalgame a été utilisé pour la première fois en Chine (618-907 avant JC) et en Allemagne par Struikerius. Suite aux archives historiques les composants l'amalgame est un mélange de mercure, d'argent et d'étain d'après l'étude de Lu Wen Tain en 1505 [1].

L'amalgame a fait l'objet de nombreuses polémiques depuis qu'il a été connu du monde occidental en 1830 à cause du mercure qu'il contient. En 1833, l'amalgame a été apporté aux États-Unis par les "Crocoeur Brothers", Edward et Moses Crocoeur. En 1844, des rapports ont montré que 50% des obturations dentaires dans le nord de New York étaient des amalgames et à partir de ce moment, l'utilisation de l'amalgame selon « American Society of Dental Surgeons » a été utilisée sauf après la signature d'un engagement à s'abstenir d'utiliser des obturations au mercure, c'est le début de ce qu'on appelle la guerre des amalgames en dentisterie. La proportion de mercure dans l'alliage restant dans l'amalgame n'était pas toujours de 50% puisqu'elle atteignait 66% en 1930 [2]. Le rapport approximatif entre les autres métaux utilisés dans l'amalgame dentaire reste très variable. L'amalgame conventionnel contient 32% argent, 14% d'étain, plus sensible à la corrosion en raison de sa faible teneur en cuivre. L'amalgame dentaire non gamma 2 fabriqué de cette manière s'est avéré émettre des niveaux importants de vapeur de mercure par rapport à l'amalgame conventionnel. L'amalgame est le matériau dentaire qui a la plus forte tendance à former du courant galvanique et de la haute tension à mesure que son âge augmente, et son taux d'excrétion de mercure s'accélère avec la corrosion lorsque les amalgames sont en contact avec des restes anciens ou des artefacts en or dans la bouche. En 2008, la Suède, la Norvège et le Danemark ont délibérément interdit le mercure des amalgames dentaires dans les obturations composites. Depuis le 1er avril 2008, les dentistes au Danemark ont interdit l'utilisation de mercure dans les obturations autres que les obturations de surface pour mâcher les molaires des dents permanentes

(adultes), et l'amalgame suédois a été interdit pour des raisons environnementales et sanitaires selon les autorités suédoises [3-4].



**Figure I.1** : Un amalgame dentaire contient en moyenne environ un gramme de mercure [36]



**Figure I.2** : Radiographie et photographie d'une seconde molaire restaurée avec un important amalgame [37]

### I.3. Définition

La solution retenue pour le problème posé est le plus souvent un mélange de plusieurs métaux. Le mercure est toujours un des constituants, d'où le nom d'amalgame, car c'est le seul métal liquide à la température ambiante. Cet état liquide permet un bon mélange, une réactivité plus grande, une bonne cohésion et malléabilité. Les alliages utilisés sont obtenus en mélangeant (ou en triturant, suivant la terminologie des praticiens), au moment de l'intervention, le mercure, d'une part et une poudre d'un alliage de trois métaux (argent, étain, cuivre) et parfois quatre (avec du zinc en plus) d'autre part. L'alliage initialement plastique à cause du mercure n'est pas dans un état stable. Il va évoluer vers un équilibre caractérisé par une ou plusieurs phases (plus ou moins dispersées) solides. L'état d'équilibre est donné par le diagramme de phases qui donne des renseignements sur le nombre et la nature des phases [5].

De là vient le concept d'amalgame en dentisterie, car il s'agit d'une substance utilisée pour fermer les cavités qui se forment dans les dents après avoir nettoyé la partie endommagée de celles-ci. Bien que l'amalgame dentaire soit toujours appelé "obturation", l'amalgame 1, l'obturation grise ou l'amalgame est un alliage de mercure et d'autres métaux. Il se compose généralement de mercure (50 %), d'argent (22 % - 32 %), d'étain (14 %), de cuivre (8 %) et d'autres résidus métalliques [6-7].



**Figure I.3 :** Photo d'un morceau d'amalgame [38]

## **I.4. Données réglementaires nationales et internationales**

Actuellement, les amalgames dentaires sont disponibles et employés dans tous les pays du monde.

Dans la mesure où ils sont appliqués à l'homme à des fins médicales, ils sont des dispositifs médicaux. En application de la règle 8, alinéa 3, de l'annexe IX de la directive 93/42/CEE du Conseil du 14 juin 1993 relative aux dispositifs médicaux [8], les amalgames dentaires sont des dispositifs médicaux de classe II. Pour l'apposition du marquage CE, le fabricant doit faire intervenir un organisme notifié, organisme européen indépendant.

### **I.4.1. L'amalgame dentaire en Europe**

L'utilisation des amalgames à des fins de soins dentaires ne fait l'objet d'aucune interdiction formelle.

Cependant, quatre états de l'Union européenne ont pris des dispositions limitant l'utilisation de l'amalgame dentaire. Ces restrictions sont essentiellement fondées sur des motifs environnementaux. Il s'agit de l'Allemagne, Danemark, la Norvège et la Suède. Les recommandations sont globalement les mêmes, les contre-indications d'usage concernent les femmes enceintes ou allaitantes, les enfants et les patients souffrant de troubles rénaux.

### **I.4.2. L'amalgame dentaire dans le reste du monde**

#### **❖ L'Organisation mondiale de la santé et l'amalgame**

L'Organisation mondiale de la santé (OMS) [9] a organisé, en mars 1997, une rencontre internationale d'experts à Genève. Les principales conclusions du document publié en 1997 sont les suivantes :

- l'amalgame dentaire est considéré comme sûr et efficace ;
- le risque d'effets iatrogènes est très faible pour tous les matériaux de restauration et n'est pas plus élevé pour l'amalgame que pour les matériaux à base de résine ;
- il n'existe aucune preuve scientifique indiquant que des symptômes généraux peuvent être soulagés en remplaçant des obturations à l'amalgame par d'autres biomatériaux ;

- l'utilisation d'amalgame dentaire chez les enfants et les femmes enceintes est déconseillée.

## **I.5. Les données récentes de la littérature**

Les études récentes de biomatériaux publiées sur les amalgames s'orientent de plus en plus vers des facteurs en relation avec les propriétés biologiques de ces matériaux : libération de vapeur de mercure, résistance à la dégradation dans le milieu buccal, incidence des couplages galvaniques, pouvoir bactéricide des produits de corrosion.

### **I.5.1. Libération de vapeurs de mercure**

La libération de vapeurs de mercure durant la première semaine suivant la pose de l'amalgame est influencée par la morphologie des poudres constitutives. Ainsi, les poudres sphériques permettent de diminuer la libération de vapeurs de mercure [Neme, 2002]. En effet, le mercure est un liquide peu mouillant, l'état de surface très régulier des particules sphériques favorise l'étalement du mercure sur la surface des particules ce qui permet des ratios mercure/poudre plus favorables (moins de 40 % pondéraux de mercure pour certaines formules d'alliage sphérique contre 50 % pour des poudres sous forme de copeaux). Par ailleurs, considérant que la cinétique de réaction sera plus rapide, le mercure diffuse plus rapidement vers le cœur des particules de poudre. Le mercure se trouvera, de ce fait, plus rapidement lié à l'argent pour former la phase gamma 1 argent-mercure. Les études portant sur l'adjonction de palladium, en faible quantité, dans la composition de la poudre (0,5 % en poids) mettent en évidence une diminution de la libération de vapeurs de mercure durant les étapes de mise en œuvre clinique du matériau. Le coût élevé du palladium limite cependant l'utilisation de cet élément d'addition.

Depuis longtemps, il est établi que la libération de vapeurs de mercure à partir des amalgames dentaires est ralentie par la présence d'une couche d'oxydes en surface [10]. C'est la raison qui justifie de ne pas repolir les surfaces des anciennes obturations à l'amalgame. Enfin, il semble que la présence de films liquides tels que le film salivaire limite la libération de vapeurs de mercure au sein de la cavité buccale.

### **I.5.2. Résistance à la dégradation dans le milieu buccal**

La dégradation des amalgames dans le milieu buccal est la conséquence de phénomènes de corrosion électrochimique, de dégradation mécanique (abrasion, fluage) et d'association de ces éléments (fatigue corrosion, corrosion sous contrainte).

L'évolution de la réaction d'amalgamation permet de mettre en évidence une amélioration du comportement électrochimique après 24 heures [Walker, 2003]. La résistance à la dégradation du matériau dans le milieu buccal par corrosion s'améliore dans le temps [Colon, 2003] sur 10 années pour les formulations d'amalgames non gamma 2 étudiées.

La présence de zinc, limitée à certaines formules d'amalgames, a été discutée, en particulier lors d'une étude récente [Lobner, 2003] confirmant, in vitro, la cytotoxicité de cet élément. Par ailleurs, la résistance à la corrosion est affectée par la présence de cet élément [Walker, 2003].

L'adjonction de 0,5 % de palladium permet une amélioration de la résistance à la corrosion [Neme, 1999 ; Colon, 2003] [11]

### **I.5.3. Incidence des couplages galvaniques**

Un certain nombre de travaux de recherches concernent les couplages galvaniques. L'amalgame étant l'alliage le plus corrodable parmi ceux utilisés dans le milieu buccal, le couplage va nécessairement accélérer la vitesse de dégradation de l'amalgame d'autant plus que la surface du ou des amalgames sera réduite comparée à celle des alliages de métaux plus nobles. Par ailleurs les couplages galvaniques occasionnent des courants au sein de la sphère buccale qui peuvent être à l'origine de sensations désagréables (goût métallique, brûlures, picotements). L'évolution de la pratique odontologique avec en particulier la présence de titane dans le milieu buccal résultant de la mise en place d'implants ou de restaurations prothétiques en titane conduisent à évaluer les couplages galvaniques entre amalgames et titane. L'étude de Horasawa et coll. conclut à la présence de courants galvaniques de faible intensité entre amalgames d'argent et titane [Horasawa, 1999]. Les couplages avec les alliages d'or donnent lieu aux courants les plus élevés pouvant provoquer des phénomènes douloureux pendant les premières heures suivant la mise en place de ces amalgames. [Walker, 2003][12].

### I.5.4. Pouvoir bactéricide des produits de corrosion

La confirmation du pouvoir antibactérien des composants des amalgames dentaires est confirmée par une étude de Morrier et coll. [1998] sur *Streptococcus mutans* et *Actinomyces viscosus*, bactéries dont le rôle a été largement démontré dans l'initiation et le développement de la maladie carieuse [13].

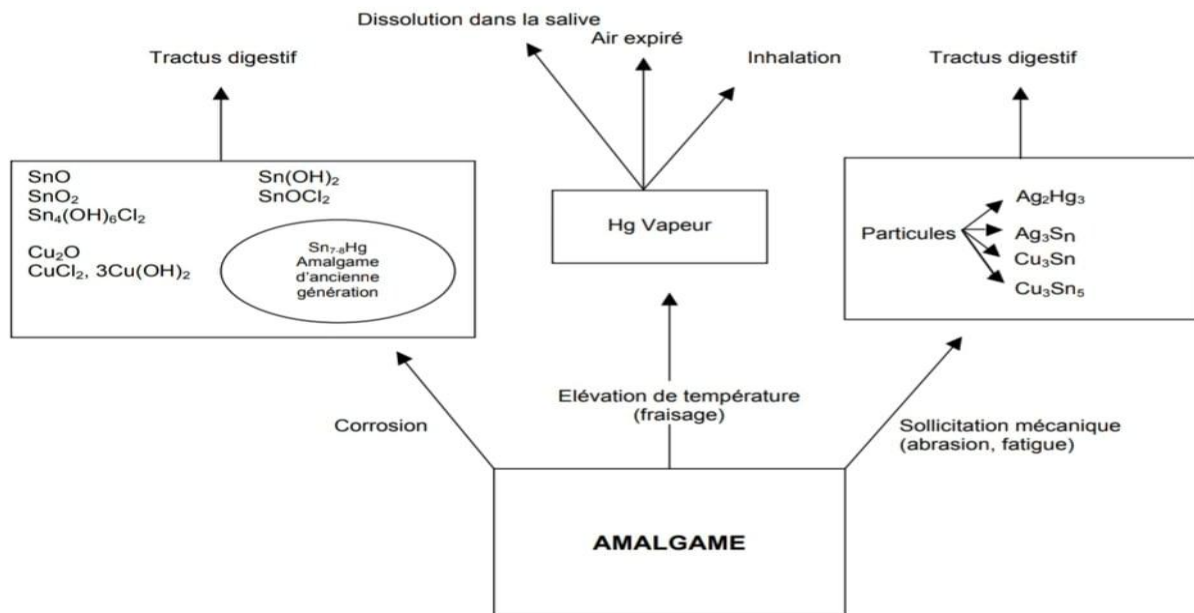


Figure I.4 : Libération de mercure minéral [39]

### I.6. Les avantages et les inconvénients des amalgames

#### ➤ *Avantages*

- Résistance aux contraintes du milieu buccal

Les propriétés mécaniques de l'amalgame restent un critère de choix prépondérant de restauration des dents cuspidés. Ce matériau présente une résistance mécanique élevée supérieure à celle des résines composites et des ciments verre ionomères et possède des propriétés physiques suffisantes pour soutenir une charge occlusale [14].

