RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

N° d'ordre :...../2018

Département de Médecine Dentaire

THÈSE

en vue de l'obtention de

DOCTORAT D'ÉTAT EN SCIENCES MÉDICALES

Dr BELMABROUK Farah Chahrazad Ep ADJEROUD
Maître-assistante en Odontologie Conservatrice/Endodontie

LES VARIATIONS DE LA PERMÉABILITÉ DE LA DENTINE HUMAINE APRÈS APPLICATION DE SYSTÈMES ADHÉSIFS AMÉLO-DENTINAIRES

Présentée et soutenue publiquement
le 09 Octobre 2018

JURY

Pr SID Rachid	Faculté de Médecine d'Annaba	Président du jury
Pr SHARROCK Patrick	Université de Paul Sabatier, Toulouse - France	Membre de jury
Pr GHODBANE Nadia	Faculté de Médecine de Constantine	Membre de jury
Pr METREF Salim Zoheir	Faculté de Médecine d'Oran	Membre de jury
Pr SERRADJ Sid Ahmed	Faculté de Médecine d'Oran	Directeur de thèse
Pr GREGOIRE Geneviève	Faculté de chirurgie dentaire de Toulouse - France	Co-directrice de thèse

Année 2018

A notre président de jury,

Monsieur le professeur SID Rachid

Professeur en Odontologie Conservatrice/Endodontie. Faculté de Médecine d'Annaba
Directeur du laboratoire de recherche « Santé bucco-dentaire ». Université BADJI MOKHTAR – Annaba

Nous sommes très sensibles à l'honneur que vous nous faites en acceptant d'être président de notre jury.
Nous espérons que ce travail soit à la hauteur de vos attentes et votre expérience.

Veuillez agréer, Monsieur, nos sentiments d'estime et de haute considération.

A notre juge,

Monsieur le Professeur SHARROCK Patrick

Professeur Emérite en Chimie. Université Paul Sabatier, Toulouse - France
Diplôme d'Habilitation à diriger les recherches.

Nous vous sommes extrêmement reconnaissants d'avoir accepté de juger notre travail.
Nous vous remercions énormément pour la gentillesse et la patience manifestées à notre égard durant cette thèse et pour l'hospitalité dont vous avez fait preuve envers nous lors de nos séjours à Castres.

Soyez assurés de notre profond respect.

A notre juge,

Madame le Professeur GHODBANE Nadia

Professeur en Odontologie Conservatrice/Endodontie. Faculté de Médecine de Constantine.
Chef de service d'Odontologie Conservatrice/Endodontie. CHU – Constantine
Chef de département de Médecine Dentaire – Faculté de Médecine – Constantine.

Nous vous remercions très sincèrement d'avoir accepté de siéger dans notre jury de thèse et de juger notre travail, nous vous en sommes très reconnaissants.

Veuillez trouver ici le témoignage de notre sincère gratitude, de nos vifs remerciements et de notre profond respect.

A notre juge,

Monsieur le Professeur METREF Salim Zoheir

Professeur en Odontologie Conservatrice/Endodontie. Faculté de Médecine d'Oran
Enseignant- chercheur. Université Oran 1. AHMED BEN BELLA
Chef d'équipe d'Endodontie – Laboratoire de recherche en Odontologie Conservatrice/Endodontie(55)
Chef d'unité d'Endodontie clinique CHU – Oran.

Vous nous avez fait grand honneur d'accepter de juger notre travail.
Votre rigueur scientifique et votre amour pour le travail font de vous un homme de qualité.
Permettez-nous de vous exprimer notre estime envers votre compétence, votre dévouement pour la recherche et votre sympathie qui font de vous un homme admiré de tous.

Veuillez accepter notre profonde reconnaissance.

A notre directeur de thèse,

Monsieur Le Professeur SERRADJ Sid Ahmed

Professeur en Odontologie Conservatrice/Endodontie. Faculté de Médecine d'Oran
Chef de service d'Odontologie Conservatrice/Endodontie. CHU – Oran
Directeur du Laboratoire de Recherche d'Odontologie Conservatrice/Endodontie (55). Université d'Oran1 - AHMED BEN BELLA.

Vous m'avez fait l'honneur de diriger cette thèse,
Vous avez marqué notre parcours universitaire. Votre rigueur, votre culture odontologique et pédagogique ainsi que votre charisme sont pour nous des modèles depuis nos premières années d'études.
Nous vous remercions sincèrement pour la confiance que vous nous avez accordée en acceptant d'encadrer ce travail de doctorat, pour vos multiples conseils et pour toutes les heures consacrées à diriger cette recherche.

Qu'il nous soit permis, à travers ce travail que vous avez si aimablement accepté de diriger, de vous exprimer notre profond respect, et de vous témoigner notre estime et notre vive reconnaissance.

A Notre Co-Directrice De Thèse,

Madame le Professeur GREGOIRE Geneviève

Professeur des Universités - Praticien
Docteur en Chirurgie dentaire et Sciences Odontologiques
Lauréate de l'Université Paul Sabatier et de l'Université Paris DESCARTES
Diplôme d'Habilitation à diriger les recherches

Vous nous avez fait l'honneur d'inspirer, d'initier et de diriger cette thèse.
Grâce à votre immense savoir scientifique, vous nous avez orientés dans la bonne voie, et c'est avec votre générosité et patience que vous avez guidé nos pas dans la recherche.
Vous avez su nous obliger à aller toujours plus en avant, et nous prodiguer des conseils judicieux qui nous ont aidés à mener à bien cette recherche.
Nous avons été extrêmement sensibles à vos qualités humaines d'écoute et de compréhension tout au long de ce travail.

Trouvez Madame, dans l'aboutissement de ce travail, l'expression de l'infinie reconnaissance de la doctorante respectueuse et fidèle.

Nos vifs remerciements ;

A Monsieur le doyen de la faculté de chirurgie dentaire de Toulouse, **Monsieur le Professeur POMAR Philippe** pour son soutien, son apport pour l'aboutissement de cette recherche et son chaleureux accueil durant nos séjours à Toulouse – France.

Un remerciement spécial à **Mme LACOMBLET Marie Paule**, technicienne de recherche à la plateforme technique de recherche en odontologie de la faculté de chirurgie dentaire de Toulouse, pour son aide permanente à la réalisation des manipulations et sa bonne humeur. Soyez assurés de notre grand respect et toute notre admiration.

Un grand merci aux membres du **conseil scientifique et au secrétariat de la faculté de chirurgie dentaire de Toulouse** pour leur efficacité, sympathie et pour l'honneur accordé à notre participation aux différentes journées de recherche.

A **tout le personnel administratif de la Faculté de Médecine d'Oran**, qui nous a permis d'établir une collaboration avec la faculté de Toulouse et pris en charge nos déplacements vers la France.

Nous tenons à remercier tous **les chercheurs du laboratoire de recherche d'Odontologie Conservatrice/Endodontie (55)** pour leur aide et soutien.

Nos sincères remerciements à Monsieur **le Docteur BOUZEBOUDJA Zoubir**, spécialiste en pathologie et chirurgie buccales, pour son aide précieuse dans la collecte des dents utilisées dans notre étude.

Nos vifs remerciements vont également à **Mes collègues, Dr SOUABI Ali, Dr TAHARI Nabila, Dr Remaoun Bouchera, Dr Rezoug Abdelkader, Dr TABET Aoul Nawel et Dr MEBARKI Amina**, et à tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin, par leurs conseils, leurs suggestions et par leurs encouragements, à la réalisation de ce travail.

« Un homme averti est un homme aguerri »

« Affronte le destin en armes pour ne pas le subir en larmes »

Sois éclairé mon enfant . . .Et, retiens mes conseils !

Malheureusement, tu en auras besoin tout autant que du sommeil.

Espère toujours en toi

« Tu as été pourvu pour cela »

Affronte la vie sans effroi

« Tu t'aguerriras mieux comme ça »

BELMABROUK MOHAMMED
1944-2017

Merci mon regretté Papa pour ces précieux conseils.

DEDICACES

A la mémoire de mon très cher Père Mohammed

Tu as été un Père extraordinaire. Personne ne pourra te remplacer.
Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai eus et que j'ai toujours pour toi Papa.
Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien - être.
Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.
J'espère avoir répondu aux espoirs que tu as fondés en moi.
Le destin ne nous a pas laissé le temps pour jouir ce bonheur ensemble. Pour te faire honneur, je dois rester digne.
Puisse Dieu tout puissant, assurer le repos de ton âme par sa sainte miséricorde

A Ma Très chère Mère

Tous les mots du monde ne sauraient exprimer l'immense amour que je te porte, ni la profonde gratitude que je te témoigne pour tous les efforts et les sacrifices que tu n'as jamais cessé de consentir pour mon instruction et mon bien-être.
C'est à travers tes encouragements que j'ai opté pour cette noble profession, et c'est à travers tes critiques que je me suis réalisée.
J'espère avoir répondu aux espoirs que tu as fondés en moi.
Je te rends hommage par ce modeste travail en guise de ma reconnaissance éternelle et de mon infini amour et que Dieu tout puissant te garde pour nous et te procure santé, bonheur et longue vie.

A mon très cher mari Mohamed El Amine

Ma vie à tes côtés est remplie de belles surprises.
Tes sacrifices, ton soutien moral et matériel, ta gentillesse sans égal, ton profond attachement m'ont permis de réussir mon travail.
Je te dédie ce travail avec mes vœux de réussite, de prospérité et de bonheur. Que dieu réunisse nos chemins et que ce travail soit pour toi le témoignage de ma parfaite reconnaissance et de mon amour sincère et fidèle.

A Mon Très Cher Frère Ferhat et mes Très Chères sœurs Nawel et Hannene

Je ne peux exprimer à travers ses lignes tous mes sentiments d'amour et de tendresse envers vous.
Merci pour la joie que vous me procurez et merci infiniment pour vos précieux conseils et votre aide à la réalisation de ce travail.
Puisse Dieu tout puissant vous combler d'amour et de joie, vous apporter bonheur, et vous aider à réaliser tous vos vœux.

A ma chère belle-sœur Khadidja et mes chères nièces, Norhane, Feryel, Israa et Fatima ainsi que mes adorables neveux Walid et Fouad.

Que Dieu vous protège pour nous et je vous souhaite beaucoup de santé et succès.

A mes chers beaux-parents, mon beau-frère Sid Ali et mes belles-sœurs Fatima, Nabila, Zohra et Hannene.

J'ai toujours senti que vous êtes ma deuxième famille que j'aime et je respecte.
Je vous remercie pour tout ce que vous m'avez apporté.
Veuillez accepter l'expression de ma profonde gratitude pour votre soutien, encouragements, et affection.

À tous les membres de ma grande famille maternelle et paternelle, sans citer de noms ou de prénoms par peur d'oublier une personne.

Veuillez percevoir à travers ce travail, l'expression de ma profonde affection et énorme respect.
Avec tout l'amour que je vous porte, je vous souhaite beaucoup de bonheur dans votre vie.

A toutes mes amies, mes consœurs et confrères du Département de Médecine Dentaire d'Oran et du secteur privé.

Veuillez - trouvez ici, le témoignage de tout mon respect et toute ma reconnaissance pour votre inlassable soutien.
Je vous souhaite une vie pleine de réussite, de santé et de bonheur.

A tous ceux ou celles qui me sont chers et que j'ai omis involontairement de citer.

Table des matières

TABLE DES FIGURES vii

LISTE DES TABLEAUX xiii

LISTE DES ABRÉVIATIONS xvii

INTRODUCTION GÉNÉRALE 1

I REVUE DE LA LITTÉRATURE 4

1 LES SUBSTRATS AMELO-DENTINAIRES 5

1.1 L'émail dentaire . . . 6
1.1.1 Description de l'émail . . . 6
1.1.2 Composition chimique de l'émail . . . 6
1.1.3 Structure de l'émail . . . 7
1.2 La dentine humaine et sa perméabilité . . . 9
1.2.1 Description de la dentine humaine . . . 9
1.2.2 Composition et propriétés physicochimiques de la dentine humaine 10
1.2.3 Structure perméable de la dentine humaine . . . 11
1.2.3.1 Aspect tubulaire de la dentine . . . 12
1.2.3.1.1 Tubuli dentinaires . . . 12
1.2.3.1.2 Contenu des tubuli dentinaires . . . 13
1.2.3.2 Conductibilité hydraulique de la dentine . . . 15
1.2.4 Les variations de la perméabilité dentinaire . . . 15
1.2.4.1 Les variations liées à des dépôts dentinaires . . . 16
1.2.4.1.1 La dentine sclérotique . . . 16
1.2.4.1.2 Les dentines secondaire et tertiaire . . . 17
1.2.4.1.3 La boue dentinaire . . . 17
1.2.4.2 Les variations régionales de la structure tubulaire . . . 18
1.2.4.2.1 Densité tubulaire . . . 18

1.2.4.2.2 Orientation des tubules dentinaires 21
1.2.4.2.3 Diamètre tubulaire 22
1.2.5 Les mécanismes impliqués dans la perméabilité dentinaire 22
1.2.5.1 Diffusion 22
1.2.5.2 Évaporation 23
1.2.5.3 Mouvement de fluide vers l'extérieur 24
1.2.6 Les perméabilité dentinaire et ses implications cliniques 26
1.2.6.1 Dentisterie restauratrice 26
1.2.6.2 Sensibilité et hypersensibilité dentinaire 26
1.2.6.3 Douleurs post-opératoires 26

2 L'ADHÉSION AUX TISSUS AMELO-DENTINAIRES 28
2.1 Généralités sur l'adhésion 29
2.1.1 Historique 29
2.1.2 Définitions 30
2.1.2.1 Adhésion 30
2.1.2.2 Adhésif 30
2.1.2.3 Cohésion 31
2.1.2.4 Adhérence 31
2.2 Les théories de l'adhésion 31
2.2.1 Théorie mécanique 31
2.2.2 Théorie de l'adsorption 31
2.2.3 Théorie de la diffusion 32
2.2.4 Théorie électrostatique 32
2.3 Les critères d'une adhésion durable 32
2.3.1 Mouillabilité du substrat 32
2.3.2 Viscosité de l'adhésif (ou de la colle), morphologie et rugosité du substrat 33
2.4 Les mécanismes de l'adhésion aux tissus amélo- dentinaires 34
2.4.1 Adhésion à l'émail 34
2.4.2 Adhésion à la dentine 35

3 LES SYSTÈMES ADHÉSIFS AMELO-DENTINAIRES 36
3.1 Généralités sur les systèmes adhésifs amélo-dentinaires 37
3.1.1 Définition d'un système adhésif 37
3.1.2 Les composants d'un système adhésif 37
3.1.2.1 Agent de mordançage 38
3.1.2.1.1 Concept du mordançage 38
3.1.2.1.2 Les paramètres influençant l'action de l'agent de mordançage 38
3.1.2.1.2.1 Caractéristiques du substrat 38

3.1.2.1.2.2 Nature et concentration de l'acide . . . 39
3.1.2.1.2.3 Viscosité . . . 40
3.1.2.1.2.4 Mode d'application . . . 41
3.1.2.1.2.5 Utilisation ou non d'un champ opératoire . . . 41
3.1.2.2 Le promoteur d'adhésion (primaire) . . . 41
3.1.2.3 La résine adhésive . . . 42
3.1.3 Classification des systèmes adhésifs amélo-dentinaires . . . 43
3.1.3.1 Approche rationnelle . . . 43
3.1.3.2 Proposition d'une nouvelle classification . . . 44
3.2 Les systèmes adhésifs avec mordançage préalable et rinçage . . . 44
3.2.1 Principe . . . 44
3.2.2 Systèmes adhésifs avec mordançage préalable et rinçage en trois temps . . . 45
3.2.2.1 Composition . . . 46
3.2.2.1.1 L'agent de mordançage . . . 46
3.2.2.1.2 Le primaire . . . 48
3.2.2.1.3 La résine adhésive . . . 51
3.2.2.2 Formation des interfaces tissus dentaires-système adhésif . . . 53
3.2.2.2.1 Formation de l'interface émail-système adhésif . . . 53
3.2.2.2.1.1 La liaison micro mécanique . . . 53
3.2.2.2.1.2 Les interactions physico-chimiques . . . 54
3.2.2.2.2 Formation de l'interface dentine-système adhésif . . . 54
3.2.2.2.2.1 La liaison micro mécanique . . . 55
3.2.2.2.2.2 Les interactions physico-chimiques . . . 55
3.2.2.2.3 Décalage entre le front de déminéralisation et l'infiltration . . . 56
3.2.3 Systèmes adhésifs avec mordançage préalable et rinçage en deux temps . . . 56
3.2.3.1 Mécanisme d'action . . . 57
3.2.3.2 Avantages et inconvénients . . . 57
3.3 Les systèmes adhésifs auto-mordançants . . . 59
3.3.1 Principe . . . 59
3.3.2 Composition chimique . . . 61
3.3.2.1 Monomères . . . 62
3.3.2.1.1 Monomères adhésifs auto-mordançants . . . 62
3.3.2.1.2 Monomères de réticulation . . . 63
3.3.2.1.3 Co-monomères monofonctionnels additionnels . . . 64
3.3.2.2 Systèmes initiateurs . . . 64
3.3.2.3 Solvants . . . 65
3.3.2.4 Additifs . . . 65

3.3.2.4.1 Charges . . . 65
3.3.2.4.2 Colorants et agents anti-microbiens . . . 66
3.3.3 Mécanisme d'adhésion . . . 66
3.3.3.1 Systèmes adhésifs auto-mordançants en deux temps . . . 66
3.3.3.2 Systèmes adhésifs auto-mordançants en un seul temps . . . 67
3.3.4 Avantages et inconvénients . . . 67
3.4 Les systèmes adhésifs universels . . . 70
3.4.1 Définition d'un adhésif universel . . . 70
3.4.2 Propriétés générales des adhésifs universels . . . 70
3.4.3 Composition chimique . . . 71
3.4.3.1 Les monomères fonctionnels . . . 71
3.4.3.2 L'eau . . . 73
3.4.3.3 Les solvants . . . 73
3.4.3.4 Les monomères hydrophiles et hydrophobes . . . 73
3.4.3.5 D'autres composants . . . 74
3.4.4 pH des adhésifs universels . . . 75
3.4.5 Formation des interfaces tissus dentaires-adhésif universel . . . 75
3.4.5.1 Formation de l'interface émail – adhésif universel . . . 75
3.4.5.2 Formation de l'interface dentine – adhésif universel . . . 77

II PARTIE EXPÉRIMENTALE 79

4 PROBLÉMATIQUE, HYPOTHÈSES DE TRAVAIL, OBJECTIFS, PLAN DE RECHERCHE 80
4.1 Problématique . . . 81
4.2 Hypothèses de travail . . . 84
4.3 Objectifs . . . 84
4.3.1 Objectif principal . . . 84
4.3.2 Objectifs secondaires . . . 85
4.4 Plan de recherche . . . 85

5 VARIATIONS DE LA PERMÉABILITÉ DENTINAIRE HUMAINE OBTENUES APRÈS APPLICATION D'UN ADHÉSIF UNIVERSEL SELON SES DEUX TECHNIQUES D'APPLICATION 86
5.1 Technique de la conductance hydraulique ou passage de fluides par perméation ou filtration de fluide . . . 87
5.2 Matériels et méthodes . . . 92
5.2.1 Critères d'inclusion . . . 92
5.2.2 Critères de non inclusion . . . 92

5.2.3 Préparation des dents 92
5.2.4 Randomisation 93
5.2.5 Critères de jugement 93
5.2.6 Méthodologie pratique de l'étude 93
5.2.6.1 Coupe des tranches de dentine 93
5.2.6.2 Collage des échantillons 96
5.2.6.3 Mesures de la conductance hydraulique 97
5.2.7 Analyse statistique 101
5.3 Résultats 101
5.4 Discussion 107

6 MODIFICATIONS DES TISSUS AMELO-DENTINAIRES HUMAINS APRÈS APPLICATION D'UN ADHÉSIF UNIVERSEL SELON SES DEUX TECHNIQUES D'APPLICATION : VARIATIONS DU pH, DU pKa ET DES MATIÈRES MINÉRALES 117
6.1 Matériels et méthodes 118
6.1.1 Préparation de la poudre d'émail et de dentine 118
6.1.1.1 Préparation de la poudre d'émail 118
6.1.1.2 Préparation de la poudre de dentine 120
6.1.2 Préparation des produits utilisés 122
6.1.3 Évolution de l'acidité de l'adhésif universel et des acides témoins en présence de l'émail et de la dentine mordancés et non mordancés en fonction du temps de contact 123
6.1.3.1 Variations de pH des produits en présence de l'émail et de la dentine en fonction du temps de contact 123
6.1.3.2 Dosage acide des produits par la soude et détermination du pKa 126
6.1.3.3 Analyse statistique 129
6.1.3.4 Résultats 130
6.1.3.4.1 Mesures de pH de l'adhésif universel testé et des 2 acides témoins en présence de la poudre d'émail et de dentine en fonction du temps de contact 130
6.1.3.4.1.1 Evolution du pH/temps lorsque l'adhésif est mélangé à l'émail non mordancé : comparaison avec les témoins . . 130
6.1.3.4.1.2 Evolution du pH/temps lorsque l'adhésif est mélangé à l'émail mordancé : comparaison avec les témoins 131
6.1.3.4.1.3 Evolution du pH/temps lorsque l'adhésif est mélangé à la dentine non mordancée : comparaison avec les témoins 133
6.1.3.4.1.4 Evolution du pH/temps lorsque l'adhésif est mélangé à la dentine mordancée : comparaison avec les témoins . . 134

6.1.3.4.2 Dosage acide-base des produits en présence de la poudre d'émail et de dentine en fonction du temps de contact 136
6.1.3.4.2.1 Dosage de l'acidité de l'adhésif universel en présence de la poudre d'émail en fonction du temps de contact 136
6.1.3.4.2.2 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide 139
6.1.3.4.2.2.1 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide des produits seuls (sans poudre) 139
6.1.3.4.2.2.2 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence de l'émail 140
6.1.3.4.2.2.3 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence de la dentine 141
6.1.3.4.2.3 Valeurs des pKa 141
6.1.3.4.2.3.1 Valeurs des pKa des produits seuls 141
6.1.3.4.2.3.2 Valeurs des pKa en présence de l'émail 142
6.1.3.4.2.3.3 Valeurs des pKa en présence de la dentine 143
6.1.4 Evolution des matières minérales de l'émail et de la dentine après l'application de l'adhésif selon les deux techniques avec et sans mordançage préalable 144
6.1.4.1 Dosage du calcium par absorption atomique flamme en fonction du temps d'application de l'adhésif 144
6.1.4.1.1 Préparation des produits et des échantillons à analyser 144
6.1.4.1.2 Préparation des solutions étalons 145
6.1.4.1.3 Méthode du dosage du calcium par absorption atomique Flamme 145
6.1.4.2 Dosage de la matière minérale par analyse thermogravimétrique en fonction du temps d'application de l'adhésif 148
6.1.4.3 Analyse statistique 150
6.1.4.4 Résultats 150
6.1.4.4.1 Dosage du calcium par absorption atomique en fonction du temps d'application de l'adhésif 150
6.1.4.4.1.1 Dosage du calcium en fonction du temps d'application de l'adhésif universel sur l'émail 151
6.1.4.4.1.2 Dosage du calcium en fonction du temps d'application de l'acide témoin sur l'émail 153

6.1.4.4.1.3 Dosage du calcium en fonction du temps d'application de l'adhésif universel sur la dentine 154
6.1.4.4.1.4 Dosage du calcium en fonction du temps d'application de l'acide témoin sur la dentine 156
6.1.4.4.2 Dosage de la matière minérale par analyse thermogravimétrique en fonction du temps d'application de l'adhésif 158
6.1.4.4.2.1 Dosage de la matière minérale en fonction du temps d'application de l'adhésif sur l'émail 158
6.1.4.4.2.2 Dosage de la matière minérale en fonction du temps d'application de l'adhésif sur la dentine 161
6.2 Discussions 163
6.2.1 Discussion des résultats sur la dentine 163
6.2.2 Discussion des résultats sur l'émail 168

DISCUSSION GÉNÉRALE SUR LA PARTIE EXPÉRIMENTALE 171

CONCLUSION 176

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 179

ANNEXES 205

Annexe 1 Résultats de la conductance hydraulique 206

Annexe 2 Pesées des produits et des poudres d'émail et de dentine utilisés pour le dosage acide-base 211

Annexe 3 Mesures de pH en présence des poudres d'émail et de dentine 214

Annexe 4 Valeurs de pH et des volumes de la soude en présence de la poudre d'émail et de la dentine aux différents temps de contact 219

Annexe 5 Courbes de l'analyse thermogravimétrique 228

Table des figures

1 Empilement des monocristaux au sein des prismes d'émail [8] 7
2 Schématisation de l'architecture prismatique spécifique de l'émail (d'après Jacobsen, 2008) [13] 8
3 Image de la dentine profonde au microscope électronique à balayage montrant un prolongement odontoloblastique à l'intérieur du tubule dentinaire (Astérix) [18] 10
4 Surface dentinaire mordancée pendant 5 sec à l'acide phosphorique 37% [27] 12
5 Coupe transversale des tubuli dentinaires à 1.2 mm de la pulpe [27] . . . 13
6 Contenu des tubuli dentinaires [40] 14
7 La sclérose dentinaire correspond à une minéralisation intra-canaliculaire qui réduit progressivement les lumières canaliculaires [17] 16
8 Smear layer (SL) en coupe transversale [55] 17
9 Variations tubulaires entre la dentine coronaire et radiculaire (D'après Trowbridge HO 1982, modifié par Pashley DH) [70] 19
10 Densité tubulaire et distribution des branches fines, d'après MJÖR et NORDAHL [71] 20
11 Densité moyenne des canalicules dentinaires par millimètre carré de dentine, en fonction des zones anatomiques de la couronne dentaire . . 21
12 Section longitudinale d'une insicive humaine 21
13 Phénomène de diffusion [32] 23
14 Schématisation du mécanisme d'évaporation 24
15 Mouvement de fluide vers l'extérieur [32]. 25

16 La molécule d'hydrogène H_2 est un exemple de liaison covalente 31
17 Forces de Van der Waals. Liaison de Van der Waals provoquée par l'apparition de moments dipolaires 31
18 Plus l'angle de contact est faible, plus l'adhésion est meilleure [97] 32
19 Un bon mouillage assure une bonne adhésion [97] 34

20 Micrographie électronique à balayage d'un émail mordancé à l'acide phosphorique (Ultradent Products South Jordan, Utah) pendant 2 minutes [18] 34

21 Formules chimiques des différents acides de mordançage total [123] . . . 40
22 Changements de la matrice dentinaire pendant les procédures de collage d'après Pashley et Carvalho 1997) [128] 42
23 Phase d'imrégnation de la résine (Van Meerbeek et col, 1993) [129] 42
24 Les stratégies actuelles de l'adhésion [132] 44
25 Collage de la résine à la dentine utilisant la technique du mordançage total [18] 45
26 Schématisation des étapes d'application des adhésifs avec mordançage et rinçage préalable en 3 temps 45
27 Les trois types de structures de l'émail après mordançage [138] 46
28 Micrographie électronique à balayage d'une dentine mordancée montrant l'exposition des fibres de collagène [18] 47
29 Phénomène de surmouillage [97] 50
30 Collapsus après séchage de la dentine mordancée [18] 51
31 Microscopie électronique à balayage (a) et microscopie électronique à transmission (b) de l'interface émail-résine illustrant l'imbrication des brides de résine qui infiltrent la surface mordancée [130] 54
32 Microscopies électroniques à balayage de l'interface résine-dentine. La dentine est préalablement mordancée [130] 54
33 Schématisation des étapes d'application des adhésifs avec mordançage et rinçage préalable en 2 temps. Adhésifs dits monocomposants 56
34 Adhésion à la dentine utilisant un adhésif auto-mordançant [18] 59
35 Photomicrographies des interfaces résine-émail [130] 60
36 Structure générale d'un monomère d'adhésif auto-mordançant avec des exemples pour chaque groupement [149] 61
37 Schématisation des composants d'un adhésif auto-mordançant en deux temps 66
38 Schématisation des composants d'un adhésif auto-mordançant en un seul temps 67
39 Interphase dentine adhésif auto-mordançant à 1 étape observée en microscopie électronique à balayage [107] 68
40 Micrographies électroniques de l'émail d'une dent non préparée [107] . 69
41 Le monomère 10-MDP utilisé dans plusieurs adhésifs universels [202] . 72
42 Le monomère HEMA comportant un groupement méthacrylate (en doré) et un groupement hydroxyl (-OH) capable de former une liaison hydrogéne [202] 74

43 L'ultrastructure de l'interface, émail non mordancé-adhésif universel, observée au microscope électronique à balayage [231] 76
44 L'ultrastructure de l'interface, émail mordancé-adhésif universel SBU, observée au microscope électronique à balayage [231] 76
45 Interface, dentine non mordancée-adhésif universel, observée au microscope à balayage laser confoncal [238] 77
46 Interface, dentine mordancée-adhésif universel, observée au microscope à balayage laser confoncal [238] 78

47 Le Flodec (De Marco Engineering, Geneva, Switzerland) utilisé pour la mesure de la conductance hydraulique 88
48 Intégration d'une bulle d'air dans le conduit 89
49 L'ordinateur d'enregistrement et d'analyse des mesures du Flodec 90
50 Système de mesure de filtration de fluide 91
51 La scie IsoMet, Buehler Ltd, Evanston 93
52 Disque diamanté (102 mm x 0,3 mm) séries 15 LC Diamond, Buehler Ltd, Evanston, USA 94
53 Mise en place de la dent à découper sur le porte-échantillon 94
54 Elimination de l'émail à l'aide du disque diamant 95
55 Coupe de la tranche de dentine à 1mm d'épaisseur 95
56 Coupe de dentine de 1mm d'épaisseur et de 7 à 8mm de diamètre 95
57 Elimination de la boue dentinaire crée par la coupe par un mordançage à l'acide orthophosphorique 96
58 Le disque en polycarbonate perforé à 0,28 cm^2 de diamètre 96
59 Tranche de dentine collée sur le disque et prête à la mesure de la perméabilité dentinaire par conductance hydraulique 97
60 La tranche de dentine collée sur le disque et positionnée dans le porte-échantillon 98
61 Création de la boue dentinaire à l'aide d'un papier abrasif 98
62 Mordançage de la face occlusale de la tranche de dentine 99
63 Application de l'adhésif universel 99
64 Histogramme représentatif des valeurs T0 du groupe 1 (AUM) 102
65 Histogramme représentatif des valeurs T0 du groupe 2 (AU) 102
66 Histogramme montrant les mesures T1/T0 du groupe 1 (AUM) 103
67 Histogramme montrant les mesures T1/T0 du groupe 2 (AU) 103
68 Histogramme montrant les valeurs T3/T0 du groupe 1 (AUM) 105
69 Histogramme montrant les valeurs T3/T0 du groupe 2 (AU) 106

70 Exemple de molaire conservée comme échantillon pour l'étude 119
71 La racine est séparée de la couronne 119

72 Les coques d'émail préparées pour être broyées 119
73 Broyeur utilisé : K Janke & Kunkel Ika®, Labortechnik, Staufen, Germany 120
74 Poudre d'émail, d'une granulométrie moyenne de 67 µm de diamètre. Poudre prête à être utilisée pour l'étude 120
75 La pulpe et l'émail périphérique sont éliminés 121
76 Dentine coronaire prête à être broyée 121
77 Poudre de dentine récupérée du broyeur 122
78 Poudre de dentine après son passage au tamis, d'une granulométrie moyenne de 67 µm de diamètre. Poudre prête à être utilisée pour l'étude 122
79 Produits dilués sous agitation continue pour homogénéiser le mélange . 124
80 La balance de mesure : Sartorius basic balance, Sartorius AG, Göttingen, Germany 124
81 pH mètre utilisé : 827 pH mètre lab, Swiss made Ω Metrohm 125
82 Le mélange produit et poudre de dentine sous agitation continue 125
83 Application de l'acide phosphorique sur la poudre de dentine pendant 15sec 126
84 L'action de l'acide est arrêtée par l'ajout de 10 ml d'eau puis filtration . . 126
85 Le titreur automatique : Ω Metrohm ion analysis 702 SM Titrino 127
86 L'électrode en contact avec l'acide d'hydrogénophtalate de potassium . 127
87 L'ordinateur d'enregistrement et d'analyse des données transmises par le titreur automatique 127
88 Ajout de 50mg de poudre d'émail ou de dentine au produit dilué 128
89 Prélèvement de 10 ml de solution pour le dosage par la soude 128
90 Détermination du pKa sur une courbe de dosage 129
91 Courbe d'évolution des pH en fonction du temps en présence d'un émail non mordancé 130
92 Courbe d'évolution des pH en fonction du temps en présence d'un émail mordancé 131
93 Courbe d'évolution des pH en fonction du temps en présence d'une dentine non mordancée 133
94 Courbe d'évolution des pH en fonction du temps en présence d'une dentine mordancée 134
95 Courbes de dosage acide de l'adhésif testé et des témoins acides 136
96 Dosage de l'acidité des produits après contact de 10 secondes avec l'émail mordancé et non mordancé 137
97 Dosage de l'acidité des produits après contact de 40 secondes avec l'émail mordancé et non mordancé 137
98 Dosage de l'acidité des produits après contact de 300 secondes avec l'émail mordancé et non mordancé 137

99 Dosage de l'acidité des produits après contact de 900 secondes avec l'émail mordancé et non mordancé . . . 137
100 Dosage de l'acidité des produits après contact de 10 secondes avec la dentine mordancée et non mordancée . . . 138
101 Dosage de l'acidité des produits après contact de 40 secondes avec la dentine mordancée et non mordancée . . . 138
102 Dosage de l'acidité des produits après contact de 300 secondes avec la dentine mordancée et non mordancée . . . 138
103 Dosage de l'acidité des produits après contact de 900 secondes avec la dentine mordancée et non mordancée . . . 138
104 Les solutions étalons préparées pour contrôler le bon fonctionnement de l'appareil du dosage . . . 145
105 L'appareil de l'absorption atomique : SpectrAA 220- Atomic Absorption Spectrometer Fast Sequential- Varian . . . 146
106 La lampe Ca/Mg pour détecter l'élément Ca . . . 146
107 Le changement de couleur de la flamme vers le rouge signe une absorbance du calcium . . . 146
108 L'appareil de mesure thermogravimétrique SDQ600® . . . 149
109 Courbe de calibration de l'appareil d'absorption atomique utilisé dans l'étude . . . 151
110 Histogramme représentatif de l'absorbance du calcium par l'adhésif universel en fonction du temps de contact avec l'émail mordancé et non mordancé . . . 152
111 Histogramme représentatif de l'absorbance du calcium par l'acide témoin en fonction du temps de contact en présence de l'émail mordancé et non mordancé . . . 154
112 Histogramme représentatif de l'absorbance du calcium par l'adhésif universel en fonction du temps de contact avec la dentine mordancée et non mordancée . . . 155
113 Histogramme représentatif de l'absorbance du calcium par l'acide témoin en fonction du temps de contact en présence de dentine mordancée et non mordancée . . . 157
114 Courbe d'évolution des matières minérale et organique en présence d'un émail non mordancé . . . 159
115 Courbe d'évolution des matières minérale et organique en présence d'un émail mordancé . . . 159
116 Courbe d'évolution des matières minérales en présence d'un émail mordancé et non mordancé . . . 160

117 Courbe d'évolution des matières minérale et organique en présence d'une dentine non mordancée 161
118 Courbe d'évolution des matières minérale et organique en présence d'une dentine mordancée 162
119 Courbe d'évolution des matières minérales en présence d'une dentine mordancée et non mordancée 162

Liste des tableaux

1 Variations de la densité tubulaire dentinaire selon les études [69] 18

2 Angles de contact de liquides et de solides [95] 33

3 Caractéristiques de l'HEMA, un monomère monofonctionnel du primaire [84] 48

4 Les monomères de réticulation. Ces molécules sont retrouvées dans presque tous les systèmes adhésifs [84] 52

5 Composition de l'adhésif universel testé 97

6 Protocole d'utilisation de l'adhésif universel (Adhese Universal) 100

7 Moyennes des pourcentages de T0 et T3 avec la différence T3-T0 du groupe 1 (AUM) 104

8 Moyennes des pourcentages de T0 et T3 avec la différence T3-T0 du groupe 2 (AU) 105

9 Résultats de la perméabilité dentinaire du système adhésif selon les deux protocoles de collage, avec mordançage préalable ou auto-mordançant (donnés en % de diminution de perméabilité en fonction du T0 : valeur de base de l'échantillon) et test a posteriori de Duncan 106

10 Synthèse des travaux réalisés sur les variations de la perméabilité dentinaire après application de différents systèmes adhésifs amélo-dentinaires en comparaison avec les résultats de notre étude . . . 113

11 Composition de l'adhésif testé commercialisé sous le nom Adhese Universal 123

12 Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec $p<0,05$, de l'acidité de l'émail mordancé et non mordancé après application de l'adhésif et des acides témoins 132

13 Résultats du test a posteriori de Duncan ($p< 0,05$) 132

14 Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'acidité de la dentine mordancée et non mordancée après application de l'adhésif et des acides témoins 135
15 Résultats du test a posteriori de Duncan (p< 0,05) 135
16 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide des produits seuls (sans poudre) par la soude (0.1mol/l) 139
17 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence d'un émail non mordancé . . . 140
18 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence d'un émail mordancé 140
19 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence d'une dentine non mordancée 141
20 Valeurs des points d'équivalences et de volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence d'une dentine mordancée . . . 141
21 Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides sans poudre . . . 142
22 Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides en présence d'un émail non mordancé 142
23 Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides en présence d'un émail mordancé 142
24 Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides en présence d'une dentine non mordancée 143
25 Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides en présence d'une dentine mordancée 143
26 Pesées de la poudre d'émail et de l'adhésif testé utilisées pour le dosage du calcium 147
27 Pesées de la poudre d'émail et de l'acide témoin utilisées pour le dosage du calcium 147
28 Pesées de la poudre de dentine et de l'adhésif testé utilisées pour le dosage du calcium 148
29 Pesées de la poudre de dentine et de l'acide témoin utilisées pour le dosage du calcium 148
30 Quantités de poudre d'émail résiduelle analysées par thermogravimétrie 149
31 Quantités de poudre de dentine résiduelle analysées par thermogravimétrie 150
32 Le dosage du calcium des solutions étalons 151
33 Les valeurs du dosage du calcium dissous en fonction du temps de contact de l'adhésif universel avec l'émail 152

34 Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'absorbance du calcium par l'adhésif en présence de l'émail mordancé et non mordancé 153
35 Les valeurs du dosage du calcium dissous en fonction du temps de contact du témoin (acide lactique 10%) avec l'émail 153
36 Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'absorbance du calcium par l'acide témoin en présence de l'émail mordancé et non mordancé 154
37 Les valeurs du dosage du calcium dissous en fonction du temps de contact de l'adhésif avec la dentine 155
38 Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'absorbance du calcium par l'adhésif en présence de la dentine mordancée et non mordancée 156
39 Les valeurs du dosage du calcium dissous en fonction du temps de contact du témoin (acide lactique 10%) avec la dentine 156
40 Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'absorbance du calcium par l'acide témoin en présence de la dentine mordancée et non mordancée 157
41 Pourcentages des matières organiques et minérales quantifiées par analyse thermogravimétrique 158
42 Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, des pourcentages de la matière minérale dans l'émail mordancé et non mordancé 160
43 Pourcentages des matières organiques et minérales quantifiées par analyse thermogravimétrique 161
44 Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, des pourcentages de la matière minérale dans la dentine mordancée et non mordancée 163

Liste des abréviations

A

AEPA : Acrylic Ether Phosphonic Acid

ANOVA : Analysis Of Variance

AU : Adhésif Universel appliqué sans mordançage préalable

AUM : Adhésif Universel appliqué avec Mordançage préalable

B

Bis-GMA : Bisphénol A Glycidyl Méthacrylate

BSP : Bone SialoProtein

D

DEBAAP : N,N′-diethyl-1,3-bis(acrylamido)-propane

DMP1 : Dentin Matrix acidic Phosphoprotein 1

DPP : Dentin PhosphoProtein

DSP : Dentin SialoPhosphoprotein

DSC : Differential Scanning calorimetry

D3MA : Décandiol Diméthacrylate

G

GDMA : Glycérol Diméthacrylate

GPDM : Glycero-Phosphate Dimethacrylate

H

HEMA : Hydroxy-Ethyl Méthacrylate

HMAM : N-methylolacrylamide

HMMAM : N-methylolmethylacrylamide

M

MCAP : Acide Phosphorique Méthacrylate

MDP : Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate

MEPE : Matrix Extracellular Phosphoglycoprotein

MMP : Matrix Metalloproteinase

MS : Mean Square

O

OPN : Ostéopontine

P

PENTA-P : Dipentaerythritol penta acrylate monophosphate

S

SIBLING : Small Integrin-Binding Ligand N-linked Glycoproteins

T

TEGDMA : Triéthylène Glycol Diméthacrylate

U

UDMA : Uréthane Diméthacrylate

INTRODUCTION GÉNÉRALE

La connaissance approfondie en sciences fondamentales : histo-physiologie des tissus dentaires, cariologie, microbiologie, biophysique, chimie, protocoles de mise en œuvre des biomatériaux et concepts de préparation cavitaire, a abouti à l'évolution d'une odontologie opératoire purement chirurgicale à une odontologie restauratrice conservatrice et préventive.
Cela a conduit à la refonte des concepts de la dentisterie qui se basent actuellement sur :

- La pratique d'une dentisterie préservatrice non-invasive axée sur le diagnostic précoce des lésions carieuses et l'application de thérapeutiques de réversion des lésions initiales.
- L'évolution des concepts de mise en forme cavitaire axés sur des principes biologiques (préservation tissulaire maximale).
- L'utilisation de biomatériaux répondant à des exigences esthétiques et biomimétiques.