La longévité des obturations est un des avantages majeurs des amalgames et est en grande partie tributaire de ses propriétés mécaniques [15].

- Etanchéité de la restauration

Les amalgames n'adhèrent pas aux tissus dentaires et la faible mouillabilité de l'alliage lors de son insertion en phase plastique occasionne l'existence d'un hiatus entre les bords de la préparation et le matériau. Ce hiatus est progressivement comblé et scellé par les produits de corrosion particulièrement des sels d'étain, ce qui limite l'infiltration salivaire et confère à l'amalgame dentaire son étanchéité [16, 15,17].

- Effet bactériostatique

La confirmation du pouvoir antibactérien des composants et des produits de corrosion des amalgames a été confirmée par une étude de Morrier et coll en 1998 sur streptococcus mutans et actinomyces viscosus, bactéries dont le rôle a été largement démontré dans l'initiation et le développement de la maladie carieuse. L'amalgame peut être défini comme un matériau bioactif et auto scellant, ce qui n'est pas le cas des résines composites.

- Rapport coût efficacité

L'amalgame dentaire est un matériau économique qui offre un bon rapport coût efficacité. S'il est bien utilisé, il présente une durée de survie comprise entre 10 et 20 ans pour un prix nettement inférieur à celui des résines composites [18].

➤ ***Inconvénients***

- Corrosion électrochimique

Comme toutes les obturations métalliques placées dans la cavité buccale au contact de l'électrolyte salivaire, les restaurations à l'amalgame sont soumises aux phénomènes de dégradation électrochimiques. Au contact d'une autre restauration métallique, l'amalgame génère un courant galvanique [15].

La détérioration marginale suite à la corrosion de l'amalgame en milieu salivaire dépend en grande partie de la présence de la phase gamma 2. Ainsi, la résistance à la dégradation du matériau en milieu buccal s'améliore dans le temps pour les formulations d'amalgame non gamma 2 et l'adjonction de 0,5% de palladium permet aussi une amélioration de la résistance à la corrosion [15,19].

Toxicité des produits de dégradation Le pouvoir cytotoxique des produits de corrosion a été mis en évidence par des études citées par Colon en 2008 [15]. Les composants qui peuvent migrer en direction pulpaire sont susceptibles d'entraîner une réaction immunitaire pulpaire. Cependant, ces mêmes composants sont toxiques pour les micro-organismes, ce qui limite les récives carieuses aux interfaces dent obturation. Cette réaction d'auto défense autogène constitue un outil de prévention important [14].

- Conductivité thermique

Certaines sensibilités post opératoires sont inhérentes à la conductivité thermique de l'amalgame dont le coefficient d'expansion est 25 fois celui des tissus dentaires [15].

La précaution élémentaire pour prévenir ce phénomène d'expansion thermique est de placer une couche protectrice d'un matériau isolant, notamment un ciment pour fond de cavité (oxyde de zinc eugénol, verre ionomère, dycal).

- Mutilation tissulaire

Bien que la préparation des cavités pour amalgame a évolué vers une économie tissulaire après l'apparition des amalgames non gamma 2, plus résistants mécaniquement, elle reste encore peu préservatrice des tissus dentaires. En effet, elle impose le retrait de structures saines de la dent pour satisfaire à une exigence du matériau et assurer sa rétention [19,20].

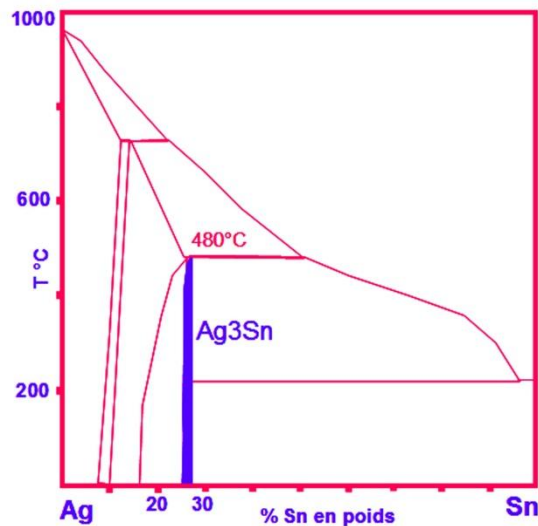
## **I.7. Composition et préparation d'amalgame**

### **I.7.1. Caractérisation physico-chimique**

Les poudres d'amalgame ne sont pas constituées de métaux purs mais d'une combinaison d'argent, d'étain et de cuivre sous forme de phases binaires. Après mélange avec le mercure, les phases binaires réagissent partiellement pour donner naissance à de nouvelles phases dont certaines contiennent du mercure.

➤ *Argent-étain* : Une réaction péritectique à 480°C permet de donner naissance à la phase gamma ( $\gamma$ ) Ag<sub>3</sub>Sn. Cette phase constitue la phase prépondérante des

poudres pour les amalgames conventionnels. Elle est également le constituant principal de la poudre des alliages à haute teneur en cuivre (voir la figure 5).



**Figure I.5 :** Diagramme de phase Ag-Sn [40]

Le mercure représente un peu plus de 50% en poids du mélange avec la poudre. Il doit être utilisé très pur sinon une couche de contaminants en surface interfère avec la réaction de prise [21-22].

- *Cuivre-étain* : Les poudres pour l'amalgame dentaire contiennent la phase Cu<sub>3</sub>Sn ou phase epsilon (ε) tandis que l'amalgame doit apparaître la phase Cu<sub>6</sub>Sn 5 ou phase éta prime (η').

Les poudres pour amalgame H.C.S.C. (High Copper Single Composition) sont constituées, après traitement thermique, d'un mélange de phase Cu<sub>3</sub>Sn et de phase Ag<sub>3</sub>Sn. La composition de la poudre permet donc de calculer la proportion relative des phases.

Si on prend par exemple la poudre de l'alliage dont la composition en pourcentages pondéraux est la suivante : Ag : 59,4% ; Sn : 27,8% ; Cu : 13% ; on obtient une proportion relative en poids d'environ 80 % de phase γ pour 20 % de phase ε.

- *Argent-cuivre* : Le diagramme Ag-Cu est la représentation parfaite d'un diagramme eutectique. L'eutectique AgCu est utilisé sous forme de particules sphériques dans les alliages à phase dispersée. Ces particules sphériques sont alors mélangées à des copeaux d'une poudre conventionnelle.

- *Argent-mercure* : La phase gamma 1 ( $\gamma_1$ ) formée au cours de l'amalgamation correspondrait pour certains auteurs à la formule  $\text{Ag}_3\text{Hg}_4$ . Enfin, selon Frankel et Frankuchen en 1952, la formule serait  $\text{Ag}_2\text{Hg}_3$ .
- *Etain-mercure*: La phase gamma 2 présente dans les amalgames dentaires conventionnels correspond à la formule  $\text{Sn}_{7-8}\text{Hg}$  sans qu'il soit possible de déterminer plus précisément la formulation. Parmi les propriétés physiques, nous signalerons la faible résistance à l'échauffement des phases gamma 1 et gamma 2 puisque Vermeersch et coll. [1980] constatent une libération de mercure aux environs de  $77^\circ\text{C}$ . Ces phases feront donc l'objet de toutes les précautions lors du polissage qui doit éviter tout échauffement.

Les poudres interviennent sur les propriétés de l'amalgame par leur composition chimique, leur morphologie, leur granulométrie et leur état de surface. Chacune de ces caractéristiques influence, de façon considérable, sur les propriétés physiques et les qualités de manipulation de l'amalgame [1984]. On peut classer ces poudres en fonction de leur morphologie ainsi que leur composition chimique.

La morphologie permet de distinguer des particules sous forme de copeaux, polyédriques, qui résultent de l'usinage d'un barreau issu de la coulée initiale. Ces particules se caractérisent par un état de surface très irrégulier, une géométrie mal contrôlée, une granulométrie variée définie par des tamisages successifs. Ces poudres, qui seules répondent au terme de limailles, se caractérisent par une faible réactivité avec le mercure associée à une résistance importante à la condensation. Cette morphologie est celle qui exige la plus grande quantité de mercure pour réaliser la réaction d'amalgamation [1997]. Les particules géométrie de ces particules sont parfaitement contrôlées de même que leur état de surface très régulier. Ces particules sont généralement élaborées sous forme sphériques qui résultent d'un procédé d'atomisation utilisé couramment au niveau industriel pour élaborer des poudres métalliques destinées à hautes technologies (frittage, ...). L'atmosphère inerte (azote, argon) limite considérablement la présence d'oxydes en surface. Les particules sphéroïdales sont voisines des particules sphériques dans leur processus d'élaboration. Cette morphologie permet de concilier l'état de surface des particules sphériques avec une résistance à la condensation plus proche de celle des particules en copeaux. Certains fabricants, compte tenu des propriétés spécifiques de chaque morphologie de particule proposent des poudres sous forme d'associations de différentes

morphologies (sphères et copeaux, particules sphéroïdales et copeaux, sphères et particules sphéroïdales).

La composition chimique permet de distinguer trois familles de poudres pour amalgame dentaire :

- ❖ Les poudres conventionnelles qui entrent dans le cadre de la spécification N°1 de l'ADA éditée en 1934. Cette formulation issue des travaux de Black en 1896 qui restait commercialisée en France jusqu'au 1998 puis a disparu du fait de l'obligation d'une présentation en capsules prédosées. Ces poudres sont composées d'argent, d'étain et de cuivre. La teneur en cuivre ne peut excéder 6 % en valeur pondérale. Au sein de cette poudre, l'argent est combiné à l'étain pour former la phase  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  ; le cuivre est combiné à l'étain sous forme de phase  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ . Cette dernière phase se trouve donc en très faible quantité à la fois si l'on considère qu'il y a combinaison de 3 atomes de cuivre pour un alliage d'étain et que la quantité de cuivre reste limitée au maximum à 6 %.
- ❖ Les poudres pour alliages à phase dispersée qui sont apparues, en 1963, suite aux travaux d'Innes et Youdelis [1993] Ces poudres sont hétérogènes puisqu'elles associent des particules d'une poudre conventionnelle sous forme de copeaux à des particules sphériques constituées d'un binaire eutectique argent/cuivre. La poudre, destinée à être amalgamée, est obtenue en mélangeant 2 parties d'alliage conventionnel pour une partie d'eutectique argent/cuivre.
- ❖ Les poudres pour alliages ternaires qui sont consécutives aux travaux d'Asgar en 1974. Cette appellation est justifiée par le fait que ces poudres sont, en général, composées de trois constituants répartis de façon identique dans toutes les particules. Ces poudres sont constituées comme les poudres conventionnelles des phases  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  et  $\text{Cu}_3\text{Sn}$  [Cruickshanks-Boyd, 1982] mais par rapport à ces poudres conventionnelles qui contiennent au maximum 6% de cuivre et donc très peu de phase  $\text{Cu}_3\text{Sn}$ , les deux phases sont en quantité appréciable puisque la quantité de cuivre peut atteindre 20%. Il est possible pour les fabricants de procéder à des adjonctions d'éléments tels que l'indium, le platine, le palladium, le zirconium, le fluor.

### **I.7.2. Classification de Mount et Hume 2002**

Selon Mount et Hume, l'amalgame est classé comme suit :

- Alliages à faible teneur en cuivre limaille ;
- Alliages à faible teneur en cuivre sphères ;
- Alliages à forte teneur en cuivre limaille ;
- Alliages à forte teneur en cuivre sphères ;
- Alliages ternaires mixtes à forte teneur en cuivre Ag-Sn-Cu ;
- Alliage binaire mixte à forte teneur en cuivre Ag-Cu.

Dans cette classification, le terme « mixte » correspond à la coexistence de particules sphériques et de limaille

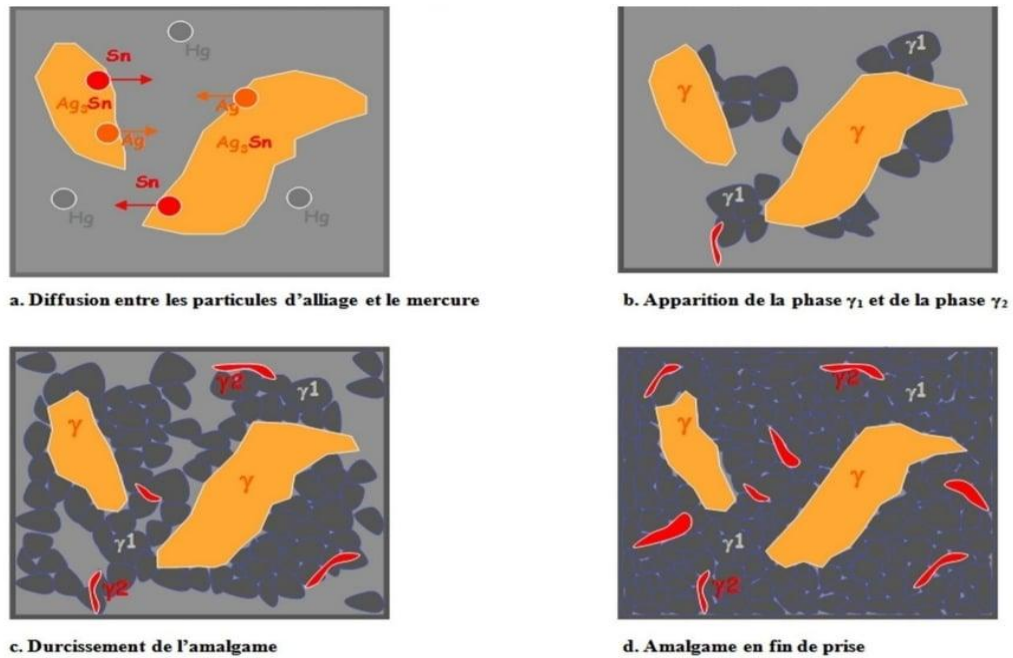
### **I.8. Rappels sur la structure et les propriétés des amalgames**

#### ➤ Réaction d'amalgamation

C'est la réaction à froid du mercure liquide sur une poudre métallique qui conduit à la formation d'un alliage solide cristallisé. Cette élaboration d'un nouvel alliage métallique, à froid, va impliquer une faible stabilité sur le plan thermodynamique. La réaction est partielle et les phases initialement présentes dans la poudre constituent la trame autour de laquelle les nouvelles phases s'organisent cristallisation des différentes phases en fonction du type de poudre ; selon les différents types de poudre, Marshall et coll. [1987] décrivent les réactions suivantes (non équilibrées) :

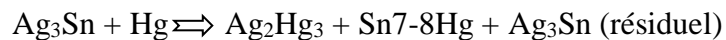
- Amalgame conventionnel

Les cristaux de  $\gamma_1$  et  $\gamma_2$  grandissent au fur et à mesure de la dissolution des particules par le mercure. Ainsi l'amalgame durcit au fur et à mesure de la diminution du mercure (voir la figure I.6)



**Figure I.6** : Réaction de prise d'un amalgame conventionnel [40]

L'alliage est habituellement mélangé avec le mercure. Ce taux de mercure est insuffisant pour complètement consommer les particules d'alliages.



- Microstructure

On obtient une structure polyphasée de type composite avec une matrice et des charges.

La matrice est constituée de gros grains équi-axes de phase  $\gamma_1$  enveloppant les charges que constituent les particules de phase  $\gamma$  résiduelle de forme et taille hétérogènes. La phase  $\gamma_2$  apparaît sous forme de petits grains plus allongés.

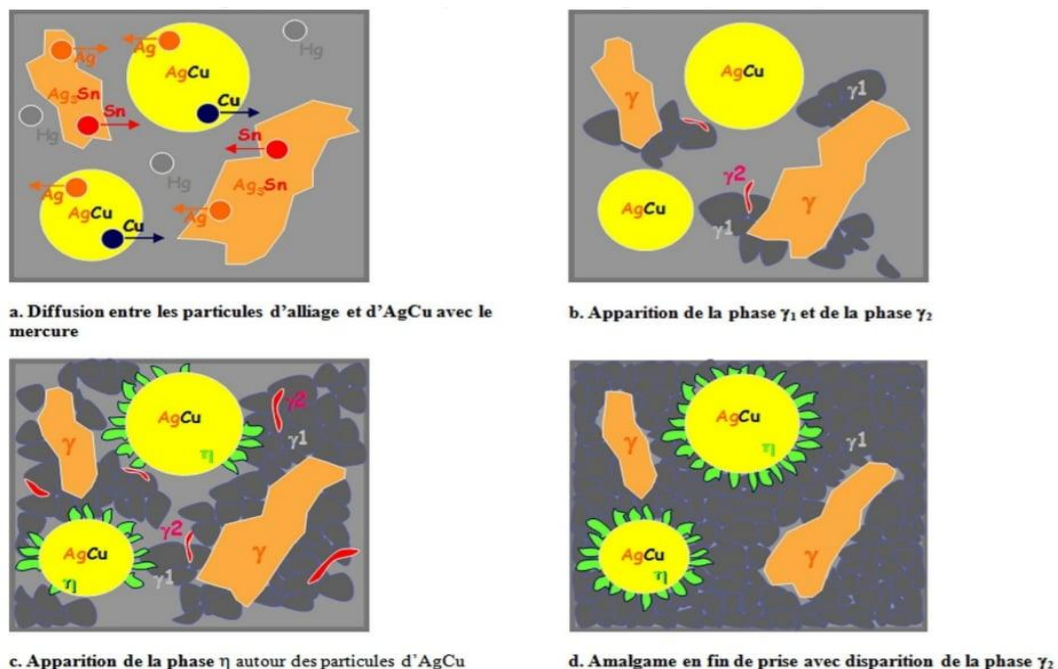
La répartition des phases est proche de  $\gamma_1 = 70\%$ ,  $\gamma = 20\%$  et  $\gamma_2 = 10\%$  pour une proportion de mercure de 50%. La quantité de mercure est un facteur essentiel, pour une proportion de 62% de mercure, la phase  $\gamma$  disparaît presque complètement (voir la figure I.6).

- Amalgame à phase dispersée

En 1963, deux métallurgistes développent un amalgame constitué d'un mélange d'une poudre conventionnelle avec un alliage sphérique d'eutectique Ag-Cu (72% Ag et 28% Cu).

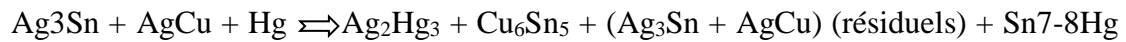
Le but initial était d'obtenir un durcissement de l'amalgame (amélioration des propriétés mécaniques) par dispersion de petites particules eutectiques sensées ne pas réagir au cours de la prise (amalgames à phase dispersée). Ces particules choisies pour leur module d'élasticité très élevé, devaient ainsi jouer le rôle de précipités bloquant le mouvement des dislocations.

Les cliniciens constatèrent en plus de l'amélioration des propriétés mécaniques, une réduction de la dégradation marginale. On constate une réaction physico-chimique entre les particules d'eutectique et la poudre conventionnelle à l'origine de l'apparition de la phase  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  (phase h) au dépend de la phase  $\gamma_2$ . MAHLER démontra que le Dispersalloy ne contient pratiquement plus de phase 2 (voir la figure I.7).



**Figure I.7** : Réaction de prise d'un amalgame à phase dispersée [40]

Quelques cristaux de phase  $\eta$  peuvent se retrouver au milieu de la phase  $\gamma_1$ . La phase  $\gamma_2$  se forme en même temps que la phase  $\eta$  et elle est éliminée ensuite par elle en consommant l'étain de la phase 2.



Le résultat correspond à la microstructure suivante : des particules  $\gamma$  pris dans une matrice de phase  $\gamma_1$  au sein de laquelle se trouve des particules d'eutectique entourées d'une couche de  $\eta$  mêlée avec de la phase  $\gamma_1$ . On retrouve également des petits noyaux de phase h dispersés dans la matrice.

- Amalgame HCSC

Le rôle favorable du cuivre démontré, l'évolution des amalgames à haute teneur en cuivre s'est faite dans le sens d'une incorporation directe du cuivre. En 1974, ASGAR propose un alliage sous forme d'une poudre homogène avec une haute teneur en cuivre.

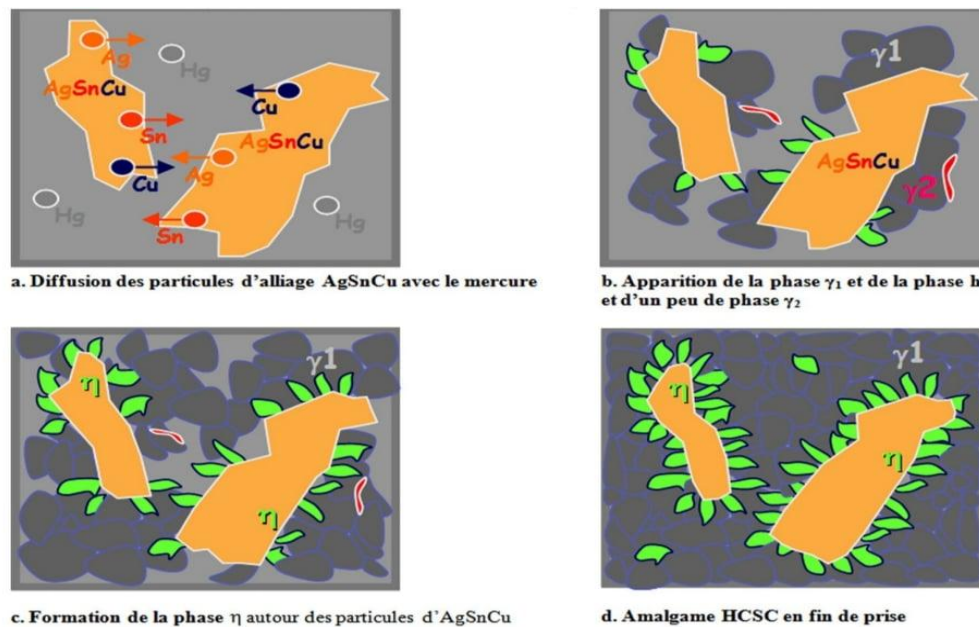
La poudre est formée d'un seul type de particules à composition ternaire Ag-Sn-Cu. Le cuivre est incorporé directement à l'alliage lors de la fonte du lingot.

Ainsi, contrairement aux amalgames dispersés, chaque particule de poudre de cet alliage a la même composition chimique, d'où le nom d'alliages à composition unique.

La poudre est de type limaille ou de type sphérique. Une poudre de type sphérique est fabriquée par atomisation du métal fondu dans des colonnes de pulvérisation sous gaz protecteur (argon) ou sous jets d'eau à haute pression, d'où la formation de particules sous forme de gouttelettes (refroidissement rapide) ou de sphères (refroidissement plus lent) [23].

On peut contrôler avec cette technique la granulométrie de façon précise.

Des traitements thermiques d'homogénéisation sont effectués, ainsi que des lavages par acide.