Cette évolution est due aux progrès observés avec les techniques adhésives au niveau des systèmes adhésifs amélo-dentinaires (propriétés du matériau, mise en œuvre), des résines composites et céramiques (qualité, esthétique et diversité des matériaux permettant des restaurations en techniques directe et indirecte) et des systèmes de collage (qualité, mise en œuvre et longévité des restaurations indirectes).

L'adhésion est utilisée depuis l'antiquité par la nature (cire d'abeilles, toiles d'araignées, geckos, berniques, etc.) et l'assemblage par collage est de plus en plus employé par l'homme, à la fois dans l'industrie, dans la médecine et dans d'autres secteurs, compte-tenu de ses nombreux avantages comparés aux méthodes conventionnelles : légèreté, réduction des concentrations de contraintes et son aptitude à assembler des matériaux dissemblables ou des pièces fines.

Geckos : Nom usuel donné à tous les geckonidés (Lézare des régions tropicales et subtropicales). Définition du dictionnaire français LAROUSSE.

Bernique : Nom donné en Bretagne à la patelle (Mollusque gastropode). Définition du dictionnaire français LAROUSSE.

L'adhésion en odontologie conditionne les procédés de collage. Elle répond aux principes de l'économie tissulaire, permet l'utilisation de matériaux esthétiques, et grâce aux adhésifs amélo-dentinaires ouvre un large plateau technique en dentisterie restauratrice, prothétique et orthodontique.

Pour bien utiliser les technologies adhésives, le praticien doit acquérir une connaissance approfondie des mécanismes d'adhésion, qui dépendent :

- des caractéristiques propres de la résine adhésive : composition, structure (nature et taille des charges), conditionnement (conservation, température), mode d'amorçage de la polymérisation, rhéologie (loi de comportement)
- de la nature physico-chimique des substrats à coller (tissu dentaire, matériau de restauration).

L'adhésion d'une résine à l'émail est une procédure fiable et bien établie depuis les travaux de Buonocore en 1955 [1]. La finalité est la création d'une surface qui, après traitement à l'acide phosphorique, va présenter des micro-anfractuosités dans lesquelles viendra s'ancrer la résine adhésive.

L'adhésion à la dentine n'est pas aussi reproductible du fait que le substrat dentinaire est :

- hétérogène : matrice organo-minérale contenant de l'eau
- perméable : il s'agit d'un réseau complexe de canalicules contenant les prolongements odontoblastiques et le fluide dentinaire qui est soumis à une pression hydrostatique positive sous l'effet de la microcirculation pulpaire ayant pour conséquence la présence d'humidité sur la surface dentinaire une fois l'émail éliminé [2].
- recouvert d'une couche de boue dentinaire à l'issue de la réalisation de la cavité, obstacle à l'imprégnation par les différents polymères [3].

Le mécanisme d'adhésion à la dentine consiste à réaliser un traitement de la surface dentinaire visant à l'élimination ou la dissolution de la boue dentinaire ainsi qu'une déminéralisation de la dentine sous-jacente suivi de l'application d'un promoteur dont le but est de chasser l'eau du réseau de collagène et de transformer la surface hydrophile en surface hydrophobe pour ensuite appliquer la résine adhésive qui créera la couche hybride et scellera l'interface [4]. L'étanchéité de l'interface

Etanchéité : Qualité de ce qui est étanche. L'interface entre une paroi dentinaire et un matériau de restauration ou d'obturation est dite étanche lorsque le joint matériau/dent s'oppose à toute infiltration de fluides et/ou de bactéries

Interface : Une interface est la couche limite par laquelle ont lieu les échanges et les interactions entre deux éléments.

est la seule garante de l'absence de récidive carieuse, de signe d'hypersensibilité dentino-pulpaire, de coloration marginale, d'échec endodontique dû à un défaut d'étanchéité coronaire. Il s'agit réellement d'un problème de santé publique [5].

L'évolution actuelle en dentisterie adhésive tend vers une simplification des protocoles soit par une réduction du nombre de composants, soit par une diminution du nombre d'étapes cliniques de mise en œuvre. Le praticien a, ainsi, le choix entre plusieurs principes de systèmes adhésifs : ceux qui sont précédés d'un mordançage à l'acide phosphorique, ceux qui sont auto-mordançants et les adhésifs, dits universels, introduits récemment.

L'avantage des adhésifs universels vient du fait qu'un adhésif peut être utilisé avec un mordançage préalable ou en mode auto-mordançant. Ce qui permet au clinicien de décider, en fonction du cas clinique et de la cavité réalisée, quel type de matériau de restauration il va utiliser et comment il va conditionner les tissus dentaires pour obtenir un résultat optimisé [6].

Le problème majeur de l'évolution des systèmes adhésifs est leur turn-over rapide qui ne laisse que peu de temps aux essais de laboratoire et encore moins aux tests in vivo. Cela associé à la complexité du substrat dentinaire en termes de perméabilité et d'humidité, ainsi qu'à la divergence des résultats tirés des différentes études de l'interface adhésif-dentine, constituent autant de pistes de recherches dans le domaine de collage et plus particulièrement l'évaluation de l'étanchéité des restaurations adhésives.

Notre travail retrouve donc toute son importance et présente pour intérêt de pousser les recherches dans ce sens pour arriver à des résultats permettant d'orienter au mieux le choix des systèmes adhésifs amélo-dentinaires.

Première partie

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Chapitre 1

LES SUBSTRATS AMELO-DENTINAIRES

La dentine, recouverte par l'émail au niveau coronaire et par le cément au niveau radiculaire, constitue la masse principale de la dent. Tant que la dentine coronaire demeure protégée par de l'émail, l'organe pulpaire sous-jacent est isolé du milieu extérieur.

Dès l'instant où la couche amélaire est endommagée ou détruite (carie, abrasion, érosion, fracture) et la dentine exposée, la pulpe est mise en contact avec le milieu buccal. Cet organe subit alors une agression dont l'intensité sera modulée par les caractéristiques de perméabilité de la dentine interposée.

La perméabilité dentinaire joue donc un rôle primordial dans le maintien de la santé pulpaire, à la fois en filtrant les substances irritantes et en laissant diffuser celles stimulantes ou cicatrisantes. La suppression de cette perméabilité fait en fin de compte l'objet de la plupart des traitements conservateurs puisque ceux-ci visent principalement **à sceller de façon durable la dentine exposée** et à reconstituer la protection originelle du tissu amélaire [7]. Dans cette optique, nous détaillons dans ce premier chapitre les caractéristiques des deux tissus dentaires ; émail et dentine, en mettant l'accent sur la dentine humaine, objet principal de notre travail.

1.1 L'émail dentaire

1.1.1 Description de l'émail [8]

L'émail est un tissu de structure complexe, d'origine épithéliale, édifié lors de l'amélogenèse. Il contient plus de 95% d'élément minéral dans sa forme mature, ce qui en fait la structure la plus minéralisée de l'organisme [9, 10].

Son épaisseur varie selon sa localisation anatomique (environ $2,5$ mm au niveau des cuspides et 2 mm au niveau des bords incisifs) allant en s'amincissant jusqu'à disparaître aux collets, au niveau de la jonction amélo-cémentaire et au fond des puits et sillons occlusaux.

Il présente des aspects de surface et de structure caractéristiques en microscopie électronique à balayage. Sa structure cristalline sous forme de cristaux d'hydroxyapatite lui confère un aspect translucide nuancé par une gamme de pigments colorés, variant selon les individus. Sa teinte, son état de surface et sa composition évoluent avec le temps en fonction du vieillissement, des interactions avec le milieu buccal et des pathologies [11].

1.1.2 Composition chimique de l'émail

L'émail, le plus minéralisé des tissus durs, est constitué de 96% de minéraux, sous forme de cristaux d'hydroxyapatite, de 4% de matériel organique et d'eau siégeant

entre les cristaux. Les minéraux sont en majeure partie des cristaux d'hydroxyapatite ($Ca_{10}[PO_4]_6(OH)_2$), sels de calcium et de phosphore également présents dans l'os, le cartilage calcifié, la dentine et le cément [12].

Les cristaux d'hydroxyapatite, ou cristallites, sont des cylindres hexagonaux approximativement de 50 nm de largeur et 1 µm de longueur. Le volume moyen du cristal est de $1,3 \times 10^{-22}$ m^3 et le nombre de cristaux dans l'émail est d'environ $6,7 \times 10^{21}$ m^{-3}. Ils sont organisés en prismes en forme de « trous de serrures » [8] (figure 1).

Accessoirement, des ions variés (strontium, magnésium, plomb, fluor) peuvent être incorporés ou absorbés par les cristaux lorsqu'ils sont présents pendant l'amélogenèse ou pendant la vie adulte à partir de la salive et de l'alimentation.

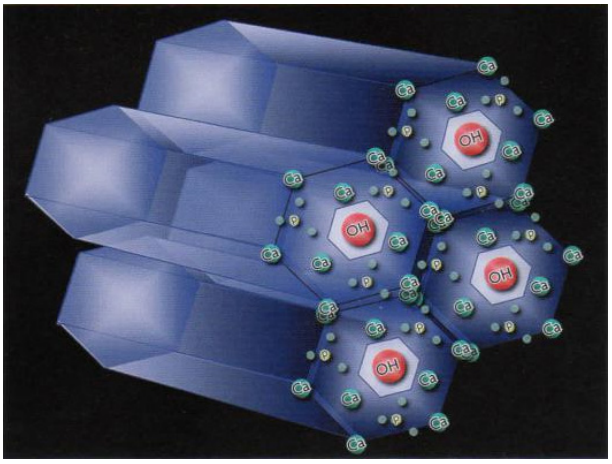


FIGURE 1 – Empilement des monocristaux au sein des prismes d'émail [8].

L'eau serait soit libre, soit disposée autour des cristaux, soit incorporée aux protéines. La matrice organique est constituée de produits de dégradation des protéines de l'émail (amélogénine et autres variétés). Après l'éruption dentaire, une partie de la matrice serait éliminée à l'extérieur, ce qui augmenterait le taux de minéralisation [12].

1.1.3 Structure de l'émail [8]

Les prismes sont des divisions structurales de l'émail, grossièrement cylindriques, qui sont définies par des groupes de cristaux d'hydroxyapatite semblablement orientés. Leur taille, forme et espacement sont déterminés par la morphologie des pôles apicaux des améloblastes sécrétant la matrice amélaire. Ils ont une largeur de 4 à 6 µm et s'étendent de la jonction amélodentinaire jusqu'à la surface externe de la dent (figure 2).

La surface de l'émail est le reflet de l'apposition de nature incrémentale de l'émail par les améloblastes, décrite « en pelure d'oignon » et formant en section transversale des anneaux concentriques et limités par des lignes de croissance connues sous le nom de stries de Retzius, correspondent au point atteint par les améloblastes après un temps déterminé de leur activité fonctionnelle.

Chaque prisme revêt en section transversale une forme décrite en « trou de serrure », avec une tête et une queue [10]. Autour de la tête, l'espace intercristallin est plus important et le matériel organique s'y accumule, formant à la frontière du prisme la substance interprismatique ou gaine du prisme.

L'espace interprismatique, d'une épaisseur moyenne d'environ $0,1$ µm, renferme des cristaux d'hydroxyapatite dont l'orientation se fait au hasard, ce qui induit un contenu minéral plus faible et un contenu en eau et en matériel organique plus élevé.

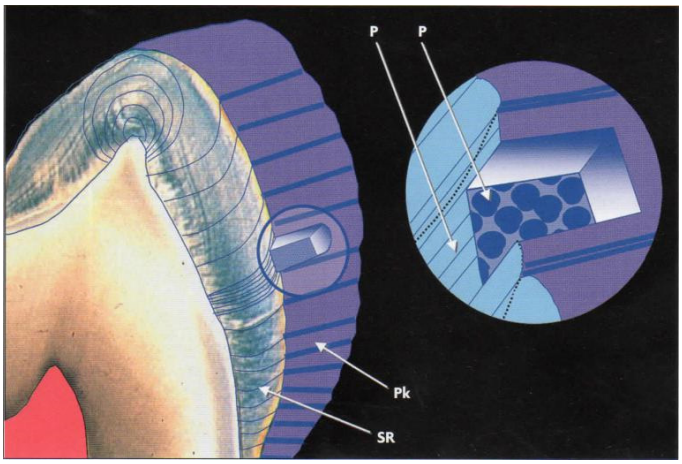


FIGURE 2 – Schématisation de l'architecture prismatique spécifique de l'émail (d'après Jacobsen, 2008) [13]. P : prismes ; SR : stries de Retzius ; Pk : périkymaties.

La matrice organique est localisée au sein d'espaces non minéralisés formant des micropores ou pores, essentiellement à l'interface entre prismes et substance interprismatique. Ainsi, bien que les cristaux soient compactés dans les prismes, l'émail est criblé de pores inter-cristallins, qui forment un fin réseau, voie de diffusion pour l'eau, les espèces ionisées et le matériel organique.

L'épaisseur de l'émail est constituée, dans sa masse, d'une couche prismatique et, à ses deux extrémités, de 2 couches ($20 – 80$ µm chez l'homme) aprismatiques interne et externe. Au niveau de la jonction amélodentinaire, des vides représentent des buissons et des fuseaux peuvent être mis en évidence par la microscopie électronique à transmission. Ces zones hypominéralisées forment des chenaux plus ou moins obstrués par du matériel organique et des précipitations minérales [14].

Les périkymaties présents sur la surface sont visibles sur l'émail jeune qui n'a pas subi d'érosion et d'abrasion où elles forment, à l'échelle microscopique, un important réseau poreux (anciennement les pores de Tomes) [15]. Ces structures de surface sont très peu visibles à l'échelle macroscopique sur l'émail adulte car elles disparaissent du fait de la fonction.

1.2 La dentine humaine et sa perméabilité

1.2.1 Description de la dentine humaine

La dentine constitue la majeure partie de la dent. Entourant la pulpe, elle est revêtue par l'émail au niveau de la couronne et par le cément dans la racine. Formée en permanence par les odontoblastes lors de la dentinogenèse, la dentine est un tissu conjonctif minéralisé, sans innervation propre, et avasculaire en connexions permanentes avec la pulpe par l'intermédiaire des prolongements cytoplasmiques des odontoblastes. Elle est traversée, sur toute son épaisseur, par des tubules représentant 10 à 30 % de son volume et assurant sa perméabilité. La dentine étant dépourvue de vaisseaux, l'apport des substances nécessaires à sa synthèse et son renouvellement est assuré par la pulpe [16].

On distingue plusieurs types de dentine dits dentines primaire, secondaire et tertiaire, qui sont l'expression de l'évolution phylogénétique et des adaptations biofonctionnelles de la dent durant toute la vie [17] :

- la dentine primaire est formée par les odontoblastes dits primaires au cours du développement de la dent, puis jusqu'à édification complète de la racine ;
- la dentine secondaire est formée après édification complète de la racine, durant toute la vie. Il est à noter qu'il s'agit, comme la dentine primaire, d'une dentine physiologique élaborée également par les odontoblastes primaires ;
- la dentine tertiaire est formée en réponse à une agression :
  - soit par les odontoblastes primaires, et on parle de dentine réactionnelle,
  - soit par des odontoblastes de remplacement dits secondaires (ou néo-odontoblastes), lorsque les premiers ont été détruits ; on parle alors de dentine de réparation. Cette dentine de réparation présente des caractéristiques différentes de la dentine physiologique.

Quelle que soit la variété de la dentine, du pôle apical de l'odontoblaste pulpaire part un prolongement cytoplasmique bifide qui circule dans le tubule dentinaire. Ce prolongement émet dans les canalicules accessoires des expansions latérales qui peuvent s'anastomoser avec celles d'odontoblastes voisins (figure 3). En microcopie à balayage, après fracture de la dent et extirpation de la pulpe, les odontoblastes restent collés à la dentine. De forme cylindrique avec pôle basal conique, ils émettent

par leur pôle apical le prolongement cytoplasmique qui s'enfonce dans la dentine.

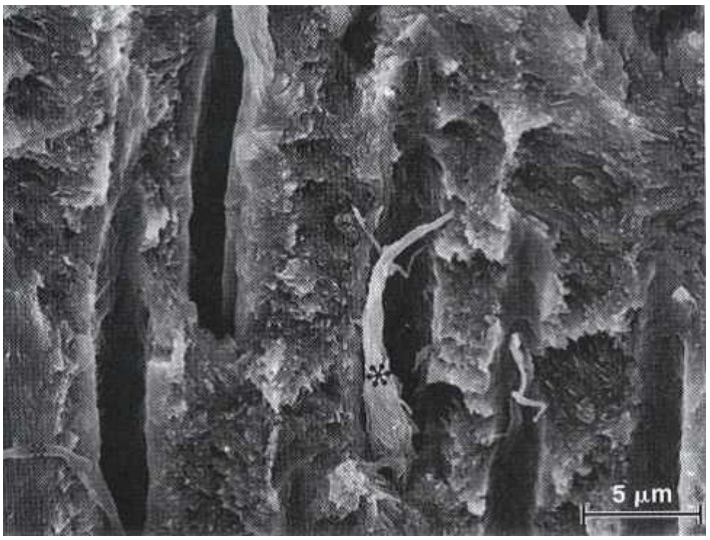


FIGURE 3 – Image de la dentine profonde au microscope électronique à balayage montrant un prolongement odontoloblastique à l'intérieur du tubule dentinaire (Astérix) [18].

1.2.2 Composition et propriétés physicochimiques de la dentine humaine

Cette substance, translucide, blanche jaunâtre, est plus dure que l'os et moins dure que l'émail. Sur les radiographies, elle apparaît moins opaque que ce dernier [16].

La dentine est un tissu minéralisé. La part du minéral en poids est inférieure à celle de l'émail et voisine de celle du tissu osseux . Elle est constituée en poids par 70 % de matériel minéral, 20 % de substance organique et 10 % d'eau située à la surface des minéraux et dans les interstices entre les cristaux.

En volume [17], la dentine est constituée d'environ :

- 45 à 50% de phase minérale sous la forme de cristaux de phosphates de calcium (hydroxyapatite principalement, mais aussi octocalcium phosphate, whitlockite, brushite, monétite), de carbonates et de sulfates de calcium ainsi que des traces de fer, cuivre, plomb, zinc, strontium, magnésium, sodium, chlore et fluor [16].
- 30% de phase organique dont [19, 20, 21] :
  - ➢ 90% de collagène (essentiellement type I, avec de 1 à 3% des types III et V)
  - ➢ 10% de matériel non collagénique [17] : les éléments non collagéniques se répartissent :

  - en protéines phosphorylées de la dentine. Les SIBLINGs (small integrin-binding ligand N-linked glycoproteins) : DSP, DPP, DMP1, ostéopontine (OPN), sialoprotéine osseuse (BSP, bone sialoprotein), phosphoglycoprotéine de la matrice extracellulaire (MEPE, matrix extracellular phosphoglycoprotein), certains protéglycanes et de l'amélogénine ;
  - en protéines non phosphorylées : ostéonectine, ostéocalcine, protéines du sérum, facteurs de croissance, enzymes de régulation – phosphatase alcaline – et de clivage – métalloprotéases (MMP), serine protéase – et en phospholipides [22, 23, 24] .

➢ 25% d'eau

On décrit pour la dentine des propriétés physiques [17] avec un coefficient de diffusion thermique de $0,183\ mm^2/s$, une conductivité thermique de $0,22\ W/m/^\circ C$, un coefficient de dilatation thermique de $8,3 \times 10^{-6}/^\circ C$ et une énergie libre de surface de $92\ ergs/cm^2$.

La dentine possède comme propriétés mécaniques [17] un module d'élasticité de $18,3$ GPa, une résistance en traction de $98,7$ MPa, une résistance à la compression de 297 MPa, une résistance au cisaillement de 138 MPa, une dureté (kg/mm^2) de 68 KHN (indice de dureté de Knopp) et de 90 HVN (indice de dureté de Vickers) et une ténacité (fracture toughness Klc) : $3,1$ (MPa. m $1/2$). Pour les propriétés optiques [17], la dentine a un indice de réfraction d'environ $1,655$.

1.2.3 Structure perméable de la dentine humaine

La caractéristique fondamentale de la dentine est sa structure canaliculaire ou tubulaire qui lui confère sa perméabilité et son aptitude à répondre aux stimuli externes de nature physicochimique, thermique et tactile [25] (figure 4). Les différents paramètres dentinaires déterminent les réponses biologiques de la dentine aux sollicitations physiologiques et pathologiques ainsi que les répercussions pulpaires qui leur sont associées.

Durant la vie et la fonction normale de la dent, la dentinogenèse s'effectue à des rythmes variables et elle entraîne à la fois une diminution homothétique du volume de la chambre pulpaire (dentine secondaire) et une occlusion progressive des tubules de la périphérie vers le centre (dentine péritubulaire). La dentine devient ainsi de moins en moins perméable car son épaisseur augmente et la lumière de ses tubules diminue [26]. Cet état conduit bien sûr à des attitudes cliniques et des choix de matériaux moins restrictifs du point de vue de la biocompatibilité.

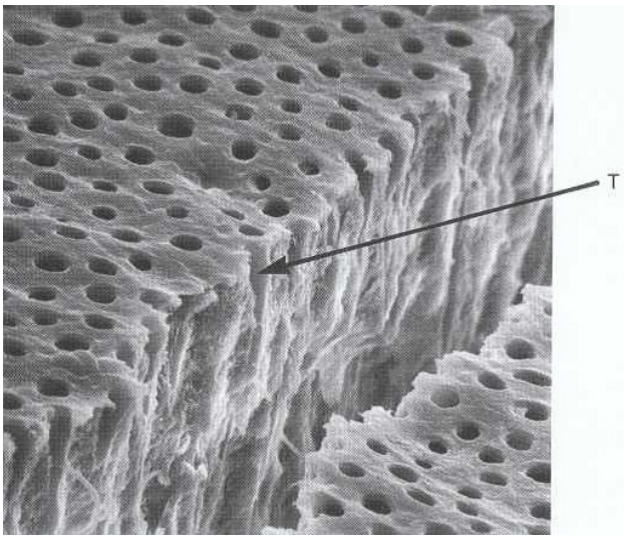


FIGURE 4 – Surface dentinaire mordancée pendant 5 sec à l'acide phosphorique 37%. Une fracture artificielle montre des tubuli dentinaires (T). Les entrées tubulaires sont ouvertes et élargies par l'attaque acide [27].

Les tubuli sont occupés par les prolongements cytoplasmiques des odontoblastes au moins dans leur tiers profond sinon sur toute leur longueur et, pour le reste, par le fluide dentinaire. Ce liquide est comparable en qualité au liquide interstitiel de la pulpe. Pressurisé à la valeur positive de la pression hydrostatique du tissu pulpaire, soit environ 15 cm/H_20, le fluide dentinaire reste néanmoins stationnaire dans son compartiment tant que les tubules demeurent fermés en périphérie. Dès l'instant où les tubules sont ouverts, des mouvements liquidiens et des transports en masse de substances peuvent avoir lieu dans la dentine [7].

1.2.3.1 Aspect tubulaire de la dentine

L'observation de tubuli dentinaires a été rapportée pour la première fois par Leeuwenhoek en 1678. Retzius, en 1836, a été le premier à évoquer l'existence d'un flux liquidien traversant ces canaux. L'existence d'un tel flux hydraulique a été démontrée dans un premier temps indirectement [28], puis directement par microphotographie *in vitro* [29] et *in vivo* [30]. La quantité de fluide et la vitesse du flux dans les tubuli ont des répercussions importantes sur les phénomènes physiologiques et pathologiques survenant dans la dentine humaine. Une connaissance détaillée de la structure dentinaire, plus particulièrement de celle des tubuli, est essentielle pour comprendre la perméabilité dentinaire [31].

1.2.3.1.1 Tubuli dentinaires

Les tubuli dentinaires, d'un diamètre de 1 à 2 μm, une longueur de 2,5 à 3,5 mm (dans la partie coronaire) [17] et au nombre de 30 à 40000/mm^2 [31] convergent tous, de manière centripète, des zones périphériques (jonction émail-dentine) vers les

zones profondes, adjacentes à la pulpe. Exprimées en surfaces vides, les lumières des tubules représentent environ 1% de la surface de la dentine en périphérie et plus de 40 % au niveau pulpaire ; dès lors, on comprend aisément que la dentine devienne de plus en plus perméable au fur et à mesure qu'elle est exposée en profondeur et près de la pulpe. Cette perméabilité varie d'ailleurs de façon exponentielle à tel point que l'on considère la pulpe comme exposée lorsque l'épaisseur de dentine résiduelle n'est plus que de 0.5 mm [7]. Les tubuli ainsi que les prolongements odontoblastiques qu'ils renferment jouent un rôle important au cours de la dentinogenèse par le transport des protéines qui vont composer la matrice extracellulaire de la dentine en formation, et par le transport des phosphates calciques au cours de la minéralisation. Ces canaux sont également impliqués dans la physiologie de la dentine mature par leur contenu fluide qui sert de milieu de transport pour les ions et les molécules tout au long de la vie de la dent. Les tubuli sont entourés par la dentine péritubulaire (péricanaliculaire), couche hautement minéralisée, d'une épaisseur de 1 à 3 μm. La substance entre les tubuli et leur dentine péritubulaire est nommé dentine intertubulaire (intercanaliculaire), et représente le corps de la dentine (figure 5).

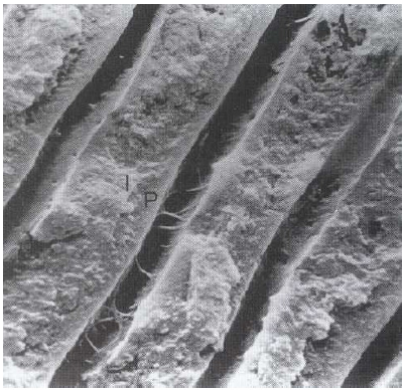


FIGURE 5 – Coupe transversale des tubuli dentinaires à 1.2 mm de la pulpe. La dentine péritubulaire (P) est plus minéralisée que la dentine intertubulaire (I) [27].

La composition biochimique des dentines intercanaliculaire et péricanaliculaire est différente, notamment au niveau de la trame collagénique. Ces différences ont une incidence directe sur certaines procédures thérapeutiques, en particulier lors de l'agression acide dans le conditionnement préalable de la dentine pendant les étapes d'adhésion [32].

Un mouvement liquidien ne peut avoir lieu au travers de la dentine que si les tubuli sont ouverts. Il s'effectue d'autant plus facilement que leur nombre et leur diamètre sont élevés.

1.2.3.1.2 Contenu des tubuli dentinaires

Dans les tubuli ouverts, les composants les plus courants à différents niveaux des dents sont les prolongements odontoblastiques. Ils sont présents, au moins dans la

dentine interne, dans tous les tubuli de la dentine primaire quand la dentine secondaire n'est pas formée. En revanche, ils sont absents des tubuli qui, du fait de la formation de dentine secondaire irrégulière, ne sont pas continus de la périphérie jusqu'à la pulpe. L'étendue des prolongements odontoblastiques dans les tubuli reste controversée puisque, pour certains, le prolongement cytoplasmique occupe la lumière canaliculaire sur toute sa longueur [33, 34, 35], alors que d'autres suggèrent que cette extension occupe au maximum un tiers de cette même longueur [36, 37, 38, 39].

Cette particularité de structure est importante car la présence de ces extensions cellulaires au sein du tissu minéralisé peut influencer l'approche thérapeutique. Certains canalicules sont partiellement oblitérés par des produits issus de l'activité cellulaire elle-même ; après agression carieuse de la dent, cette fermeture même partielle confère à la dentine des propriétés de perméabilité vers la pulpe sensiblement différentes de celles où les diamètres des canalicules exposés sont plus importants. Ces modifications doivent être prises en compte lors de l'établissement du plan de traitement de la dent à traiter [32].

Le prolongement odontoblastique et, à certains endroits, les fibres nerveuses l'accompagnant ne sont pas les seuls composants du contenu des tubuli dentinaires.

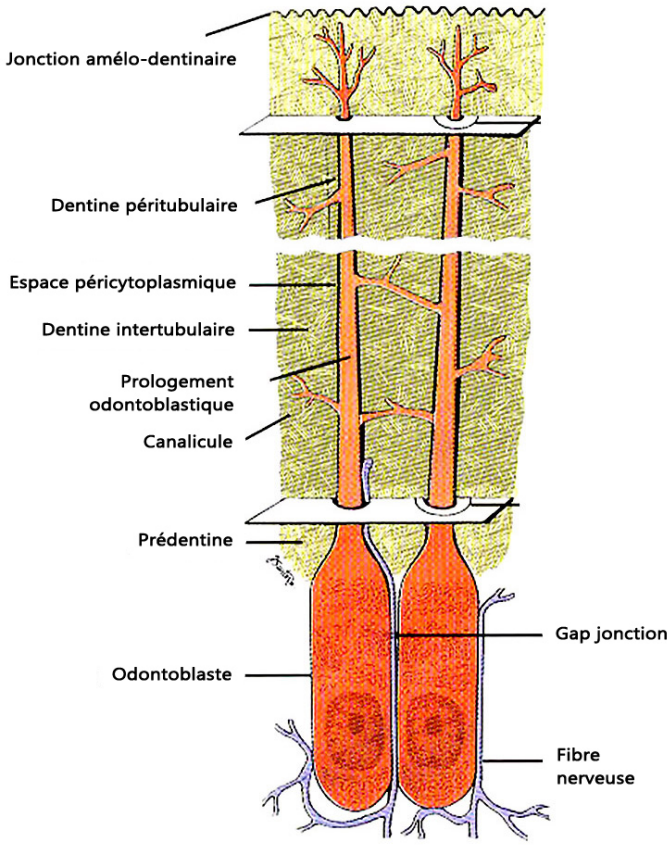


FIGURE 6 – Contenu des tubuli dentinaires [40]

De même qu'il y a la dentine péritubulaire, véritable couche minéralisée, il y a également une couche organique [40], la lamina limitans qui peut, sur certaines préparations observées en microscopie électronique à balayage, mimer la présence d'un prolongement cellulaire. Szabo et coll. [41] suggèrent que la lamina limitans, en certains endroits, divise le tubuli en s'étendant sous forme de septa. De telles parois, présentes dans les régions acellulaires des tubuli, pourraient entraver le mouvement de fluide et la diffusion.

Du collagène apparaît lui aussi fréquemment à l'intérieur des tubuli dentinaires [40], pouvant être présent jusqu'à la périphérie du tissu près de la jonction amélodentinaire [42]. Toutefois, le collagène intratubulaire est trouvé plus communément dans la dentine interne [43], il semble donc probable qu'il soit formé par un prolongement odontoblastique vital.

1.2.3.2 Conductibilité hydraulique de la dentine

Selon Van der Graaf et Ten Bosch [44], 75,2 % de l'eau contenue dans la dentine humaine est localisée dans les tubuli, les 24,8 % restants se trouvant dans la matrice minéralisée. L'état de la phase fluide libre dans les tubuli n'est pas bien connu. Toutefois, il a été montré qu'elle contient des protéines, suggérant qu'elle constitue un liquide extracellulaire, similaire à la lymphe et au liquide cérébrospinal. De nombreuses observations laissent toutefois penser à un contenu plus organisé et à une substance structurée à l'intérieur des tubuli. Ainsi, l'hypothèse d'un contenu tubulaire sous forme d'un hydrogel chargé a été soulevée en étudiant l'effet de différentes forces ioniques sur la conductivité hydraulique de la dentine [45]. Une pression électro-osmotique d'environ 1,33 kPa induite par les charges à l'intérieur du gel maintiendrait une phase aqueuse relativement stationnaire dans les tubuli dentinaires.

La perméabilité dentinaire est évaluée par la mesure de la conductibilité hydraulique (taux de filtration des liquides). Le taux de filtration des liquides est déterminé par le taux d'écoulement d'un liquide à travers l'unité donnée de dentine (aire de surface) sous un gradient de pression donné. La conductibilité hydraulique augmente à la 4e puissance du diamètre tubulaire ; en d'autres termes, lorsque le diamètre tubulaire est deux fois plus grand, la conductibilité hydraulique sera 16 fois plus importante [46].

1.2.4 Les variations de la perméabilité dentinaire

La perméabilité dentinaire est tributaire des facteurs suivants : boue dentinaire (smear layer), surface de diffusion, nombre des tubuli, diamètre des tubuli, épaisseur de la dentine, température et distance par rapport à la pulpe.

1.2.4.1 Les variations liées à des dépôts dentinaires

Un tubulus peut se fermer à trois niveaux : à sa surface (smear layer, plaque, minéralisation ou agent occlusif), à sa périphérie par formation de dentine péritubulaire, ou près de la pulpe par déposition de dentine secondaire et de réparation.

1.2.4.1.1 La dentine sclérotique

La dentine péritubulaire est déposée en position intratubulaire sous forme d'une couche hypercalcifiée qui augmente en épaisseur avec l'âge et aboutit à une dentine sclérotique. Pashley et al [47] ont démontré que la perméabilité est liée au degré d'occlusion tubulaire. Sur dents âgées (45-70 ans), l'oblitération tubulaire lors du processus de sclérose physiologique est plus étendue dans la dentine médiane entre la jonction amélodentinaire et la surface pulpaire [48].

Sur dents jeunes (10-14 ans), la dentine péritubulaire est plus épaisse en périphérie, mais les différences entre dentine externe, moyenne et interne sont peu importantes [49]. Même aux niveaux les plus denses de la dentine sclérotique, moins de 50 % des tubuli sont oblitérés [50].

Il semble possible que la formation de dentine péritubulaire réduit mais n'élimine pas totalement la perméabilité dentinaire (figure 7).

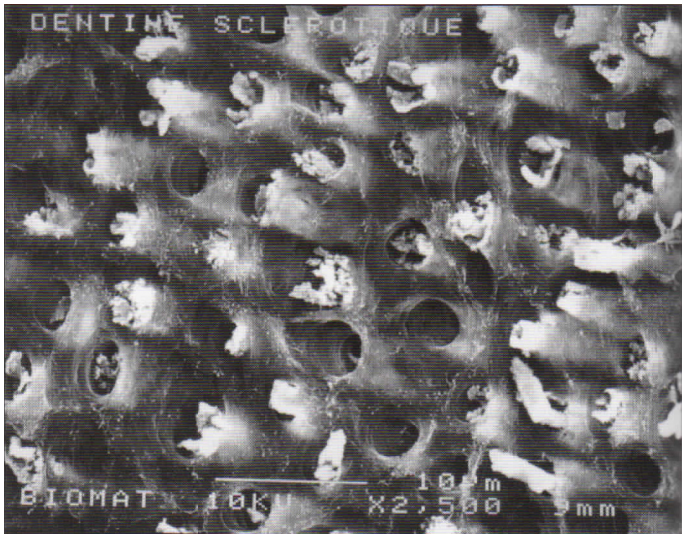


FIGURE 7 – La sclérose dentinaire correspond à une minéralisation intra-canaliculaire qui réduit progressivement les lumières canaliculaires [17].

1.2.4.1.2 Les dentines secondaire et tertiaire

La formation de dentine secondaire se produit à la surface pulpaire de la dentine primaire. Selon la terminologie définie par Scott et Weber [51], il faut distinguer la dentine secondaire régulière et la dentine secondaire irrégulière appelée actuellement dentine tertiaire. Les tubuli de la dentine secondaire régulière sont en continuité avec ceux de la dentine primaire. Comme eux, ils s'élargissent vers la pulpe et sont soumis à la sclérose avec l'âge [52]. La seule différence majeure entre dentine primaire et dentine secondaire régulière est la direction des tubuli. La dentine secondaire irrégulière a moins de tubuli et ils ne sont pas en continuité avec ceux de la dentine primaire. La dentine secondaire régulière ne représente donc pas une véritable barrière au mouvement de fluide et à la diffusion mais la dentine secondaire irrégulière le pourrait. Bien qu'il n'y ait pas de continuité tubulaire, Holland [50] pense qu'un certain mouvement de fluide et une diffusion au travers de la dentine secondaire irrégulière sont possibles.