**Figure I.8** : Réaction de prise d'un amalgame HCSC [40]

Puis la phase  $\gamma_2$  se forme ce qui entraîne une diminution de la quantité de Sn à la périphérie des particules Ag-Sn-Cu alors que le pourcentage de Cu augmente car sa réaction avec le mercure est limitée. Ces mêmes particules, formées en majorité d'argent et de cuivre en surface, vont alors jouer le rôle des particules d'eutectique en éliminant la phase  $\gamma_2$ .



- Microstructure

Les cristaux de  $\gamma_1$  grandissent, formant la matrice. Les cristaux de phase  $\eta$  se forment comme des grilles de cristaux en bâtonnets à la surface des particules ainsi que dans la matrice. Ces cristaux sont plus larges que ceux entourant les particules d'Ag-Cu dans les amalgames dispersés (voir la figure I.8).

Les amalgames de type HCSC sont les plus performants pour les propriétés mécaniques et électrochimiques. Ils représentent le matériau de choix pour un résultat clinique optimal, dans les secteurs postérieurs.

## I.9 Propriétés des amalgames

### I.9.1. Propriétés mécaniques des amalgames

L'utilisation des amalgames s'effectuant dans les secteurs postérieurs, les propriétés mécaniques sont un critère de choix déterminant :

#### I.9.1.1. Dureté

La dureté Vickers sous 300g à 24h a été utilisé (voir le tableau I.1).

**Tableau I.1** : Dureté Vickers

	Dureté Vickers 300g
Amalgame conventionnel	100 HVN
Amalgame à phase dispersée	130 HVN
Amalgame HCSC	160 N

#### I.9.1.2. Résistance à la traction diamétrale

La charge de rupture est fonction du mécanisme de prise, donc du temps écoulé, a été mesuré à 7j (voir le tableau I.2).

**Tableau I.2** : Résistance à la traction diamétrale

	Traction diamétrale 7j [MPa]
Amalgame conventionnel	50
Amalgame à phase dispersée	45
Amalgame HCSC	55

### I.9.1.3. Résistance à la compression

La valeur de la résistance à la compression à 7 jours pour un alliage HCSC est environ le double d'un amalgame conventionnel. A 1 heure, un HCSC est plus résistant qu'un conventionnel à 7 jours (voir le tableau en bas).

**Tableau I.3** : Résistance à la compression

	Compression 1h [MPa]	Compression 7j [MPa]
Amalgame conventionnel	50	250
Amalgame à phase dispersée	120	380
Amalgame HCSC	290	500

### I.9.1.4. Fluage

Le fluage est une déformation plastique progressive et irréversible qu'un corps subit dans le temps, sous charge constante inférieure à la limite d'élasticité. Un facteur essentiel pour l'amalgame est la température. Le comportement clinique de l'amalgame se fait à température buccale (37°C) qui est relativement proche de la température du solidus de certaines phases ( $\gamma_1$ ). L'amalgame est un matériau bien adapté aux restaurations en méthode directe dans les secteurs postérieurs de par ses propriétés mécaniques élevées.

## I.9.2. Propriétés physico-chimiques des amalgames

### I.9.2.1. Variations dimensionnelles

#### ✓ *Variations au cours de la prise*

L'amalgame ne présente aucune adhérence aux tissus dentaires du fait de la tension superficielle élevée du mercure qui entraîne une mauvaise mouillabilité. Une légère expansion est souhaitée pour l'étanchéité du matériau, mais si elle est trop forte, il y a risque de fracture.

La plupart des amalgames modernes montrent une nette contraction après trituration mécanique.

Quand l'alliage et le mercure sont mélangés, la contraction résulte de la dissolution des particules et de la croissance de la phase  $\gamma_1$ . Le calcul démontre que le volume final de  $\gamma_1$  est moindre que le volume initial de l'argent dissout et du mercure liquide. La contraction continue tant que la phase  $\gamma_1$  augmente. Au fur et à mesure de la croissance, les cristaux de  $\gamma_1$  empiètent les uns sur les autres, d'où des pressions qui s'opposent à la contraction. Si le mercure est suffisant, une expansion se passe durant l'empiètement. Si le mercure est insuffisant, une contraction est constatée. Or, les amalgames modernes présentent un rapport Hg/alliage bas. Des pressions de condensation élevées accentuent également la contraction [24] [25]

✓ *Effet de la contamination par l'humidité*

Si un amalgame à basse ou à haute teneur en cuivre contenant du zinc est contaminé par l'humidité durant la condensation, une large expansion peut avoir lieu (un amalgame non zinc contient moins de 0,01% de zinc). Cette expansion débute au 4ème-5ème jour et peut durer plusieurs mois. Cette expansion retardée est en partie responsable des fractures constatées à long terme sur les obturations volumineuses. L'utilisation de la digue est primordiale pour limiter cet effet [26]

✓ *Variations d'origine thermique*

Le coefficient de dilatation thermique de l'amalgame est de 22 à 28  $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ . Celui de la dentine est de 8,3 et celui de l'émail de 11,4. [26]

### **I.9.2.2. Conductivité thermique**

La conductivité de l'amalgame ( $0,023 \text{ J/s.cm}^2$ ) est 13 fois plus faible que celle de l'or et 20 fois plus importante que celle d'une résine composite et 37 fois supérieure à celle de la dentine. Cette conductivité élevée amplifie le facteur dilatation thermique

### **I.9.3. Propriétés électrochimiques**

L'amalgame est un alliage métallique qui présente une hétérogénéité de composition et de structure. La salive représente un milieu électrolytique oxygéné et chloruré qui permet le transfert d'électrons inhérent à la réaction électrochimique ce qui conduit à l'oxydation de l'alliage en fonction de son potentiel de surface. Parmi tous les alliages étudiés dans le milieu buccal, les amalgames sont les plus corrodables [26]

### **I.9.3.1. Paramètres de la corrosion**

Les phénomènes d'aération différentielle (différence de potentiel entre zone aérée et non aérée) amplifient la corrosion. Les couplages galvaniques peuvent provenir d'associations entre amalgame et or mais également entre amalgame conventionnel et HCSC ou encore entre amalgames d'âges différents caractérisés par des potentiels de repos différents.

Le rapport de surface est important. Une surface cathodique (exp : l'Or) importante associée à une surface anodique (exp : l'amalgame) faible entraîne une corrosion plus rapide et plus intense de l'anode [26]

Les phénomènes de micropiles existent également entre les différentes phases d'un même amalgame.

Pour un amalgame traditionnel on observe un courant d'oxydation important proche du mA/cm<sup>2</sup>. Pour un HCSC l'intensité du courant de corrosion est 35 fois plus faible.

### **I.9.3.2. Facteurs influençant la corrosion**

La phase  $\gamma_2$  a le potentiel le plus bas, c'est la phase la plus attaquée par piqûre,  $\gamma$  est peu ou pas attaqué,  $\gamma_1$  est la plus noble. Le traitement de surface a une influence importante sur le comportement à la corrosion, le polissage réduit nettement l'attaque par corrosion. Le zink peut être un générateur de corrosion important en présence d'humidité et aboutit à une expansion retardée [27]

### **I.9.3.3. Conséquences de la corrosion**

Les inconvénients se résultent sur la corrosion qui favorise une détérioration marginale de la restauration. Les ions métalliques libérés peuvent colorer la dentine et provoquer des tatouages gingivaux. Le mercure libéré va passer dans l'organisme, mais le phénomène est réduit par la recombinaison du mercure libre avec les particules d'alliage non réagies.

Les avantages apparaissent sur les débris de corrosion qui vont partiellement combler l'interface. Les ions métalliques libérés vont se recombinaison sous forme d'oxydes (particulièrement de cuivre) qui ont une action bactéricide et bactériostatique

Sur le plan des propriétés physico-chimiques, le choix du type d'amalgame est un facteur important, mais la manipulation clinique demeure le facteur essentiel pour des résultats cliniques à long terme [28]

#### **I.9.4. Propriétés biologiques des amalgames**

##### **I.9.4.1. Toxicité des produits dégradation**

Les produits de dégradation ont un pouvoir cytotoxique. Ils peuvent migrer en direction pulpaire et entraîner une réaction immunitaire pulpaire

##### **I.9.4.2. Toxicité du mercure**

La présence systématique de mercure au sein de l'amalgame dans une proportion de 40 à 50% accentue le problème de la toxicité du matériau. En effet le mercure rentre dans la catégorie des produits toxiques.

En matière de toxicité le facteur le plus fondamental est la dose ; l'INRS (Institut National de Recherche et de Sécurité) établit des normes précises de sécurité. Les vapeurs de mercure aussi bien que les sels sont toxiques à des doses de l'ordre de 0.1 mg/m<sup>3</sup>.

L'amalgame libère du mercure essentiellement lors de la condensation, du polissage et lors de la dépose d'une restauration. Durant ces actes, la proportion de mercure libéré et susceptible d'être absorbé varie entre 85 et 325 mg/m<sup>3</sup> [29]

La valeur limite d'exposition aux vapeurs de mercure tolérée dans les locaux de travail qui est de 50 mg/m<sup>3</sup> concerne une exposition de 8 heures tous les jours ouvrés pendant une année.

L'air du cabinet dentaire varie entre 1 et 10 mg/m<sup>3</sup> de mercure. Un amalgame fraîchement réalisé représente le quart de l'apport alimentaire journalier et un amalgame vieilli le vingtième soit dans un facteur mille avec le seuil de toxicité journalier. Il n'existe à l'heure actuelle aucune preuve scientifique susceptible de remettre en cause l'innocuité de l'amalgame [30]

## **I.10. Manipulation des amalgames**

### **I.10.1. Sélection**

#### **I.10.1.1. Type d'alliage**

On choisira de préférence un amalgame de type HCSC. La présentation est obligatoirement sous forme de capsule. La granulométrie est définie par le fabricant. La taille moyenne des particules est de 15 à 35 µm avec un mélange compris entre 5 et 100 µm. Plus la granulométrie est importante, plus la surface développée de chaque particule est faible par rapport à la masse d'alliage et plus la cinétique de prise est lente. Plus la granulométrie est faible, plus l'expansion diminue. Une granulométrie mélangée limite les porosités et la quantité de phases mercurielles.

La tendance actuelle correspond à des particules petites ou moyennes mélangées qui donnent des amalgames à prise rapide avec une grande résistance initiale.

#### **I.10.1.2. Type de poudre**

La poudre sphérique nécessite lors de l'amalgamation moins de mercure qu'une poudre limaille. L'état de surface des particules sphériques est plus lisse et régulier que pour les limailles facilitant l'étalement du mercure et rendant la cinétique de prise plus rapide. Un amalgame sphérique fraîchement préparé est plus mou et plus facilement modelable car la résistance à la friction des différentes sphères est plus faible que celle des particules de limaille. Un amalgame sphérique nécessite ainsi moins de pression à la condensation qu'un amalgame limaille.

L'inconvénient pour le sphérique est que l'on ne peut compter sur la pression de condensation pour la confection du point de contact.

Le temps de prise d'un amalgame sphérique est court, c'est un désavantage sur un plan manipulation et un avantage sur le plan de l'obtention de propriétés mécaniques élevées au bout d'une heure (moins de risque de fracture).

Afin de tirer profit des deux types de poudre, on combine avec des mélanges limailles- sphères ou sphères limailles. Ce type de mélange est une troisième catégorie de poudre d'amalgame, la plus utilisée actuellement.

### **I.10.1.3. Condensation**

Elle s'effectue avec des fouloirs, manuellement ou mécaniquement. La condensation par ultra-sons est à proscrire, car elle génère d'importantes vapeurs de mercure.

On utilise des fouloirs de plus gros diamètre pour la poudre sphérique, en rapport avec la taille de la cavité, avec une condensation plus oblique.

### **I.10.2. Précautions à prendre**

Il est obligatoire d'utiliser des amalgames non gamma-2 et sous forme de capsules prédosées. Il est nécessaire de travailler dans des locaux ventilés (aération du cabinet plusieurs fois par jour).

Le fraisage et le polissage doivent être réalisés sous refroidissement, aspiration chirurgicale et champ opératoire. La pose et la dépose libérant beaucoup de mercure, il est prudent de les éviter durant la grossesse et l'allaitement.

## **I.11. Utilisation des amalgames**

Les études publiées font état d'une diminution de l'utilisation des amalgames, en particulier aux Etats Unis [Berry, 1998], liée à une régression de la maladie carieuse, aux évolutions des restaurations adhésives et à une demande esthétique des patients. L'utilisation de l'amalgame dans les restaurations des dents postérieures qui était de 85 % en 1988 a décliné à un niveau de 58 % en 1997. Le rapport coût/longévité conduit, cependant, une majorité de dentistes américains à choisir l'amalgame en première intention dans 73 % des cas. Le devenir de l'amalgame est davantage lié à l'évolution des matériaux alternatifs adhésifs qu'à la présence de mercure dans l'alliage [Berry, 1998 ; Wahl, 2001]. La dépose des amalgames occasionne une perte de tissus dentaires sains moins importante que pour les autres matériaux de restauration [Szep, 2002].

En France, il est difficile d'obtenir des informations parfaitement quantifiées quant au nombre d'obturations réalisées à l'aide d'amalgames.

A ce jour, cependant, en se référant au document de la CNAMTS publié en juillet 2003 intitulé "Fréquence des actes bucco-dentaires selon les libellés de la

classification commune des actes médicaux (CCAM)", le nombre total d'obturations coronaires réalisées en un an par l'ensemble des chirurgiens dentistes de France est de 27 millions. Ce nombre inclut toutes les obturations, y compris celles réalisées avec des composites, des ciments verres ionomères, des inlays ou onlays. Sur ces 27 millions d'obturations, plus de 7 millions concernent des incisives ou des canines : ces dents sont rarement obturées à l'amalgame. Il reste donc un peu moins de 20 millions d'obturations coronaires concernant des prémolaires ou des molaires. Si 70 % des dents postérieures sont restaurées à l'amalgame, on aboutit à 14 millions d'amalgames réalisés par an en France, ce qui correspond à une consommation de 14 tonnes de mercure par an (poids moyen d'un amalgame = 2 g dont 50 % de mercure).

## Conclusion

L'amalgame dentaire est un matériau d'obturation dentaire efficace et sûr d'utilisation à condition de respecter les règles qui régissent son emploi. En effet, il présente toujours pour de nombreuses applications, de nets avantages sur les autres matériaux de restauration [31][32]. Les recherches effectuées sur plusieurs dizaines d'années n'ont jamais mis en évidence un risque de santé important lié à ce matériau. Les amalgames peuvent dans de rares cas, provoquer des réactions allergiques locales et des effets similaires. Toutefois, les connaissances scientifiques actuelles ne confrontent pas l'hypothèse de l'implication du mercure des amalgames dentaires dans la survenue de maladies générales [32-33].

L'amalgame dentaire, composé de mercure et d'argent, est utilisé dans le traitement des lésions carieuses des prémolaires et des molaires depuis plus de 150 ans. Il s'agit de dispositifs médicaux de classe IIa reconnus pour leur efficacité thérapeutique, notamment leur effet bactéricide. Dans certaines indications, compte tenu du rapport coût/bénéfice, ces matériaux restent actuellement irremplaçables, notamment pour les populations où le risque carieux est élevé, dont les enfants, pour les lésions moyennes et larges et pour les prothèses sous-gingivales.

Il libère de petites quantités de mercure, sous diverses formes physico-chimiques, qui est partiellement absorbé par l'organisme. La dose quotidienne absorbée est généralement inférieure à 5 µg. L'ingestion de mercure d'amalgame dans la cavité

buccale est insuffisante pour produire les effets pathologiques dose-dépendants observés, par exemple, après une exposition professionnelle au mercure.

Enfin, le consensus mondial de la profession dentaire est que l'amalgame doit continuer à faire partie de l'arsenal du chirurgien dentiste pour répondre du mieux possible aux besoins de ses patients et que l'interdiction de son emploi n'est pas justifié, pas plus que son retrait systématique en bouche [33-35].

## ***Chapitre II: Technique de caractérisation des échantillons***



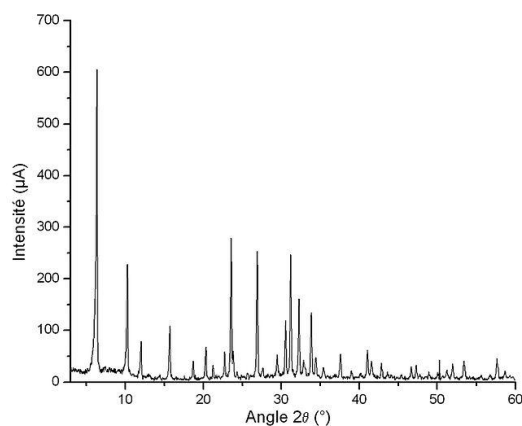
## I.1 Introduction

Ce chapitre concerne la technique de caractérisation par diffractomètre des rayons X (DRX) utilisée pour une meilleure caractérisation structurale et microstructurale des échantillons étudiés.

## II.2. Définition

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse basée sur la diffraction des rayons X par substance, surtout lorsque celle-ci est cristalline ; c'est une diffusion élastique, c'est-à-dire sans perte d'énergie des photons. Pour les matériaux non cristallins, on parle plutôt de diffusion. Cette méthode utilise un faisceau de rayons X faisant face à un cristal qui est réfléchi dans des directions spécifiques déterminées par la longueur d'onde des rayons X et les dimensions et la direction du réseau cristallin. En mesurant les angles et l'intensité des rayons diffractés, c'est possible d'obtenir les dimensions du réseau cristallin, les symétries de la structure cristalline (groupe d'espace) et une représentation tridimensionnelle de la densité électronique dans le réseau. A partir de cette densité, la position moyenne des atomes du cristal formant le motif cristallin peut être déterminée ainsi que la nature de ces atomes (dans une certaine mesure), leurs liaisons chimiques, leur excitation thermique et d'autres informations structurelles.

On peut également définir la diffraction des rayons X comme étant une méthode d'analyse et d'identification des matériaux non destructive qui permet d'obtenir des informations sur les phases en présence : structures cristallines, formes et tailles des cristallites, mais aussi sous certaines conditions les proportions de différentes phases dans le cas de mélanges. L'interaction des rayons X par diffusion cohérente avec la matière cristallisée peut donner lieu, sous certaines conditions, à des phénomènes d'interférences constructives .



**Figure II.1** : Exemple de Diagramme de diffraction des rayons X de poudre [47]

### II.3. Principe de diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X sur monocristal permet d'étudier les structures cristallines.

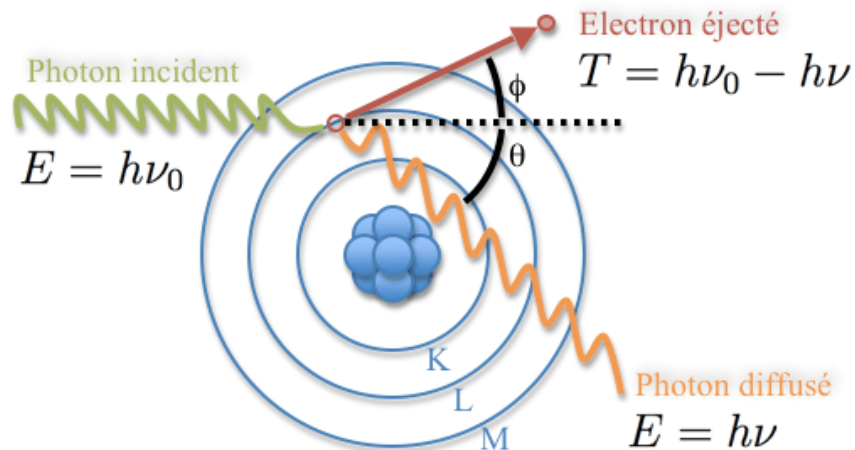
La diffraction sur poudres est principalement utilisée pour l'identification de phases. C'est une méthode non destructive utilisée pour l'analyse qualitative et quantitative d'échantillons poly cristallins. Cette technique est basée sur les interactions de la structure cristalline d'un échantillon avec des radiations de courte longueur d'onde.

Lorsque les rayons X entrent en contact avec la matière, plusieurs phénomènes peuvent se produire :

- L'absorption (transformation de l'énergie absorbée en chaleur par la vibration du réseau).
- La transmission, fraction de rayons X qui n'interagit pas avec l'échantillon (utilisée en imagerie).
- La fluorescence, émission d'un rayonnement X secondaire lors de l'excitation du matériau par le rayonnement X incident utilisé pour déterminer la composition chimique des matériaux.
- La diffusion, phénomène consistant en un changement de direction d'une particule ou en l'émission d'un photon à la suite d'une collision avec un électron d'une orbitale atomique.

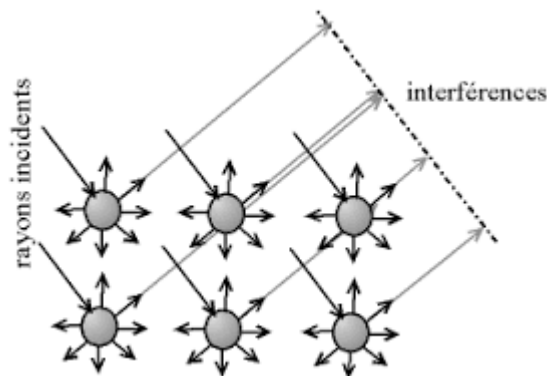
Cette diffusion peut impliquer ou non un changement d'énergie. S'il n'y a pas de changement d'énergie, on parle de diffusion élastique (ou diffusion Rayleigh).

Dans le cas contraire on parlera de diffusion inélastique (ou diffusion Compton).



**Figure II.2 :** Diffusion élastique : les photons X rebondissent en gardant la même énergie [48]

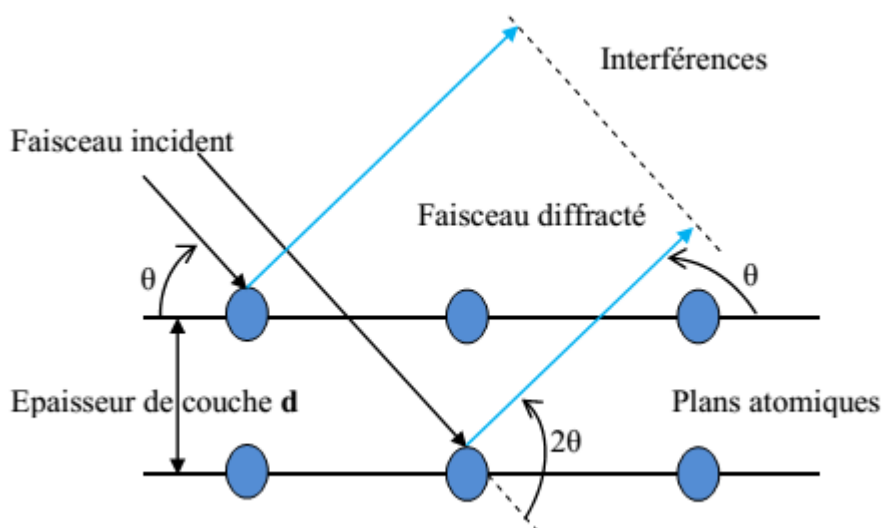
Les équations de Maxwell, décrivant le champ électromagnétique de l'onde incidente et les charges des électrons et du noyau d'un atome, expliquent les interactions rayons X et matière.



**Figure II.3 :** Interférences des ondes diffruées - phénomène de diffraction [49]

La technique de diffraction des rayons X est un processus principal pour caractériser les matériaux. Elle donne des informations sur l'état de cristallisation, l'orientation préférentielle, les paramètres de maille et sur l'existence des contraintes (tension ou compression). Cette technique repose sur l'interaction d'un faisceau de rayons X monochromatique, émis par une source, avec l'échantillon à analyser. Un

détecteur reçoit le faisceau diffracté par cet échantillon et on enregistre l'intensité en fonction de l'angle de diffraction  $2\theta$ . L'identification des phases cristallines par diffraction rayons X est rendue possible grâce à la périodicité de l'arrangement atomique (structure) des cristaux qui sont uniques d'une phase à l'autre. Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondantes aux distances entre les plans d'empilement. Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marche des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier (Figure II.4).