1.2.4.1.3 La boue dentinaire

Toute instrumentation dentinaire provoque la formation d'une boue dentinaire (smear layer), qui recouvre la surface dentinaire et pénètre dans les tubules sur plusieurs microns (smear plugs) (figure 8). Décrite dès le 17ème siècle par Van Leeuwenhoek [53], elle se compose d'un mélange de débris organiques et minéraux, et de bactéries ; elle est très faiblement adhérente à la dentine sous-jacente (de l'ordre de 5 MPa) [54]. Pashley [54] suggère que sa composition varie en fonction de la profondeur dentinaire et donc de la structure dentinaire dont elle est issue.

C'est un véritable bouchon qui diminue fortement la perméabilité dentinaire de 86% [3] et qui s'oppose aux procédés d'adhésion dentinaire.

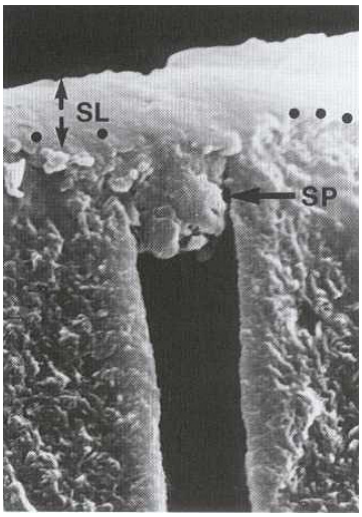


FIGURE 8 – Smear layer (SL) en coupe transversale. Les Smear plugs (SP) sont formés de débris de coupes pénétrés dans les tubuli dentinaires. Smear layer et smear plugs réduisent grandement la perméabilité dentinaire [55].

1.2.4.2 Les variations régionales de la structure tubulaire

Des variations régionales de perméabilité dentinaire ont été rapportées [56] :

1.2.4.2.1 Densité tubulaire

Une large variabilité de densité tubulaire est observée entre les différentes dents d'un même individu, au sein d'une même dent et selon les individus [57]. Les dents âgées présentent des tubules dentinaires plus ou moins sclérosés par la croissance de la dentine intratubulaire. Les dents antérieures présentent une densité tubulaire plus élevée que les prémolaires [58].

Dans la littérature, de nombreuses études ont évalué la densité tubulaire, mais la localisation de la région dentaire étudiée n'est pas toujours spécifiée. (tableau 1)

TABLEAU 1 – Variations de la densité tubulaire dentinaire selon les études [69].

Références	Densité tubulaire ($10^3/mm^2$)	Localisation dentaire
Tronstad (1973) [59]	7-60	-
Garberoglio (1976) [60]	19-45	-
Mjör (1979) [61]	15-65	occlusal
Pashley (1989) [55]	20-43	-
Pashley (1991) [62]	15-20	Jonction amélo-dentinaire
	45-60	Proche de la pulpe
Söderholm (1991) [63]	10-30	-
Schellenberg (1992) [64]	13-96	Murs pulpaires
Fosse (1992) [49]	18-52	-
Heymann (1993) [65]	30	A 2mm de la pulpe
Olsson (1993) [66]	24.5-51.1	-
Ferrari (2000) [57]	36	1/3 coronaire canalaire radiculaire
	28	1/3 moyen canalaire radiculaire
	22	1/3 apical canalaire radiculaire
Harran Ponce (2001) [67]	15	Jonction amélo-dentinaire
	44	Parois de la chambre pulpaire
	21	1/3 cervical, jonction cémento-dentinaire
	38	1/3 cervical, parois canalaires radiculaires
	15	1/3 moyen, jonction cémento-dentinaire
	20	1/3 moyen, parois canalaires radiculaires
	13	1/3 apical, jonction cémento-dentinaire
	19	1/3 apical, parois canalaires radiculaires
Mannocci (2004) [68]	30	1/3 coronaire de la racine
	17	1/3 moyen de la racine

Au niveau de la dentine coronaire, la densité tubulaire en regard de la pulpe est significativement supérieure à celle de la dentine radiculaire, quels que soient les sites évalués [57] (figure 9).

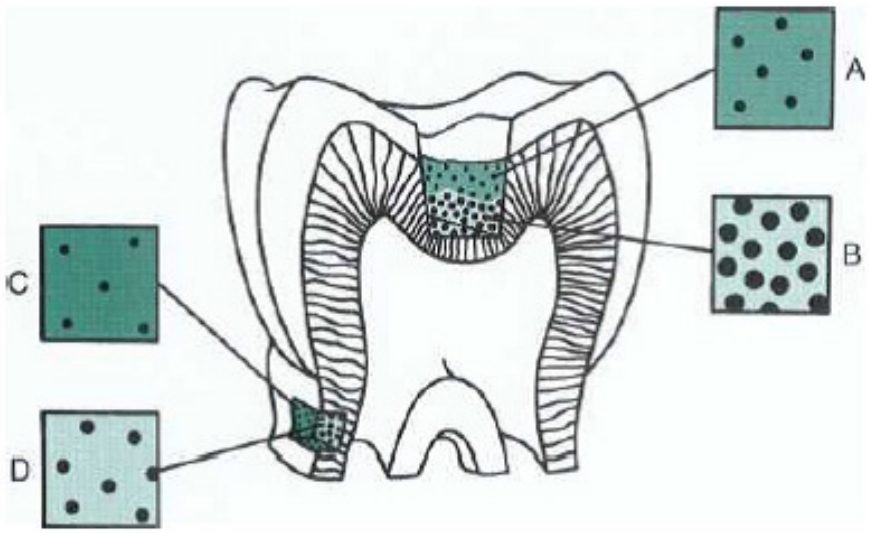


FIGURE 9 – Variations tubulaires entre la dentine coronaire et radiculaire (D'après Trowbridge HO 1982, modifié par Pashley DH) [70].

A : Dentine coronaire superficielle proche de la jonction amélo-dentinaire
B : Dentine coronaire profonde
C : Dentine radiculaire superficielle
D : Dentine radiculaire profonde

MJÖR [71] (figure 10) étudie l'ultrastructure dentinaire au microscope à force atomique et confirme que :

- Les différences de densité tubulaire de l'extérieur vers l'intérieur sont plus marquées dans la partie coronaire que radiculaire.
- Dans la racine, le nombre moyen de tubules dans la partie moyenne (zone F sur le schéma) est significativement différent du nombre observé au niveau périphérique (zone C) et à 50 μm de la prédentine (zone H).
- Des comparaisons statistiques montrent des différences significatives entre les nombres moyens de tubules lorsque l'on compare la partie moyenne de la dentine dans les zones coronaires et dans la zone radiculaire.
- La densité tubulaire au niveau pulpaire est moindre au niveau radiculaire, en particulier à l'apex.

- Aucune différence de densité tubulaire n'est notée entre des dents jeunes et âgées, hormis au niveau de l'apex de dents qui viennent de faire leur éruption.
- La densité moyenne varie de 9 à 24 par 100 μm, ce qui équivaut à 8100 à 57600 tubules par mm^2. Au niveau radiculaire, cette densité varie de 20 à 14 / 100 μm soit 40000 à 19600 / mm^2 en direction apicale au niveau pulpaire.

Alors que le nombre de tubules dentinaires est directement lié au nombre d'odontoblastes, la courbure du tubule, ses dimensions et l'épaisseur de l'anneau de dentine intra-tubulaire varient d'une région dentaire à une autre.

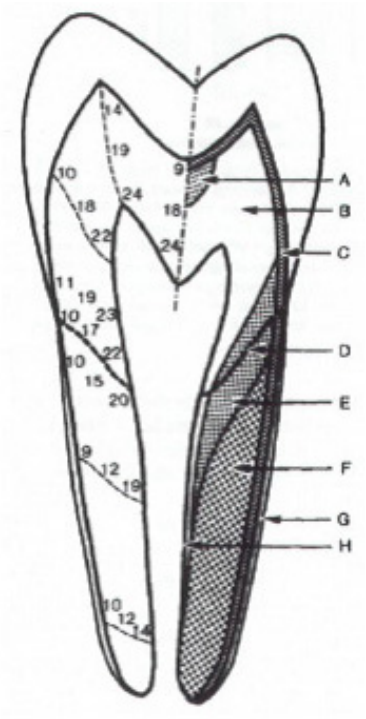


FIGURE 10 – Densité tubulaire et distribution des branches fines, d'après MJÖR et NORDAHL [71] :

➢ moitié gauche : densité tubulaire (nombre de tubules pour 100 μm) ; les lignes pointillées indiquent la zone de mesure sur trois niveaux : interne (à 50 μm de la prédentine) ; moyenne et externe (à 250 μm de la jonction avec l'émail ou le cément)

➢ moitié droite : distribution des « branches fines » zone A : sous le sillon occlusal, zone B : partie principale de la dentine coronaire et pulpaire au niveau radiculaire : peu de branches fines, mais présence de nombreuses microbranches, zone C : 250 μm externe au niveau coronaire et radiculaire : présence des trois types de branches tubulaires, zone D : tubules dentinaires correspondant à la jonction amélo-cémentaire, zone E : zone de transition de part et d'autre de D, zone F : partie principale de la dentine radiculaire : abondance de fines branches et de microbranches, présence occasionnelle de branches principales, zone G : cément, zone H : prédentine

Selon Lasfargues [17], la plus faible densité se trouve en périphérie, en particulier dans les zones sous-jacentes aux puits et sillons occlusaux, et la plus élevée au niveau des cuspides. En périphérie, chaque canalicule a 0,5 μm de diamètre et on en compte environ 20 000/mm^2, tandis qu'à proximité de la pulpe, ils sont plus larges (de 2,5 à 3 μm) et on en compte plus de 50 000/mm^2 (figure 11).

Les prolongements dentinaires occupent essentiellement le tiers interne dentinaire, lieu principal des échanges dentinopulpaires.

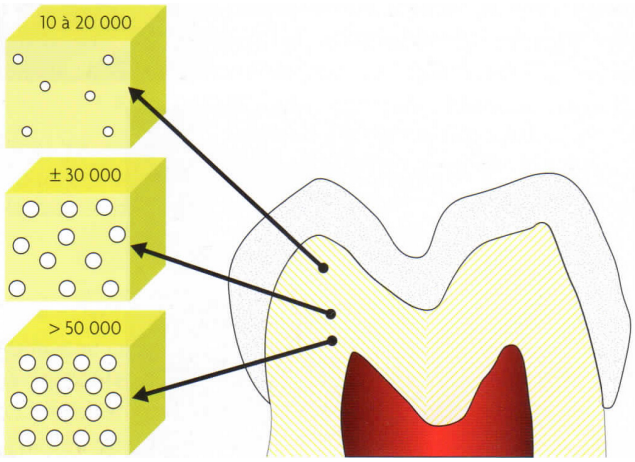


FIGURE 11 – Densité moyenne des canalicules dentinaires par millimètre carré de dentine, en fonction des zones anatomiques de la couronne dentaire. En périphérie, les canalicules ont un diamètre de $0,5\ \mu m$ **et représentent moins de 4 % de la surface dentinaire, alors qu'à proximité de la pulpe, leur diamètre est de 3** μm **et ils représentent plus de 25 % de la surface. Au niveau médian, la densité canaliculaire est d'environ** $20\ 000$ **canalicules par millimètre carré [17].**

1.2.4.2.2 Orientation des tubules dentinaires

MJÖR [71] décrit des tubules dentinaires avec un trajet rectiligne au niveau radiculaire alors qu'ils présentent une courbure sigmoïde au niveau coronaire (figure 12). Ce trajet sinueux correspond aux mouvements de la cellule odontoblastique [55]. L'orientation des tubules est légèrement apicale à l'extrémité radiculaire ; elle devient progressivement plus horizontale vers la couronne et est approximativement verticale sous les pointes cuspidiennes [72].



FIGURE 12 – Section longitudinale d'une insicive humaine. Le trajet des tubuli est sinueux au niveau coronaire mais plutôt rectiligne au niveau incisal et radiculaire [73].

1.2.4.2.3 Diamètre tubulaire

Le diamètre tubulaire diminue en direction apicale [57]. Au niveau coronaire, les tubules dentinaires sont plus larges près de la pulpe (3 – 4 μm) qu'à la jonction émail dentine (0,5 à 1 μm) [60].

MJÖR [71] : (figure 10) distingue trois types de branches au niveau des tubules dentinaires, en fonction de leur diamètre, de leur localisation et de leur direction :

- Les branches dites « **principales** » (incluant les branches terminales en Y) ont un diamètre de 0,5 à 1 μm, une direction semblable à celles des tubuli dentinaires, et sont trouvées de manière caractéristique dans la partie périphérique de la dentine (d'où le nom de branches terminales). Cependant, elles peuvent occasionnellement se situer ailleurs dans le corps de la dentine.
- Les branches dites « **fines** », discernables en microscopie optique, ont un diamètre de 300 à 700 nm, et s'étendent vers la périphérie à partir des tubuli dentinaires en formant un angle de 45°environ. Elles sont particulièrement abondantes dans le corps de la dentine radiculaire [74]. Elles peuvent aussi être observées là où les tubuli sont relativement éloignés les uns des autres, comme dans la dentine périphérique.
- Les « **microbranches** » ont un diamètre de 50 à 100 nm, et s'étendent approximativement à angle de droit à partir des tubuli dentinaires. Elles se ramifient et s'anastomosent avec les microbranches adjacentes [75]. Elles ne présentent pas de localisation préférentielle et sont observées dans toute la dentine intertubulaire.

Ce système de canalicules de différentes tailles, abondants et fortement intriqués, pourrait avoir un effet sur la perméabilité de la dentine. Ainsi, les différences de distribution des branches fines dans la dentine coronaire et radiculaire pourraient expliquer la différence de progression des caries dans la couronne et dans la racine par le fait que les voies de diffusion pour les bactéries et les substances toxiques ne seraient pas identiques dans ces deux parties de la dent.

1.2.5 Les mécanismes impliqués dans la perméabilité dentinaire

1.2.5.1 Diffusion

La diffusion ou transport passif est le mouvement net de particules d'un compartiment de haute concentration vers un compartiment de basse concentration. Elle dépend de la concentration appliquée, de l'épaisseur de dentine, du coefficient de diffusion de la substance, de la surface disponible pour la diffusion [76]. La surface de diffusion dans la dentine est le produit de la densité tubulaire et du diamètre tubulaire.

Le coefficient de diffusion est inversement proportionnel au poids moléculaire. L'équation de Fick exprime le flux diffusif d'un soluté au travers d'une barrière :

$$F_S = D_S A \, dC/dX$$

avec : F_S : flux de soluté ; D_S : coefficient de diffusion du soluté ; A : aire de la surface de diffusion ; C : concentration appliquée ; X : distance.

Lorsqu'une surface dentinaire est exposée, la présence d'une pression pulpaire positive fournit le potentiel pour le mouvement vers l'extérieur de fluide dentinaire. Une exposition de la dentine fournit également une surface perméable pour la diffusion vers l'intérieur de substances potentiellement irritantes présentes dans les fluides buccaux, notamment des produits bactériens [77] (figure 13).

Le flux de fluide dentinaire de la pulpe vers la surface dentinaire tend à s'opposer à la diffusion vers l'intérieur de substances dissoutes dans les fluides buccaux. Ce phénomène pourrait protéger la pulpe.

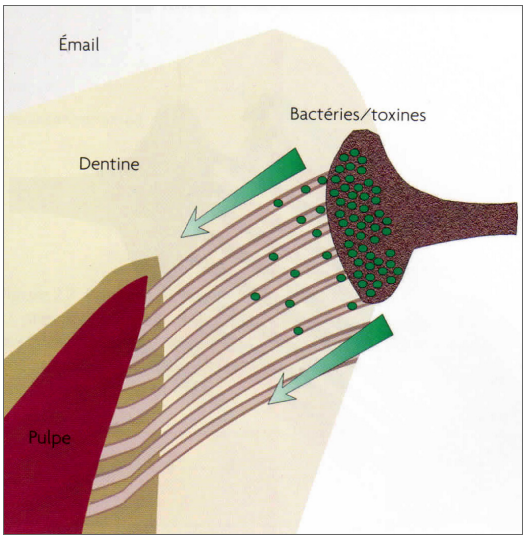


FIGURE 13 – Phénomène de diffusion [32] : Il existe une différence de concentration des bactéries/toxines entre la cavité carieuse et le tissu pulpaire. Les bactéries et les toxines ont tendance à diffuser du milieu le plus concentré vers le milieu le moins concentré à travers les canalicules dentinaires.

1.2.5.2 Évaporation

Un jet d'air dirigé sur la dentine est une méthode communément utilisée pour tester cliniquement la sensibilité dentinaire. Selon Brännström [78], la perte d'eau par évaporation déplace le fluide dentinaire vers l'extérieur, activant des

mécanorécepteurs et causant une douleur. Le jet d'air provoque une évaporation si l'humidité de l'air est inférieure à 100 %. En fait, plus elle est basse et plus la vitesse d'évaporation est élevée. La température de l'air est également un paramètre important [79] (figure 14).

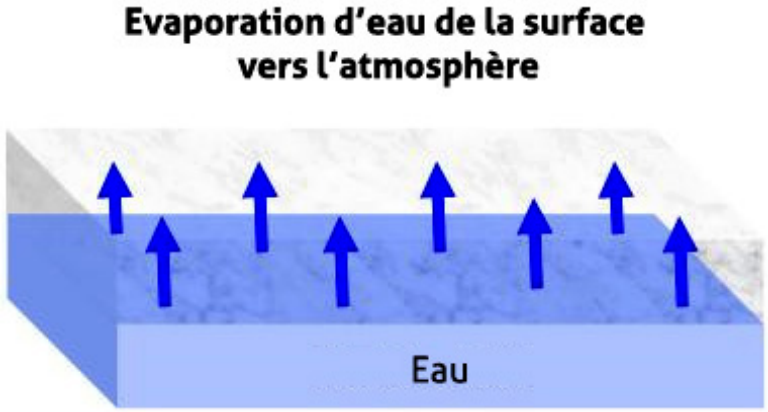


FIGURE 14 – Schématisation du mécanisme d'évaporation

L'équation suivante exprime la perte d'eau par évaporation :

$$J_e = \Delta T A\, t/Hd$$

avec : J_e : perte d'eau par évaporation ; ΔT : différence entre la température de l'air et celle de la dent ; A : surface de dentine ; t : temps ; H : humidité de l'air ; d : distance entre la source d'air et la dent.

Une perte d'eau spontanée par évaporation a été observée sur la dentine *in vitro*, à une vitesse élevée d'environ $1\,\mu L.min^{-1}.cm^{-2}$, à une température de 25 °C, en présence ou en l'absence de smear layer [79]. La vitesse d'évaporation de l'eau est inversement proportionnelle à l'humidité de l'air. Dans une bouche fermée, l'air est saturé de vapeur d'eau et il ne peut pas se produire d'évaporation à partir d'une surface de dentine exposée. Toutefois, lorsqu'au cours d'un traitement dentaire, la dent est isolée avec des rouleaux de coton et une aspiration, ou encore avec un champ opératoire caoutchouté, l'humidité de l'air ambiant s'abaisse à des niveaux autorisant une perte d'eau rapide par évaporation.

1.2.5.3 Mouvement de fluide vers l'extérieur

L'existence d'un mouvement de fluide s'exerçant vers l'extérieur de la dentine lorsque celle-ci est exposée et que la pression pulpaire est plus élevée que la pression atmosphérique a été démontrée [80, 81] (figure 15).

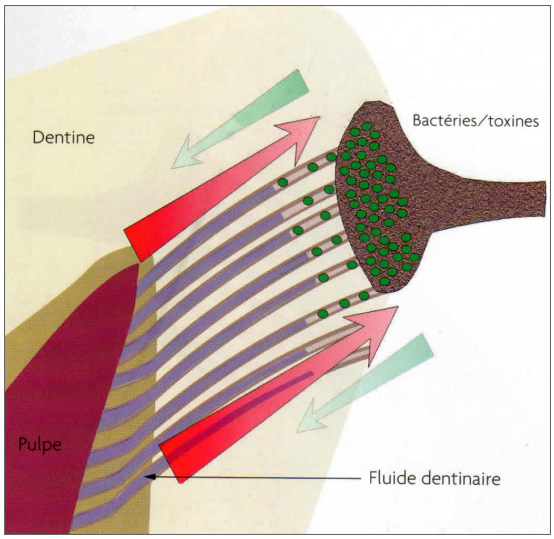


FIGURE 15 – Mouvement de fluide vers l'extérieur [32] . La différence de pression entre la cavité intra pulpaire et la surface extérieure permet de protéger le parenchyme pulpaire. La surpression a tendance à repousser vers l'extérieur les bactéries et autres toxines.

Le flux du mouvement de fluide est exprimé par l'équation suivante :

$$J_V = Q/A\,t$$

avec : J_V : flux ($nL.s^{-1}.cm^{-2}$) ; Q : déplacement de fluide (nL) ; A : surface de dentine (cm^2) ; t : temps (s).

Son influence sur la vitesse de diffusion de substances chimiques exogènes à l'intérieur de la dentine a été envisagée [80, 81, 82]. Il semble qu'un rôle important de ce flux liquidien au travers de la dentine exposée soit de s'opposer à la diffusion vers la pulpe de toxines provenant du milieu buccal [83]. En effet, sa vitesse augmente après stimulation de l'innervation sensitive dentinaire, élément de la réponse inflammatoire neurogénique. Dans cette optique, les nerfs afférents pourraient contribuer à la défense de la pulpe contre les irritants chimiques, constituant un système d'alerte précoce, capable d'initier une réponse avant que les toxines n'atteignent la pulpe. Si les toxines atteignent la pulpe à des concentrations significatives, il peut aussi se produire une réponse inflammatoire directe qui tend à augmenter encore plus la vasodilatation et la vitesse du flux de fluide dentinaire vers l'extérieur.

1.2.6 Les perméabilité dentinaire et ses implications cliniques [32]

1.2.6.1 Dentisterie restauratrice

La surpression intrapulpaire est directement impliquée dans les procédures cliniques de dentisterie restauratrice. Dans les protocoles de collage, il est recommandé de « sécher sans dessécher » la surface dentinaire. Après séchage pendant quelques secondes, il est fréquent de constater que la surface dentinaire est à nouveau humide.

A ce stade, il est recommandé de ne pas sécher à nouveau la surface ; un excès de séchage pourrait occasionner des dégâts irréversibles au niveau de la pulpe, responsables de douleurs postopératoires inévitables. La nouvelle génération d'adhésifs prend en compte ce phénomène et les produits tolèrent dorénavant l'humidité dentinaire sans pour autant affecter les propriétés d'adhésion.

1.2.6.2 Sensibilité et hypersensibilité dentinaire

La théorie de Brannström est la théorie la plus retenue permettant d'expliquer la sensibilité et l'hypersensibilité dentinaire. Cette théorie permet d'expliquer comment, dans une même cavité buccale, une dent peut devenir très sensible aux différences de température après une exposition de la dentine alors que les autres dents demeurent asymptomatiques. Elle permet également d'expliquer pourquoi, dans des conditions expérimentales, l'application de quelques gouttes de solution sucrée peut provoquer des douleurs violentes chez certains patients alors que d'autres tolèrent beaucoup mieux ce genre d'agression.

À partir d'observations histologiques et physiologiques, Brannström (1963) a clairement démontré que la sensibilité dentinaire était étroitement liée à des mouvements brefs et rapides du fluide dentinaire au sein de canalicules, mouvements qui peuvent engendrer des réponses de type vasculaire ou neuronal au niveau du tisse pulpaire.

1.2.6.3 Douleurs post-opératoires

Bien que les mécanismes de transmission de la douleur au niveau de la dent ne soient pas complètement élucidés, les connaissances actuelles permettent de comprendre certaines douleurs postopératoires rencontrées en pratique quotidienne. Par exemple, il est relativement fréquent de rencontrer des patients rapportant des douleurs postopératoires après le collage d'un inlay/onlay en méthode indirecte. Cette sensibilité est particulièrement décrite au cours de la mastication et peut facilement être expliquée par la théorie hydrodynamique. Au cours de la mastication, la couche hybride issue du processus de collage se comporte comme un élément « absorbeur » de choc grâce à ses propriétés viscoélastiques. Les micromouvements de fluide engendrés au sein des canalicules peuvent créer une surpression pulpaire responsable des douleurs décrites par le patient.

En résumé, la perméabilité dentinaire est liée à l'existence de microcanaux nommés tubuli traversant le tissu de part en part. Ces voies de transport ont une taille de l'ordre du micromètre. Leur ouverture et leur contenu influent de manière importante sur les mouvements de fluide et de molécules.

La perméabilité dentinaire est un facteur inévitable et nécessaire qu'il faut prendre en considération dans les procédures cliniques en dentisterie. Une intervention au niveau de la dent provoque inévitablement des dégâts pulpaires ; les réponses de défense sont nombreuses et complexes et leur processus n'est, à ce jour, toujours pas complètement compris.

Néanmoins, ils sont à la base du processus de cicatrisation et des douleurs postopératoires qui sont parfois rencontrées après un traitement conservateur. Il est nécessaire de connaître et d'appréhender ces processus de défense afin d'optimiser le confort du patient après un traitement quel qu'il soit [32].

Chapitre 2

L'ADHÉSION AUX TISSUS AMELO-DENTINAIRES

L'un des enjeux de la dentisterie restauratrice est de recréer le scellement périphérique de l'émail et de la dentine grâce au matériau de restauration. Dans ce but, le concept de la dentisterie adhésive permet d'avoir une attitude conservatrice durant la préparation et entraîne une meilleure distribution des contraintes au niveau de l'interface avec même un renforcement des structures dentaires [84].

Depuis les travaux de Buonocore en 1955, le collage s'est peu à peu imposé en odontologie comme un moyen efficace d'assurer la rétention de nos restaurations, tout en restant conservateur et esthétique. Cependant, pour répondre à la complexité du collage aux tissus dentaires, les matériaux à notre disposition évoluent sans cesse. Il convient donc afin de coller efficacement, de comprendre comment se fait l'adhésion aux tissus de la dent et connaître les avantages et les défauts de chaque colle, pour pouvoir choisir, en toute situation, le meilleur compromis.

Pour assurer la pérennité des restaurations et pour éviter la formation de hiatus, les restaurations esthétiques directes doivent adhérer aux tissus dentaires. L'adhésion permet aussi le collage des restaurations indirectes [85].

2.1 Généralités sur l'adhésion

2.1.1 Historique [86]

L'adhésion a beaucoup évolué depuis son apparition en dentisterie au début des années 50 où la recherche intéressait la liaison des résines aux tissus dentaires. Le premier essai d'un système adhésif pour coller les résines acryliques aux tissus dentaires a été fait par Hagger, un chimiste suisse travaillant pour la Amalgamated Dental Company à Londres et à Zurich, en 1949. Un produit du nom de « Sevriton Cavity Seal » fut alors mis sur le marché couplé à une résine autopolymérisable, le « Sevriton », destiné à la dentisterie restauratrice.

Un brevet demandé en Suisse le 21 juillet 1949 fut accordé le 15 novembre 1951[87], et expira le 21juillet 1964. A cette époque, l'invention de Hagger était révolutionnaire et quasiment inconnue dans la littérature classique car c'était la première fois que le collage aux tissus dentaires devenait une possibilité commerciale. Le système contenait un dérivé di-méthacrylique de l'acide glycérophosphorique qui polymérisait à température ambiante dans une fourchette de 5 à 30 minutes sous l'action de l'acide sulifinique.

Les travaux de Kramer et McLean en 1952 [88] au centre dentaire Eastman de Londres ont montré que le di-méthacrylique de l'acide glycérophosphorique améliorait l'adhésion à la dentine en s'infiltrant dans la surface et en formant une couche intermédiaire, appelée aujourd'hui « couche hybride ».

Les procédures cliniques d'utilisation de Sevriton furent décrites en 1952 [89] et ont été les premiers essais pour coller des résines autopolymérisables à la dentine en utilisant l'acide glycérophosphorique comme agent de mordançage, ce qui permettait également une forme de liaison chimique par les groupes phosphates.

En 1954, Buonocore [1] mena des expérimentations sur les surfaces amélaires en appliquant de l'acide phosphorique à 85% pendant 30 secondes pour réaliser une simple déminéralisation. Son article est resté un des grands points de repère en dentisterie adhésive. Il a montré que le mordançage induisait une formidable augmentation de la surface développée disponible pour le collage par exposition de la trame organique de l'émail.

Le travail de Hagger et Buonocore a surement inauguré une nouvelle époque dans le collage à l'émail et à la dentine mais leurs idées restèrent en sommeil pendant longtemps car les matériaux de restauration utilisés dans les années 50 étaient tous à base de méthacrylate de méthyle de viscosité relativement importante contenant des monomères libres et présentant un fort retrait de polymérisation. Seul le Sevriton pouvait être facilement mélangé jusqu'à une consistance fluide et c'est pour cette raison que Buonocore l'a choisi pour ses premières expériences.

Depuis la publication en 1961 du Workshop on « Adhesive Restorative Dental Materials » organisé par Philips [90], la recherche sur l'adhésion a beaucoup évolué, la progression de nos connaissances sur les matériaux adhésifs est exponentielle et le collage s'est peu à peu imposé en odontologie comme un moyen efficace d'assurer la rétention de nos restaurations, tout en restant conservateur et esthétique.

2.1.2 Définitions

Des termes importants sont utilisés dans la science de l'adhésion et qui se définissent comme suit :

2.1.2.1 Adhésion :

le mot adhésion provient du Latin « *adhaerere* » qui signifie « adhérer à » [18].

L'adhésion se réfère à l'attraction entre les atomes et les molécules aux surfaces de contact de différents matériaux [91].

L'adhésion est l'union d'une surface à une autre avec laquelle elle est en contact intime. Par conséquent, elle peut être définie comme la force qui lie deux matériaux de natures différentes mis en contact intime [92].

2.1.2.2 Adhésif [93] :

c'est un agent capable de développer seul, ou associé à un agent de couplage, un phénomène d'adhésion sur un substrat déterminé.

2.1.2.3 Cohésion[94] :

c'est l'attraction entre atomes ou molécules d'une même substance. Elle est souvent qualifiée par la force cohésive d'un matériau ou d'un tissu.

2.1.2.4 Adhérence :

L'adhérence est la force qui fait s'attacher entre elles deux substances lorsqu'elles sont mises en contact intime l'une avec l'autre. Les molécules d'une des substances adhérent ou sont attirées par les molécules d'une autre substance [95].

Il convient de bien distinguer la notion d'adhésion qui englobe l'ensemble des interactions qui contribuent à lier deux corps; de l'adhérence qui correspond à la force ou à l'énergie de séparation d'un assemblage collé.

2.2 Les théories de l'adhésion [96]

Quatre théories ont été avancées pour expliquer le phénomène de l'adhésion :

2.2.1 Théorie mécanique

stipule que l'adhésif est enchevêtré micro mécaniquement avec les rugosités et irrégularités de surface de l'adhérant.

2.2.2 Théorie de l'adsorption

englobe tous les types de liaisons chimiques entre l'adhésif et l'adhérant incluant les liaisons primaires (ioniques et covalentes) et secondaires (hydrogènes, interactions dipolaires, et forces de dispersion de London) (figure 16 et 17). Les forces de dispersion de London sont toujours présentes, parce qu'elles sont liées à la présence d'atomes et d'électrons. Les autres types de liaisons nécessitent des groupements chimiques appropriés pour interagir.

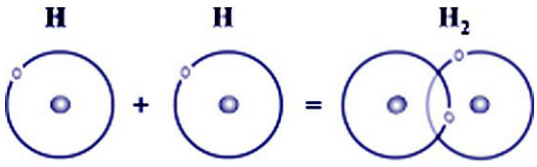


FIGURE 16 – La molécule d'hydrogène H_2 est un exemple de liaison covalente



FIGURE 17 – Forces de Van der Waals. Liaison de Van der Waals provoquée par l'apparition de moments dipolaires

2.2.3 Théorie de la diffusion

propose que l'adhésion est le résultat du collage entre des molécules libres. Les polymères de chaque côté d'une interface peuvent traverser et réagir avec les molécules de l'autre côté. Eventuellement, l'interface va disparaitre et les 2 parties vont devenir une.

2.2.4 Théorie électrostatique

stipule qu'une double couche électrique se forme à l'interface entre un métal et un polymère, donnant une certaine contribution à la force d'adhésion bien que cela ne soit pas clairement démontré.

2.3 Les critères d'une adhésion durable

Le critère le plus important de l'adhésion de deux matériaux est qu'ils soient en contact suffisamment proche et intime. Quand les substrats sont solides, ce critère est rempli par l'intermédiaire de substances liquides ou fluides que sont les adhésifs. Leur contact intime avec le substrat dépend de 3 facteurs :

2.3.1 Mouillabilité du substrat :

le mouillage d'une surface par un liquide est caractérisé par l'angle de contact d'une goutte placée sur la surface solide. Plus le liquide s'étale sur la surface, plus l'angle de contact est proche de zéro et meilleur est le mouillage (figure 18).

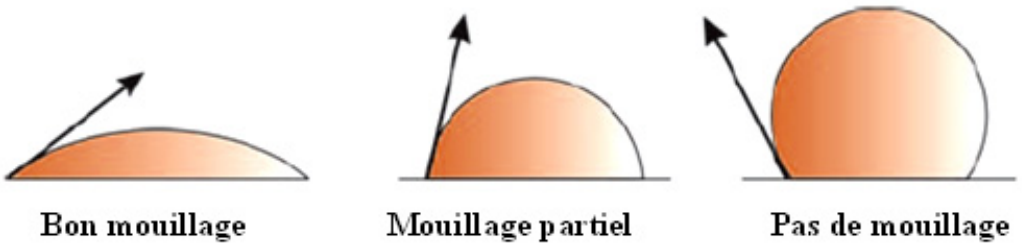


FIGURE 18 – Plus l'angle de contact est faible, plus l'adhésion est meilleure [97].

Le tableau 2 présente des exemples d'angles de contact de liquides et de solides présentant un mouillage différent :

TABLEAU 2 – Angles de contact de liquides et de solides [95].

Solide	Liquide	Angle de contact (degrés)
Alliage-amalgame	Eau	80
Acrylique	Eau	75
Téflon	Eau	110
Ag3Sn	Mercure	140
Alliage d'or	Porcelaine émail	40-50
Alliage de nickel	Porcelaine émail	80-100
Hydron	Eau	0
Email mordancé	Obturateur de fissures	0

Le phénomène de mouillage dépend de la tension superficielle de l'adhésif et de l'énergie superficielle du substrat. Si la première est inférieure à la seconde, il y'a mouillage [1, 98]. La mouillabilité d'un liquide sur une surface dépend à la fois des caractéristiques de la surface et de celles du liquide. Cela est particulièrement vrai quand on est confronté à des surfaces humides comme celle de la dentine. Dans ce cas, les conditions du mouillage dépendent de la polarité et des paramètres de solubilité respectifs de la surface qui doit être mouillée et du liquide [99].

Asmussen et Uno [100] ont comparé la surface dentinaire à celle d'un polymère. Ils ont particulièrement insisté sur le fait que chaque solution appliquée lors des étapes successives des procédures de collage dentinaire devait avoir les mêmes paramètres de solubilité et de polarité que la surface telle qu'elle est laissée par l'étape précédente. La tâche du médecin dentiste est, par conséquent, de créer et de maintenir une surface parfaitement préparée pour recevoir l'adhésif.

2.3.2 Viscosité de l'adhésif (ou de la colle), morphologie et rugosité du substrat

La mouillabilité d'un adhésif implique son potentiel à déplacer d'autres liquides ou gaz de façon à pouvoir être en contact intime avec une surface [101]. Si l'énergie de surface du substrat est élevée et si l'adhésif présente une basse viscosité, les microporosités et les irrégularités de surface peuvent être remplies de façon à obtenir une rétention micromécanique (figure 19). A l'inverse, si la viscosité de l'adhésif est trop élevée pour qu'il imprègne la surface rugueuse, des bulles d'air peuvent être retenues [102, 103].

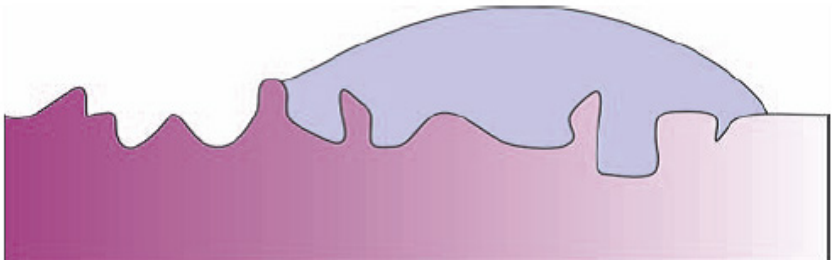


FIGURE 19 – Un bon mouillage assure une bonne adhésion [97].

2.4 Les mécanismes de l'adhésion aux tissus amélo-dentinaires

2.4.1 Adhésion à l'émail

Une surface d'émail non traitée est lisse, donc non rétentive, ou couverte de plaque bactérienne, qui empêche évidemment tout contact intime d'un matériau avec la surface dentaire. L'émail doit donc être traité. Appliquer de l'acide phosphorique concentré à 30 à 40% élimine environ 10 μm d'émail superficiel et provoque une surface rugueuse après une dissolution partielle des prismes d'émail sur une profondeur de 10 à 20 μm (figure 20).



FIGURE 20 – Micrographie électronique à balayage d'un émail mordancé à l'acide phosphorique (Ultradent Products South Jordan, Utah) pendant 2 minutes [18].

Une telle surface facilite la mouillabilité, augmente la rétention micromécanique réunissant ainsi les critères pour un collage efficace. L'idéal resterait cependant d'obtenir des liaisons chimiques de type ionique ou covalente.

L'adhérence à l'émail est essentiellement le résultat de l'imbrication des brides de résine (macro- et microbrides) qui infiltrent la surface mordancée. Après la polymérisation de l'adhésif, la résine infiltrante enveloppe les cristaux d'apatite de l'émail mordancé pour majorer l'adhérence et les rendre plus résistants à la carie et à la déminéralisation.

2.4.2 Adhésion à la dentine

L'adhésion à la dentine réside actuellement sur le principe proposé par Nakabayashi et coll en 1982 de l'hybridation de la dentine superficielle déminéralisée par des monomères résineux. Après polymérisation, il y a interpénétration entre un polymère de synthèse et un polymère biologique [4].

La préparation d'une cavité dentinaire conduit inévitablement à la formation de la boue dentinaire (smear layer). Celle-ci est composée de débris (dentine, bactéries, sang, glycoamines, protéoglycanes, salive). Cette couche tapisse la surface dentinaire sur une épaisseur de 1 à 2 μm. Malgré un bon rinçage à l'eau, elle persiste au contact de la dentine.