**Figure II.4:** Diffraction des rayons X selon la loi de Bragg [50]

Un pic de diffraction correspondant à la famille de plans considérée, de distance inter-réticulaire  $d_{hkl}$ , responsable de la diffraction sous l'angle  $\theta$  et vérifiant la loi de Bragg [41-42]:

$$2 d \sin\theta = n \lambda \quad (\text{II.1})$$

Où ;

$\lambda$  (nm) : longueur d'onde monochromatique

$n$  : ordre de diffraction ;

$d_{hkl}$  (nm) : distance inter réticulaire des plans ;

$h, k, l$  : sont les indices de Miller

$\theta$  ( $^\circ$ ) : angle de diffraction.

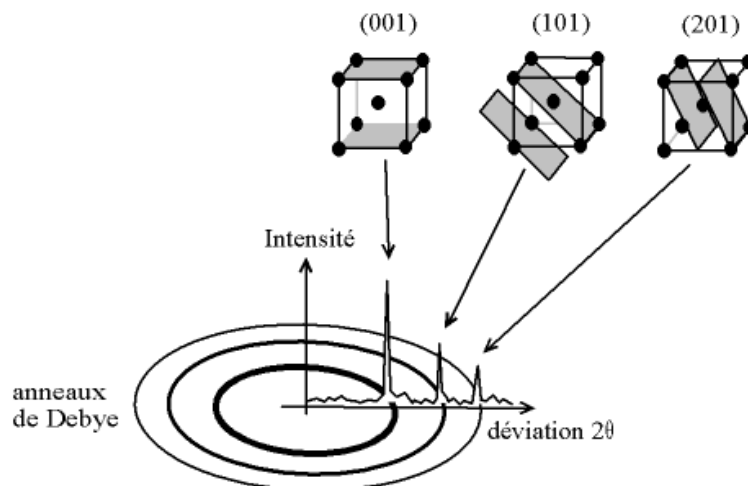
Il faut noter que la loi de Chacun des faisceaux diffractés se comporte en ce qui concerne sa direction comme s'il était réfléchi selon la loi classique de la réflexion sur l'un des plans réticulaires du cristal : chaque plan cristallographique joue le rôle de miroir et réfléchit environ  $10^{-1}$  à  $10^{-3}$  % de la radiation incidente.

Considérons un faisceau de rayon X de longueur d'onde  $\lambda$  tombant avec une incidence  $\theta$  sur une famille de plans cristallins  $(hkl)$  définis par leur distance inter réticulaire  $d_{hkl}$ . Il y a diffraction si la loi suivante, appelée loi de Bragg, est vérifiée :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n \cdot \lambda \quad (\text{II.2})$$

L'identification des phases se fait par comparaison des spectres expérimentaux de diffraction

RX et les spectres théoriques (fichiers ASTM). Cette comparaison permet d'indexer les différentes raies de diffraction obtenues.



**Figure II.5** : Indexation des pics : association d'un pic de diffraction et d'un plan

$(h k l)$  [49]

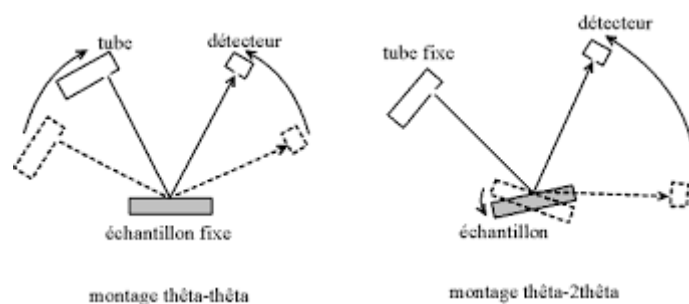


Figure II.6 : Modèles de fonctionnement des diffractomètres [49]

### II.3.1. Détermination des paramètres de la maille

A l'aide de la relation exprimant la distance inter réticulaire,  $d$ , en fonction des indices de Miller ( $hkl$ ) et de la loi de Bragg (Eq. II.1), il est possible de calculer les paramètres de maille des réseaux cristallins dans le cas de systèmes cubiques [43].

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (\text{II.3})$$

Où :

$a$  : représente le paramètre de maille ;

$h$ ,  $k$  et  $l$  : sont les indices de Miller pour le plan considéré.

La combinaison des équations II.1 et II.3 rend possible le calcul des paramètres de maille pour les deux systèmes :

$$d_{hkl} = \frac{n\lambda}{2\sin\theta} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \Rightarrow a = \frac{n\lambda\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2\sin\theta} \quad (\text{II.4})$$

### II.3.2. Détermination de la taille des grains (Méthode de Scherrer)

La taille des grains des différents échantillons a été déterminée tout d'abord à partir des spectres de diffraction de rayons X en utilisant la relation de Scherrer [44-45] suivante :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (\text{II.5})$$

$D$ : taille moyenne de cristallites.

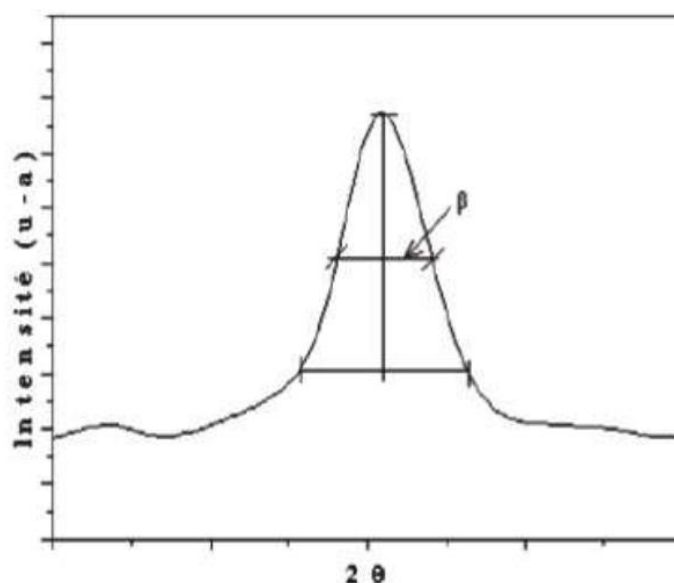
$\lambda$ : Longueur d'onde des rayons X.

$\theta$ : Angle de diffraction.

K: constante (K=0.9).

$\beta$ : est la largeur à mi-hauteur (FWHM) exprimée en radian.

On caractérise la largeur d'un pic par sa largeur à mi-hauteur H (en anglais full width at half maximum FWHM), c.-à-d. la largeur du pic à mi-chemin entre la ligne de fond continue et le sommet du pic. La figure 9 montre un schéma de pic de diffraction X proposé comme un exemple pour calculer la largeur à mi-hauteur  $\beta$ .



**Figure II.7** : Illustration d'un pic de DRX [48]

## II.4. Montage Bragg Brentano

La configuration standard d'un montage Bragg Brentano est la suivante :

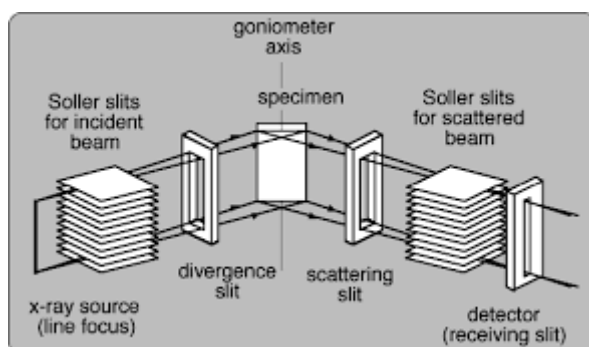
- Un tube à rayons X (Cu, Co, Mo Mn suivant l'utilisation)
- Des fentes de Sollers, des fentes de divergence et d'anti diffusion permettant de délimiter la divergence axiale ou verticale du faisceau de rayons X. Les fentes de divergence permettent de garder une surface irradiée constante à la surface de

l'échantillon, alors que les fentes d'anti diffusion permettent de recevoir des intensités diffractées et de minimiser les radiations de diffusion.

- Un filtre ou un monochromateur qui permet d'éliminer le fond de fluorescence, le Bremsstrahlung, les raies  $K\beta$  et de ne laisser passer que les raies  $K\alpha$ .
- Un détecteur



**Figure II.8** : Goniomètre de la marque Bruker-AXS, type D8 [51]



**Figure II.9** : Modèles de fonctionnement du diffractomètre de Bragg Brentano [49]

A l'aide de cette méthode, il est possible d'identifier les différentes phases par diffraction des rayons X à partir d'analyse de poudres polycristalline ainsi que d'autres informations qui peuvent aussi être déterminées telles que les mesures de contrainte, de texture, de la taille des cristallites et la détermination de structure.

Il est aussi réalisable de suivre la transformation de phases minéralogiques en fonction de la température, en installant un four et en employant un miroir de Göbel et des longues fentes de Soller (configuration faisceau parallèle).

## II.5. Méthode de Rietveld

La méthode Rietveld comporte, à partir de la structure cristallographique des phases à simuler le diffractogramme que l'on aurait pour des concentrations données. On ajuste alors les concentrations pour se rapprocher du diffractogramme mesuré. La méthode Rietveld permet de simuler les superpositions de pics, et dans une moindre mesure les variations de hauteur relative (orientation préférentielle). Avec cette méthode, on peut simuler un mélange de plusieurs phases. La proportion de chaque phase étant un des paramètres à affiner, la méthode de Rietveld permet donc de faire de la quantification.

Cette méthode est particulièrement intéressante lorsque les phases ont des pics proches avec de nombreuses superpositions. Par contre, contrairement à une méthode quantitative classique (basée sur la surface ou la hauteur de quelques pics par phase), la méthode de Rietveld impose une mesure sur une grande plage angulaire (de 20 à 90°) et avec un bon rapport signal sur bruit, donc un temps d'acquisition relativement long (plusieurs dizaines de minutes à plusieurs heures selon le rapport signal sur bruit)

## II.6. Méthode et applications

On prépare l'échantillon sous la forme d'une poudre aplanie dans une coupelle, ou bien sous la forme d'une plaquette solide plate. On envoie des rayons X sur cet échantillon, et un détecteur fait le tour de l'échantillon pour mesurer l'intensité des rayons X selon la direction. Pour des raisons pratiques, on fait tourner l'échantillon en même temps, ou éventuellement on fait tourner le tube produisant les rayons X.

La technique est utilisée pour caractériser la matière. Cela concerne :

la recherche : lorsque l'on crée un nouveau matériau (souvent des céramiques), que l'on veut connaître le résultat d'une réaction chimique ou physique (par exemple en métallurgie, pour reconnaître les produits de corrosion ou savoir quel type d'acier on a fabriqué), en géologie (géochimie) pour reconnaître la roche prélevée à un endroit, en biologie, pour étudier la structure des protéines par exemple ; pour le suivi de production dans une usine (contrôle de la qualité du produit) : dans les cimenteries, les fabriques de céramiques, etc. ;

Dans l'industrie mécanique : pour qualifier et suivre les états de contrainte générés par les processus de production (grenailage, rectification...) [46];

L'industrie pharmaceutique ;

- ❖ en recherche : les nouvelles molécules sont cristallisées, et les cristaux sont étudiés par diffractométrie de rayons X ;
- ❖ en production : cela sert notamment à vérifier que l'on n'a pas fabriqué une autre molécule de même formule, mais de forme différente (on parle de polymorphisme).

## **II.7. Conclusion**

Ce chapitre a permis de définir la caractérisation par DRX ainsi que les avantages de l'analyse DRX en s'appuyant sur un descriptif détaillé de la méthodologie dans lequel les théories de la comparaison qualitative et quantitative.

***Partie 2:***  
***Etude expérimentale***



***Chapitre III:***  
***(Résultats et discussions)***



### III.1. Introduction

Ce chapitre, fait l'objet à l'étude des caractérisations structurales et microstructurales de l'alliage Ag-Sn-Cu sous forme de poudre. Les analyses de DRX ont été utilisées pour déterminer les différentes phases formées ainsi de déterminer les paramètres cristallins et la tailles des grains de chaque phase détectée.

### III.2. Protocole expérimentale

L'amalgame dentaire utilisé dans cette étude est un alliage ternaire  $Ag_{60}Sn_{30}Cu_{10}$  (composé d'argent (60%), étain (25%) et du cuivre (15%)), l'échantillon est sous forme de poudre broyé finement et déjà élaboré et conservé dans une capsule (voir la figure III.1)



Figure III.1 : Capsule d'amalgame dentaire

### III.3. Etude structurale par diffractomètre des rayons X (DRX)

La diffraction de rayons x est une technique simple, facile à mettre en œuvre et non destructive; elle est largement utilisée pour l'étude microstructurale des poudres obtenues par broyage haute énergie. L'application classique de la diffraction de rayons X ne requiert que la mesure des distances inter-réculaires et des intensités relatives. Cette méthode ne s'applique qu'à des matériaux présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement ordonné et périodique des atomes qui les constituent. Dans ces matériaux, les atomes s'organisent en plans réculaires qui sont désignés par les indices (h, k, l) appelés indices de Miller.

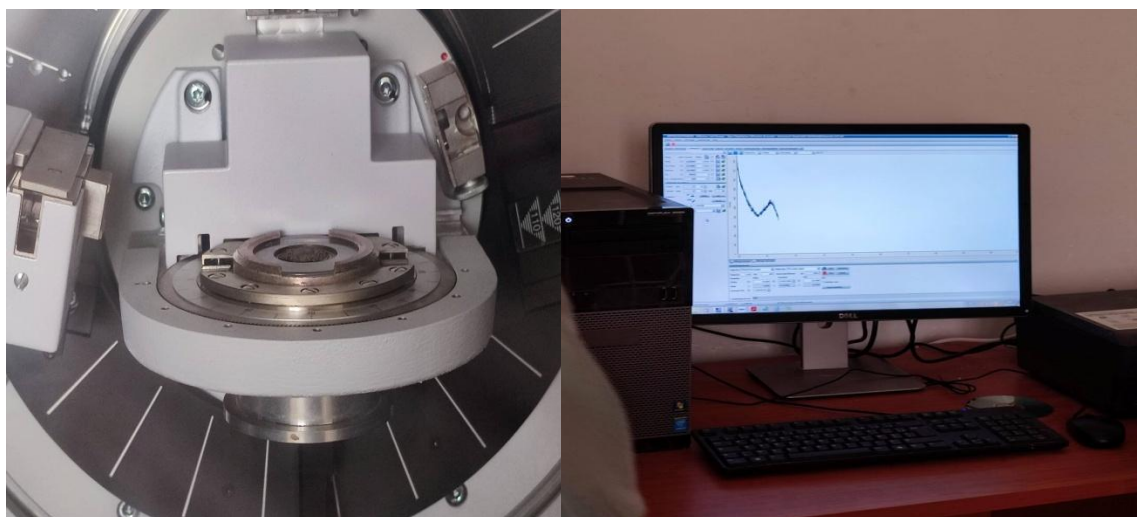
Le diffractomètre utilisé au cours de ce travail est de de type Bruker D8 Advance Eco (Figure. II.2) existant à l'Université Chadli Bendjedid- El Tarf.



**Figure III.2** : Diffractomètre Bruker D8 Advance.

La figure III.3 résume les étapes de dépôt de l'échantillon dans le DRX ;





**Figure III.3:** Spectres de diffraction des rayons X d'alliage Ag-Cu-Sn

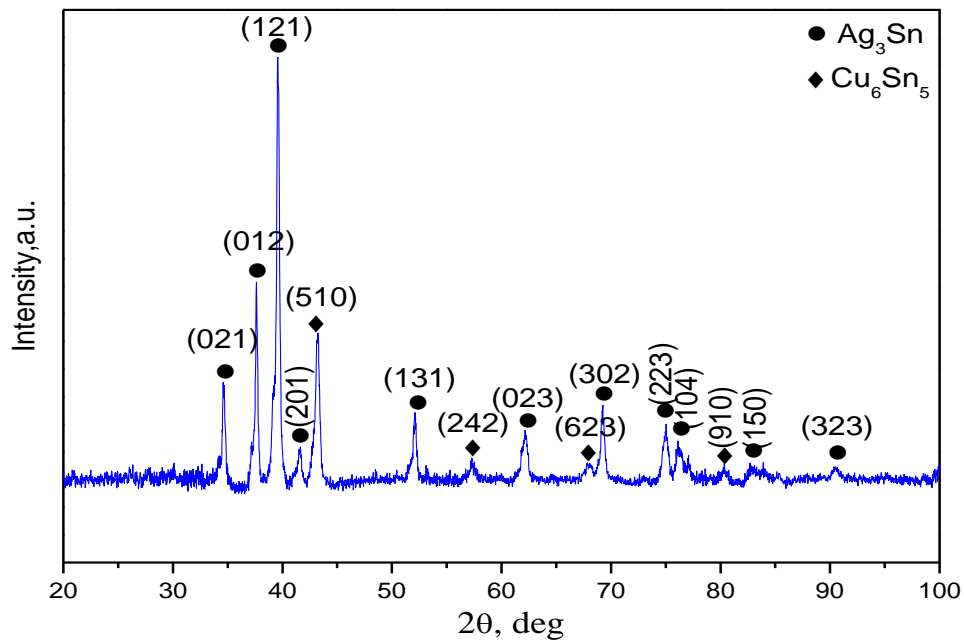
La figure III.4 présente le résultat de l'analyse par diffraction de rayons X réalisée sur la poudre d'un alliage ternaire  $\text{Ag}_{60}\text{Sn}_{30}\text{Cu}_{10}$  produit par broyage intense d'un échantillon massif.

Les spectres de l'alliage Ag-Sn-Cu montre la coexistence des deux phases  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  de structure orthorhombique et  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  de structure Monoclinique. L'indexation des pics de diffractions ont été faite à l'aide du logiciel X'Pert HighScore plus qui contient une base de données correspondante aux cartes JCPDS des différents matériaux existants.

Sur le diagramme de diffraction des rayons X de la figure III.1, on remarque clairement que aucun pic relatif de l'argent, étain et Cuivre a été détecté, ceci montre une grande réaction à l'état solide entre les éléments de l'alliage Ag-Sn-Cu qui se transforment entièrement et génère la formation de ces deux phases ou d'une autre manière on peut dire que les quantités de Ag, Sn et Cu ont été entièrement consommées.

Nous tenons à préciser que, dans notre alliage, les raies de la phase  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  plus intenses que ceux de  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  montrant que la technique réalisée a permet d'obtenir un produit avec une prédominance de composé intermétallique  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  par rapport à  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ .

Enfin, ces résultats sont en parfait accord avec le diagramme de phase du système ternaire Ag-Sn-Cu qui ne présente aucune variation de phase.



**Figure III.4** : Spectres de diffraction des rayons X d'alliage Ag-Cu-Sn

### III.4. Variations de la taille des grains $\langle D \rangle$ (nm) de la phase $\text{Ag}_3\text{Sn}$ et $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$

La taille des grains a pu être estimée à partir des largeurs à mi-hauteur et de la relation de Debye Scherrer. Il est possible, en utilisant le diagramme de diffraction des rayons-X de relier l'élargissement à mi-hauteur des raies à la taille moyenne des cristallites par la relation suivante :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (\text{III.1})$$

D: taille moyenne de cristallites.

$\lambda$ : Longueur d'onde des rayons X.

$\theta$ : Angle de diffraction.

K: constante (K=0.9).

$\beta$ : est la largeur à mi-hauteur FWHM.

Les tailles des grains des deux phases  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  et  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  de l'alliage ternaire Ag-Sn-Cu sont regroupées dans le tableau III.1 et III.2. Nous avons remarqué que les

tailles des grains des deux phases sont de l'ordre nanométrique de 26,20nm pour  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  et 22,58nm pour  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ .

**Tableau III.1:** Evolution de la taille moyenne des grains  $\langle D \rangle$  (nm) de la phase  $\text{Ag}_3\text{Sn}$

Plan hkl	$2\theta_{\text{hkl}}$	FWHM	Taille des grains (nm)	Taille moyenne des grains (nm)
(021)	34,6075	0,1968	43,36	26,20
(012)	37,6377	0,1968	43,36	
(121)	39,5808	0,2755	30,83	
(201)	41,6078	0,3149	27,05	
(131)	43,2747	0,6298	13,8	
(023)	62,2502	0,551	16,82	
(302)	69,2486	0,3149	30,66	
(223)	75,0663	0,6298	15,62	
(323)	90,4553	0,7872	14,37	

**Tableau III.2:** Evolution de la taille moyenne des grains  $\langle D \rangle$  (nm) de la phase  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$

Plan hkl	$2\theta_{\text{hkl}}$	FWHM	Taille des grains (nm)	Taille moyenne des grains (nm)
(510)	43,2747	0,2755	31,36	22,58
(242)	100,335	0,9446	13,8	

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos(\theta)}$$

D: taille moyenne des grains.

$\lambda$ : Longueur d'onde des rayons X.

$\theta$ : Angle de diffraction.

K: constante (K=0.9).

$\beta$ : est la largeur à mi-hauteur (FWHM) exprimée en radian.

### III.5. Variations de la taille moyenne des cristallites de la phase $\text{Ag}_3\text{Sn}$ et $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$

Pour chaque type de structure cristalline la connaissance de la position de chaque pic et des indices (h, k, l) des plans diffractant associés permet de calculer les paramètres de maille moyens.

Pour un cristal orthorhombique de la phase  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  et un cristal Monoclinique de la phase  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ , les paramètres de maille sont définis respectivement par :

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \quad (\text{III.2})$$

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl}{ac} \cos\beta\right) \frac{1}{\sin^2\beta} + \frac{k^2}{b^2}}} \quad (\text{III.3})$$

**Tableau III.3** : Paramètres structuraux (a, b et c) des deux phases  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  et  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  dans l'alliage Ag-Sn-Cu

Phase	Paramètre a (Å)	Paramètre b (Å)
$\text{Ag}_3\text{Sn}$ Orthorhombique	4,7796	5,9871
$\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ Monoclinique	10,9886	7.2836

Ces résultats des paramètres structuraux (a, b et c) sont bon accord et comparables à ceux de notre logiciel X'Pert HighScore plus, Reference code : 98-015-4084 pour  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  (a= 4,7820 Å , b= 5,9960Å et c= 5,1650 Å) et Reference code: 98-015-0124 pour  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  (a= 11,0360 Å, b= 7,2880 Å et c= 9,8410 Å) de l'alliage Ag-Sn-Cu sous forme de poudre.

### III.6. Conclusion

L'alliage Ag-Sn-Cu sous forme de poudre a été caractérisé par la diffraction des rayons X (DRX), donnant deux phases différentes de structure et de taille des grains. L'analyse des tailles des grains de chaque raie pour les deux phases montre des valeurs nanométriques, qui résulte que notre alliage est nanocristallin. Les valeurs des paramètres cristallins (a), (b) et (c) sont comparables à ceux de la littérature.

## ***Conclusion generale***



## Conclusion générale

Dans ce travail, nous avons présenté la caractérisation de l'amalgame dentaire par diffraction des rayons X, ce matériau est constitué dans des proportions variables d'argent (environ 40%), de cuivre et d'autres métaux tels que le zinc. Il se forme facilement et durcit rapidement ; il est le seul alliage métallique à base de mercure utilisé dans le corps humain.

L'objectif de notre étude est de caractériser par DRX la poudre d'un alliage ternaire  $\text{Ag}_{60}\text{Sn}_{30}\text{Cu}_{10}$  produit par broyage intense d'un échantillon massif dont le logiciel utilisé est « X'Pert HighScore » afin d'identifier les phases existantes dans les échantillons considérés.