Elle a fait l'objet de nombreuses controverses pendant plusieurs années. D'abord considérée comme une protection de la pulpe des agressions extérieures en faisant barrage grâce aux bouchons qu'elle forme à l'entrée des tubuli [3], elle est ensuite rendue responsable des faibles valeurs d'adhésion en formant un écran entre l'adhésif et le substrat dentinaire [104], aussi le concept moderne implique l'élimination ou la modification de cette dernière par attaque acide. De plus, il est admis que le mordançage de la dentine est biologiquement toléré [105].

En résumé, Pour qu'un collage soit efficace, il doit y avoir contact intime entre l'adhésif et le substrat. Pour y parvenir, les différents partenaires doivent être parfaitement préparés l'un pour l'autre : le conditionnement de la surface doit avoir généré une rugosité qui permet l'ancrage micromécanique. Cependant, il n'est tiré profit de la capacité rétentive de la surface que si la mouillabilité de l'adhésif est appropriée [106]. L'adhésion à l'émail est régie par deux mécanismes : microclavetage permettant un ancrage micromécanique et forces de liaisons physicochimiques sur l'ensemble de la surface développée entre l'émail et les systèmes adhésifs. L'adhésion à la dentine est régie elle aussi par deux mécanismes : microclavetage permettant un ancrage micromécanique au niveau des brides résineuses pouvant s'étendre dans toutes les ramifications du réseau canaliculaire et par imprégnation de la résine au sein des fibres de collagène (couche hybride) et forces de liaisons physicochimiques sur l'ensemble de la surface développée entre la dentine et les systèmes adhésifs.

Nous devons respecter toujours les principes fondamentaux de l'adhésion aux structures dentaires qui doit se faire sur des substrats différents et selon plusieurs approches pour obtenir un collage durable à l'émail et à la dentine.

Chapitre 3

LES SYSTÈMES ADHÉSIFS AMELO-DENTINAIRES

Les adhésifs amélo-dentinaires sont des biomatériaux destinés à faire adhérer une résine chargée à une structure dentaire. Cette adhérence doit être fiable assurant ainsi une étanchéité parfaite et excluant toute pénétration des micro-organismes. Actuellement, les champs d'indication de ces adhésifs sont bien établis en dentisterie adhésive.

Les problèmes que posent ces produits relèvent de leur efficacité immédiate et dans la durée. Cette efficacité dépend principalement de leur mise en œuvre, car la technique adhésive s'avère très sensible à la manipulation [107].

Bien les employer, bien les exploiter requiert au préalable de bien connaitre leurs mécanismes d'action. Les monomères qu'ils contiennent sont susceptibles de pénétrer les microrugosités de l'émail et de la dentine avant de se lier par polymérisation au matériau de restauration (généralement un composite). Leur infiltration nécessite une attaque acide préalable ou simultanée à leur application sur les deux tissus. Après prise ils contribuent à former une interphase tissus-biomatériaux. La principale composante de cette adhésion est donc d'ordre micromécanique, voire nano-mécanique. En réalité leur mode de liaison est un phénomène plus complexe qui implique des contributions tant physico-chimiques que chimiques. Sur le plan physico-chimique, ces produits doivent mouiller puis s'infiltrer le plus parfaitement possible les microporosités des substrats [107].

Par ailleurs, Yoshida et al. ont montré que certains adhésifs étaient susceptibles d'établir des liaisons chimiques entre leurs monomères fonctionnels et le calcium de l'hydroxyapatite [108].

3.1 Généralités sur les systèmes adhésifs amélo-dentinaires

3.1.1 Définition d'un système adhésif

Les adhésifs amélo-dentinaires sont des biomatériaux d'interface. Ils contribuent à former un lien idéalement adhérent et étanche entre les tissus dentaires calcifiés et des biomatériaux de restauration ou d'assemblage. Hormis les ciments verre-ionomères, leurs dérivés et quelques rares colles auto-adhésives, tous les biomatériaux employés en dentisterie restauratrice et en prothèse fixée requièrent leur emploi [107].

3.1.2 Les composants d'un système adhésif :

tout adhésif amélo-dentinaire est composé de trois constituants de base :

3.1.2.1 Agent de mordançage

3.1.2.1.1 Concept du mordançage

Le mordançage est une déminéralisation qui consiste en une dissolution des cristaux d'hydroxyapatite limitée dans le temps, qui libère des ions calcium, phosphate et hydroxyde. La surface tissulaire est transformée en une surface poreuse et permet un ancrage mécanique du primaire et/ou de l'adhésif [84].

De 1955 au début des années 1980, le mordançage était réalisé uniquement sur l'émail. Le mordançage de la dentine était considéré comme nocif pour la pulpe. Kanca suggère que les travaux montrant une nocivité de l'acide sur le tissu pulpaire avançaient des conclusions erronées [109, 110]. En effet l'inflammation pulpaire qui est observée est le résultat du mauvais scellement de la surface dentinaire et de la cavité. Par conséquent, le mordançage de la dentine est essentiel pour sceller efficacement la surface de la dentine [111].

Depuis le début des années 1980, le mordançage tel que décrit dans les protocoles cliniques n'est plus considéré comme dangereux pour la pulpe, il est admis que la biocompatibilité d'un matériau dentaire est surtout fonction de sa capacité à isoler la dentine et les tissus pulpaires des infections en provenance du milieu buccal [105]. La technique de mordançage total ou total etch, a alors vu le jour, il s'agit d'appliquer consécutivement l'agent de mordançage sur l'émail puis sur la dentine. Cette pratique s'est répandue depuis le début des années quatre-vingt-dix.

3.1.2.1.2 Les paramètres influençant l'action de l'agent de mordançage : l'action de l'agent de mordançage varie selon plusieurs paramètres :

3.1.2.1.2.1 Caractéristiques du substrat

Le résultat du mordançage de l'émail dépend de la nature de l'émail, de sa composition chimique, de son contenu en fluor, de sa nature prismatique ou aprismatique et du type de dent (permanentes ou temporaires) [112].

Au sein de l'émail nous pouvons retrouver des défauts de structure pouvant être dus à une modification environnementale au moment de l'amélogenèse (comme une prise de médicament, une infection, un choc...). Ces défauts peuvent modifier les propriétés de l'émail. D'autre part l'émail subit une maturation post éruptive qui modifie les rapports entre la phase organique et la phase minérale, la composition et donc ses propriétés, notamment sa susceptibilité à la dissolution par les acides [113]. Il est cependant intéressant de noter que le collage sur une surface amélaire préparée améliore la qualité de l'adhésion éliminant ainsi la couche aprismatique, structure amorphe et neutre inadaptée au collage [114, 115, 116, 117]. Une surface rugueuse favorise l'étalement [118].

Au niveau de la dentine, il est prudent, avant de commencer un collage, d'identifier le type de substrat sur lequel on travaille. La dentine peut être sensible avec des tubules ouverts ou altérée par des scléroses physiologiques ou réactionnelles. La dentinogenèse aboutit à des appositions physiologiques et pathologiques de dentine secondaire ou tertiaire. De ce fait, selon la profondeur et la localisation de la lésion carieuse on peut se trouver face à de la dentine secondaire, tertiaire ou encore sclérotique [113, 119]. Chacune n'ayant pas exactement la même structure, la même perméabilité, elle ne présente pas le même comportement face à l'attaque acide [120]. En effet, la dentine sclérotique est plus minéralisée que la dentine secondaire, il serait donc nécessaire d'y allonger le temps d'application de l'agent de mordançage pour obtenir une déminéralisation équivalente [121].

3.1.2.1.2.2 Nature et concentration de l'acide

Il faut choisir un acide attaquant suffisamment l'émail afin de créer des microrétentions mais n'entraînant pas une déminéralisation trop profonde de la dentine qui ne pourrait être complètement infiltrée par l'adhésif.

Nous distinguons comme acides de mordançage [84] (figure 21) :

- les acides minéraux : le plus utilisé est l'acide phosphorique (H_3PO4). Son efficacité optimale se situe entre 10 et 45 % ; on choisit 37 %, car il permet une isotonie par rapport à la dent (ce qui est plus biocompatible) et un contrôle visuel du mordançage (l'émail devient blanc crayeux pour des concentrations supérieures à 20 %). Le temps d'attaque optimal se situe entre 15 et 60 secondes selon le tissu traité et selon le contexte clinique. Les conditionnements semi-solides sont préférés aux conditionnements aqueux, car ils permettent, au moment de l'application, d'être sélectif.
  L'acide phosphorique est relativement faible parmi les acides minéraux. Il possède une forte proportion de phosphate dihydrogène à l'origine de nombreux produits de réactions qui peuvent interférer avec l'infiltration du monomère en précipitant avec le calcium [122], surtout si le temps d'attaque est trop prolongé ;

- les acides organiques : il existe différents agents de mordançage utilisés à différentes concentrations, comme l'acide maléique (10 %), l'acide citrique, etc. Par rapport aux acides minéraux, leur force est plus faible et leur pH plus élevé.

L'action d'un acide qu'il soit minéral ou organique sera liée à son pH et à sa constante de dissociation ou pKa .

pH (potentiel Hydrogène) : Grandeur chimique qui mesure le caractère acide ou basique d'une solution aqueuse ;

pKa (constante d'acidité Ka) : Ka est appelée constante d'équilibre de dissociation de l'acide, ou constante d'acidité.

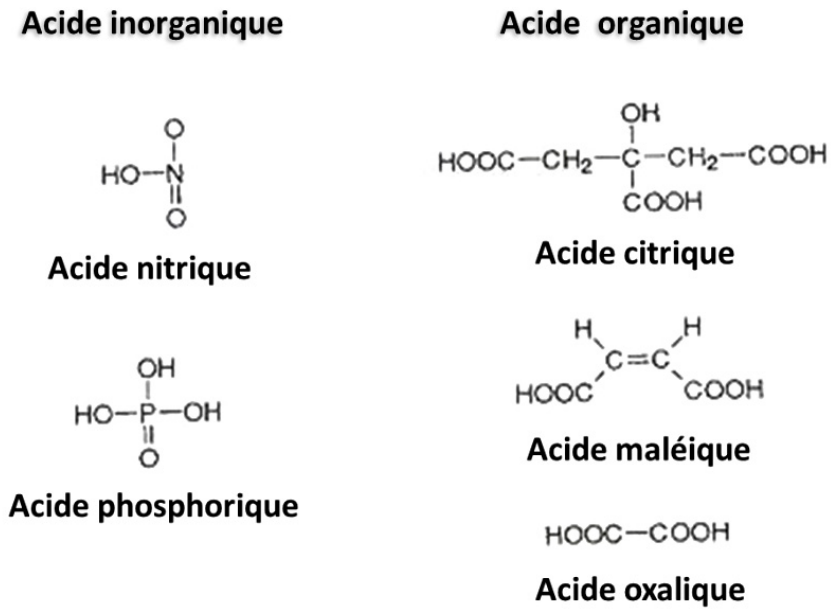


FIGURE 21 – Formules chimiques des différents acides de mordançage total [123]

A concentration égale un acide fort va avoir un pouvoir mordançant plus important qu'un acide faible sur un même substrat.

Pashley et Tay ont montré que des systèmes présentant des degrés d'agressivité en termes de pouvoir mordançant différents présentaient en adhérence au niveau amélaire des résultats semblables [115]. Les acides plus faibles que l'acide phosphorique permettent de mordancer efficacement la dentine mais ne déminéralisent pas suffisamment l'émail. La solution serait d'augmenter le temps d'application sur l'émail uniquement. Seule la dentine sclérotique peut être mordancée plus longtemps sans risque [121]. L'acide phosphorique à 30-37,5 % semble être actuellement l'agent de mordançage le plus efficace pour mordancer l'émail et donner un bon résultat sur la dentine [124].

3.1.2.1.2.3 Viscosité

L'agent de mordançage peut se présenter sous différentes viscosités qui vont déterminer la cinétique d'étalement :

- liquide,
- gel chargé de silice, nécessitant un rinçage soigneux afin d'éliminer les particules de silice, il semble cependant que la présence de quelques résidus de silice ne nuise pas à la qualité des forces d'adhésion [125].
- semi-gel chargé en polymères.

Ces différentes viscosités sont justifiées par des impératifs cliniques : il faut que l'agent de mordançage soit étalé sur toute la surface à traiter sans toucher les dents adjacentes.

3.1.2.1.2.4 Mode d'application

On peut utiliser un produit unique pour l'émail et la dentine à condition d'optimiser son action en frottant l'agent de mordançage au niveau de l'émail. Il est tout de même recommandé d'appliquer l'acide phosphorique de 30 à 40% sur l'émail pendant 15 secondes puis 15 secondes sur la dentine et de rincer le tout. L'émail aura ainsi été mordancé 30 secondes et la dentine 15 secondes [121].

Le temps d'application est déterminé en fonction de la nature et de la concentration de l'acide. Plus cette dernière est élevée plus le temps d'application sera court.

3.1.2.1.2.5 Utilisation ou non d'un champ opératoire

L'utilisation d'un champ opératoire permet d'éviter toute contamination par la salive ou par les protéines sanguines de la surface à traiter qui gênerait l'action de l'agent de mordançage. En effet une fois solubilisé dans la salive, l'agent de mordançage se trouve être moins concentré. La contamination par la salive lors des procédures de collage va entraîner une diminution des forces d'adhérence [126].

3.1.2.2 Le promoteur d'adhésion (primaire)

Lorsque deux matériaux, qui doivent être collés, ne présentent pas d'affinité particulière l'un pour l'autre, des promoteurs d'adhésion doivent être utilisés. Ils modifient la surface d'un substrat pour permettre le mouillage de l'adhésif qui sera appliqué par la suite [103].

Le primaire (primer en anglais) est une substance appliquée à l'état liquide sur une surface pour améliorer le mouillage (surfactant) et l'adhésion (agent de couplage bifonctionnel) [84].

Le promoteur d'adhésion sur des surfaces cavitaires mordancées. Il permet une liaison entre le réseau de collagène dentinaire mis à nu par le mordançage et le monomère hydrophobe de la résine adhésive [127]. Le promoteur d'adhésion infiltre le collagène et pénètre les tubuli dentinaires. Il joue un rôle essentiel dans l'adhésion, il doit permettre de maintenir les espaces interfibrillaires tout en éliminant l'eau pour la remplacer par le monomère du promoteur d'adhésion. Cette étape est primordiale pour éviter le collapsus du collagène qui peut être causé par un simple séchage de la cavité (figure 22).

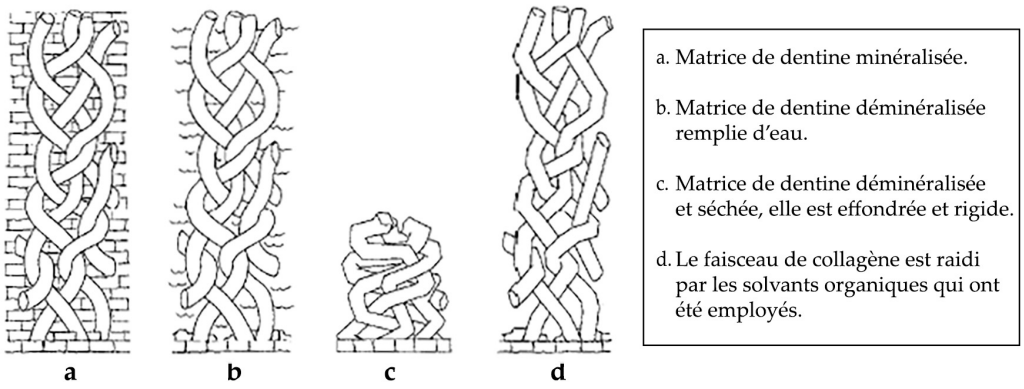


FIGURE 22 – : Changements de la matrice dentinaire pendant les procédures de collage d'après Pashley et Carvalho 1997) [128].

3.1.2.3 La résine adhésive

La résine adhésive, ou agent de liaison, est appliquée après l'infiltration du primaire. Elle se compose d'une résine chargée ou non contenant principalement un monomère hydrophobe et un monomère hydrophile.

L'application de la résine adhésive conduit à la formation de la couche hybride pouvant se schématiser par l'entrelacement d'un polymère naturel, la matrice organique dentinaire, et d'un polymère de synthèse, les dérivés méthacryliques de l'adhésif (figure 23).

La résine adhésive doit pénétrer les canalicules dentinaires primaires et secondaires pour former des brides résineuses (digitations ou tags), aboutissant ainsi à un véritable « velcro macromoléculaire », à un ancrage micromécanique [4].

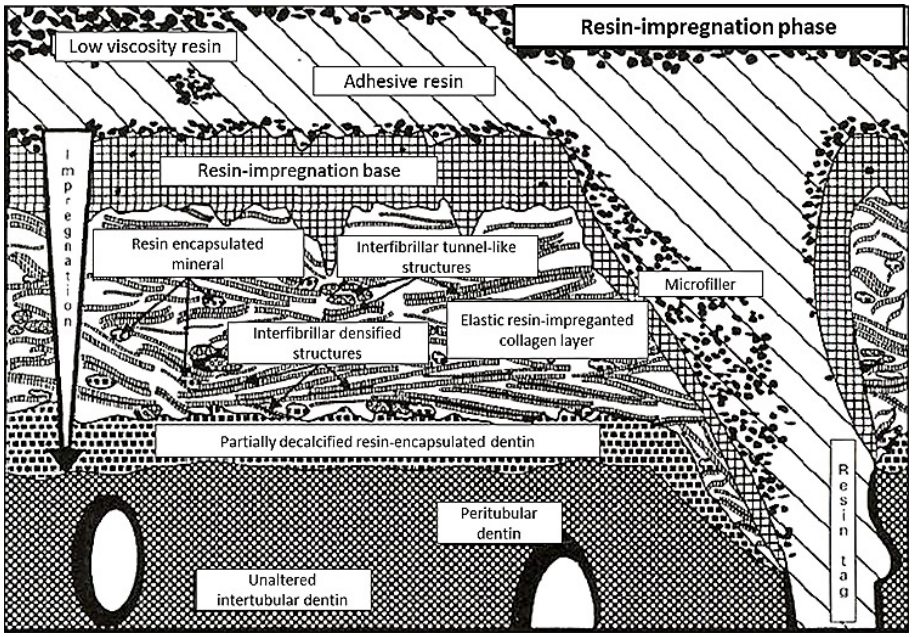


FIGURE 23 – Phase d'imrégnation de la résine (Van Meerbeek et col, 1993) [129]

3.1.3 Classification des systèmes adhésifs amélo-dentinaires

Depuis 1955 [1], les systèmes adhésifs ont connu une évolution remarquable. Ils ont été classifiés d'abord en générations (approche historique) puis en fonction de leurs principes d'action.

La première classification [107] basée sur la notion de génération (de la 1ère à la 7ème génération) ne prend ni en compte les principes d'action des adhésifs, ni leurs performances, et il n'apparait pas évident que chaque génération représente un apport thérapeutique par rapport à celle qui la précède.

Il était donc nécessaire d'avoir recours à une classification plus rationnelle.

3.1.3.1 Approche rationnelle

Cette classification est basée sur les principes d'action des différents systèmes adhésifs et sur le nombre de séquences d'applications [130, 131].

On distinguera 2 grandes classes d'adhésifs :

- Celle des produits qui requièrent un **Mordançage** suivi d'un **Rinçage**, en préalable à leur emploi. Ils peuvent être appliqués en 2 ou 3 étapes.
- Celle des produits que l'on applique directement sur les surfaces dentaires sans aucun traitement préliminaire. Cette classe regroupe tous les **Systèmes Auto-Mordançants**. Ils peuvent être appliqués en 2 temps ou en une étape.

Si l'on considère l'acidité des monomères, il existe deux types de systèmes auto-mordançants :

- Strong self-etch adhesive : à pH très faible (< 1). Ils induisent la création d'une couche hybride avec la dentine, morphologiquement similaire à celle produite par les systèmes avec mordançage préalable ;
- Mild self-etch adhesive : à pH moins acide (≈ 2). Ils ne dissolvent la surface dentinaire que partiellement, d'où un nombre considérable de cristaux d'hydroxyapatite restant « bloqués » au sein de la couche hybride. Des fonctions carboxys ou phosphates spécifiques des monomères acides interagissent alors chimiquement avec ces cristaux résiduels. Cette double liaison (chimique et micro-mécanique) est pour certains considérée comme un avantage en terme de durabilité de la restauration, la liaison chimique pouvant constituer un apport quant à la résistance de la couche hybride à la dégradation (hydrolyse).

3.1.3.2 Proposition d'une nouvelle classification

Avec la genèse d'une nouvelle famille d'adhésifs (depuis 2011) dits **multimodes, à procédure variable ou adhésifs universels**, Ana Sezinando [132] a regroupé tous les systèmes adhésifs en 3 familles (figure 24). Nous proposons cette classification que nous estimons pertinente et actualisée.

- Les systèmes adhésifs avec mordançage préalable et rinçage en trois ou deux temps
- Les systèmes adhésifs auto-mordançants en deux ou un seul temps
- Les systèmes adhésifs universels ou multimodes utilisés avec mordançage préalable, en auto-mordançant ou avec un mordançage sélectif de l'émail.

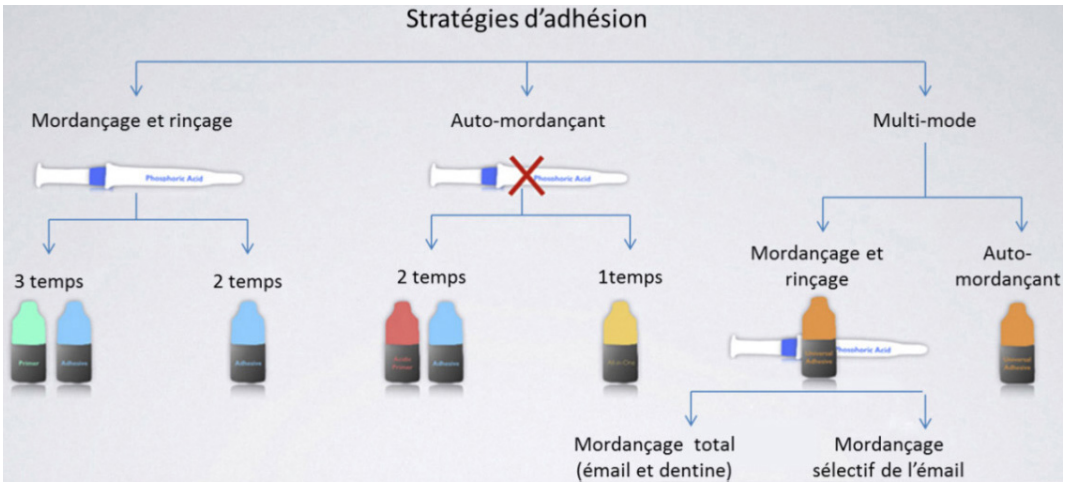


FIGURE 24 – Les stratégies actuelles de l'adhésion [132].

3.2 Les systèmes adhésifs avec mordançage préalable et rinçage

3.2.1 Principe

En raison de la faible (voire inexistante) adhésion des matériaux de restauration à la dent, il était indispensable de rechercher des rétentions mécaniques lors de la conception de la cavité à traiter. Une avancée fondamentale dans l'obtention d'une adhésion directe aux tissus a été faite par Buonocore [1], qui démontra que l'attaque acide de l'émail (le mordançage) permet l'adhérence de résines à ce substrat. Fusayama [133, 134], en 1980, émet l'hypothèse qu'il est nécessaire de mordancer également la dentine pour améliorer cette adhérence.

Nakabayashi [4, 135], quant à lui, démontre aussi que la déminéralisation d'une couche superficielle de la dentine par conditionnement ou mordançage acide expose le collagène qui devient alors un substrat propice à l'adhésion en permettant son infiltration. En raison de la nature hydrophile de la dentine, il suggère d'utiliser un

primaire avec des monomères à la fois hydrophiles et hydrophobes pour permettre l'adhésion. La pénétration des monomères dans le substrat dentinaire permet ainsi la formation d'une couche hybride collagène/résine (figure 25). Les fonctions hydrophobes créent des liaisons avec les adhésifs.

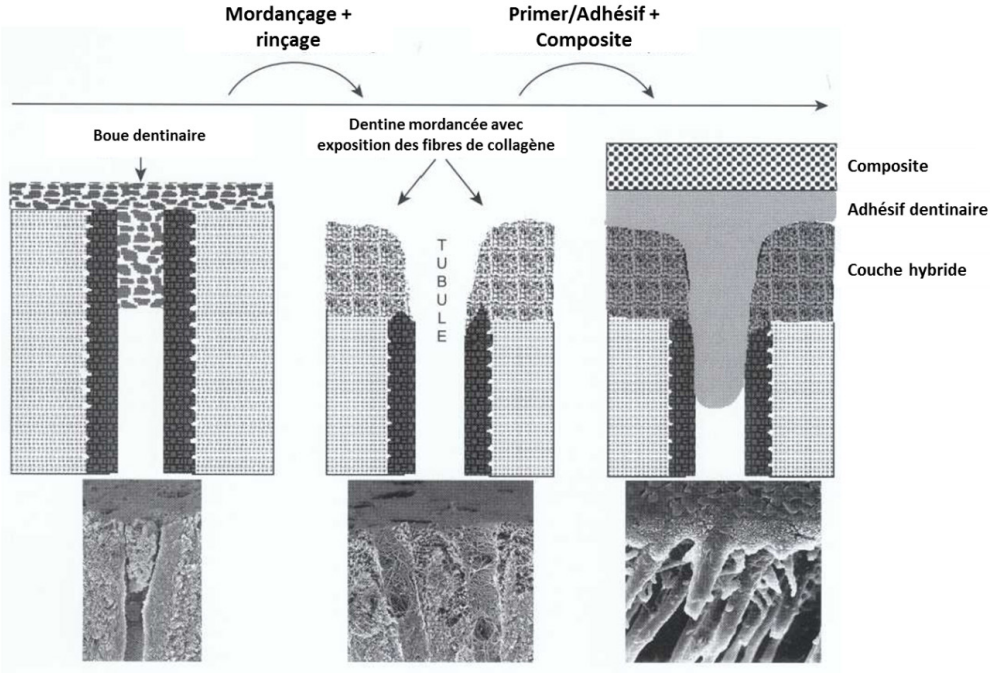


FIGURE 25 – Collage de la résine à la dentine utilisant la technique du mordançage total [18].

3.2.2 Systèmes adhésifs avec mordançage préalable et rinçage en trois temps

Ces systèmes regroupent plusieurs produits qui sont appliqués successivement sur les parois cavitaires. D'une manière générale, le traitement se fait en trois séquences (figure 26) :

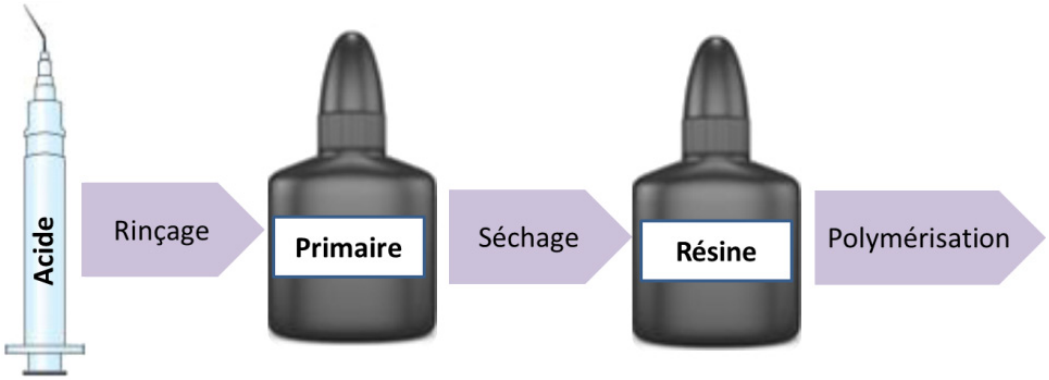


FIGURE 26 – Schématisation des étapes d'application des adhésifs avec mordançage et rinçage préalable en 3 temps

3.2.2.1 Composition

3.2.2.1.1 L'agent de mordançage

La première étape consiste à appliquer une solution ou un gel, généralement d'acide phosphorique. Le temps d'application moyen est de 30 secondes au niveau de l'émail et 15 secondes sur la dentine. Ces durées peuvent être légèrement variables en fonction du pH et de la concentration de l'acide. Le mordançage provoque :

➢ Sur l'émail :

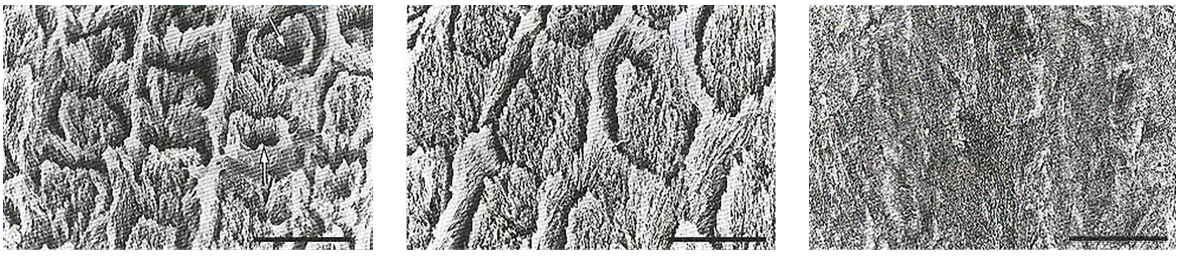
L'acide provoque une dissolution de l'émail intra prismatique ainsi qu'une déminéralisation de la matrice inter prismatique. Le mordançage de l'émail à l'acide phosphorique à une concentration de 37% pendant 30 secondes, crée des micro-rétentions et augmente l'énergie de surface de l'émail. Il élimine environ 10 μm d'émail superficiel et provoque une dissolution superficielle des prismes de l'émail sur une profondeur de 10 à 50 μm.

Macroscopiquement, après rinçage de l'acide et séchage, l'émail prend alors un aspect crayeux et on obtient les classiques faciès propices à l'ancrage micro-mécanique de l'adhésif.

Trois types de structures de l'émail sont observés après mordançage de l'émail [136, 137].

Ces trois aspects de faciès (figure 27) peuvent subsister sur la même surface traitée :

- le Type I où le prisme est préférentiellement dissous, mettant en relief l'émail inter prismatique sur 1 à 3 μm ;
- le Type II où l'émail inter prismatique est préférentiellement dissous, mettant en relief les prismes ;
- le Type III où l'érosion se fait au hasard et où l'émail apparaît coagulé.



Type 1 : dissolution de l'émail intra-prismatique

Type 2 : dissolution de l'émail inter-prismatique

Type 3 : absence de structure bien définie

FIGURE 27 – Les trois types de structures de l'émail après mordançage [138].

Un rinçage adéquat constitue une étape essentielle. Un temps de rinçage de 1 à 3 secondes sur une surface plane est adéquat pour un bon collage [139, 140]. Pour les préparations plus géométriques, un temps de 5 à 10 secondes est recommandé.

➢ Sur la dentine :

Au niveau des surfaces dentinaires, l'attaque acide élimine l'essentiel des boues dentinaires, ouvre les orifices tubulaires, et déminéralise superficiellement les zones péri et inter tubulaires sur une profondeur de un à quelques μm (figure 28).

Cette zone superficielle de dentine est constituée d'un réseau de fibrilles de collagène entrelacées et dispersées dans l'eau du rinçage. On peut estimer que la zone de dentine traitée est constituée d'un peu plus d'un quart de collagène et de presque trois quarts d'eau. La surface traitée est donc principalement hydrophile ce qui pose un problème pour y infiltrer une quantité suffisante de monomères méthacryliques hydrophobes nécessaires à l'obtention d'une bonne copolymérisation avec le biomatériau de restauration.

En effet, l'évaporation de l'eau du rinçage par séchage entraine à ce stade une fusion des fibrilles protéiques. La surface collapsée devient compacte et non propice à la pénétration de la résine.

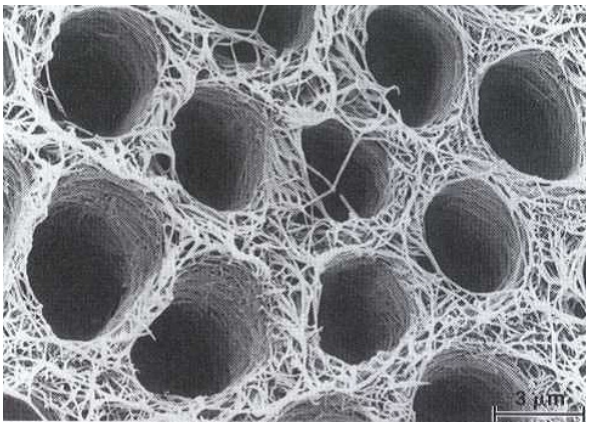


FIGURE 28 – Micrographie électronique à balayage d'une dentine mordancée montrant l'exposition des fibres de collagène [18].

L'hydratation du réseau de collagène doit être suffisante pour éviter le collapsus sans être trop importante sous peine de nuire aux mécanismes interfaciaux (dilution de la résine adhésive, inhibition de la polymérisation...) [141, 142]. Cliniquement, cette étape de « séchage » qui suit le rinçage de l'agent de mordançage représente une des difficultés majeures de l'utilisation clinique des systèmes adhésifs.

Sur le plan physico-chimique, le mordançage diminue l'énergie de surface de la dentine.

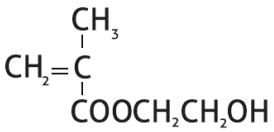
3.2.2.1.2 Le primaire [84] :

Le primaire est utilisé au cours de la deuxième étape du collage et se présente sous forme d'une solution prête à l'emploi ou de deux composants à mélanger extemporanément. Cette solution est composée d'un monomère amphiphile dissout dans un solvant qui peut être de l'eau, de l'alcool, de l'acétone ou un mélange alcool - eau.

Pour les systèmes adhésifs, le but est de placer un mélange de solvants et monomères entre les fibrilles de collagène afin de diminuer le collapsus du réseau organique et de faciliter l'infiltration des monomères polymérisables.

Le monomère le plus couramment employé est l'HEMA (hydroxy-éthyl méthacrylate) qui est le seul composé méthacrylique à être totalement soluble dans l'eau (tableau 3). La présence de solvant contribue à faciliter l'évaporation de l'eau après application du primaire.

TABLEAU 3 – Caractéristiques de l'HEMA, un monomère monofonctionnel du primaire [84].

Parmi les monomères du primaire	Hydroxyéthyl méthacrylate HEMA
	**L'HEMA est une molécule hydrophile qui peut infiltrer la dentine déminéralisée partiellement réhydratée.** **Il est très soluble dans l'eau et l'acétone et améliore la miscibilité et la solubilité des composants, qu'ils soient polaires ou non.** **Il est peu stable en présence d'eau et s'hydrolyse alors en éthylène glycol et acide méthacrylique [143, 144] .** **Il stabilise le réseau de collagène, augmente la perméabilité dentinaire et la diffusion des monomères [145, 146] lorsqu'il est appliqué dans une forme aqueuse.**
Il peut former une liaison hydrophobe rigide lorsqu'il copolymérise avec des monomères comme le MDP. Il est alors à l'origine d'un hydrogel collagène/HEMA [147, 148]. Il a une faible viscosité. **De fortes concentrations diminuent la vitesse de polymérisation, la densité de réticulation et déshydrate le réseau [149, 150, 151] .**	

Les solvants doivent faciliter l'étalement et l'infiltration de l'adhésif en améliorant la mouillabilité. Par le fait qu'ils dissolvent les monomères, les solvants diminuent la viscosité des primaires et des résines, et déterminent leur capacité à pénétrer la structure dentaire.

Les solvants les plus utilisés sont l'eau et les solvants organiques.

- L'eau (H_2O) est un solvant physiologique. Le traitement de la dentine à l'acide phosphorique, après rinçage et séchage, entraîne le tassement des fibres de collagène, mais leur réhydratation permet de retrouver leur plasticité. Pour améliorer l'hydratation, l'eau a été introduite dans la composition de certains

systèmes adhésifs. Elle a donc pour rôle de réhydrater les fibres de collagène exposées par le mordançage, mais aussi de garder le support dentinaire dans des conditions propices à la pénétration des monomères. La présence de l'eau aura une conséquence clinique : les systèmes à solvant eau demandent un temps d'application supérieur, car les monomères hydrophobes sont peu solubles dans l'eau et, par ailleurs, l'eau inhibe la polymérisation des esters méthacryliques entrant dans la composition des systèmes adhésifs.

- Les solvants organiques déplacent les excès d'eau. Ils permettent aux monomères de diffuser dans les tubules dentinaires ouverts et les nano-espaces du faisceau collagénique. Il existe essentiellement deux types de solvants organiques :
  - ❖ l'acétone (CH_3COCH_3) qui se caractérise par une très haute volatilité.
  - ❖ l'éthanol (CH_3CH_2OH), soluble dans l'eau et moins volatil que l'acétone.

  Ils peuvent être éliminés par un jet d'air et seuls les monomères restent en place.
  - ❖ Le système adhésif peut associer un solvant organique et l'eau, on parle alors de système mixte.

Associés à l'eau, l'éthanol et/ou l'acétone ont alors une volatilité comparable.

Des résidus de solvant dans l'adhésif peuvent perturber la polymérisation, car ils diluent les monomères, ce qui provoque des porosités et a pour conséquence l'augmentation de la perméabilité du film adhésif et des fractures précoces de l'interface. Lors de l'utilisation clinique, l'air appliqué sur l'adhésif après sa mise en place, non seulement facilite l'évaporation du solvant, mais aussi diminue l'épaisseur de la couche adhésive. Une évaporation complète est cependant difficile à obtenir, car elle est limitée par un temps de séchage clinique qui demeure bref [152]. Chaque solvant utilisé dans un système adhésif est choisi en fonction des monomères de ce système.

Selon le type du primaire, deux options cliniques s'offrent à nous en pratique :

✔ **Collage en milieu humide :** Il a été introduit au début des années 1990 [153, 141, 154].

Après le mordançage, il s'agit de laisser les surfaces dentinaires humides pour prévenir l'effondrement du réseau fibrillaire collagénique. Si on laisse le réseau de collagène s'affaisser, il est impénétrable par le promoteur d'adhésion diminuant ainsi les forces d'adhésion.

Cette technique utilise un promoteur d'adhésion anhydre à base d'acétone. Le solvant volatil va déplacer l'eau résiduelle et ainsi permettre au monomère de prendre la place de l'eau et d'infiltrer les nano-espaces du réseau fibrillaire et les tubuli dentinaires [155]. Le promoteur doit être appliqué sans brossage de la surface pour limiter l'évaporation du solvant.

Les restes de solvant vont être éliminés par un séchage à la seringue à air après avoir appliqué le promoteur d'adhésion pendant au moins 15 secondes.