Les spectres de l'alliage Ag-Sn-Cu montre la coexistence des deux phases  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  de structure orthorhombique et  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$  de structure Monoclinique ou les raies de la première phase est plus intense que ceux de la seconde phase  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ .

Les résultats sont en parfait accord avec le diagramme de phase du système ternaire Ag-Sn-Cu qui ne présente aucune variation de phase.

Nous avons remarqué que les tailles des grains des deux phases sont de l'ordre nanométrique de 26,20nm pour  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  et 22,58nm pour  $\text{Cu}_6\text{Sn}_5$ .

Les valeurs des paramètres cristallins (a), (b) et (c) sont comparables à ceux de la littérature.

## Résumé

L'intérêt de cette étude est de décrire les propriétés de microstructure de l'amalgame dentaire. L'alliage Ag-Sn-Cu sous forme de poudre a été caractérisé par la diffraction des rayons X (DRX), donnant deux phases différentes de structure et de taille des grains. L'analyse des queues des grains de chaque raie pour les deux phases montre des valeurs nanométriques, qui résultent que notre alliage est nanocristallin. Les valeurs des paramètres cristallins sont comparables à ceux de la littérature.

---

*Mots clés :*

*Amalgame dentaire ; DRX ; Microstructure ; Alliage Ternaire ; Nanométrie.*

---

## ملخص:

تكمّن أهمية هذه الدراسة في وصف خصائص البنية المجهرية لملمع الأسنان. تميزت سبيكة Ag-Sn-Cu في شكل مسحوق بحيود الأشعة السينية (XRD)، مما أسفر عن مرحلتين بهيكل وحجم حبيبات مختلفين. أظهر تحليل ذيول حبيبات كل خط للمرحلتين قيمًا نانومترية، مما أدى إلى أن سبيكة لدينا هي بلورية نانوية. قيم المعلومات البلورية قابلة للمقارنة مع تلك الموجودة في الأبحاث.

---

*الكلمات المفتاحية:*

*لملمع الأسنان ؛ XRD ؛ المجهرية ؛ سبيكة ثلاثية ؛ نانومترية*

---

## Abstract

The interest of this study is to describe the properties of the microstructure of dental amalgam. The Ag-Sn-Cu alloy in powder form was characterized by X-ray diffraction (XRD), yielding two phases with different structure and grain size. The analysis of the tails of the grains of each line for the two phases demonstrated nanometric values, which result that our alloy is nanocrystalline. The values of the crystalline parameters are comparable to those of the literature.

---

*Keywords:*

*Dental Amalgam ; XRD ; Microstructure ; Ternary Alloy ; Nanometric.*

***Références  
bibliographiques***



**❖ BIBLIOGRAPHIE**

- [1] Czarnetzki, Ehrhardt S., Re-dating the Chinese amalgam-filling of teeth in Europe, *International Journal of Anthropology* 5 (1990), 325–332.
- [2] M. Bremner. L'histoire de la dentisterie depuis l'aube de la civilisation jusqu'aux éléments de la dentisterie d'importance actuelle. Wayback Machine (1939). pp 86–87.
- [3] [https://www.senat.fr/rap/100-261/100-261\\_mono.html](https://www.senat.fr/rap/100-261/100-261_mono.html)
- [4] Rapport: Le mercure des amalgames dentaires- Actualisation des données. Agence Française de Sécurité Sanitaire des Produits de Santé. Avril 2015.
- [5] <https://solidarites-sante.gouv.fr/soins-et-maladies/autres-produits-de-sante/dispositifs-medicaux/article/precautions-d-emploi-des-amalgames-dentaires>
- [6] Jack L. Ferracane. *Materials in Dentistry: Principles and Applications*, 2012.
- [7] Ferracane Jack L., *Matériaux en dentisterie : principes et applications*, Lippincott Williams & Wilkins, 2001, ISBN 0-7817-2733-2
- [8] Jean-Louis IMBS et al. le mercure des amalgames dentaires, Actualisation des connaissances Mise en place d'un réseau d'évaluation pluridisciplinaire Recommandations, agence française de sécurité sanitaire des produits de santé, octobre 2005, page 53.
- [9] <https://www.fdiworldddental.org/fr/consensus-de-loms-sur-lamalgame-dentaire>
- [10] Ferracane JL, Nakahima H, Okabe T. Évaporation améliorée du mercure des amalgames dans des environnements non oxydants. *Dent Mater*, 1993, page 15
- [11] Bergdahl J, Anneroth G, Perris H. Thérapie cognitive dans le traitement des patients atteints du syndrome de la bouche brûlante résistante : une étude contrôlée. *J Oral Pathol Med* 24, 1995, 213-215.
- [12] Horasawa N, Takahashi S, Marek M. Interaction galvanique entre le titane et l'alliage de gallium ou l'amalgame dentaire. *Dent Mater* 15, 1999, 318-322.

- [13] Colon P, Pradelle-Plasse N, Galland J. Evaluation of the long term corrosion behaviour of dental amalgams : influence of palladium addition and particle morphology. *Dent Mater* 2003;19:232-9
- [14] Vanherle G, Lambrechts P, Van Meerbeek B. L'amalgame dentaire en l'an 2000. *Réal Clin* 2000 ; 11 : 393-405
- [15] Colon P, Mesgourz- Menez C, Pradelle-Plasse N. Amalgames dentaires. *Encycl Méd Chir (Elsevier, Paris), Médecine buccale, 28210 H-10.* 2008 ; 14p.
- [16] Marshall S.J, Marshall GW. Dental Amalgam: The materials. *Adv Dent Res* 1992; 6 : 94-99
- [17] Dupas C, Gaudin A, Perrin D, Marion D. Etanchéité des obturations coronaires. *Encycl Méd Chir (Elsevier, Paris), Odontologie, 23063 F-10,* 2008 ; 6p
- [18] William J, Brien O. Dental Amalgams. In third edition. Quintessence. Dental materials and their selection Michigan, 2002 : 175-190
- [19] Colon P, Besnault C, Pradelle-Plasse N. Obturation par un matériau. *Encycl Méd Chir (Elsevier, Paris), Odontologie, 23136 A-05,* 1999 ; 15p
- [20] Turpin YL, Vulcain JM. Principes généraux de préparation des dents en vue de leur restauration. *Encycl Méd Chir (Elsevier, Paris), Médecine buccale, 28720 V 10.,* 2008, 7p
- [21] Aposhian MM, Maiorinoa RM, Xu Z, Aposhian HV. Sodium 2,3-dimercapto-1-propanesulfonate (DMPS) treatment does not redistribute lead or mercury to the brain of rats. *Toxicology* 1996;109:49-55
- [22] Apostoli P, Cortesi I, Mangili A, Elia G, Drago I, Gagliardi T et coll. Assessment of reference values for mercury in urine : the results of an Italian pol. *Sci Total Environ* 2002 april;289(1-3):13-24
- [23] AFSSAPS : Le mercure des amalgames dentaires. Rapport 2004 page12
- [24] BLANC-BENON J, TREHEUX D, DABERT A. : Amalgames dentaires. *Encycl Med Chir (Paris,France), Odontologie, 23065 M10, 4-1987,* 14p.

- [25] COLON P, MESGOUEZ-MENEZ C, PRADELLE-PLASSE N. : Amalgames dentaires. Encycl Méd Chir (Elsevier, Paris), Odontologie, 23-065-M-10, 2000, 14p
- [26] COLON P, BESNAULT C, PRADELLE-PLASSE N. : Obturation par un matériau : amalgame. Encycl Méd Chir (Elsevier, Paris), Odontologie, 23-136-A-05, 1999, 15p
- [27] INNES DBK, YOUDELIS WV : Dispersion strengthened amalgams. J Can Dent Assoc., 29, 19, 587-593, 1963 page 16
- [28] PUJOL F, TOUMELIN-CHEMLA F, TOUMELIN JP, DEGRANGE M. : Question CES Biomatériaux : structures et propriétés des amalgames. J Biomater Dent, 10, 197-219, 1995 page16
- [29] VANHERLE G, LAMBRECHTS B, VAN MEERBEEK B. : L'amalgame dentaire en l'An 2000. Réalités Cliniques. 11, 4, 393-405, 2000 page16
- [30] VRIJHOEF MM, VERMEERSCH AG, SPANAUF AJ. : Dental Amalgam. Chicago : Quintessence Pub. Co., 1980page 16-17
- [31] Toumelin Chemla F. Amalgames dentaires et mercure. Réal Clin 2005 ; 16 : 127-138
- [32] Evaluation du comité scientifique des risques sanitaires et nouveaux (CSRSEN) et du comité scientifique des risques sanitaires et environnementaux (CSRSE) de la commission Européenne. Matériaux d'obturation dentaire. 2008. <http://www.greenfacts.org>
- [33] Résolution du Council of European Dentists (CED). Amalgame dentaire. Bruxelles, Mai 2007. [www.eudental.eu](http://www.eudental.eu)
- [34] Boudene C. Académie Nationale de Médecine. Rapport sur la toxicité des amalgames dentaires au mercure. Commission II. Thérapeutique- Pharmacologie-Toxicologie. Juin 2003. [agmed.sante.gouv.fr/htm/10/dentaire/rptacmed.pdf](http://agmed.sante.gouv.fr/htm/10/dentaire/rptacmed.pdf)
- [35] Council of European Dentists Resolution. CED policy on dental amalgam. Brussels, November 2010. [www.eudental.eu](http://www.eudental.eu)

- [36] <https://www.greenfacts.org>
- [37] <http://en.wikipedia.org/wiki/Image:Complex-amal.jpg>
- [38] <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/matiere-amalgame-2957/>
- [39] [https://www.dentairehouse.com/module/ybc\\_blog/blog?id\\_post=24&url\\_alias=amalgame-ou-composite](https://www.dentairehouse.com/module/ybc_blog/blog?id_post=24&url_alias=amalgame-ou-composite)
- [40] Support de cours : les amalgames. Société Francophone de Biomatériaux Dentaires, Université Médicale Virtuelle Francophone ,2013.
- [41] Lupan O., Pauporté T., Chow L., Viana B., Pellé F., Ono L.K., Cuenya B.R ., Heinrich H., Effects of annealing on properties of ZnO thin films prepared by electrochemical deposition in chloride medium, Applied Surface Science 256 (2010), 1895-1907.
- [42] Eberhart J.P, Analyse Structurale ET Chimique des Matériaux, édition DUNOD, Paris(1997).
- [43] Suryanarayanan R., & Mitchell A. G. (1985). Evaluation of Two Concepts of Crystalline using Calcium Gluceptate as a Model Compound. International journal of pharmaceutics, 24(1), 1985, 1-17.
- [44] Krupanidhi S.B, Sayer M, Appl J. Phys. 56 (1984) 3308–3318.
- [45] B.D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction, Second ed. Addison Wesley, Reading, MA, 1978.
- [46] Meliad. Analyse par diffraction des rayons X, archive, [www.meliad-sas.com](http://www.meliad-sas.com)
- [47] Diffraction des rayons X - Techniques et études des structures cristallines, Christophe Aronica, Erwann Jeanneau, octobre 2009. Culture Sciences Physique – ISSN2554-876X, <https://culturesciencesphysique.enslyon.fr/ressource/Diffraction-rayons-X-techniques-determination-structure.xml>

- [48] Formation spécialisées, RPCR generateurs de rayons X, [Jacques.daude@sdis78.fr](mailto:Jacques.daude@sdis78.fr)
- [49] Frédéric SERNA , Jean LAGNEAU , Jean-Marc CARPENTIER , Diffraction des rayons X et catalyse, Centre de Recherches de l'Industrie Belge de la Céramique, CHIMIE NOUVELLE N° 116 - octobre 2014
- [50] J. P. Eberhart. Analyse structurale et chimique des matériaux, édition Dunod (Paris), 1997.
- [51] Marie-Noëlle de Noirfontaine, Loren Acher, Mireille Courtial, Frédéric Dunstetter, Dominique Gorse– Pomonti. An X-ray powder diffraction study of damage produced in Ca (OH)<sub>2</sub> and Mg(OH)<sub>2</sub> by electron irradiation using the 2.5 MeV SIRIUS accelerator, Journal of Nuclear Materials 509, 2018.