Il faut cependant être vigilant et veiller à ne pas laisser la surface dentaire trop humide, à éviter le «surmouillage» (figure 29).

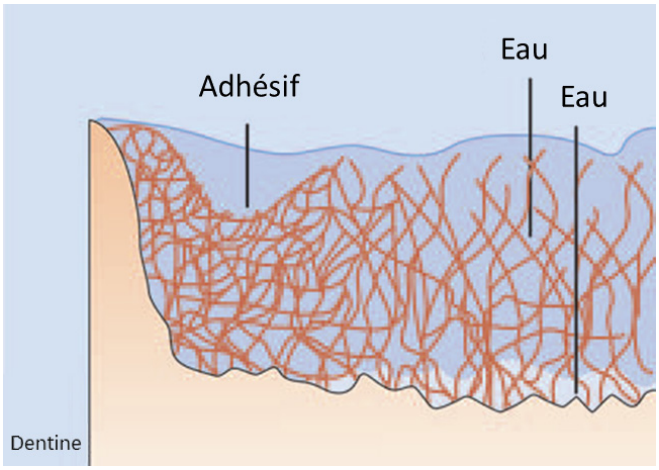


FIGURE 29 – Phénomène de surmouillage [97].

En effet, toute l'eau ne pourrait pas être chassée par le solvant. Cela entraînerait une séparation entre les composants hydrophiles et hydrophobes, un scellement incomplet des tubuli ouverts par le mordançage et engendrerait des cloques et des formations globuleuses à l'interface dentine-résine qui fragiliseraient le collage [156].

Cette technique présente deux inconvénients majeurs : en gardant les surfaces humides on ne peut pas contrôler la qualité du mordançage en observant l'émail blanc crayeux et le second inconvénient est imputable à la nature du solvant, l'acétone, qui est très volatile. Son évaporation conduit à une augmentation de la proportion de monomère dans la solution et modifie son pouvoir de pénétration au sein du réseau fibrillaire. L'alternative est d'utiliser ce promoteur d'adhésion sous forme de dose unitaire ou à défaut de refermer le flacon immédiatement après usage.

✔ **Collage en « milieu sec » :** Il s'agit cette fois d'appliquer le promoteur d'adhésion sur une surface dentinaire légèrement séchée pendant cinq secondes

jusqu'à obtenir une surface terne et dépolie. Le séchage entraîne un collapsus collagénique qui le rend impénétrable par la résine (figure 30).

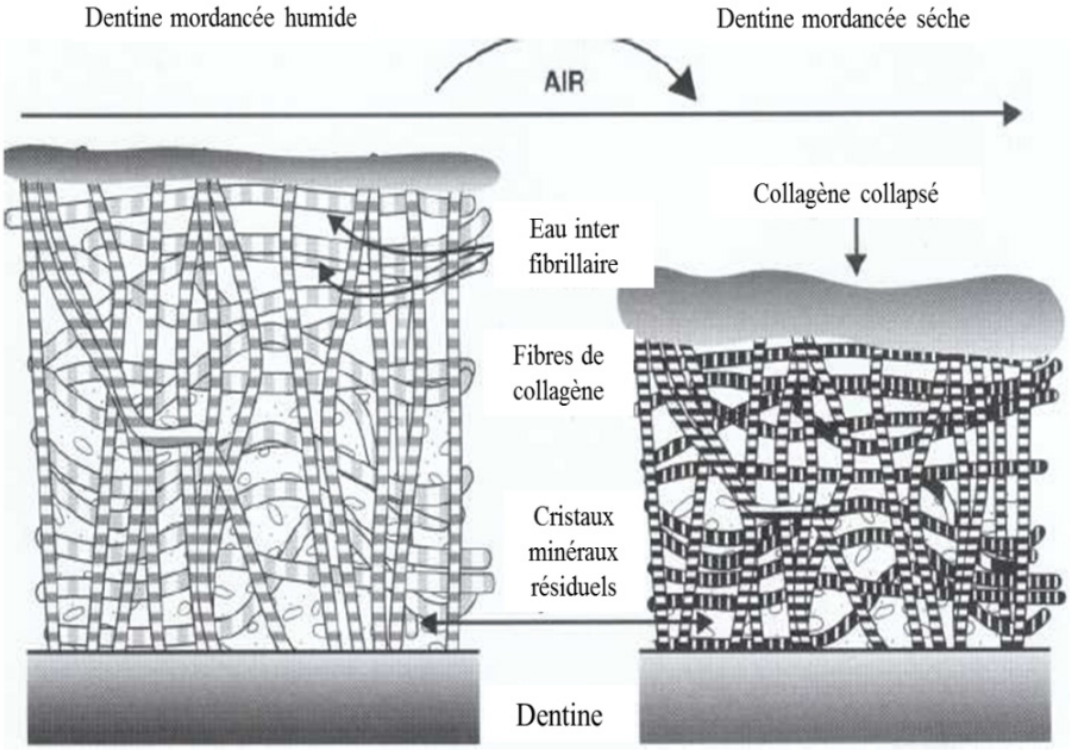


FIGURE 30 – Collapsus après séchage de la dentine mordancée [18].

On utilise alors un promoteur d'adhésion à solvant aqueux pour regonfler le réseau collagénique effondré par le séchage et ainsi permettre une bonne pénétration du monomère dans les espaces interfibrillaires. Il faut respecter les recommandations du fabricant et appliquer le promoteur d'adhésion pendant au moins 15 secondes en brossant la surface pour faciliter la pénétration, pour laisser le temps au réseau de collagène d'être complètement imprégné. Cette technique permet de vérifier la qualité du mordançage et de limiter le risque de « surmouillage ». Quoi qu'il en soit, un même degré d'humidité de la dentine reste difficile à reproduire en clinique.

Dans ces deux techniques, l'application du promoteur d'adhésion en plusieurs couches doit toujours être suivie d'un séchage court et doux pour éliminer les excès de solvant avant l'application de la résine adhésive. La surface va alors apparaître brillante ce qui témoignera d'une application adéquate [157].

3.2.2.1.3 La résine adhésive

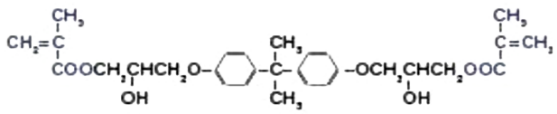
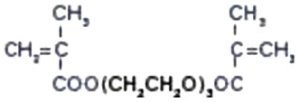
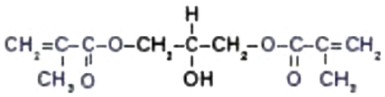
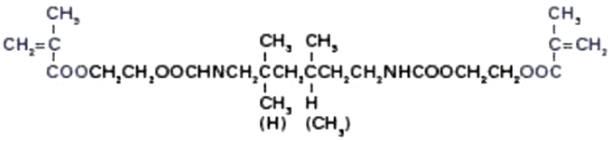
La troisième étape du traitement adhésif est tout simplement l'application de la résine adhésive qui doit pénétrer les tubules et s'infiltrer dans les canaux du réseau

protéique inter et péri-tubulaire. Dans des conditions optimales, après copolymérisation avec le composite, on aboutit à la formation d'une interphase adhérente et étanche entre le composite et la dentine intacte. Cette interphase est constituée d'une couche hybride inter et péritubulaire et de brides résineuses intratubulaires (tags en anglais).

La résine adhésive est appliquée sur la dentine traitée par le promoteur d'adhésion, il est recommandé de la faire à l'aide d'une éponge ou d'une brossette. En effet un étalement à la soufflette conduit à une couche d'une épaisseur insuffisante et irrégulière. Pour obtenir une épaisseur suffisante et un remplissage complet du réseau canaliculaire, il est recommandé d'appliquer plusieurs couches ou d'utiliser un système adhésif chargé.

La résine est constituée habituellement d'une résine non chargée ou faiblement chargée contenant essentiellement des monomères hydrophobes (Bis-GMA, TEDGMA, GDMA, UDMA) (tableau 4) avec des initiateurs de polymérisation. Ces monomères de réticulation sont destinés à assurer la ténacité de l'adhésif après polymérisation et la liaison avec la première couche de l'obturation sus-jacente. Selon leur nature, ils font varier la viscosité, la polarité, la solubilité dans l'eau, la rétraction de polymérisation.

TABLEAU 4 – Les monomères de réticulation. Ces molécules sont retrouvées dans presque tous les systèmes adhésifs [84].

Bisphénol A glycidyl méthacrylate Bis-GMA	
	**C'est la plus populaire des monomères de réticulation. On la retrouve dans beaucoup de systèmes adhésifs. Forte réactivité face à la polymérisation. Forte viscosité; faible solubilité dans l'eau; peu stable dans l'eau [150].**
Triéthylène glycol diméthacrylate TEGDMA	
	**Faible viscosité; augmente la solubilité de l'adhésif dans l'eau; peu stable dans l'eau : rapidement hydrolysé dans les conditions acides à température ambiante [149, 150].**
Glycérol diméthacrylate GDMA	
	**Faible viscosité; augmente la solubilité de l'adhésif dans l'eau; peu stable dans l'eau : rapidement hydrolysé dans les conditions acides à température ambiante. Bonne réactivité face à la polymérisation [149].**
Uréthane diméthacrylate UDMA	
	**Le mordançage acide réduit le module d'élasticité de la dentine [158]. Des monomères tels que l'UDMA peuvent donner une élasticité intermédiaire à l'adhésif, réduisant ainsi les contraintes à l'interface. Non soluble dans l'eau, il faut l'inclure dans un solvant organique.**

On retrouve aussi dans la composition de la résine [84] :

✓ Les initiateurs de polymérisation :

Les activateurs de polymérisation des systèmes adhésifs seront essentiellement photochimiques (photopolymérisation) ou « duals » : activation à la fois chimique et photochimique.

✓ Les charges :

Charger le système adhésif permet d'obtenir un comportement mécanique proche de celui du composite et d'améliorer les propriétés mécaniques. Les charges augmentent la viscosité de l'adhésif en rendant le film formé en surface plus homogène. Des études ont montré que de telles charges peuvent occuper des espaces microscopiques dans la couche hybride et qu'elles pénètrent aussi dans les tubules, participant ainsi à la formation de tags [159]. Les dernières générations de particules sont de l'ordre du nanomètre. Les charges réduisent aussi la contraction de polymérisation.

✓ Les antibactériens :

Les agents anti-microbiens assurent le scellement biologique de la restauration, évitant la pénétration bactérienne par des micro-vides entre l'obturation et la dent. Des études ont montré que l'acide phosphorique utilisé dans l'étape de mordançage total montre une activité anti-microbienne à court terme, de même que l'adhésif tant qu'il n'est pas polymérisé [160].

3.2.2.2 Formation des interfaces tissus dentaires-système adhésif

Les deux tissus dentaires sur lesquels sont appliqués les systèmes adhésifs sont l'émail et la dentine. L'adhésion sur l'un ou l'autre fait forcément appel à des mécanismes distincts.

3.2.2.2.1 Formation de l'interface émail-système adhésif : L'adhésion à l'émail est due à la conjonction de deux facteurs.

3.2.2.2.1.1 La liaison micro mécanique : lorsque l'acide phosphorique est appliqué sur l'émail fraisé ou non fraisé, l'hydroxyapatite est dissoute sélectivement, créant des macro- et microporosités.

Lorsque les monomères ont infiltré par capillarité les porosités de l'émail, la polymérisation permet la fixation de la résine dans ces porosités [132]. Ce mécanisme est responsable de la formation de micro- et macrotags de résine en forme de prismes [161] (figure 31).

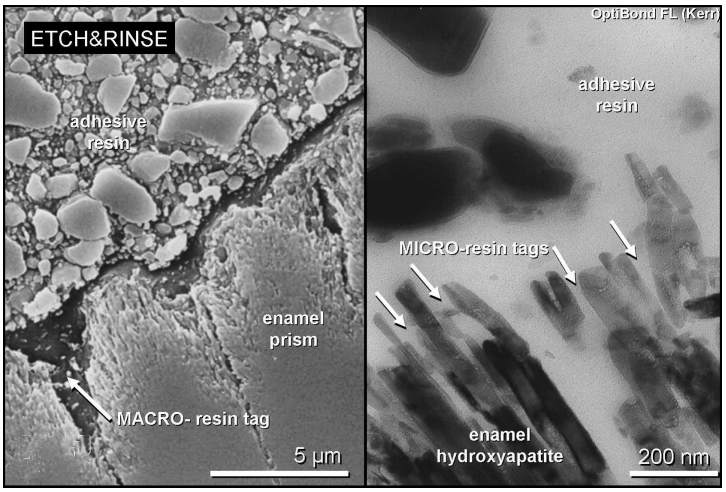


FIGURE 31 – Microscopie électronique à balayage (a) et microscopie électronique à transmission (b) de l'interface émail-résine illustrant l'imbrication des brides de résine qui infiltrent la surface mordancée [130].

3.2.2.2.1.2 Les interactions physico-chimiques : la pression capillaire occasionnée par la déminéralisation des prismes d'émail engendre une force motrice capable "d'aspirer" l'adhésif dans les microrugosités.

3.2.2.2.2 Formation de l'interface dentine-système adhésif

Après déminéralisation, l'eau remplace l'hydroxyapatite, les fibrilles de collagène sont en suspension dans l'eau. Cet état permet l'interpénétration avec la résine qui, introduite sous forme liquide, infiltre les tissus dentaires puis est convertie en solide via la polymérisation (par induction chimique ou photonique). C'est la formation de la couche hybride (figure 32).

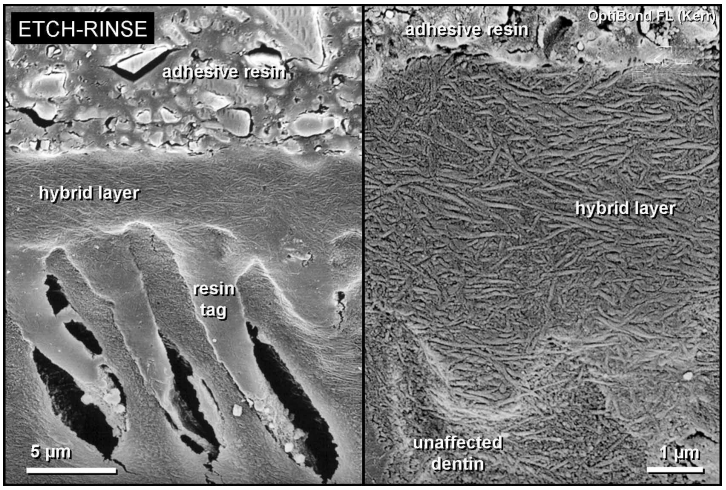


FIGURE 32 – Microscopies électroniques à balayage de l'interface résine-dentine. La dentine est préalablement mordancée [130]. Les tags de résine scellent les tubules ouverts, une couche hybride de 4-5 µm est formée.

Une zone hybride de bonne qualité non dégradable pourrait être une protection de la dentine intacte sous-jacente et se révéler potentiellement cario-résistante. En pratique, cet idéal n'existe pas encore.

Les brides résineuses intra-canaliculaires participent tout autant que la couche hybride à l'adhésion dentinaire sans que l'on puisse dire quel est des deux phénomènes celui qui est dominant. On peut supposer que ces brides de résine ont un rôle prépondérant notamment pour les cavités profondes, compte tenu de l'augmentation de la densité et du diamètre des tubules au fur et à mesure que l'on se rapproche de la pulpe [71].

Mais l'élimination des boues dentinaires conduit à une perfusion continue du fluide dentinaire vers la surface sous l'effet de la pression intra-pulpaire.

Ce flux centrifuge est plus important en dentine profonde pour les raisons anatomiques évoquées. L'impossibilité d'éliminer l'eau résiduelle affaiblie nécessairement le joint collé.

Soulignons comme points importants, l'adhésion à la dentine est due à la conjonction de deux facteurs [84] :

3.2.2.2.2.1 La liaison micro mécanique : se fait grâce :

- à des brides de résine (appelées « tags ») au niveau des tubules dentinaires ouverts. Ces tags sont souvent, lors de l'utilisation de systèmes performants, porteurs de digitations latérales ;
- à une zone d'interdiffusion de polymères de résine et de collagène au niveau des zones inter et péritubulaires : la couche hybride dont nous avons parlé précédemment. L'infiltration péritubulaire contribue peu à la rétention, mais facilite la diffusion du monomère dans la deuxième moitié de la zone déminéralisée [162].

3.2.2.2.2.2 Les interactions physico-chimiques

Le système adhésif établit des liaisons avec la phase organique (collagène) et/ou avec la phase minérale (sel de calcium) de la dentine en complément de la liaison micromécanique [146, 163, 164] :

- interactions avec le collagène : le réseau exposé n'est pas du collagène pur. Les fibrilles sont recouvertes de diverses molécules organiques, non collagéniques, très hydrophiles. Les monomères, pour établir un contact intime avec le collagène, sont en compétition avec l'eau.
  Cependant des liaisons collagène/monomères ont nettement été mises en évidence [163, 165, 166] ;

– interactions avec les éléments minéraux : prenons comme exemple le monomère MDP dont le groupement phosphate permet de se lier chimiquement à l'hydroxyapatite. Ce groupement anionique peut aussi se lier à une fonction amine cationique après mise à nu des fibrilles de collagène grâce à la déminéralisation. La région aliphatique hydrophobe peut elle aussi se lier avec le collagène.

3.2.2.2.3 Décalage entre le front de déminéralisation et l'infiltration

On observe avec les systèmes adhésifs à mordançage préalable que l'infiltration du primaire puis de la résine ne se fait pas toujours sur toute la hauteur déminéralisée.

Ce phénomène peut être à l'origine de sensibilités postopératoires et de l'atteinte de l'intégrité marginale de l'obturation sus-jacente. Dans les conditions cliniques, les fibrilles de collagène non protégées par la résine seront hydrolysées [167].

Plusieurs causes sont évoquées pour ce décalage : déminéralisation trop importante, infiltration non uniforme due parfois à des techniques d'application non conformes.

Le remplacement de l'eau par la résine n'est jamais idéal [168] en raison de la présence de solvant résiduel et du mouvement fluide du mélange hypertonique de comonomères [169]. Il en résulte une infiltration incomplète de la résine dans le réseau de fibrilles de collagène.

3.2.3 Systèmes adhésifs avec mordançage préalable et rinçage en deux temps

La simplification de ces systèmes a consisté à associer dans un même flacon, les éléments du primaire et ceux de la résine adhésive (figure 33), c'est-à-dire, des monomères hydrophobes, des monomères hydrophiles, des solvants, parfois des charges et bien sûr, des amorceurs de polymérisation.

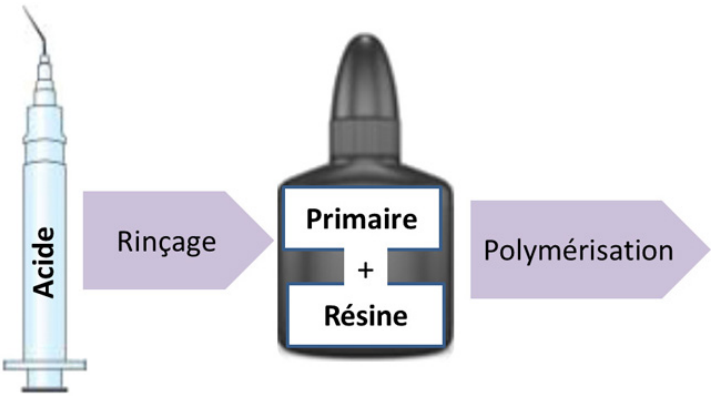


FIGURE 33 – Schématisation des étapes d'application des adhésifs avec mordançage et rinçage préalable en 2 temps. Adhésifs dits monocomposants

3.2.3.1 Mécanisme d'action

La présentation de ces adhésifs permet de supprimer l'étape intermédiaire de l'application du primaire.

Leurs solvants organiques (généralement alcool ou acétone) activent la pénétration du produit appliqué et facilitent l'évaporation de l'eau, lors du séchage. Le traitement ne comprend plus que deux séquences. Leur mise en œuvre est plus simple que celle des adhésifs à mordançage préalable en 3 temps, mais elle est en fait délicate.

L'obtention d'une dentine suffisamment humide mais pas trop avant l'application de l'adhésif est le point crucial de la mise en œuvre des adhésifs à mordançage préalable et rinçage à 2 étapes. Si la surface de la préparation est trop humide, de l'eau résiduelle sera incorporée à l'adhésif créant ainsi des défauts à l'interface. À l'inverse, un séchage de trois secondes suffit à induire un collapsus du réseau de collagène qui empêche la pénétration de l'adhésif. Il en résulte un hiatus à l'interface après polymérisation qui pourra entraîner des sensibilités postopératoires. La difficulté pour le clinicien est de trouver le bon degré d'humidité dentinaire procurant une pénétration optimale de l'adhésif. Malheureusement, il est très difficile de maîtriser cet état. Plusieurs techniques ont été proposées à cet effet : séchage à l'air progressif en se rapprochant de la préparation, élimination des excès par simple aspiration avec la canule salivaire, absorption des excès d'eau par tamponnement à l'aide de boulette de coton humide ou de "micro-brosses" ou, à l'inverse, séchage de la cavité à l'air comprimé suivi d'une réhydratation par tamponnement [170, 171]. Les adhésifs contenant de l'acétone sont considérés comme plus sensible à l'état d'humidité de la dentine que ceux qui contiennent de l'alcool.

Comme il n'est pas possible en pratique de conserver la dentine humide sans que l'émail ne le soit également, la première question à laquelle il convenait de répondre était l'aptitude des systèmes adhésifs à mordançage préalable et rinçage en 2 temps à adhérer à l'émail humide [172]. Plusieurs études conduites in vitro ont heureusement montré que ces systèmes, grâce aux agents de couplages amphiphiles et aux solvants qu'ils contiennent, collent aussi bien à l'émail humide qu'à l'émail sec [173, 174, 175].

3.2.3.2 Avantages et inconvénients

Ces systèmes adhésifs dont le protocole opératoire est simplifié ont les avantages propres aux systèmes adhésifs utilisant le mordançage total :

- Ils ont prouvé in vitro et in vivo leur efficacité en terme d'adhésion à l'émail et à la dentine [121].

Ils présentent également des avantages propres à leur évolution :

- Ces systèmes permettent un gain de temps en diminuant les étapes et les manipulations de produit.

- La stabilité des produits est globalement satisfaisante.
- L'évaporation du solvant est contrôlée si le conditionnement est en unidoses.
- L'application des produits est hygiénique, présente peu de risque de contamination croisée.
- Le praticien peut adapter la durée du mordançage au type de dentine considérée.

Ces systèmes adhésifs ont les inconvénients qui sont relatifs à la technique du mordançage total :

- ❍ Risque de déminéralisation de la dentine en profondeur et par la suite d'infiltration incomplète par le monomère de la zone déminéralisée [176].
- ❍ Nécessité d'un rinçage après le mordançage, avec comme conséquence difficulté du contrôle de l'humidité de surface de la dentine et risque d'induire un saignement.

Ces systèmes adhésifs présentent des inconvénients propres à la simplification du protocole :

- ❍ Dans de nombreux de ces systèmes, il est recommandé d'appliquer plusieurs couches d'adhésif, le gain de temps n'est donc pas évident.
- ❍ Technique plus sensible que pour les systèmes automordançants.
- ❍ Risque d'obtenir une couche d'adhésif trop fine.
- ❍ Peu de résultats cliniques à long terme.

Le principal problème du mordançage total est qu'il entraîne parfois et sans que ce soit contrôlable des sensibilités postopératoires alors que l'obturation est jugée de bonne qualité cliniquement et radiologiquement et que le praticien a bien respecté les recommandations de mise en œuvre. Cette sensibilité se retrouve que l'on utilise le mordançage total dans un protocole à deux ou trois produits. Ce phénomène s'explique par une infiltration incomplète de la dentine déminéralisée par la résine adhésive laissant à nu des tubuli permettant au fluide dentinaire de se déplacer selon la théorie hydrodynamique de Brânnstrôm. Pour lutter contre ce phénomène, on peut placer sur la surface mordancée un agent désensibilisant avant le promoteur d'adhésion et l'adhésif [177, 178].

3.3 Les systèmes adhésifs auto-mordançants

3.3.1 Principe

A la différence des systèmes avec mordançage total qui éliminent totalement la boue dentinaire, les systèmes adhésifs auto-mordançants déminéralisent partiellement la boue dentinaire et la dentine intacte, évitant le collapsus des fibres de collagène en les exposant sans protection. La boue dentinaire partiellement déminéralisée est incorporée dans la formation de la couche hybride (figure 34).

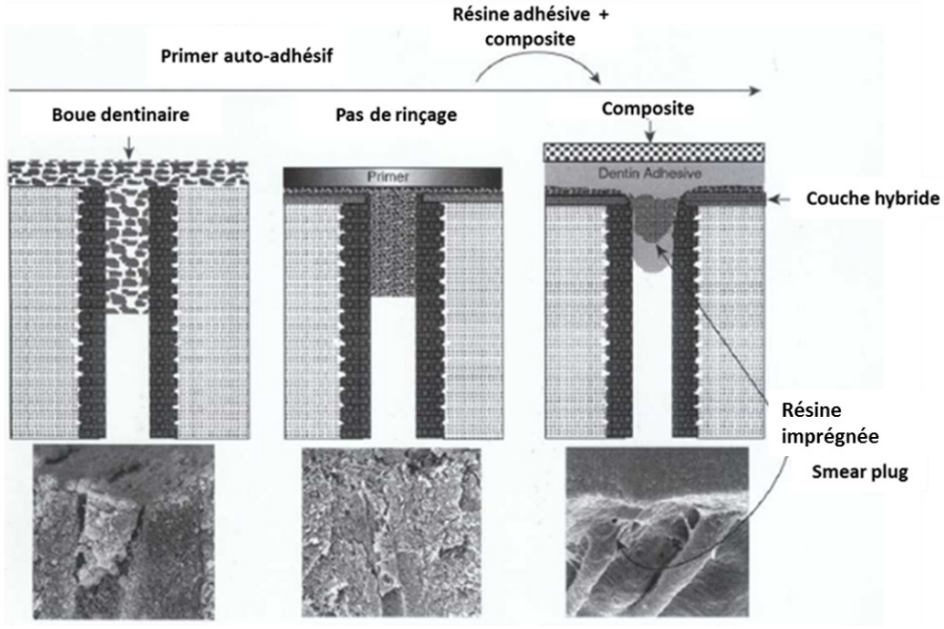


FIGURE 34 – Adhésion à la dentine utilisant un adhésif auto-mordançant [18].

Les systèmes auto-mordançants contiennent tous de l'eau. L'eau est nécessaire pour activer le potentiel d'ionisation de leurs monomères fonctionnels acides qu'ils contiennent.

Comme ils participent à la polymérisation, il n'y a donc pas de rinçage après leur application. Les monomères acides déminéralisent et infiltrent simultanément émail et dentine. Au niveau de la dentine, ils dissolvent en premier la phase minérale de la boue dentinaire avant d'attaquer superficiellement la dentine sous-jacente. Les ions calcium et phosphates passent en solution dans l'adhésif liquide. Les groupements carboxyles ou phosphates de certains monomères fonctionnels peuvent former des liaisons chimiques avec les phases d'hydroxyapatite dissoute, contribuant à une meilleure cohésion de la résine infiltrée après polymérisation et, probablement à une meilleure résistance à l'hydrolyse de cette zone [179]. La boue dentinaire n'est donc pas totalement éliminée mais infiltrée.

Après polymérisation, les constituants organiques de cette boue sont imprégnés par la résine de l'adhésif, ainsi que les fibres de collagène de la surface dentinaire traitée. La zone hybride contient donc à la fois les protéines de la boue et de la dentine. Comme le pH des monomères se situe dans la fourchette $0,8 – 2,5$, la couche hybride est de faible épaisseur (généralement inférieure à 2 mm) comparée à celle que l'on peut former après attaque à l'acide phosphorique qui est plus acide. Leur potentiel de déminéralisation est donc inférieur à celui d'un acide minéral à même concentration. Cela pourra être conséquent au niveau de l'émail mais au niveau dentinaire, leur acidité est généralement suffisante pour promouvoir la formation d'une couche hybride et de brides résineuses intra-tubulaires.

Il est clairement établi que l'adhérence à la dentine ne dépend pas de l'épaisseur de la couche hybride [180, 115, 181]. L'acidité des primaires des systèmes auto-mordançants peut être conséquente sur leur efficacité au niveau de l'émail et sur la durabilité des joints qu'ils forment. C'est pourquoi Van Meerbeek et coll. [130] distinguent les primaires et/ou adhésifs à caractère acide fort (pH<1) et ceux qui sont plus faiblement acides (pH>2) (figure 35).

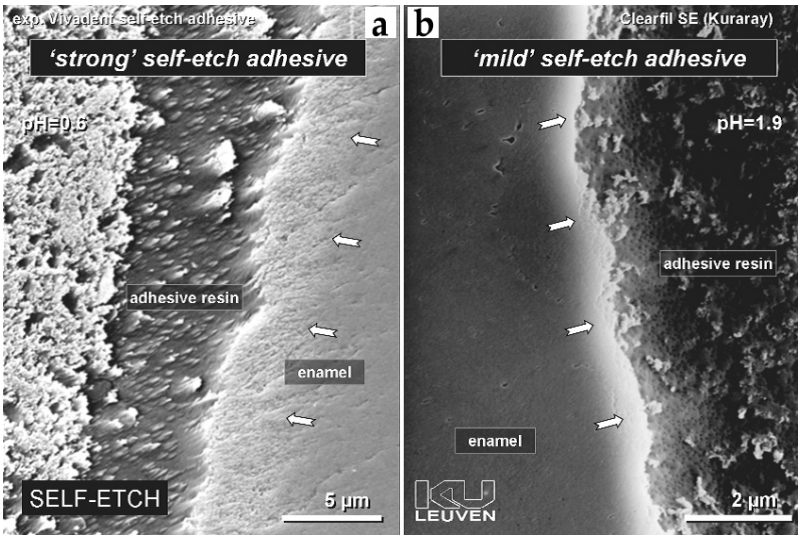


FIGURE 35 – Photomicrographies des interfaces résine-émail [130].

a : Application d'un adhésif auto-mordançant fort (strong)
b : Application d'un adhésif auto-mordançant faible (mild)

Cliniquement, le risque de trop déminéraliser, trop sécher ou trop hydrater la dentine est évité par l'élimination des phases de mordançage, rinçage et séchage [182]. La sensibilité post-opératoire est diminuée cliniquement car la décalcification dentinaire et la pénétration de l'acide et des monomères se produisent à la même profondeur [149].

Selon SANO [183], il n'y a pas de nano percolation car il n'existe pas de dentine décalcifiée qui ne soit pas hybridée par la résine.

3.3.2 Composition chimique

La structure générale d'un monomère d'adhésif auto-mordançant comprend (figure 36) :

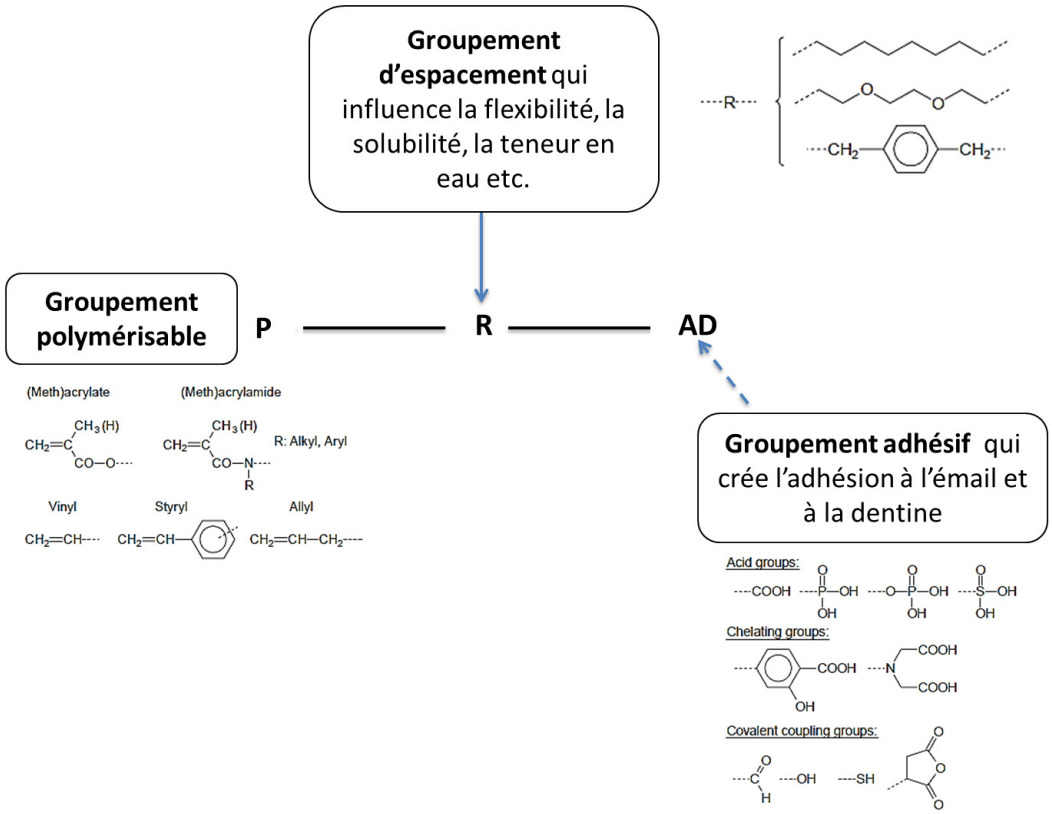


FIGURE 36 – Structure générale d'un monomère d'adhésif auto-mordançant avec des exemples pour chaque groupement [149].

- **un ou plusieurs groupements polymérisables :**
  - Ils réagissent avec les autres monomères de l'adhésif et le matériau de restauration par copolymérisation.
  - Les fonctions méthacrylates montrent une réactivité suffisante mais inférieure à celle des acrylates. Ces derniers sont en revanche plus toxiques. Les fonctions (meth)acrylamides améliorent la stabilité hydrolytique en condition acide. Les monomères allyl ont une faible tendance à l'homopolymérisation. S'ils sont mélangés à d'autres monomères, ils peuvent détériorer la polymérisation de tout le mélange.

- **un groupement d'espacement :**

  Il associe deux ou trois groupes polymérisables entre eux dans le cas de polymérisation en réseau, ou un groupe polymérisable avec un groupe adhésif ou fonctionnel dans le cas de monomères d'adhésif auto-mordançant ou de

co-monomères monofonctionnels. Il influence la flexibilité, la solubilité, la mouillabilité, la volatilité, la viscosité, la pénétrabilité de l'adhésif.

- **un groupement adhésif acide** qui crée l'adhésion à la dentine et à l'émail. Le potentiel des monomères acides augmente en fonction de l'acide :

  acide carboxylique < acide phosphonique < phosphate acide < acide sulfonique

  La majorité des systèmes adhésifs auto-mordançants implique une application en deux étapes : le conditionnement de la dentine et de l'émail par un promoteur (« primer ») auto-mordançant suivi de l'application d'une résine adhésive. Des systèmes monocomposants existent également. Leur composition contient [149] :

3.3.2.1 Monomères

Tous les monomères des adhésifs auto-mordançants doivent répondre aux exigences suivantes :

- ✓ ne pas être cytotoxiques, mutagéniques ni carcinogéniques, avec ou sans activation métabolique ;
- ✓ présenter un fort taux de radicaux libres pour homo- ou co-polymériser avec les autres monomères de l'adhésif ;
- ✓ avoir une solubilité optimale, c'est-à-dire être miscible en solution aqueuse, d'acétone ou d'éthanol et avec les autres monomères et additifs ;
- ✓ être suffisamment stables tant sous forme de monomère (pour éviter toute polymérisation prématurée, toute dégradation par l'oxygène, la chaleur, la lumière et l'eau durant leur conservation) que de polymère ;
- ✓ présenter un degré d'absorption d'eau minimal afin de ne pas dégrader la résistance mécanique de la couche adhésive ;
- ✓ présenter une faible contraction de polymérisation.

Les monomères peuvent être divisés en trois groupes principaux selon leurs fonctions [149] :

3.3.2.1.1 Monomères adhésifs auto-mordançants

Ils contiennent du phosphore (acide phosphonique, phosphate acide) et sont capables de mordancer émail et dentine. Ils favorisent la diffusion du monomère dans la dentine conditionnée. C'est le cas du MDP (methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) par exemple. Notons que le MDP en solution aqueuse n'est pas stable sur le plan de l'hydrolyse s'il est conservé à température ambiante pendant des semaines [184] : il doit donc être conservé au réfrigérateur.

Stabilité en phase aqueuse : Afin d'améliorer l'instabilité hydrolytique des phosphates de méthacrylate, des AEPA (acrylic éther phosphonic acid) ont été synthétisés. Ces acides phosphoniques se dissolvent bien dans l'eau, l'acétone ou l'éthanol. Une solution à 20% d'acide phosphonique en poids montre un pH < 2. Cette acidité permet à ces monomères de mordancer l'émail ou la dentine, selon un modèle similaire à celui obtenu par les gels mordançants à 35% d'acide phosphorique.

3.3.2.1.2 Monomères de réticulation

Les diméthacrylates de réticulation sont utilisés pour générer la formation d'un réseau :

- Le taux de polymérisation est augmenté.
- Les propriétés mécaniques d'un réseau polymère sont améliorées par comparaison avec un polymère linéaire.
- La couche adhésive ainsi obtenue n'est pas soluble dans l'eau et le degré d'absorption d'eau diminue avec l'augmentation du taux de réticulation.

Les diméthacrylates de réticulation les plus connus, employés dans les adhésifs amélo-dentinaires, sont [149] :

- 2,2-bis [4-(2-hydroxy-3-methacryloyloxypropyl) phenyl] propane (**Bis-GMA**)
- 1,6-bis-[2-methacryloyloxyethoxycarbonylamino]-2,4,4-trimethylhexane (**UDMA**)
- Glycerol dimethacrylate (**GDMA**)
- Triethyleneglycol dimethacrylate (**TEGDMA**)

Ils présentent des propriétés différentes en termes de viscosité, polarité, solubilité dans l'eau, contraction de polymérisation, formation de film, réactivité : le Bis-GMA montre une forte réactivité mais une viscosité élevée et une faible solubilité dans l'eau. En revanche, le TEGDMA et le GDMA se caractérisent par une basse viscosité et une meilleure solubilité dans l'eau.

Malheureusement, tous ces diméthacrylates sont rapidement hydrolysés en solution acide aqueuse et se dégradent. Ils ne peuvent donc pas être utilisés dans la préparation d'adhésifs mono-composants à base d'eau qui restent stables à température ambiante. Les carbamides sont plus stables que les esters ; ils sont utilisés comme agent de réticulation dans les gels de polyacrylamide mais sont solides et présentent une faible solubilité dans l'eau [149].

Stabilité en phase aqueuse : de nouveaux bis(acrylamides)s (comme par exemple le DEBAAP : N,N'-diethyl-1,3-bis(acrylamido)-propane) sont synthétisés : liquides et solubles dans l'eau et l'éthanol, ils montrent une stabilité à l'hydrolyse augmentée [185]. Ces nouvelles molécules peuvent se substituer au TEGDMA ou au GDMA dans les adhésifs monocomposants auto-mordançants à base d'eau, contenant des acides forts acryliques et phosphoniques. Cette substitution autorise la conservation de ces adhésifs à température ambiante pendant deux ans.

3.3.2.1.3 Co-monomères monofonctionnels additionnels

Ces méthacrylates non-acides influencent les propriétés du liquide adhésif en terme de miscibilité, viscosité, mouillabilité, réactivité de polymérisation, pénétration du monomère, mais aussi les propriétés de la couche adhésive polymérisée (solide) comme sa résistance mécanique, l'absorption d'eau, la stabilité face aux dégradations hydrolytiques ou enzymatiques.

Parmi ces méthacrylates, comme pour les adhésifs à mordançage total, l'**HEMA** (2-hydroxyethylmethacrylate) est le monomère le plus couramment employé. Il est soluble dans l'eau, de basse viscosité. Il améliore la miscibilité et la solubilité des composants adhésifs polaires et non-polaires, ainsi que la mouillabilité du liquide adhésif sur les tissus dentaires. L'HEMA stabilise le réseau de fibrilles de collagène et améliore la perméabilité dentinaire et la diffusion des monomères [4]. Cependant, il n'est pas stable d'un point de vue hydrolytique.

Un fort volume de monomère monofonctionnel dans l'adhésif diminue son taux de polymérisation, ce qui peut provoquer une moindre densité de réticulation dans la couche d'adhésif polymérisé avec un collage de moins bonne qualité, en particulier après conservation et gonflement dans l'eau.

Stabilité en phase aqueuse : Ces monomères monofonctionnels, et en particulier l'HEMA, sont substitués par des (meth)acrylamides pour améliorer leur stabilité face à l'hydrolyse dans les adhésifs monocomposants auto-mordançants à base d'eau. Il s'agit par exemple de HMAM (N-methylolacrylamide) ou de HMMAM (N-methylolmethylacrylamide) [149].

3.3.2.2 Systèmes initiateurs

Les adhésifs, les composites et les ciments résines, peuvent être photopolymérisés. La polymérisation peut également être initialisée par un couple oxydo-réducteur.

Le problème intrinsèque aux adhésifs auto-mordançants est la réaction acide-base des monomères acides avec les fonctions amines souvent employées dans les systèmes initiateurs, comme par exemple le système camphorquinone/amine dans les adhésifs photopolymérisants ou le système amine/peroxyde dans les adhésifs

chémopolymérisants. Dans tous les cas, la concentration en amine responsable de l'initiation de la polymérisation diminue. Comme la réaction acide-base résulte d'un équilibre entre les formes protonisées et non protonisées des fonctions amine et acide, la concentration en amine doit être ajustée précisément à la concentration en acide dans les auto-mordançants.

3.3.2.3 Solvants

Pour obtenir une mouillabilité suffisante du substrat humide dentinaire, les adhésifs doivent être hydrophiles. La décalcification de l'émail et de la dentine, et la suppression de la boue dentinaire sont des processus ioniques : les monomères acides chélatent les ions calcium et une partie des fibres de collagène sont solubilisées ou hybridées [186].

L'**eau** est nécessaire à ces processus ioniques : les auto-mordançants ou les promoteurs sont donc à base d'eau.

A la différence des adhésifs nécessitant un mordançage total, les auto-mordançants avec leur contenu aqueux ne montrent pas la même sensibilité au degré d'hydratation de la dentine [187]. Cependant, un excès d'eau peut diminuer le contenu en monomères adhésifs au sein du réseau collagénique et interférer avec la polymérisation, ce qui pourrait résulter ensuite en une densité de réticulation moindre dans la couche hybride [188].

Des co-solvants comme l'**éthanol** sont ajoutés aux adhésifs auto-mordançants, ce qui forme un mélange azéotrope (*a* privatif, du grec *zêin* bouillir et *tropos* action de tourner : se dit d'un mélange liquide qui bout à température fixe en gardant une composition fixe) avec l'eau et permet d'accélérer la déshydratation au moyen d'une seringue à air. Toutefois, une déshydratation excessive nuit aux propriétés mécaniques du substrat dentinaire.

Si le co-solvant est de l'**acétone**, plus volatil que l'éthanol, une séparation des phases et une précipitation des composants adhésifs peuvent se produire. Durant l'évaporation du solvant, le ratio eau-acétone est modifié [149].

3.3.2.4 Additifs

3.3.2.4.1 Charges

Les nouveaux systèmes auto-mordançants ne contiennent qu'une petite quantité de charges. Les charges de silice sont souvent employées comme épaississant pour augmenter la viscosité et obtenir une épaisseur adéquate du film adhésif, limitant le risque de polymérisation incomplète liée à l'inhibition par l'oxygène [189]. Certaines charges sont utilisées pour leurs propriétés à relarguer des ions fluor ou pour leur radio-opacité.

3.3.2.4.2 Colorants et agents anti-microbiens

Des colorants intégrés dans des systèmes à deux composants permettent au clinicien de vérifier l'homogénéité du mélange et de visualiser la zone couverte d'adhésif.

Les agents anti-microbiens assurent le scellement biologique de la restauration, évitant la pénétration bactérienne par des micro-vides entre l'obturation et la dent. Les auto-mordançants intégrant la boue dentinaire, incorporent aussi les microbes qu'elle contient.

Plusieurs études ont montré leurs propriétés anti-microbiennes, qui peuvent s'expliquer par leur pH bas [190] mais aussi pour certains par l'intégration dans leur composition de glutaraldéhyde, dont l'effet persiste car il n'est pas polymérisé dans la matrice de l'adhésif.

3.3.3 Mécanisme d'adhésion

3.3.3.1 Systèmes adhésifs auto-mordançants en deux temps

Pour ces systèmes, on applique en premier un primaire acide. C'est ce que les anglo-saxons appellent le "selfetching primer". Ce produit est l'alternative à l'attaque à l'acide phosphorique. Il déminéralise et infiltre simultanément les tissus dentaires calcifiés.

Pour que sa diffusion en profondeur soit efficace, il doit agir pendant un temps minimum (20 à 30 secondes selon les produits). Après évaporation de l'eau qu'il contient par séchage, il est recouvert d'une résine dont la majeure partie des composants est hydrophobe. C'est généralement une résine classique très similaire à celle des adhésifs à mordançage préalable à 3 étapes (figure 37).

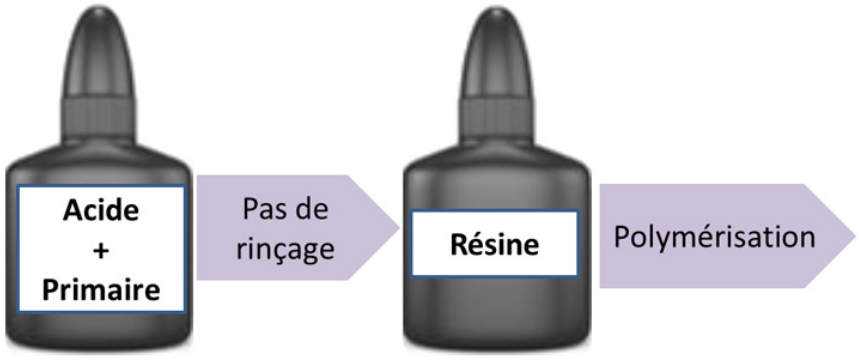


FIGURE 37 – Schématisation des composants d'un adhésif auto-mordançant en deux temps

Rappelons que la polymérisation des esters méthacryliques est une réaction hydrophobe qui est inhibée par l'eau et l'oxygène. Cette deuxième couche permet d'obtenir une co-polymérisation efficace avec la matrice des composites. Elle peut également contribuer à dissiper les contraintes du retrait de polymérisation composites et les colles chimio-polymérisables ou duales [191].

3.3.3.2 Systèmes adhésifs auto-mordançants en un seul temps

Ces systèmes combinent avec un seul produit les rôles de mordançage, primaire et adhésif. Les anglo-saxons les nomment "all-in-one" soit, tout en un. Leur avantage apparent est de simplifier la procédure clinique du collage (figure 38).



FIGURE 38 – Schématisation des composants d'un adhésif auto-mordançant en un seul temps

Outre cet aspect ergonomique, la réduction des séquences opératoires limite potentiellement le risque d'erreur de manipulation que l'on peut faire à chaque étape du collage. Toutefois, ces produits associent nécessairement de l'eau, des monomères hydrophiles, des solvants et des monomères hydrophobes. La coexistence de ces constituants dans une solution homogène ne peut se faire que dans des limites critiques de composition. Ils peuvent être sujet à séparation de phase lors de leur procédure d'application surtout si l'évaporation de l'eau qu'ils contiennent n'est pas suffisante.

3.3.4 Avantages et inconvénients

Les systèmes adhésifs auto-mordançants présentent certains avantages :

- La déminéralisation de la dentine et son infiltration par la résine se faisant de façon simultanée, la zone déminéralisée est donc entièrement pénétrée par le monomère formant ainsi une couche hybride continue. Les risques de former des lacunes sont diminués.
- L'absence de zone de lacune à l'entrée des tubuli a pour conséquence de supprimer les risques de sensibilités dentinaires post opératoires [121].

- L'étape de rinçage est supprimée, le problème de balance hydrique est résolu ainsi que celui du saignement.

L'efficacité des monomères acides permet de former des brides résineuses dentinaires suffisamment importantes.

Avec ces systèmes, l'épaisseur de la couche hybride est réduite à 0.5 à 1 μm et elle est jugée de très bonne qualité [131] puisque les monomères acides polymérisables atteignent nécessairement le front de déminéralisation. C'est une condition nécessaire à l'étanchéité immédiate et, à terme, du joint dentine-adhésif (figure 39). C'est un avantage par rapport aux systèmes réclamant un pré-mordançage à l'acide phosphorique, où la déminéralisation est souvent plus profonde que l'infiltration de la résine adhésive, ce qui est source d'infiltrations des fluides buccaux et de sensibilités post-opératoires.

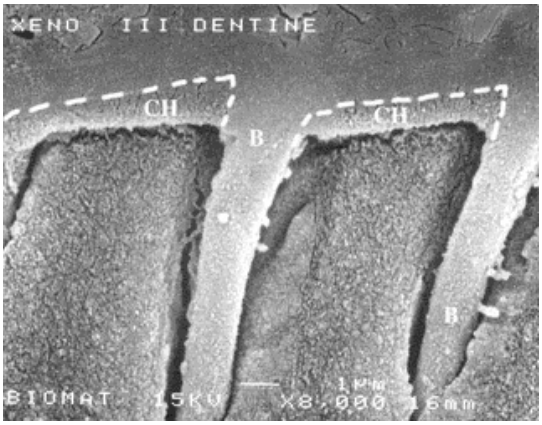


FIGURE 39 – Interphase dentine adhésif auto-mordançant à 1 étape observée en microscopie électronique à balayage. On retrouve les 2 éléments de l'adhésion à la dentine : les brides de résine et la couche hybride. Cette dernière est de plus faible épaisseur que celle qu'on observe après mordançage à l'acide phosphorique [107].

En fait, l'adhésion des auto-mordançants dépend de la nature de la couche de boue dentinaire formée lors du fraisage. L'épaisseur de la boue dépend du type de fraise employé. Elle est de 1 mm après préparation avec des fraises diamantées ultrafines et peut atteindre 2,8 mm avec des instruments à gros grains [181]. L'influence de cette épaisseur est controversée dans la littérature. Certains auteurs ont noté une diminution de l'adhérence de certains systèmes auto-mordançants lorsque l'épaisseur de la boue augmentait [192, 193, 194]. D'autres, à l'inverse, ont montré que les systèmes auto-mordançants étaient capables de former une couche hybride, quelle que soit l'épaisseur de la boue dentinaire [181, 195]. Cette absence de consensus est probablement liée à la différence d'agressivité des systèmes adhésifs testés dans ces expérimentations. Il semble toutefois prudent de conseiller aujourd'hui une finition des préparations avec des instruments à grains fins lorsque l'on emploiera un auto-mordançant.

Les systèmes adhésifs auto-mordançants présentent néanmoins des inconvénients :

- L'adhésion à l'émail :

  La qualité de l'adhésion à l'émail des systèmes auto-mordançants est un sujet encore très discuté. La plupart des auteurs d'anciennes publications s'accordent sur un point : les faciès d'attaque générés par les systèmes auto-mordançants sur l'émail apparaissent moins rétentifs que ceux procurés par l'acide phosphorique (figure 40). Sur un émail, non préparé (non fraisé), les les systèmes auto-mordançants présentent de faibles valeurs d'adhérence [196, 115, 197, 198].

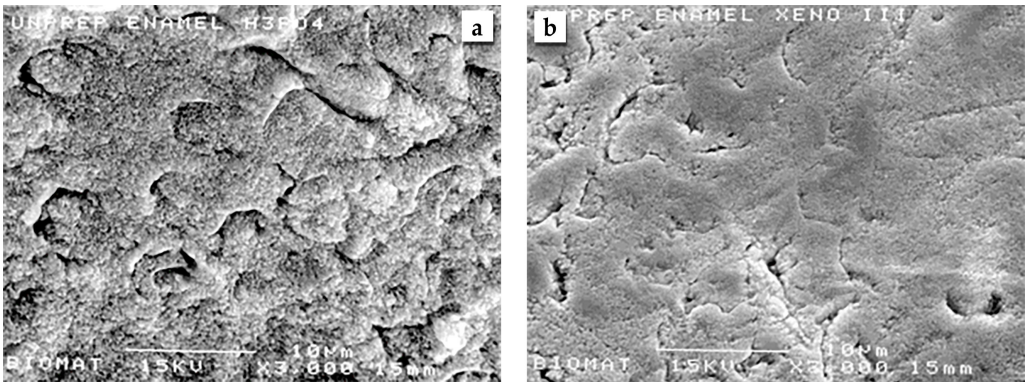


FIGURE 40 – Micrographies électroniques de l'émail d'une dent non préparée. Cette dent a été mordancée sur une partie à l'acide phosphorique (a) et sur une autre zone avec un système auto-mordançant (b). Les deux reliefs apparaissent assez peu rétentifs [107].

L'attaque à l'acide phosphorique (a) génère toutefois des microrugosités plus favorables à l'ancrage que l'attaque par l'adhésif auto-mordançant (b).

Plus tard, d'autres auteurs [199] ont montré que certains adhésifs auto-mordançants, contenant particulièrement des dérivés de phosphate comme monomères, possèdent le même potentiel acide sur l'émail que les systèmes adhésifs à mordançage préalable.

- Les résidus issus de la déminéralisation de la boue dentinaire comportant des bactéries sont englobés dans la couche hybride aussi se pose la question de l'innocuité de ces éléments.

- L'incompatibilité des systèmes adhésifs acides avec les colles et les composites chémo-polymérisables est un autre problème [200]. Cette incompatibilité est expliquée par le fait que les composites chémo-activables ont une polymérisation amorcée par un radical libre. Le radical libre est classiquement formé lors du mélange base-catalyseur par la réaction d'un peroxyde contenu dans le produit de base, avec une amine tertiaire, contenue dans le catalyseur. Les composés acides de la couche superficielle de l'adhésif, dont la prise est inhibée par l'oxygène de l'air, réagissent avec les amines tertiaires du composite (réaction acide-base). La réaction de chémo-polymérisation est alors

désactivée. La présence de 2 à 4 % de monomères acides suffit à inhiber la chémo-polymérisation [201]. Les industriels cherchent à apporter une solution à ce problème en proposant des versions duales de leur système adhésif. Ces versions impliquent de mélanger l'adhésif avec une solution complémentaire qui contient du sulfino-benzoate de sodium. L'emploi de ces co-initiateurs est particulièrement indiqué pour les restaurations adhésives de la dent dépulpée et, d'une manière plus générale, pour toutes les opérations de collage (inlays, facettes) réalisées avec une colle duale.

3.4 Les systèmes adhésifs universels

Récemment, une nouvelle famille de systèmes adhésifs a été introduite. Le début de leur commercialisation a eu lieu en 2011.

Ces systèmes sont appelés adhésifs **universels**, adhésifs **à procédure variable** ou **multimodes**.

Ces produits donnent au praticien la possibilité de choisir librement la manière de traiter les tissus dentaires selon la situation clinique. Ils peuvent être donc appliqués avec un mordançage total ou en auto-mordançant sans problème d'hypersensibilité et de réduction de la force d'adhérence en cas d'application d'acide phosphorique sur la dentine.

3.4.1 Définition d'un adhésif universel

Il n'existe pas encore dans la littérature de définition officielle de ce qu'est un adhésif universel [202].

La description donnée par les fabricants et certains dirigeants est : un adhésif idéal, conditionné généralement en un seul flacon, qui peut être utilisé avec mordançage préalable ou en auto-mordançant en fonction de la situation clinique présente et des préférences personnelles du praticien [203].

Cette définition ne doit pas confondre les adhésifs universels avec les adhésifs auto-mordançants en un seul flacon appelés adhésifs tout-en-un (all-in-one).

3.4.2 Propriétés générales des adhésifs universels

Les adhésifs universels ont comme propriétés supplémentaires à celles des adhésifs auto-mordançants tout-en-un [204] :

- Conditionnement dans une seule bouteille ;

- Absence de mélange ;
- Possibilité d'utilisation avec ou sans mordançage acide selon la condition clinique et les préférences de l'opérateur ;
- Utilisation pour les restaurations directes et indirectes ;
- Compatibilité avec les ciments résineux autopolymérisables, photopolymérisables et duals ;
- Utilisation comme amorce adhésive sur des matériaux comme la zircone, les métaux nobles et non précieux, les composites et divers types de céramique à base de silice (cela permet en théorie de ne pas devoir passer par l'étape de silanisation).

3.4.3 Composition chimique

Comme tout système adhésif, un adhésif universel est composé d'un agent de conditionnement acide, un primaire et une résine de collage.

Plusieurs monomères fonctionnels spécifiques et synergiques sont utilisés dans la composition chimique des adhésifs universels. On retrouve comme formule de base :

Des monomères acides fonctionnels, Des méthacrylates comme le 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA), Bis glycidyl methacrylate (Bis-GMA), l'eau, des solvants (éthanol ou acétone) et des photo-initiateurs (Comphorquinone).

3.4.3.1 Les monomères fonctionnels

La plupart des adhésifs universels utilisent des esters de phosphate (R-O-PO_3H_2) comme monomère fonctionnel primaire ; ces esters de phosphate forment la colonne vertébrale des systèmes adhésifs actuels. Ils ont de nombreuses caractéristiques importantes comme la capacité de se lier chimiquement aux métaux [205], à l'oxyde zirconium [206], aux tissus dentaires par la formation de sels de calcium insolubles [207].

L'ester de phosphate le plus utilisé est le phosphate de 10-méthacryloxydécyle dihydrogène aussi connu sous le nom de 10-MDP. Il a été synthétisé pour la première fois dans les années 80 au Japon par les chimistes de Kuraray.

Le 10-MDP est un monomère fonctionnel amphiphile comportant deux extrémités (figure 41) : une extrémité comportant un groupe méthacrylate hydrophobe capable de se lier chimiquement avec les matériaux de restauration et ciments résineux et une extrémité hydrophile phosphate qui se lie chimiquement aux tissus dentaires, les métaux et la zircone. Il présente un coefficient de partage de 4,1 (rapport des activités

chimiques d'un soluté entre deux phases, c'est-à-dire mesure du caractère hydrophobe ou hydrophile d'un produit), ce qui fait de lui le plus hydrophobe de tous les monomères utilisés. Ce caractère est en grande partie dû à son squelette carboné central [208] qui lui confère une stabilité en solution, une bonne résistance à l'hydrolyse et procure une bonne longévité à l'adhésif.

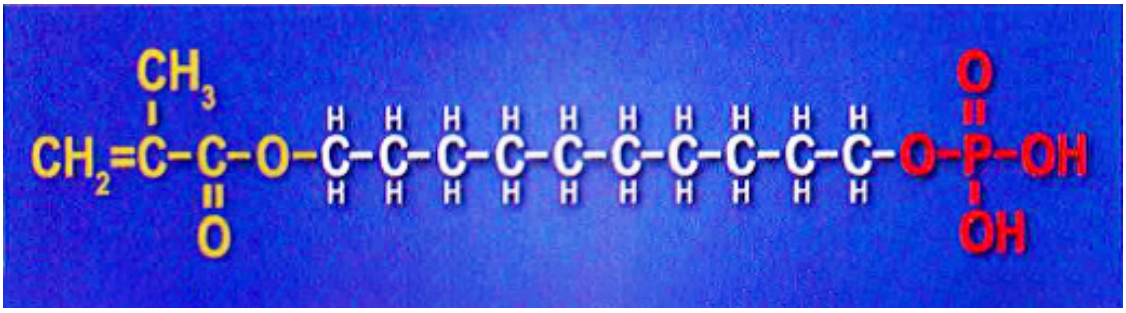


FIGURE 41 – Le monomère 10-MDP utilisé dans plusieurs adhésifs universels. Le groupement phosphate (en rouge) est capable de se lier aux tissus dentaires et à plusieurs matériaux, le groupement méthacrylate (en doré) est capable de se lier chimiquement avec les matériaux de restauration et ciments résineux [202].

Le MDP présente plusieurs avantages à savoir son adhésion chimique avec le métal [200], la zircone [209] et les tissus dentaires par la formation de sels du calcium non solubles après sa réaction avec l'hydroxyapatite ($Ca_{10}(PO_4)6(OH)_2$) [210, 211].

Les sels MDP-calcium sont stables et se déposent sur eux-mêmes formant des nano-couches de degrés différents en fonction du système adhésif [212, 213]. Ce type d'interaction moléculaire et d'auto-organisation, associé à la nature hydrophobe du 10-MDP polymérisé, peut expliquer l'efficacité de ce monomère dans la création d'interface résistante à la biodégradation [212]. Le brevet du 10-MDP qu'avait Kuraray a expiré en 2003 et d'autres fabricants ont commencé à exploiter le potentiel du monomère.

Une autre interaction chimique concomitante peut se produire entre le radical R-COO- du copolymère polyalkénoate contenu dans certains adhésifs et le calcium de l'hydroxyapatite [214].

En plus du 10-MDP, d'autres esters phosphate sont utilisés comme alternatifs. On retrouve le PENTA-P (dipentaerythritol penta acrylate monophosphate) et le GPDM (glycero-phosphate dimethacrylate).

3.4.3.2 L'eau

L'eau contenue dans les adhésifs universels est nécessaire à la dissociation des monomères acides pour permettre le mode auto-mordançant. Cependant, un excès d'eau dégrade la chimie de ces adhésifs, contribue à la séparation des monomères, réduit leur durée de vie et rend leur évaporation incomplète [215, 149].

3.4.3.3 Les solvants

L'eau résiduelle après l'étape du séchage résulte en une polymérisation incomplète de l'adhésif augmentant ainsi l'hydrolyse qui compromet l'intégrité de l'interface. L'ajout d'éthanol et d'acétone permet un meilleur mouillage de la résine et une infiltration des tissus dentaires plus performante. Cet ajout permet également l'évaporation de l'eau lors de la phase de séchage.

3.4.3.4 Les monomères hydrophiles et hydrophobes

Comme pour les autres adhésifs, les adhésifs universels contiennent à la fois des monomères hydrophiles et hydrophobes qui fonctionnent en synergie. L'un des principaux problèmes de ces systèmes adhésifs réside dans les monomères hydrophiles. Tay et Pashley [216] démontrent que ces groupements facilitent l'interaction avec les tissus dentaires mais qu'ils sont, sur le long terme, un facteur déclenchant de l'hydrolyse de l'interface adhésive et de la sorption d'eau. Ce phénomène de membrane semi-perméable [217] pour qualifier l'interface adhésive avait déjà été démontré pour certains auto-mordançants.

Un adhésif dentinaire « idéal » doit être, dans un premier temps, hydrophile dès son application (pour faciliter l'interaction avec la dentine) mais qui devient hydrophobe une fois polymérisé (pour empêcher la sorption d'eau). C'est exactement le mode de fonctionnement des adhésifs avec mordançage préalable en 3 temps ou les auto-mordançants à 2 étapes avec l'utilisation d'un primaire hydrophile qui est ensuite recouvert par une résine hydrophobe. Les chimistes devront donc mettre au point un mélange de monomères hydrophiles et hydrophobes qui, une fois polymérisé, formerait une interface adhésive hydrophobe. Ils devront donc trouver le juste équilibre entre hydrophilie et hydrophobie.

Hydrolyse : Destruction d'une substance chimique par l'eau

Sorption d'eau : Expression de la quantité d'eau qui est adsorbée à la surface d'un corps et de celle absorbée à l'intérieur de ce même corps

Hydrophilie : Affinité d'une substance pour l'eau, ou aptitude à être mouillé par l'eau sans être dissous

Hydrophobie : En chimie et en physique, une substance est dite hydrophobe (« qui n'aime pas l'eau ») quand elle repousse l'eau ou est repoussée par l'eau.

Ainsi, les adhésifs sont formés d'un mélange de produits comme le Bis-GMA (hydrophobe) et l'HEMA (hydrophile) pour assurer une bonne balance.

L'HEMA (figure 42) se retrouve d'ailleurs dans la majorité des systèmes adhésifs de par son extrême solubilité dans l'eau, l'acétone, l'alcool et par sa capacité à infiltrer la dentine et donc à former une couche hybride [218, 219]. Elle améliore la stabilité et aide à mettre les monomères hydrophiles et hydrophobes en solution pour diminuer leur séparation en présence d'eau [218, 188, 220].

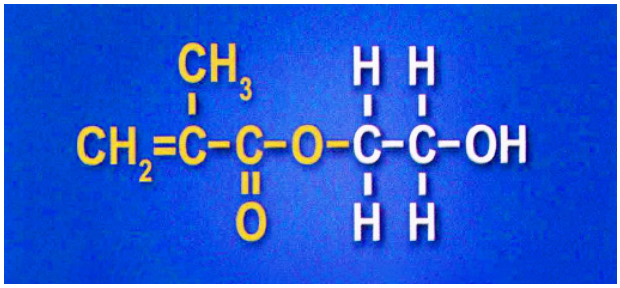


FIGURE 42 – Le monomère HEMA comportant un groupement méthacrylate (en doré) et un groupement hydroxyl (-OH) capable de former une liaison hydrogéne [202].

Cependant, un HEMA non durci et non polymérisé absorbe de l'eau, entrainant l'hydrolyse de l'interface adhésive [221, 219, 222]. A de fortes concentrations [223], l'HEMA rend plus difficile l'évaporation de l'eau lors de l'étape de séchage et donc entraine une couche hybride de moins bonne qualité.

Les concentrations de l'HEMA utilisées dans les adhésifs universels diffèrent d'un fabricant à un autre, dans le but d'optimiser la concentration idéale pour profiter de ses avantages tout en réduisant ses propriétés indésirables.

3.4.3.5 D'autres composants

D'autres composants sont ajoutés dans la composition chimique des adhésifs universels, en plus des photo-initiateurs (Comphorquinone). Citons comme exemple les inhibiteurs de la matrice métalloprotéinase.

La chlorhexidine à 0,2% est ajoutée pour supprimer l'activité de l'enzyme métalloprotéinase, augmenter la durabilité de l'adhésif, coller aux verres de baryum et augmenter les forces de liaison [224].

3.4.4 pH des adhésifs universels

Le pH des adhésifs universels varie entre 2,2 et 3,2, ce qui en fait des adhésifs à caractère acide léger si pH > 2 ou à caractère acide très léger si pH > 2,5 [130, 225]. Les adhésifs dans cet intervalle d'acidité sont efficaces sur la dentine mais pas assez sur l'émail [197, 226].

Pendant que des études in vitro ont démontré des valeurs d'adhésion acceptables de quelques systèmes adhésifs sur l'émail non mordancé [227], les résultats sont équivoques dans la littérature [228, 229].

Les recommandations et les préférences personnelles des auteurs dictent l'utilisation des adhésifs universels seulement avec un mordançage sélectif ou avec mordançage total quand l'émail est présent pour assurer une adhésion à long terme. Dans le cas des restaurations de recouvrement, quand il existe peu ou pas d'émail, le mode auto-mordançant est préférable.

Il existe aussi une directe corrélation entre le pH et la compatibilité ou non des adhésifs universels avec les composites à durcissement auto ou dual ou les ciments à base de résine. Plus l'adhésif est acide, moins il est compatible [230]. Cela est dû à l'inactivation acide des amines aromatiques tertiaires qui ont un rôle crucial dans la polymérisation de la plupart des matériaux.

Pour remédier à ce problème, plusieurs adhésifs universels nécessitent l'addition d'un activateur séparé (arylsulfinate) lorsqu' ils sont utilisés avec des ciments auto ou duals.

Dans le cas des systèmes à deux produits, ils ne nécessitent pas d'activateurs du fait qu'il est déjà incorporé dans l'un des composants.

3.4.5 Formation des interfaces tissus dentaires-adhésif universel

Les interfaces tissus dentaires-adhésif universel ont été étudiées selon les deux protocoles d'utilisation avec et sans mordançage préalable.

3.4.5.1 Formation de l'interface émail – adhésif universel

L'interface émail-adhésif universel diffère en fonction de l'application préalable ou non de l'acide phosphorique.

Dans son étude, de Goes [231] a analysé la morphologie interfaciale émail/adhésif au microscope électronique à balayage selon les deux modes d'application de l'adhésif.

Dans le mode auto-mordançant, aucune discontinuité n'a été observée entre l'émail et l'adhésif. Cependant, il n'y avait aucune formation de tags résineux à l'interface. Une légère déminéralisation discontinue et une infiltration de l'adhésif ont été observées, montrant que l'adhésif adhère à la surface de l'émail pur (figure 43).

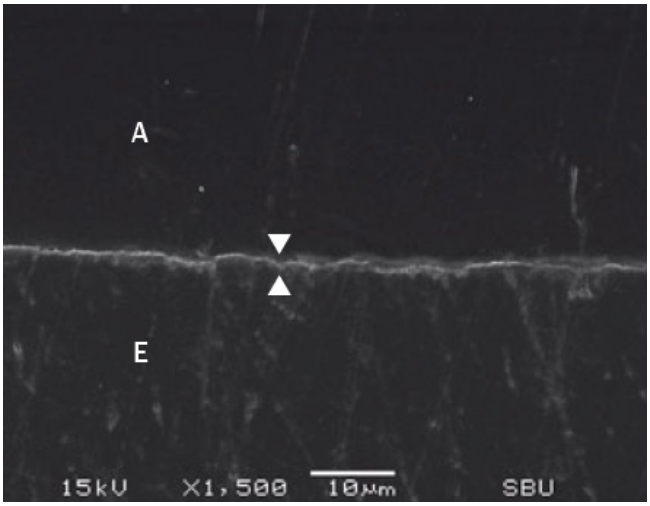


FIGURE 43 – L'ultrastructure de l'interface, émail non mordancé-adhésif universel, observée au microscope électronique à balayage. A : Adhésif, E : Email [231].

Lorsque l'émail est mordancé, l'application du même adhésif universel résulte en une interface montrant une légère infiltration de la résine dans l'émail et la formation de tags (figure 44). Cela signifie l'existence d'une adhésion micromécanique. Ces observations ont été aussi constatées dans d'autres études microscopiques [232, 233].

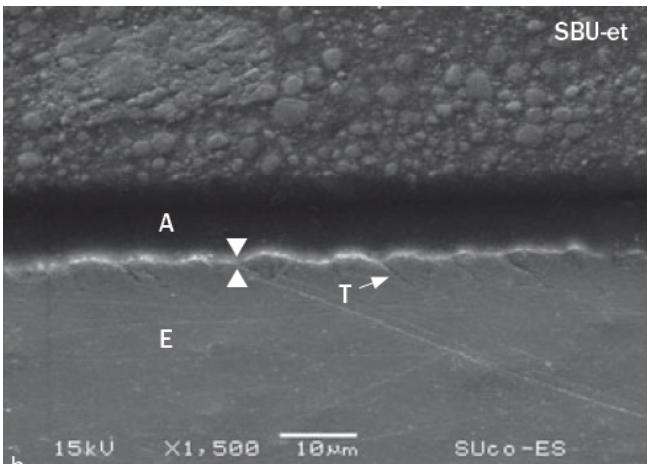


FIGURE 44 – L'ultrastructure de l'interface, émail mordancé-adhésif universel SBU, observée au microscope électronique à balayage. A : Adhésif, E : Email, T : Tags [231].

3.4.5.2 Formation de l'interface dentine – adhésif universel

Plusieurs études in vitro [234, 232, 235, 236, 237, 238, 239, 240] ont pu observer l'interface dentine-adhésif selon les deux modes avec et sans mordançage préalable.

Selon les observations microscopiques des interfaces formées après application de cinq adhésifs universels, Chen et collaborateurs [240] précisent qu'il existe la formation d'une couche hybride où l'épaisseur varie selon le protocole d'application de l'adhésif et son acidité. Ainsi, ils distinguent : en mode auto-mordançant, l'épaisseur de la couche hybride est faible et varie de $0,5$ µm (adhésif à caractère acide faible) à $0,2$ µm (Adhésif à caractère acide très faible). En mode à mordançage total, la couche hybride a une épaisseur plus importante ($5 – 6$ µm).

Des résultats semblables ont été présentés par Wagner et coll [238], La couche hybride était quasiment inexistante quand la dentine n'est pas mordancée, aucune infiltration résineuse n'a été détectée (figure 45).

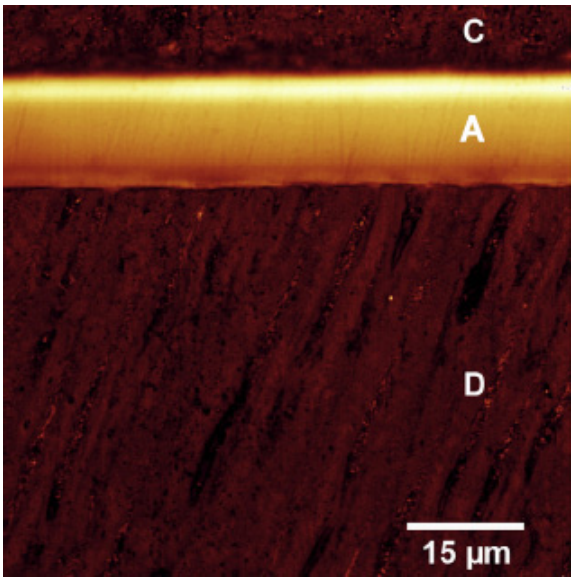


FIGURE 45 – Interface, dentine non mordancée-adhésif universel, observée au microscope à balayage laser confoncal. AL : Adhésif, C : Composite, Dentine [238].

Avec un mordançage préalable, l'application du même adhésif universel entraine la formation d'une couche hybride d'une épaisseur moyenne de $2 – 4$ µm avec de longs tags de résine (> 50 µm) bien identifiés (figure 46). Ces résultats montrent bien le rôle du mordançage dans l'élimination de la boue dentinaire, ce qui favorise l'infiltration de l'adhésif à l'intérieur de la dentine avec la création d'une épaisse couche hybride et de longues brides résineuses.

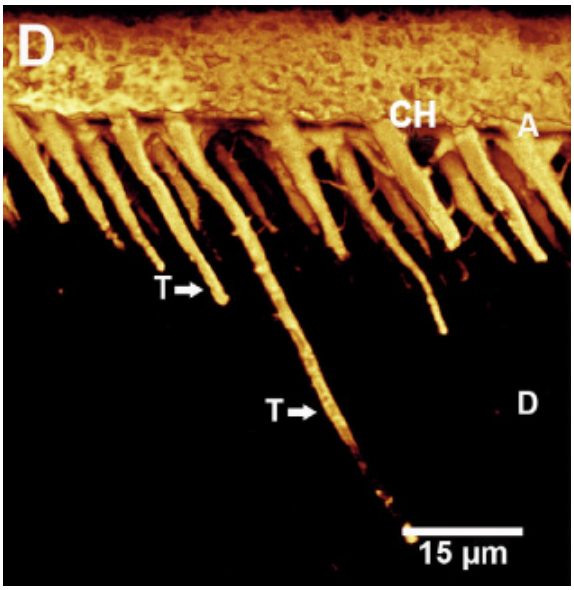


FIGURE 46 – Interface, dentine mordancée-adhésif universel, observée au microscope à balayage laser confoncal. A : Adhésif, C : Composite, D : Dentine, T : Tags de résine, CH : Couche Hybride [238].

La bonne maitrise de l'interface adhésive est cruciale pour la mise en place de différentes restaurations actuelles. Ceci exige une parfaite connaissance des matériaux utilisés, des substrats d'adhésion et des protocoles de leur mise en œuvre. Chaque praticien doit connaitre la nature du système adhésif employé, ses particularités et les facteurs optimisant sa performance. Tandis que les essais cliniques et la pratique odontologique exigent l'évaluation de tous les matériaux dentaires, les adhésifs universels représentent une nouvelle classe passionnante et prometteuse d'adhésifs dentaires.

Deuxième partie

PARTIE EXPÉRIMENTALE

Chapitre 4

PROBLÉMATIQUE, HYPOTHÈSES DE TRAVAIL, OBJECTIFS, PLAN DE RECHERCHE

4.1 Problématique

Un des objectifs primordiaux de la dentisterie restauratrice adhésive est de recréer le scellement périphérique de la dentine qui existait avant l'installation de la pathologie sur la dent. La résine adhésive va sceller tous les joints tissu dentaire-matériau en assurant une interface étanche.

Les deux tissus dentaires concernés par les adhésifs, l'émail et la dentine, sont fondamentalement différents et l'adhésion sur l'un ou l'autre fera forcément appel à des mécanismes distincts [241].

L'émail est constitué de 95 à 96 % de minéral sous forme de cristaux d'hydroxyapatite présentant de fortes forces intermoléculaires et une énergie de surface élevée, de 1,7 % de protéines et de 2,3 % d'eau [6]. Une adhésion efficace des polymères à l'émail ne peut être envisagée qu'après une déminéralisation superficielle de l'émail par un acide [1, 161] et son imprégnation par la résine adhésive. L'adhésion à l'émail est principalement micromécanique [242].

La dentine elle, est constituée de 69 % de minéral présentant de faibles forces intermoléculaires et une faible énergie de surface, de 17,5 % de protéines et de 13,2 % d'eau [6] et présente une structure spécifique lui conférant des propriétés particulières.

Du fait de la complexité de la structure de la dentine humaine, les caractéristiques de sa perméabilité varient significativement avec la région dentinaire concernée. La perméabilité dentinaire augmente dans le sens apico-coronaire et de la superficie (proche de la surface externe) à la dentine profonde (proche de la pulpe) [243, 244, 245].

La dentine est aussi un substrat qui se modifie physiologiquement avec l'âge conduisant à une augmentation de son épaisseur et une diminution de sa perméabilité [246]. D'autre part aussi, la carie et la sclérose dentinaires augmentent la minéralisation de la dentine et par conséquent réduisent sa perméabilité [246, 247]. Contrairement à la dentine, l'émail est facilement séché rendant le mécanisme d'adhésion de l'émail différent de celui de la dentine [247].

Le mécanisme d'adhésion à la dentine implique la création d'une rétention micromécanique par attaque acide mais aussi une interpénétration du faisceau de collagène par la résine de l'adhésif. La forte hydratation, la dynamique et la complexité du tissu dentinaire influencent l'adhésion à la dentine et le scellement

complet de celle-ci [248]. Malgré le caractère problématique de la dentine, les systèmes adhésifs dentinaires actuels semblent proposer des résultats de plus en plus proches de ceux obtenus sur l'émail. Leur principe repose sur la fermeture aussi complète que possible des ouvertures dentinaires et donc réduire au maximum la perméabilité dentinaire : plus la perméabilité est basse, plus l'interface est étanche et plus nous assurons un succès clinique.

Avec les améliorations de la dentisterie adhésive, il s'est développé de nombreux matériaux et techniques qui présentent aujourd'hui des résultats à peu près équivalents, le facteur opérateur restant très important. L'absence et la difficulté à mettre en œuvre une recherche clinique comparative sur un long terme accentuent ce phénomène ; il n'y a actuellement toujours pas de consensus clinique. De plus, de nombreuses études se contredisent [204].

Le praticien a le choix d'utiliser plusieurs adhésifs amélo-dentinaires. Certains utilisent de l'acide phosphorique puis un adhésif (système avec mordançage et rinçage), d'autres un primaire auto-mordançant et un adhésif (système auto-mordançant à deux composants) et d'autres préfèrent un flacon unique de primaire auto-mordançant et d'adhésif (système auto-mordançant à un composant) [204].

Depuis 2011, une nouvelle catégorie d'adhésifs a vu le jour, les adhésifs dits universels ou à procédure variable. Ces systèmes regroupent toutes les indications et offrent au praticien la possibilité de les utiliser avec ou sans mordançage préalable selon la situation clinique présente.

Chaque système adhésif présente des avantages et des limites [6]. Les systèmes adhésifs à mordançage préalable ont une action remarquable sur l'émail en particulier. Mais leur limite est la difficulté pour l'opérateur d'obtenir un émail sec garant d'une bonne étanchéité marginale et, surtout, une dentine humide mais non «mouillée».

En effet, un séchage trop appuyé entraîne un collapsus des fibres de collagène qui sont alors impénétrables par la résine et, à l'inverse, un excès d'eau signifie la formation de lacunes au sein de l'interface. Par ailleurs, la pénétration de la résine peut ne pas aller jusqu'au front de déminéralisation réalisé par l'acide, d'où des sensibilités postopératoires.

Les adhésifs auto-mordançants, qu'ils soient à deux ou une étape, présentent comme principaux avantages : la suppression de l'étape du séchage aboutissant à une optimisation des résultats et à leur grande reproductibilité, moins de sensibilités post-opératoires et une bonne tolérance au degré d'humidité du substrat. Ces qualités les feront choisir pour de nombreux cas cliniques [249, 250]. La performance immédiate des auto-mordançants montre des résultats satisfaisants [251, 252] surtout

sur la dentine. Cependant, leur durabilité à long-terme est faible par rapport à un système à mordançage préalable [253, 254].

Différentes hypothèses [6] ont été proposées de façon à bénéficier des avantages des deux protocoles :

- mordancer les bords de l'émail à l'acide phosphorique avant l'application d'un adhésif auto-mordançant [255, 256], mais, dans les lésions cervicales non carieuses notamment, ce protocole n'améliore en rien l'adhésion des adhésifs auto-mordançants, comme l'ont démontré Perdigão et coll. [257] et Peumans et coll. [258]. L'hypothèse évoquée pour cette absence de résultat est que le clinicien peut, par inadvertance, mordancer la dentine, surtout s'il utilise un gel de mordançage de basse viscosité. Il y a maintenant un consensus sur le fait que les forces d'adhésion diminuent quand les adhésifs auto-mordançants sont appliqués sur une dentine déjà mordancée par de l'acide phosphorique [258, 259]. Plusieurs auteurs ont expliqué cette baisse d'adhésion par une mauvaise infiltration du collagène par la résine de l'adhésif [232, 260]. Certains opérateurs également sèchent l'émail pour obtenir une surface appropriée mais bien entendu, par cette manœuvre, ils sèchent aussi la surface dentinaire. Il en résulte une mauvaise infiltration du collagène par la résine de l'adhésif, ce qui conduit à une dégradation du joint par hydrolyse et une diminution de la longévité de l'étanchéité de la restauration [258] ;
- mordancer volontairement la dentine avant l'application d'un adhésif auto-mordançant. Les résultats sont controversés [261, 262, 263]. Ils sont en fait très dépendants du système adhésif utilisé [232]. En particulier, le risque vient du fait que l'acide phosphorique déminéralise la dentine sur une profondeur plus importante que celle que l'adhésif auto-mordançant viendra ensuite pénétrer. Il y a alors une interface non étanche avec hiatus et, cliniquement, des sensibilités postopératoires.

Dans le but d'optimiser les qualités des différents systèmes adhésifs amélo-dentinaires disponibles et d'améliorer leurs défauts, les fabricants ont proposé une nouvelle famille d'adhésifs connus sous le nom d'adhésifs universels [231, 238]. Ces derniers s'utilisent avec ou sans mordançage préalable ou avec un mordançage amélaire séléctif [264, 232].

Depuis leur apparition en 2011, les adhésifs universels ont fait l'objet de nombreuses études expérimentales [232, 264, 235, 237, 238, 265, 266, 240, 204, 164] et cliniques [267, 256, 268] dans le but d'expliquer leur mécanisme d'action, comment et pourquoi ces systèmes agissent-ils à la fois comme adhésifs à mordançage préalable et comme adhésifs auto-mordançants.

L'analyse de la littérature nous a permis de constater que l'évaluation par essais cliniques des adhésifs universels est beaucoup moins étudiée par rapport aux méthodes *in vitro*. Cela est valable aussi avec tous les autres systèmes adhésifs en raison de l'influence de plusieurs paramètres (variations de température, habitudes du patient, alimentation, etc.) [269].

Nous soulignons aussi que les interactions chimiques des adhésifs universels avec le substrat dentaire n'ont pas été étudiées et que la majorité des travaux ont testé ces adhésifs par test de micro traction [270].

Sachant que la connaissance de la composition de ces systèmes et de leurs propriétés mécaniques et physicochimiques conditionne leurs interactions avec le substrat dentaire et donc leur comportement clinique, notre travail concerne l'étude d'un adhésif universel appliqué sur la dentine selon ses deux modes d'application (avec et sans mordançage préalable) sur plusieurs aspects physiques et chimiques.

En premier lieu, nous évaluons les variations de la perméabilité dentinaire après application d'un adhésif universel testé selon ses deux modes d'utilisation. En deuxième temps, nous déterminons les modifications des tissus dentinaire et amélaire après application du même adhésif universel.

4.2 Hypothèses de travail

Les hypothèses de travail que nous avons retenu sont :

- Le mode d'application d'un adhésif universel pourrait avoir une influence sur sa capacité à réduire la perméabilité dentinaire.
- La nature du substrat dentinaire conditionne les interactions chimiques établies avec un adhésif universel.
- Un adhésif universel se comporte chimiquement de la même manière avec l'émail et la dentine.

4.3 Objectifs

4.3.1 Objectif principal

L'objectif principal de ce travail va être de :

« Evaluer les variations de la perméabilité dentinaire après application d'un système adhésif amélo-dentinaire universel selon ses deux modes d'application, avec et sans mordançage préalable. »

4.3.2 Objectifs secondaires

Nos objectifs secondaires vont être de :

- Etudier les modifications amélo-dentinaires après application d'un système adhésif amélo-dentinaire universel selon ses deux modes d'application.
- Démontrer l'intérêt de l'étude dans l'indication clinique des systèmes adhésifs universels.

4.4 Plan de recherche

Ce travail de recherche s'inscrit dans le cadre d'une collaboration entre le laboratoire de recherche en Odontologie Conservatrice/Endodontie de la faculté de médecine d'Oran - Algérie et la plateforme technique de recherche en odontologie de la faculté de chirurgie dentaire de Toulouse – France.

La collecte de toutes les dents utilisées dans notre étude a été faite en collaboration avec des spécialistes en pathologie et chirurgie buccales exerçant dans la ville d'Oran.

La sélection, la désinfection et le stockage des dents ont été réalisés au niveau du service d'odontologie conservatrice/endodontie d'Oran par un même opérateur.

Compte tenu de nos hypothèses de recherche et des objectifs précités, nous avons organisé notre travail expérimental en deux parties :

La première partie aura pour objectif l'évaluation, par la méthode de la conductance hydraulique, de la perméabilité dentinaire sous l'action d'un adhésif universel appliqué selon deux stratégies de collage, en auto-mordançant et avec un mordançage acide préalable. Cette approche nous permettra, avec évidemment d'autres études complémentaires, d'évaluer l'efficacité de l'adhésif en terme d'étanchéité de l'interface.

Cette partie de l'étude a été effectuée au sein de la plateforme technique de recherche en odontologie de la faculté de chirurgie dentaire Paul Sabatier III -Toulouse - France sous la direction du Pr G. Grégoire.

La deuxième partie expérimentale traite l'action de l'adhésif universel sur les tissus amélo-dentinaires préalablement mordancés ou non. Nous caractérisons surtout le pouvoir acide de cet adhésif. Cette approche va nous permettre de comprendre la nature des modifications chimiques de l'émail et de la dentine après l'application d'un adhésif universel.

Cette partie a été réalisée au sein du laboratoire de chimie de l'université Paul Sabatier III et de l'institut universitaire de technologie (IUT de Castres) de l'université Paul Sabatier III- Toulouse sous la direction du Pr P. Sharrock.

Chapitre 5

VARIATIONS DE LA PERMÉABILITÉ DENTINAIRE HUMAINE OBTENUES APRÈS APPLICATION D'UN ADHÉSIF UNIVERSEL SELON SES DEUX TECHNIQUES D'APPLICATION

L'objectif de cette étude expérimentale est d'évaluer, par mesure de conductance hydraulique, la variation de la perméabilité dentinaire obtenue après application d'un adhésif universel utilisé selon ses deux protocoles d'application : avec mordançage préalable et en auto-mordançant.

5.1 Technique de la conductance hydraulique ou passage de fluides par perméation ou filtration de fluide

D'après Greenhill et Pashley [271], la conductance hydraulique est le volume de fluide qui traverse une surface connue par unité de temps sous un gradient de pression constant. Une pression liquidienne exercée sur une surface donnée induit une certaine valeur de flux dentinaire.

Le système de filtration de fluide a été adapté à l'odontologie par Outhwaite en 1976 [244], puis par Greenhill et Pashley en 1981 [271], Derkson et Pashley en 1986 [272].

C'est une technique qui se réalise dans la plupart des cas au niveau de la couronne de la dent restaurée ou uniquement sur des sections (Pagliarini et coll 1996 [273]).

Cette mesure des variations de flux permet d'aborder soit l'étude de la perméabilité dentinaire, soit des variations d'étanchéité après thérapeutique.

La mesure de la filtration de fluide présente de nombreux avantages [274, 275, 276] :

- Cette technique est non destructive et reproductible : des observations du même échantillon peuvent être répétées au cours du temps, révélant des modifications de scellement ;
- Les résultats sont enregistrés automatiquement, évitant les biais liés à l'opérateur ;
- Les résultats sont très précis, de l'ordre du nanolitre :
- Cette technique est plus sensible que la pénétration de colorant car indépendante de la taille moléculaire du traceur, de son affinité pour la dentine et de son pH [277] ;
- La sensibilité du système peut être ajustée en modifiant la pression utilisée et le diamètre de la micropipette [278].

La mesure de la conductance hydraulique présente comme limites :

- Méthodologie complexe
- Implication d'une pression différente des conditions physiologiques pouvant entraîner des décohésions des joints
- Pas de localisation du défaut

Dans notre expérimentation, la conductance hydraulique est mesurée par le système Flodec (figure 47) (De Marco Engineering, Geneva, Switzerland) relié à un ordinateur.



FIGURE 47 – Le Flodec (De Marco Engineering, Geneva, Switzerland) utilisé pour la mesure de la conductance hydraulique

Le FLODEC est un dispositif automatique conçu pour suivre la position d'un ménisque (la bulle d'air dans notre étude) à l'intérieur d'un tube capillaire.

La détection est réalisée avec un système optique placé à l'extérieur du tube, qui est entraîné avec un système électromécanique pour suivre la position du ménisque constamment. En raison de la conception du capillaire et du système de positionnement électromécanique couplé, le dispositif est capable de détecter des changements mineurs (environ 10 à 20 nl) du volume de fluide, une caractéristique importante dans la mesure des légères variations du flux de l'échantillon.

Pour notre étude, Le système de mesure proprement dit (Flodec ; De Marco Engineering, Genève, Suisse) consiste en un tube capillaire en verre de 310 mm de long avec un diamètre interne de 0,75 mm, et un capteur optique montant qui peut se déplacer le long du tube, suivant automatiquement le mouvement de la bulle et l'exprimer comme un signal électrique. Le seuil de résolution du système est de 0,005 mm, correspondant à un débit de liquide de 2.208 nanolitres.

En 2002, La Macorra et Escribano [279] ont comparé deux méthodes d'analyse de la perméabilité dentinaire : une mesure à l'aide d'une micropipette et un système Flodec. Les résultats de cette étude ont montré que les deux méthodes présentent des erreurs constantes et proportionnelles qui sont statistiquement négligeables. Cela indique que l'utilisation du Flodec pour la mesure des variations de la perméabilité dentinaire est fiable.

Nous appliquons une pression de $0,2$ bar soit 200 cm H_2O, ce qui reproduit la pression des fluides pulpaires [280] sur une surface de $0,28$ cm^2. La pression est exercée sur une poche de sérum physiologique à l'intérieur d'une cuve de pressurisation. Du fait de cette pression, le liquide est entraîné dans un conduit vers un porte-échantillon, dans lequel est placée la tranche de dentine collée sur le disque en polycarbonate perforé. En regard du système Flodec, le liquide passe par un tube capillaire calibré.

Une bulle d'air est intégrée dans le conduit, en amont de l'appareil de mesure. Lorsque la bulle passe dans le capillaire (figure 48), elle est suivie par un capteur optique qui va mesurer son déplacement.

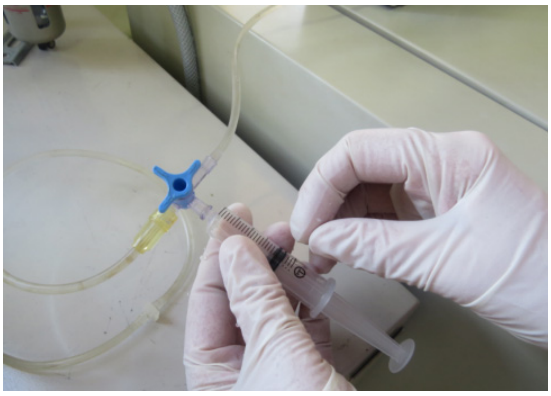


FIGURE 48 – Intégration d'une bulle d'air dans le conduit

L'appareil de mesure Flodec envoie à l'ordinateur, toutes les 30 secondes, la distance parcourue par la bulle d'air dans cet intervalle de temps (figure 49). Le déplacement linéaire de la bulle à l'intérieur du tube capillaire est directement proportionnel au volume de fluide qui passe à travers la tranche de dentine.

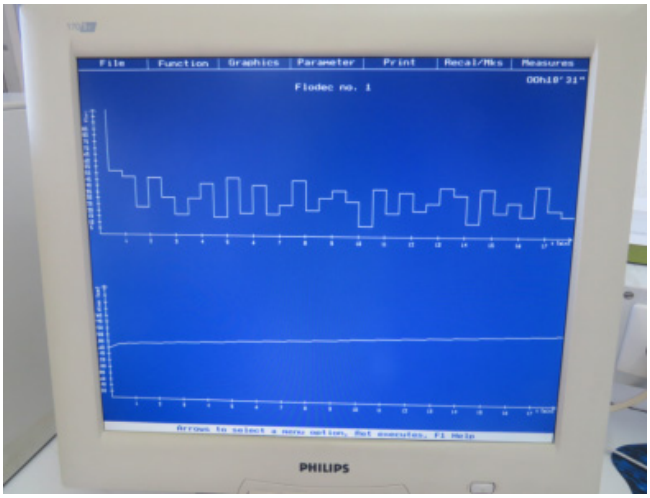


FIGURE 49 – L'ordinateur d'enregistrement et d'analyse des mesures du Flodec

Le volume de liquide contenu dans le capillaire est de 1 ml. La longueur du capillaire étant de 310 mm, le volume de fluide qui passe à travers la tranche de dentine est donné par la formule :

$$\text{Volume (ml)} = \text{Distance (mm)} \times 1\text{ (ml)} / 310\text{ (mm)}$$

ou

$$\text{Volume (}\mu\text{l)} = \text{Distance (mm)} \times 1000\text{ (}\mu\text{l)} / 310\text{ (mm)}$$

Ainsi, une distance de 1 mm parcourue par la bulle dans le capillaire, correspond à un volume de $3,2\ \mu$l.

Le déplacement linéaire de la bulle est converti en conductance hydraulique par la formule :

$$Lp = Jv / A.\Delta P.t$$

Lp : conductance hydraulique en $\mu l.cm^{-2}.min^{-1}.cmH_2O^{-1}$;

Jv : écoulement du fluide en μl (= distance (mm) / 0,31) ;

A : surface de la dentine en cm^2 ;

ΔP : gradient de pression hydraulique en cm d'H_2O ;

t : temps en minutes

Pour récapituler, le système de mesure de filtration de fluide est schématisé sur la figure 50 :

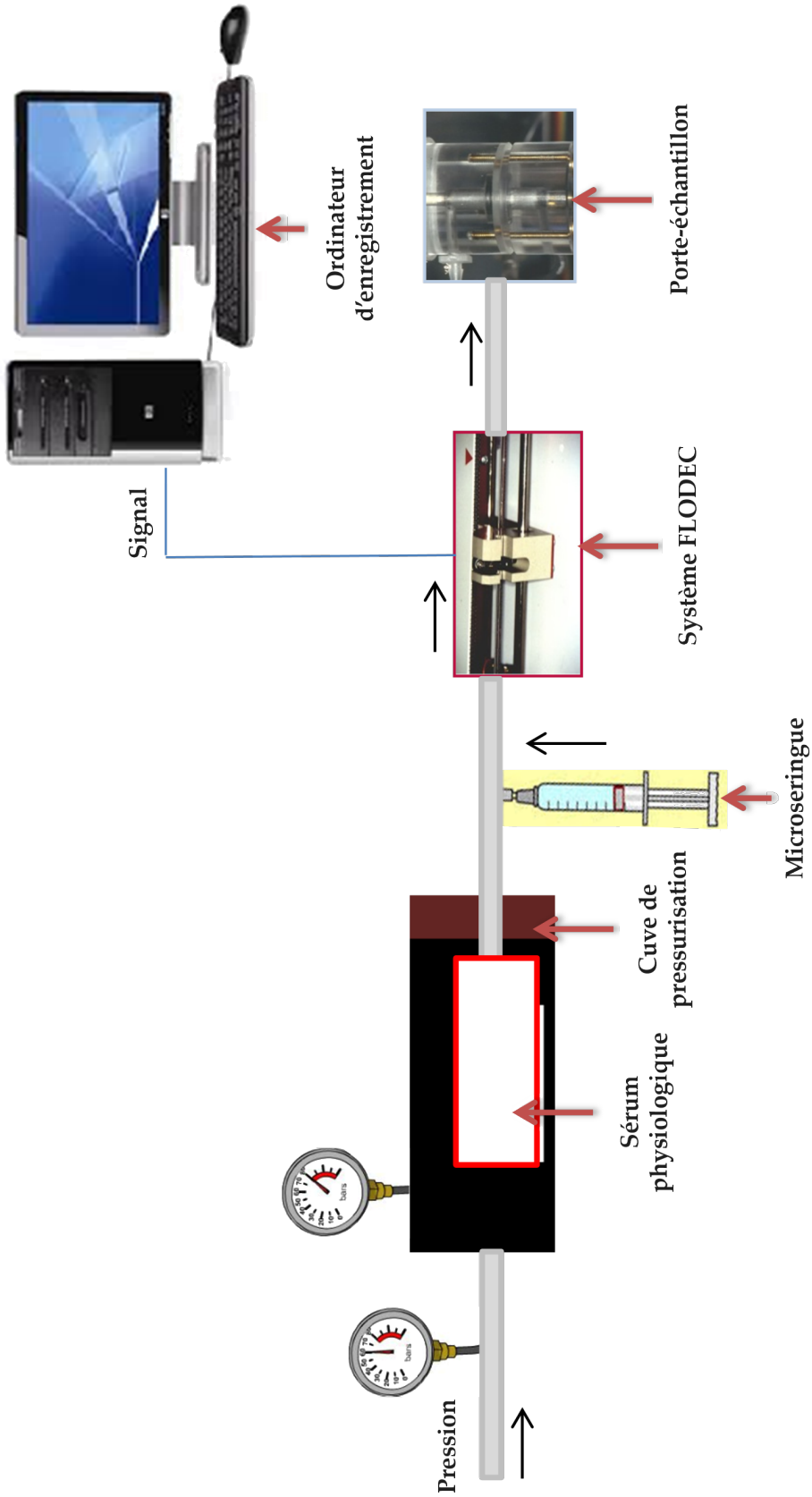


FIGURE 50 – Système de mesure de filtration de fluide

5.2 Matériels et méthodes

5.2.1 Critères d'inclusion

Nous avons inclus dans notre étude des dents répondant aux critères suivants :

- Troisièmes molaires matures saines extraites pour des raisons de pathologies d'évolution (dents enclavées, accidents d'éruption) ou pour des raisons orthodontiques.
- Dents chez des sujets âgés de 18 à 25 ans
- Dents fraichement extraites (délai de conservation de moins de trois mois) [281].

5.2.2 Critères de non inclusion

Nous avons exclu de notre étude toutes les dents cariées, fissurées ou présentant des anomalies de structure.

5.2.3 Préparation des dents

Quarante-deux molaires humaines ont été sélectionnées après avoir répondu aux critères d'inclusion.

Chaque dent a été nettoyée d'abord à l'eau courante à l'aide d'une petite brosse pour débarrasser toute trace de sang ou d'autres débris. Ensuite, les résidus muqueux restés collés ont été éliminés à l'aide d'une lame à bistouri N° 11 (Swann-Morton) montée sur manche Swann-Morton N° 3.

Toutes les dents sont laissées sécher à l'air libre puis mises en milieu de conservation. Pour notre étude, nous avons utilisé une solution de chloramine à 1%.

Afin de préparer cette solution à 1%, nous avons dosé pour chaque gramme de la poudre de chloramine (Laboratory reagent grade chloramine –T, Sodium salt, Fischer Scientific, Lot N° 0877287) 100 ml d'eau distillée.

Les dents sont donc stockées dans cette solution à une température de 4-8˚C.

5.2.4 Randomisation

Les dents sont tirées au sort afin de constituer deux groupes de 21 dents (n=21) :

Groupe 1 : 21 dents destinées à recevoir un adhésif universel appliqué avec mordançage préalable (Code employé : AUM)

Groupe 2 : 21 dents recevant un adhésif universel appliqué sans mordançage préalable (en mode auto-mordançant). (Code employé : AU)

5.2.5 Critères de jugement

Ce seront les pourcentages des variations de la perméabilité dentinaire après application de l'adhésif universel :

- ➢ Au sein du même groupe par rapport à la valeur de la perméabilité dentinaire initiale
- ➢ Entre les deux groupes de l'étude.

5.2.6 Méthodologie pratique de l'étude

5.2.6.1 Coupe des tranches de dentine

Sur chaque dent, une tranche est découpée au niveau de la couronne dentaire à l'aide d'une scie à faible vitesse (IsoMet, Buehler Ltd, Evanston, USA) (figure 51) équipée d'un disque diamanté (102 mm x 0,3 mm séries 15 LC Diamond, Buehler Ltd, Evanston, USA) (figure 52).

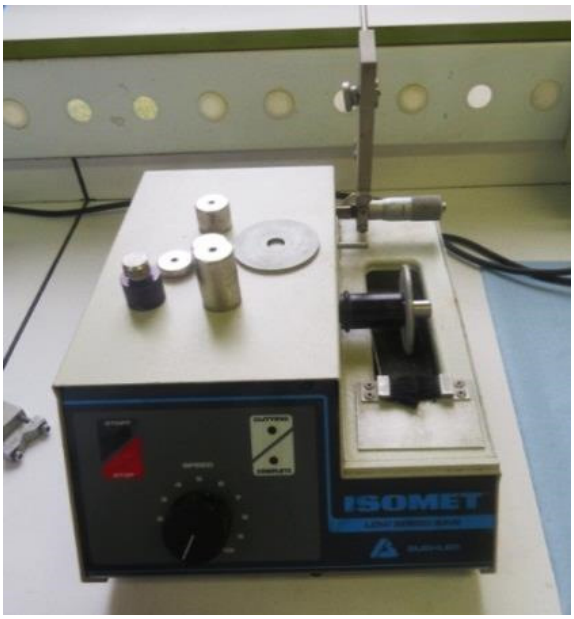


FIGURE 51 – La scie IsoMet, Buehler Ltd, Evanston

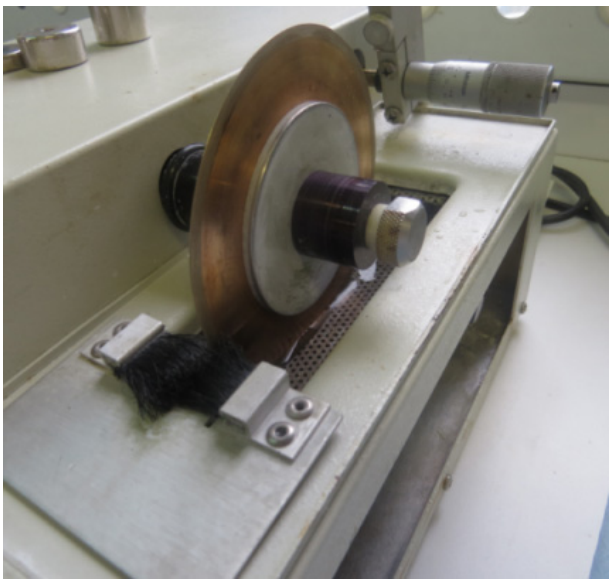


FIGURE 52 – Disque diamanté (102 mm x 0,3 mm) séries 15 LC Diamond, Buehler Ltd, Evanston, USA

Chaque dent est placée sur un porte-échantillon de manière à ce que l'axe de coupe du disque soit perpendiculaire aux tubuli dentinaires coronaires (figure 53).

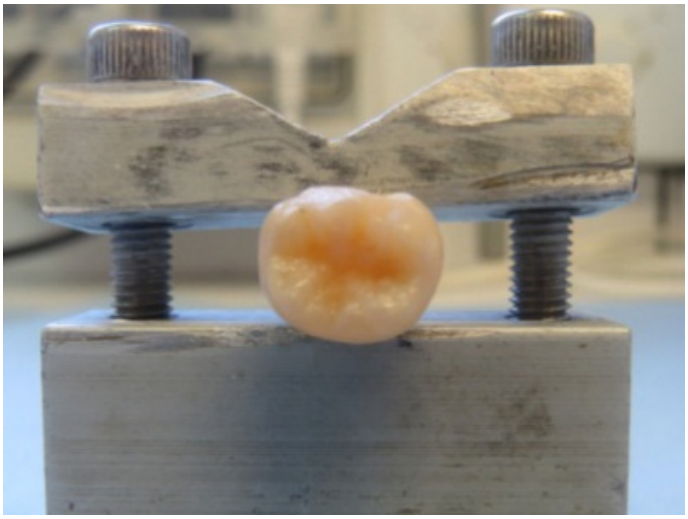


FIGURE 53 – Mise en place de la dent à découper sur le porte-échantillon

Une tranche est découpée au niveau de la couronne dentaire de chaque dent dans la partie médiane, parallèlement à la face occlusale et au-dessus de la chambre pulpaire [282] (figure 54).

On actionne l'appareil à vitesse réduite jusqu'au positionnement correct du disque par rapport à la couronne puis on augmente la vitesse de coupe.

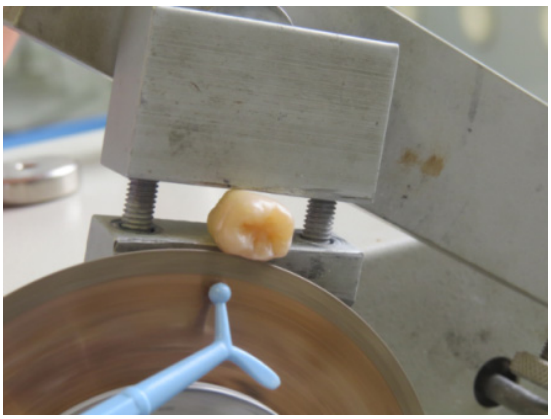


FIGURE 54 – Elimination de l'émail à l'aide du disque diamant

Après élimination de l'émail, on indique le sens occlusal avec un crayon. Puis pour mesurer un millimètre d'épaisseur de dentine, on fait tourner la molette de deux tours (un tour=0,5mm) + 0,3mm pour l'épaisseur de la lame (figure 55). On obtient des tranches de dentine de 1mm d'épaisseur et de 7 à 8 mm de diamètre (figure 56).

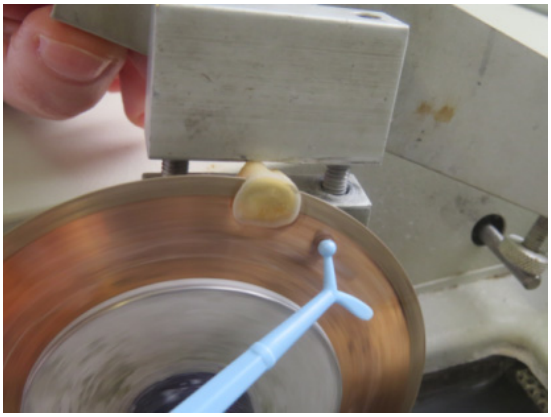


FIGURE 55 – Coupe de la tranche de dentine à 1mm d'épaisseur



FIGURE 56 – Coupe de dentine de 1mm d'épaisseur et de 7 à 8mm de diamètre

Après chaque coupe, nous mordançons les deux côtés de l'échantillon avec l'acide ortho phosphorique pendant 15 secondes pour éliminer la boue dentinaire créée par la coupe puis nous rinçons abondamment à l'eau courante (figure 57).

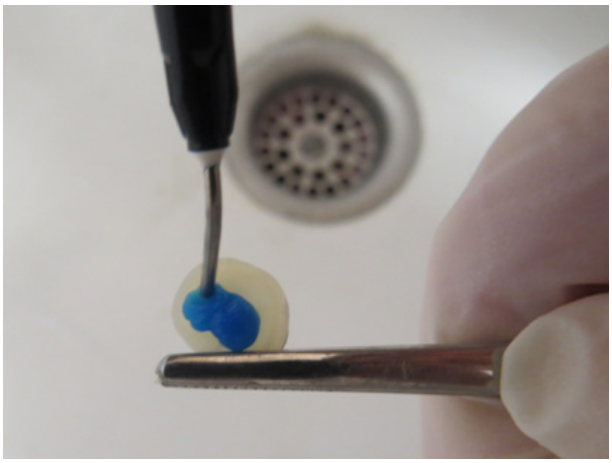


FIGURE 57 – Elimination de la boue dentinaire crée par la coupe par un mordançage à l'acide orthophosphorique

NB : Une deuxième tranche peut être réalisée sur la même dent si l'épaisseur de la dentine le permet. Cet échantillon supplémentaire est conservé pour nous servir aux mesures si un problème survient sur le premier.

5.2.6.2 Collage des échantillons

Chaque échantillon est collé sur un disque en polycarbonate, percé en son centre d'un trou de $0,28 cm^2$ de diamètre (figure 58) au moyen d'une colle époxy bi composants à prise rapide (SADER Epoxy Rapide). La face pulpaire de la tranche de dentine est placée vers la perforation tandis que la face dentinaire est orientée vers l'extérieur. L'intérêt de cette étape de collage est double : d'abord il permet une bonne fixation de la tranche de dentine sur le disque en polycarbonate pour permettre sa mise en place dans le porte-échantillon. D'autre part, nous obtenons une identique surface de dentine exposée ($0,28 cm^2$) avec deux faces une pulpaire et l'autre dentinaire.



FIGURE 58 – Le disque en polycarbonate perforé à 0,28 cm^2 de diamètre

Après séchage complet de la colle, les échantillons sont prêts pour la mesure de la perméabilité dentinaire par la méthode de conductance hydraulique présentée ci-après (figure 59).

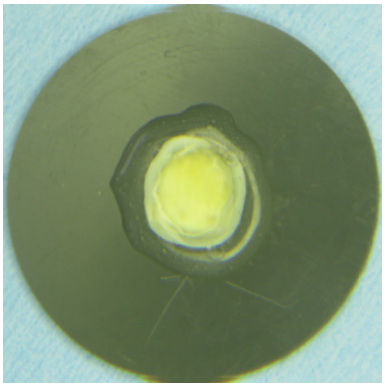


FIGURE 59 – Tranche de dentine collée sur le disque et prête à la mesure de la perméabilité dentinaire par conductance hydraulique

5.2.6.3 Mesures de la conductance hydraulique

Nous évaluons la variation de la perméabilité dentinaire obtenue après l'application d'un adhésif universel commercialisé sous le nom « Adhese Universal (Ivoclar Vivadent) » utilisé en auto-mordançant ou avec mordançage préalable par mesure de conductance hydraulique. La composition de l'adhésif est donnée dans le tableau 5

TABLEAU 5 – Composition de l'adhésif universel testé

L'adhésif	L'origine	La composition	Lot N°
Adhese Universal 	Ivoclar Vivadent Schaan, Liechtenstein	2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA) Bis glycidyl methacrylate (Bis-GMA) ; Décandiol diméthacrylate (D3MA) ; Ester d'acide phosphorique méthacrylate (MCAP) ; 10-methacryloxydecyl di-hydrogen phosphate (MDP) ; Ethanol ; Camphorquinone Butyl crésol.	S43764

Chaque échantillon, préparé comme indiqué ci-dessus, subit le protocole suivant :

1 - Le disque sur lequel se trouve la tranche de dentine collée, est positionné dans le porte-échantillon, la face avec la dentine collée se trouvant vers le bas (figure 60). Une première mesure de la conductance hydraulique est réalisée (Témoin). **On obtient la mesure T0**.

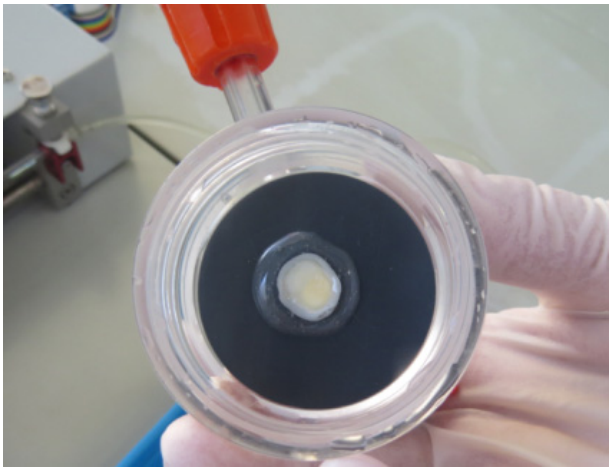


FIGURE 60 – La tranche de dentine collée sur le disque et positionnée dans le porte-échantillon

2 - Afin de créer expérimentalement une boue dentinaire, un papier abrasif 2000 (Silicon Carbide) est passé sur la face occlusale de la tranche de dentine (figure 61).

On positionne le disque dans le porte-échantillon, puis on réalise la deuxième mesure de la conductance hydraulique (Boue dentinaire). **On obtient la mesure T1**.



FIGURE 61 – Création de la boue dentinaire à l'aide d'un papier abrasif

3 - Les échantillons des deux groupes sont alors préparés différemment : (tableau 6)

– Groupe 1 (avec mordançage préalable) : ce groupe est dénommé **AUM**

* La face occlusale est soumise à un mordançage (figure 62) à l'aide d'un gel d'acide phosphorique à 35% (Vococid – Voco, lot N° 1424109d09/2016). Le disque est positionné dans le porte-échantillon, puis la troisième mesure de la conductance hydraulique est réalisée (Mordançage). **On obtient la mesure T2**.

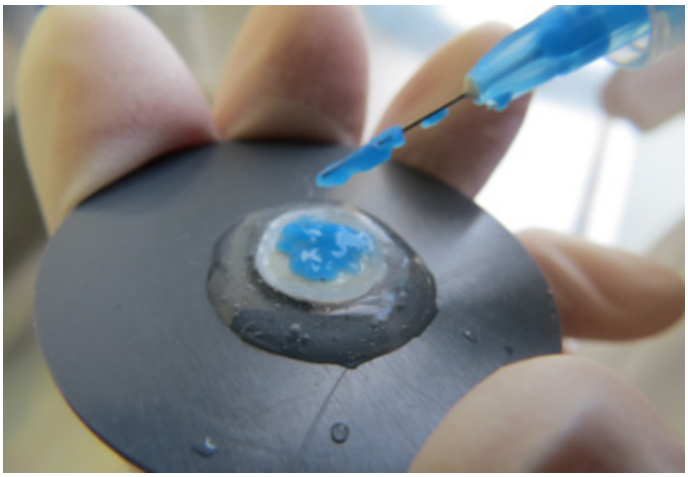


FIGURE 62 – Mordançage de la face occlusale de la tranche de dentine

* L'adhésif universel est appliqué (figure 63) selon le protocole donné par le fabricant (tableau 6).

  Le disque est positionné dans le porte-échantillon, puis la quatrième mesure de la conductance hydraulique est réalisée (Post-adhésif). **On obtient la mesure T3**.

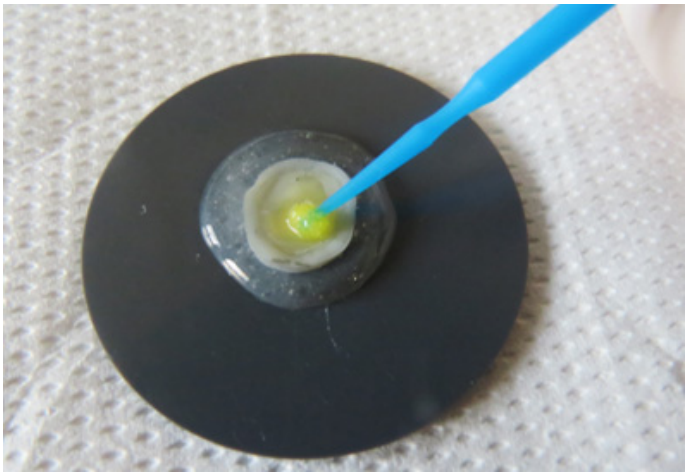


FIGURE 63 – Application de l'adhésif universel

– Groupe 2 (auto-mordançant) : ce groupe est dénommé **AU** . L'adhésif universel est appliqué selon le protocole donné par le fabricant (tableau 6). Le disque est positionné dans le porte-échantillon, puis la quatrième mesure de la conductance hydraulique est réalisée (Post-adhésif). **On obtient la mesure T3**.

TABLEAU 6 – Protocole d'utilisation de l'adhésif universel (Adhese Universal)

Système adhésif		Protocole
Adhésif universel	Avec mordançage préalable	1. Appliquer un gel d'acide phosphorique à 35% sur la dentine ; 2. Laisser agir 10 à 15 secondes ; 3. Rincer à l'eau pendant 20 secondes ; 4. Sécher doucement à l'air comprimé. Ne pas assécher la dentine ; 5. Appliquer l'adhésif avec une brossette jetable sur la surface dentaire et brosser impérativement pendant une durée minimale de 20 secondes ; 6. Etaler doucement l'adhésif avec de l'air comprimé jusqu'à obtenir un film brillant et sans mouvement ; 7. Photopolymériser l'adhésif pendant 10 secondes à une intensité lumineuse $\geqslant$ 500 mW/cm^2 (lampe Bluephase Style Ivoclar Vivadent délivrant 1100 mW/cm^2).
	Automordançant	8. Appliquer l'adhésif avec une brossette jetable sur la surface dentaire et brosser impérativement pendant une durée minimale de 20 secondes ; 9. Etaler doucement l'adhésif avec de l'air comprimé jusqu'à obtenir un film brillant et sans mouvement ; 10. Photopolymériser l'adhésif pendant 10 secondes à une intensité lumineuse $\geqslant$ 500 mW/cm^2 (lampe Bluephase Style Ivoclar Vivadent délivrant 1100 mW/cm^2).

5.2.7 Analyse statistique

Pour chaque échantillon, la variation de flux est exprimée en pourcentage d'augmentation ou de réduction de la valeur de référence. De ce fait, chaque échantillon est utilisé comme son propre témoin. Ces données relatives permettent de rapporter la mesure finale de conductance hydraulique (T3 : Après application de l'adhésif testé) à la mesure de référence (T0 : valeur initiale de chaque échantillon).

Le test statistique utilisé est l'analyse de la variance (ANOVA one-way) suivie par le test a posteriori de Duncan avec un niveau de signification $\alpha = 0,05$. Cette analyse statistique est réalisée à l'aide du logiciel Statistica 8.

STATISTICA est un système complet et intégré d'analyse des données.

Il permet de réaliser une analyse de variance : l'objectif d'une analyse de variance (ANOVA) vise à tester les différences significatives entre les moyennes sur plusieurs échantillons indépendants. Pour tester la significativité statistique entre des moyennes, il faut comparer les variances.

La variance est égale au quotient de la somme des carrés des écarts par rapport à la moyenne sur le nombre de degrés de liberté (N'=Nombred'échantillons-1) :

$$s^2 = \sum (xi - \bar{x})^2 / N'$$

La variable qualitative sur laquelle on teste une éventuelle différence entre échantillons est nommée « facteur ». S'il n'y a qu'une seule variable, on parle d'une analyse de variance à un facteur (ANOVA One-way).

STATISTICA permet aussi de réaliser des tests a posteriori (post-hoc) pour déterminer les différences significatives entre les moyennes des groupes. Le test de Duncan est basé sur la statistique des étendues. Il compare les différents groupes deux à deux et indique quels groupes sont significativement différents et quels groupes ne présentent pas de différence significative.

5.3 Résultats

Toutes les valeurs de diminution de la perméabilité des deux groupes AU et AUM après chaque étape enregistrées par l'appareil de Flodec sont présentées dans des tableaux en annexe 1.

Les valeurs initiales de la perméabilité dentinaire T0 (valeurs de référence) des différents échantillons du groupe 1 (avec mordançage préalable - AUM) et le groupe 2 (auto-mordançant - AU) sont représentées sur les figures 64 et 65.

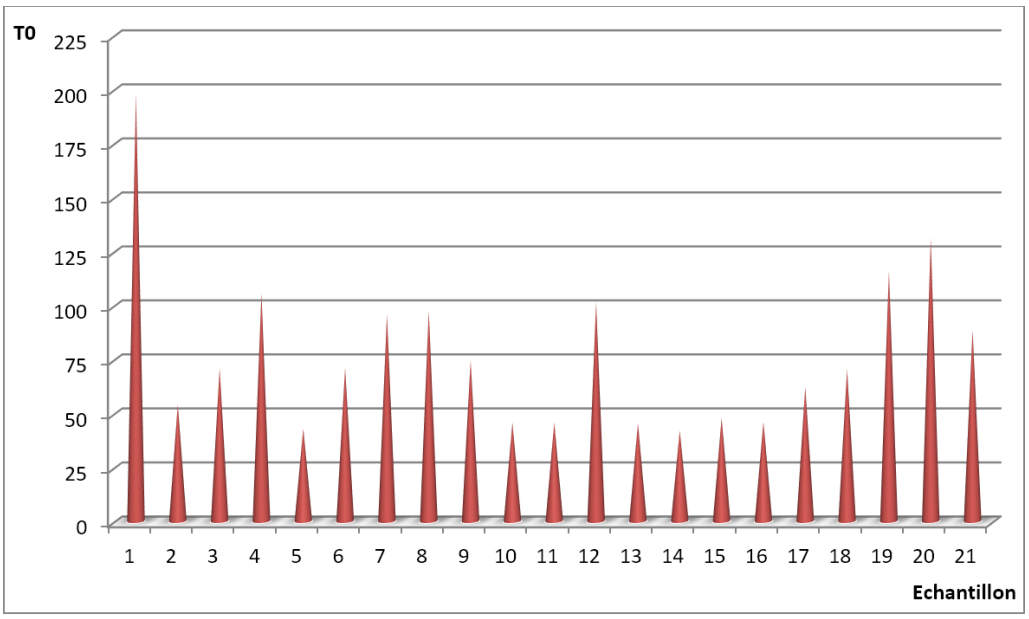


FIGURE 64 – Histogramme représentatif des valeurs T0 du groupe 1 (AUM)

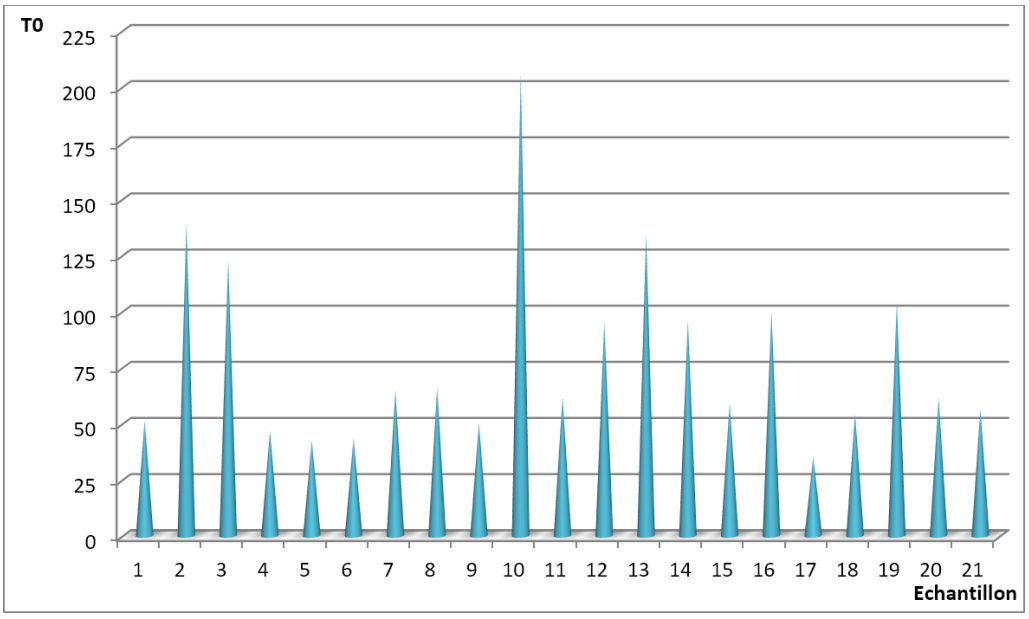


FIGURE 65 – Histogramme représentatif des valeurs T0 du groupe 2 (AU)

Les deux histogrammes montrent que la perméabilité dentinaire initiale est différente d'un échantillon dentinaire à l'autre malgré que la zone de coupe soit identique. Les plus importantes mesures enregistrées sont pour l'échantillon 1 (198,4) pour le groupe 1 et l'échantillon 10 (205) pour le groupe 2.

Les mesures de la conductance hydraulique après création de la boue dentinaire T1, par rapport aux valeurs initiales T0, des deux groupes d'étude sont présentées sur les

figures 66 et 67.

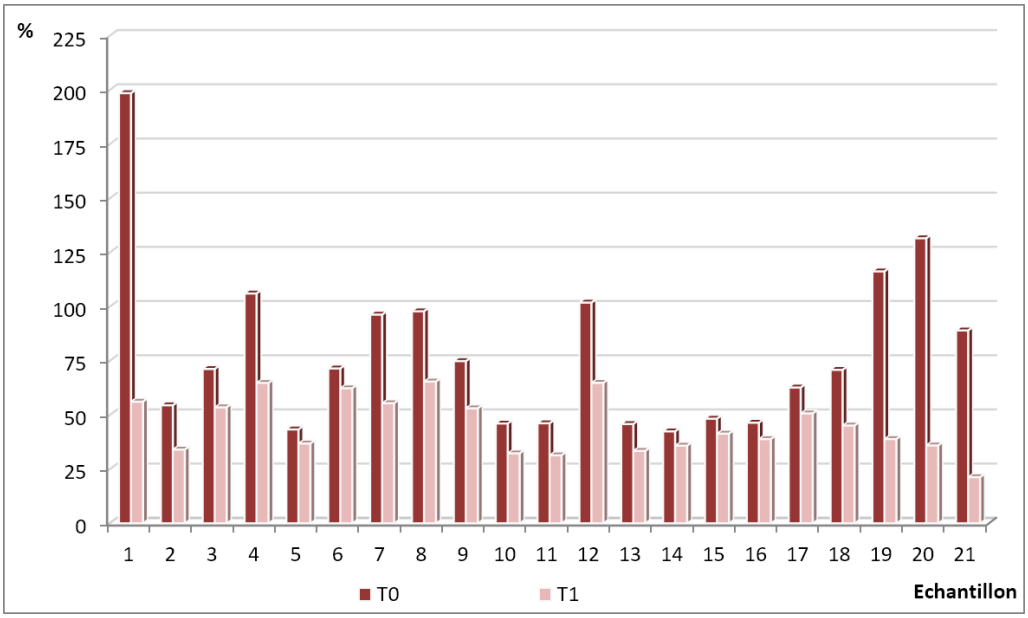


FIGURE 66 – Histogramme montrant les mesures T1/T0 du groupe 1 (AUM)

Nous observons que la boue dentinaire diminue considérablement la perméabilité dentinaire pour tous les échantillons. La moyenne de cette réduction pour le groupe avec mordançage préalable est de -45,23 +/- 13,0.

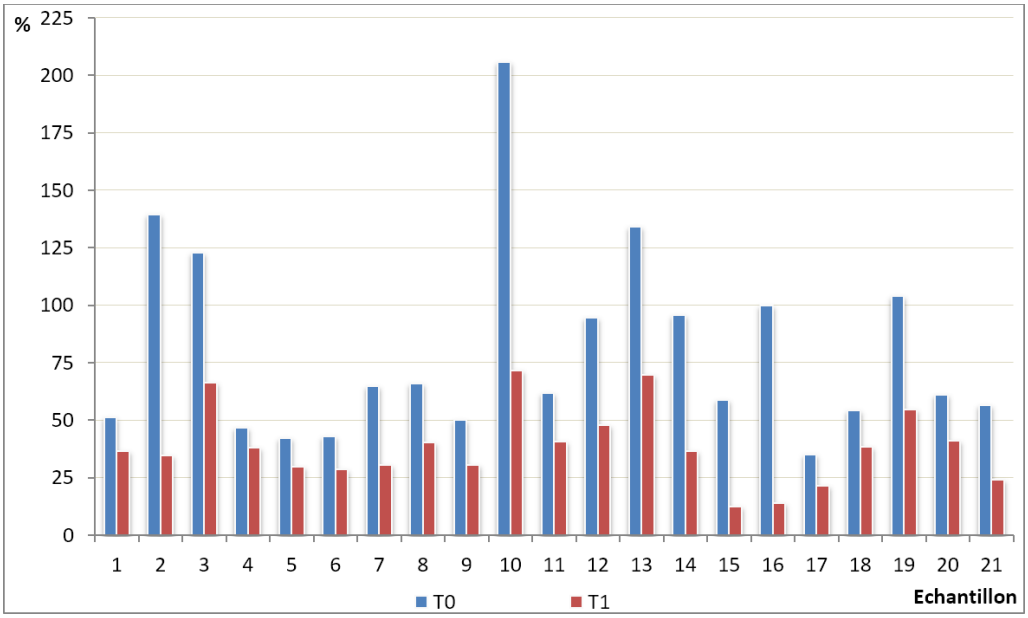


FIGURE 67 – Histogramme montrant les mesures T1/T0 du groupe 2 (AU)

De même, pour ce groupe auto-mordançant, nous notons une réduction de la perméabilité dentinaire sur toutes les coupes de dentine avec une moyenne de

-38,43% +/- 16,3.

Pour l'étape du mordançage qui ne concerne que le groupe 1, les résultats ont montré des mesures de conductance hydraulique T2 d'une moyenne de -26,97% +/- 16,1.

L'adhésif testé, possède un protocole d'utilisation au choix de l'opérateur, soit avec mordançage préalable, soit en auto-mordançant.

Dans cette étude, sont comparées les perméabilités dentinaires obtenues après application de l'adhésif utilisé avec ou sans mordançage. Les moyennes des pourcentages de T0 et T3 avec la différence T3/T0 des deux groupes AUM et AU sont données dans les tableaux 7 et 8 et représentées sur les figures 68 et 69

TABLEAU 7 – Moyennes des pourcentages de T0 et T3 avec la différence T3-T0 du groupe 1 (AUM)

N° de l'échantillon	TRAITEMENT	Moyenne T0 (valeur de base)	Moyenne T3	% (T3 -TO)
1	AUM	198,41948	38,2535467	-80,7208714
2	AUM	54,40973	28,9398433	-46,8112719
3	AUM	71,1283933	27,0572067	-61,960048
4	AUM	105,98399	30,8145633	-70,9252659
5	AUM	43,2542833	26,4627333	-38,8205484
6	AUM	71,3724467	24,59466	-65,5403995
7	AUM	96,20999	32,6858867	-66,0265148
8	AUM	97,77903	30,7802267	-68,5206259
9	AUM	74,7641133	28,9243	-61,3125887
10	AUM	45,9699367	26,9155067	-41,4497634
11	AUM	46,0916467	26,46562	-42,5804415
12	AUM	101,765743	32,356	-68,2054108
13	AUM	45,72625	29,7630467	-34,9103706
14	AUM	42,3658967	25,8683767	-38,9405661
15	AUM	48,19778	30,8885833	-35,9128505
16	AUM	46,3588867	28,7026667	-38,0859448
17	AUM	62,57492	26,16784	-58,1815846
18	AUM	70,73642	30,9789167	-56,2051392
19	AUM	116,16154	57,7994867	-50,2421484
20	AUM	131,447627	54,5137633	-58,5281494
21	AUM	88,9402633	64,8322433	-27,1058563

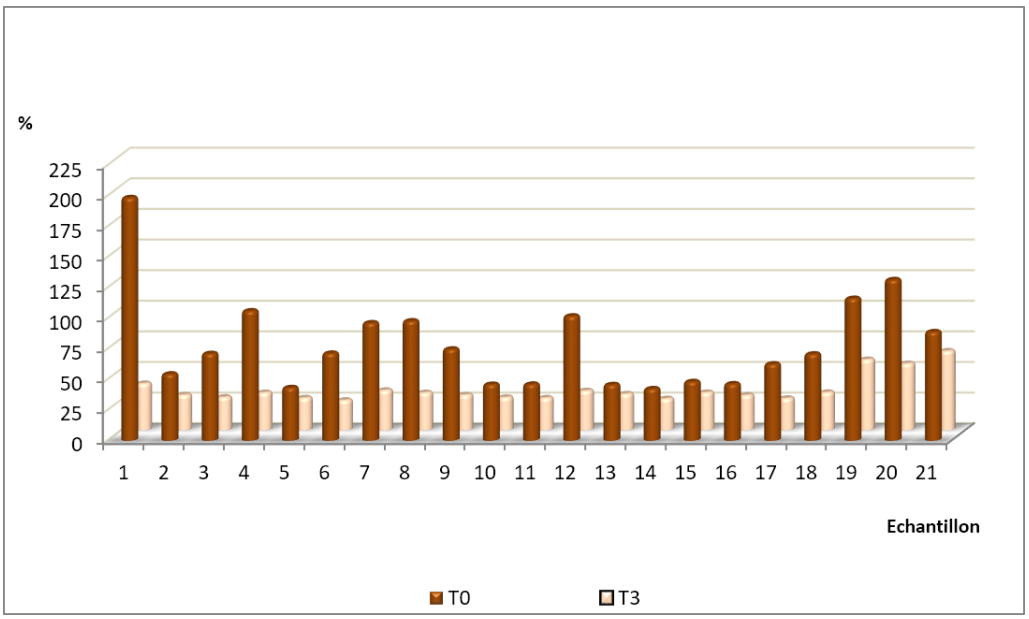


FIGURE 68 – Histogramme montrant les valeurs T3/T0 du groupe 1 (AUM)

TABLEAU 8 – Moyennes des pourcentages de T0 et T3 avec la différence T3-T0 du groupe 2 (AU)

N° de l'échantillon	TRAITEMENT	Moyenne T0 (valeur de base)	Moyenne T3	% (T3 -TO)
1	AU	51,30215	24,2928767	-52,6474491
2	AU	139,314387	34,02864	-75.5742097
3	AU	122,675523	34,61835	-71,7805565
4	AU	46,6054333	26,9834533	-42,1023443
5	AU	42,29615	27,5748	-34,8054137
6	AU	43,15378	25.36148	-41,2299919
7	AU	64,8243767	32,8848233	-49.2708993
8	AU	65,9314867	33,3612433	-49,4001349
9	AU	50,0879033	27,8625033	-44,3727897
10	AU	205,611607	43,8336	-78,6813591
11	AU	61,7136133	28,76286	-53,3930061
12	AU	94.75504	36,3146067	-61.6752769
13	AU	134,205037	35,51916	-73,533661
14	AU	95,80062	39,1212933	-59,1638412
15	AU	58,9265067	31,01419	-47,3680153
16	AU	99,95842	33,7031667	-66,2828137
17	AU	34,9439133	23,7755567	-31,9608069
18	AU	54,2502567	36,03019	-33,5852174
19	AU	103,982127	34,5614033	-66,7621692
20	AU	61,1931333	32,4906467	-46,9047508
21	AU	56,54931	27,08403	-52,1054634

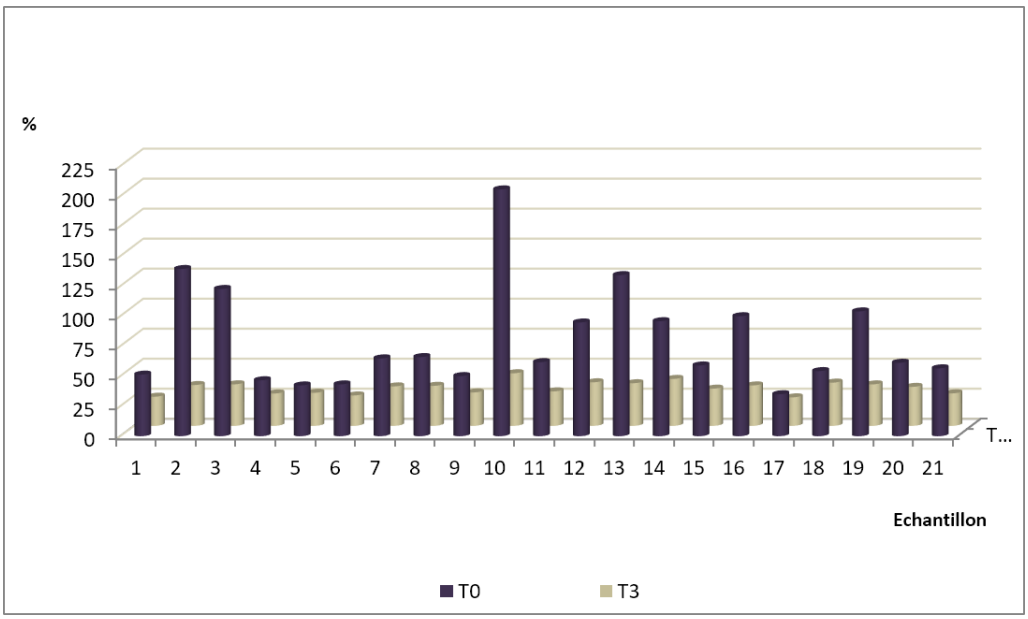


FIGURE 69 – Histogramme montrant les valeurs T3/T0 du groupe 2 (AU)

L'adhésif universel présente des valeurs de diminution de perméabilité de -52,9% avec mordançage préalable (AUM) et -53,9% en auto-mordançant (AU). (tableau 9)

Les données statistiques sont réalisées pour comparer les deux protocoles d'utilisation du système adhésif testé. Nous observons que le système adhésif utilisé en auto-mordançant obtient une valeur de diminution de perméabilité légèrement supérieure à celle obtenue lorsqu'il est utilisé avec mordançage préalable (-53,9% vs -52,9%).

Le test *a posteriori* de Duncan montre que cette différence n'est pas significative (p= 0.818078 >0.05) donc l'adhésif universel testé, quel que soit son mode d'utilisation, auto-mordançant ou à mordançage préalable, ne montre qu'un seul groupe : le groupe a.

TABLEAU 9 – Résultats de la perméabilité dentinaire du système adhésif selon les deux protocoles de collage, avec mordançage préalable ou auto-mordançant (donnés en % de diminution de perméabilité en fonction du T0 : valeur de base de l'échantillon) et test a posteriori de Duncan.

		T3/T0 Système adhésif	Test de Duncan
Adhésif	**AUM**	- 52,9% +/-14,7	a
Universel	**AU**	- 53,9% +/-14,1	a

5.4 Discussion

Le but de tout matériau d'obturation dentaire coronaire est de fournir une reconstitution durable tant sur le plan mécanique que biologique, avec un scellement biocompatible parfait à l'interface entre les tissus dentaires et l'obturation. Les tests permettant d'évaluer la qualité de ce scellement vont donc étudier la résistance mécanique des interfaces mais aussi le passage de fluides et/ou de bactéries et de leurs toxines. Un défaut d'étanchéité va donc se traduire par une percolation de fluides buccaux ou de bactéries le long des différentes interfaces mais également en direction pulpaire via les tubuli dentinaires (Attal 1995) [118] :

- Entre l'émail et l'adhésif ;
- Entre la dentine et l'adhésif ;
- Entre l'adhésif et le composite ;
- Dans les espaces non pénétrés par la résine ;
- Dans les espaces où la résine est mal polymérisée.

Cette perte d'étanchéité peut être à l'origine d'une reprise de carie, d'une atteinte pulpaire, d'une lésion péri-apicale. . .mettant en jeu le pronostic dentaire.

La pérennité des restaurations adhésives dépend en grande partie de la valeur du collage et de la nature du substrat. Si le mode d'adhésion d'une résine à l'émail a été établi rapidement [1], le collage à la dentine a fait l'objet de nombreuses controverses jusqu'à l'aube des années 90.

En effet, la complexité physique, chimique et biologique de la dentine combinée à la présence de tubuli dentinaires, de fibres de collagène et de boue dentinaire, a conduit au développement de divers systèmes adhésifs dentinaires. Ainsi, l'hétérogénéité structurale et biologique de la dentine explique sa perméabilité.

Un autre facteur à considérer pour les dents vitales, est la pression pulpaire. Relativement à la pression sanguine, il existe une force centrifuge qui s'oppose à la pénétration des systèmes adhésifs et elle est estimée à environ 32 ± 1mm Hg ou 33Mb [283].

Pashley en 1984 [3], a développé une méthode codifiant la perméabilité dentinaire en mesurant sa conductance hydraulique. Ce qui a donné une indication sur la pénétration centripète dans la dentine (vers la pulpe) de différents fluides présents en bouche ou de fluides provenant des systèmes adhésifs utilisés pour le collage. Ces fluides peuvent être chimiquement et biologiquement agressifs et être responsables d'une hypersensibilité dentinaire, d'une déminéralisation ou d'une invasion bactérienne.

Les systèmes adhésifs amélo-dentinaires présentés à l'odontologiste s'utilisent selon plusieurs modes : ceux qui sont précédés d'un mordançage à l'acide phosphorique ou ceux qui sont auto-mordançants et récemment les adhésifs universels.

Ces nouveaux et derniers adhésifs peuvent être utilisés avec un protocole d'adhésif à mordançage préalable ou un protocole d'auto-mordançage. Leur avantage vient du fait qu'un adhésif, qui peut être appliqué selon les deux protocoles, permet au praticien de décider, en fonction du cas clinique, quel type de matériau de restauration il va utiliser et comment il va conditionner les tissus dentaires pour obtenir un résultat optimisé [6].

De nombreuses méthodes *in vitro* centrées sur des tests micromécaniques [254] et microscopiques [284] ont été utilisées pour évaluer l'étanchéité des interfaces adhésif/tissu dentaire lors d'obturations coronaires dans un souci d'augmenter la longévité des restaurations en bouche. Dans une approche complémentaire, l'étanchéité des systèmes adhésifs est évaluée par un procédé de conductance hydraulique développé par Outhwaite [244] qui consiste en une méthode *in vitro* de mesure de la filtration de fluide sous pression pulpaire par les tubuli dentinaires pour évaluer l'étanchéité des systèmes adhésifs.

Dans notre expérimentation, la méthode de conductance hydraulique est utilisée pour mesurer les variations de la perméabilité dentinaire après application d'un système adhésif universel utilisé selon les deux stratégies avec et sans mordançage.

Notre choix pour cette technique est justifié par le nombre de caractéristiques qu'elle possède : une méthode quantitative, non destructive, rapide, évaluation de la perméabilité dentinaire, de l'action de différents traitements de surface, de l'étanchéité à court et long terme. Tous ces avantages nous ont permis d'obtenir des résultats précis.

Cependant et comme pour chaque étude, certains biais sont à prendre en considération. Nous les avons appréhendés de la façon suivante :

- Concernant le choix des dents :

Du fait des modifications dentinaires physiologiques dans le temps, se manifestant par une apposition de dentine secondaire, diminution du diamètre des tubuli dentinaires et donc de la perméabilité de la dentine, et en raison des variations des caractéristiques de la dentine d'un sujet à un autre, d'une dent à une autre et d'un endroit à un autre (Pashley et al 1978 [47] Seigward DH 2O13 [285], Panighi et G'SELL 1993 [286], Watanabe 1996 [287]), nous avons inclus dans notre étude que des troisièmes molaires extraites chez des sujets jeunes âgés de 18 à 25 ans.

D'autre part, la dentine peut être affectée par plusieurs pathologies pouvant modifier sa structure et ses propriétés (tertiaire, sclérotique, carieuse, déminéralisée, reminéralisée ou hyper minéralisée) influençant ainsi la qualité du collage. Afin de limiter les biais, notre choix s'est porté sur des dents saines.

- Sur la conservation des dents :

Goods et al en 1991 [281] ont démontré que le type de la solution de stockage des dents agit sur la perméabilité de la dentine au fil du temps. Pour notre expérimentation, nous avons conservé les dents dans de la chloramine à 1% à une température de 4-8°C (Jőrgensen et coll 1985 [288]). La chloramine-T est intéressante à cause de son un faible degré de cytotoxicité même en contact direct avec les tissus.

Le délai maximum de conservation des dents était de moins de 3 mois, pour se rapprocher le plus possible des conditions naturelles d'une dent vivante. Cependant d'autres études précisent que les dents peuvent être utilisées de 3 à 6 mois après leur extraction (Juloski et coll 2013 [289])).

- Le type de dentine :

Les échantillons de dentine préparés pour cette étude représentent la dentine profonde, zone où le nombre et le diamètre des tubuli dentinaires sont les plus importants. La zone prélevée est donc toujours identique, pour atténuer la variabilité propre à la structure dentinaire.

Le système adhésif utilisé obture une partie des tubuli dentinaires, entraînant une diminution de la perméabilité dentinaire initiale. La diminution est plus ou moins importante en fonction de l'efficacité de l'adhésif : plus la perméabilité est basse, meilleure est l'adhésion donc l'étanchéité.

- Sur le facteur opérateur et respect du protocole opératoire :

Toutes les étapes expérimentales ont été réalisées par le même opérateur et dans le même laboratoire de recherche. Les biais liés à ces deux facteurs sont ainsi éliminés.

- Le mode de polymérisation de l'adhésif :

La même lampe de photopolymérisation (lampe Bluephase Style Ivoclar Vivadent) délivrant 1100mW/cm2 est utilisée pour les deux protocoles de collage (avec et sans mordançage). Le mode continu pour une période de 10 secondes sont préconisés (recommandations du fabricant).

Ainsi pour nos résultats, nous devons préciser que chaque tranche de dentine non encore traitée possède une perméabilité différente car de nombreux facteurs font varier celle-ci (nombre et diamètre des tubuli, minéralisation, etc.).

Les mesures de la conductance hydraulique T0 obtenus dans notre étude confirment ces notions. Les valeurs varient de :

- ✓ 42 à 198 pour le groupe 1 à mordançage préalable ;
- ✓ 42 à 205 pour le groupe 2 auto-mordançant.

C'est ainsi que les résultats sont donnés en pourcentage de diminution de perméabilité par rapport à la perméabilité initiale de chaque échantillon.

Pour reproduire les conditions cliniques, nous reproduisons la boue dentinaire à l'aide d'un disque abrasif puis nous appliquons l'adhésif selon ses deux protocoles d'utilisation conformément aux instructions de fabricant (mordançage ou non, application de l'adhésif et photopolymérisation).

Cette boue dentinaire a diminué considérablement la perméabilité dentinaire de tous les échantillons des deux groupes : -45,23% pour le groupe 1 vs -38,43% pour le groupe 2 et ce par rapport aux valeurs initiales de la perméabilité. Nous constatons que la boue dentinaire ne réduit pas totalement la perméabilité dentinaire. Pashley [3] a démontré que le taux de diminution pouvait atteindre 86% et a suggéré que sa composition varie en fonction de la profondeur dentinaire et donc de la structure dont elle est issue [54]. Dans notre étude, il s'agit d'une dentine profonde où la densité et le nombre des tubuli dentinaires sont augmentés.

Au niveau des résultats obtenus, nous observons que le système adhésif utilisé en auto-mordançant obtient une valeur de diminution de perméabilité légèrement supérieure à celle obtenue lorsqu'il est utilisé avec mordançage préalable (-53,9% vs -52,9%). Cependant selon le test a posteriori de Duncan, cette différence n'est pas significative puisque les valeurs du système adhésif, quelque soit son mode d'utilisation, en auto-mordançant ou avec mordançage préalable, ne constitue qu'un seul groupe : dit ici groupe a.

Pour situer l'adhésif testé par rapport à d'autres systèmes adhésifs, ces valeurs obtenues peuvent être comparées à celles des systèmes adhésifs étudiés dans d'autres études.

Pour rendre possible des comparaisons entre les différentes études de conductance, il faut veiller à la standardisation du matériel et de la méthode. Dans chaque protocole, il convient de définir les paramètres suivants [275] :

- Le diamètre interne du tube contenant la bulle : plus il est petit, plus l'appareil est précis.
- Le temps de mesure : Il varie généralement entre 1 et 3 minutes mais peut aller jusqu'à 3 heures. Un temps d'une heure devrait être adéquat d'après Pommel [275].

- La quantité filtrée décroît avec l'augmentation du temps de mesure, ce qui peut s'expliquer par :
  - le remplissage initial de vides microscopiques
  - la compliance du système, c'est-à-dire le changement de volume du système pour chaque unité de changement de pression : par exemple, un tube élastique long peut s'élargir plus qu'un petit tube rigide. Ces modifications interviennent de façon plus marquée pour de hautes pressions.
- La pression appliquée : quand elle augmente, la quantité filtrée diminue. Cette pression doit être proche des pressions physiologiques, soit 15 cm H_2O, quand un équipement suffisamment sensible est utilisé.
- La précision de l'enregistrement : le plus petit volume enregistrable dépend du diamètre du tube (0,5 à 1mm) et du plus petit déplacement de la bulle enregistrable (0,005 mm à 0,5 mm).
- Pour réduire l'influence des variations anatomiques, l'épaisseur des échantillons dentaires et leur diamètre sont standardisés dans la présente étude.

Les résultats de notre étude ont été comparés à ceux des précédents travaux utilisant le même dispositif de mesure de la conductance hydraulique (Flodec - De Marco Engineering, Geneva, Switzerland), la même méthode et les mêmes paramètres de mesure (pression, diamètre du tube, temps de mesure et système d'enregistrement des valeurs).

Lors de mesures sur des échantillons dentinaires coronaires, G. Grégoire [290] obtient une meilleure étanchéité dentinaire avec quatre systèmes « total etch » qu'avec deux adhésifs auto-mordançants.

Dans une autre étude menée en 2005 [291], la comparaison de neuf systèmes auto-mordançants et d'un système « total etch », utilisé comme témoin, donne des résultats différents quant à la différence entre adhésif à mordançage préalable et adhésifs auto-mordançants. Quelques adhésifs auto-mordançants ont prouvé leur efficacité par rapport au système « total etch » alors que d'autres non. En outre, cette étude met en évidence des différences selon la composition chimique des systèmes adhésifs auto-mordançants.

Les deux études n'ont pas pris en compte les variations de la perméabilité dentinaire dans le temps.

En 2009 [292], un adhésif auto-mordançant en un seul temps a été comparé à un adhésif avec mordançage préalable utilisé en deux temps. Les résultats de l'étude montrent que le système auto-mordançant réduit plus la perméabilité que le système à mordançage.

G Grégoire et all ont étudié aussi, en 2010 [293], la perméabilité dentinaire par conductance hydraulique après application d'un système auto-mordançant (Silorane) pendant un an et qui a démontré une réduction de la perméabilité à 48,50% de sa mesure initiale puis à 52,07% sur la période.

Délannée M en 2013 [294] a testé deux systèmes adhésifs auto-mordançants pendant deux ans. Les résultats ont montré une diminution de la perméabilité dentinaire après 3 mois (- 66,9% et – 70,5%) mais qui augmente avec le temps en restant relativement inférieure à 50%.

La synthèse de toutes ces études nous démontre que les valeurs de diminution de la perméabilité dentinaire, obtenues après application de différents systèmes adhésifs à mordançage préalable et auto-mordançants, vont de -16.3% à -68.9% en efficacité de diminution de perméabilité.

Par rapport aux adhésifs universels disponibles actuellement, une étude récente de G Grégoire [164] a étudié les variations de la perméabilité dentinaire après application d'un seul adhésif universel utilisé selon ses deux modes d'utilisation : avec et sans mordançage.

Les résultats ont montré que lorsque l'adhésif est utilisé avec mordançage préalable, la perméabilité dentinaire est diminuée de 47,4 % et, lorsqu'il est utilisé en auto-mordançant, il la réduit de 50,0 %. Cependant, ces différences ne sont pas statistiquement significatives (p= 0.546).

En conclusion, les valeurs de diminution de perméabilité obtenues par le système adhésif universel testé dans cette étude font partie de la fourchette haute obtenue par les systèmes adhésifs auto-mordançants et un des adhésifs universels (tableau 10). Ces variations de la perméabilité dentinaire sont les mêmes quel que soit son mode d'utilisation avec ou sans mordançage.

TABLEAU 10 – Synthèse des travaux réalisés sur les variations de la perméabilité dentinaire après application de différents systèmes adhésifs amélo-dentinaires en comparaison avec les résultats de notre étude.

TITRE	ECHANTILLONNAGE ET ADHÉSIFS UTILISÉS	RESULTATS
• **Grégoire G, Joniot S, Guines P, Millas A** • Dentin permeability : self-etching and one-bottle dentin bonding systems • The journal of Prosthetic dentistry. 2003; 90 (1): 42-9	36 troisièmes molaires réparties en 6 groupes (n=6). 4 adhésifs à mordançage préalable sont comparés à 2 adhésifs auto-mordançants : Groupe 1 : adhésif à mordançage préalable en 2 temps Groupe 2 : adhésif à mordançage préalable en 2 temps Groupe 3 : adhésif à mordançage préalable en 2 temps Groupe 4 : adhésif à mordançage préalable en 2 temps Groupe 5 : adhésif auto-mordançant en 2 temps Groupe 6 : adhésif auto-mordançant en 1 temps	Pour les 4 premiers groupes, la réduction de la perméabilité dentinaire est de - 40%. Groupe 5 : -36%, Groupe 6 : -16% **Conclusion : Les 04 adhésifs à mordançage préalable testés provoquent une bonne réduction de la perméabilité dentinaire. Pour les systèmes auto-mordançants : l'adhésif à une étape entraine une réduction de la perméabilité inférieure par rapport à celle obtenue avec l'adhésif auto-mordançant en 2 temps.**
• **Grégoire G, Guines P, Millas A** • Effect of self-etching adhesives on dentin permeability in a fluid flow model • The journal of Prosthetic dentistry. 2005;93 (1):56-63.	100 troisièmes molaires réparties en 10 groupes (n=10). 9 adhésifs auto-mordançants sont comparés à 1 adhésif à mordançage préalable (témoin): Groupe 1 : adhésif auto-mordançant en 2 temps Groupe 2 : adhésif auto-mordançant en 1 temps Groupe 3 : adhésif auto-mordançant en 2 temps Groupe 4 : adhésif auto-mordançant en 1 temps Groupe 5 : adhésif auto-mordançant en 2 temps Groupe 6 : adhésif auto-mordançant en 1 temps Groupe 7 : adhésif auto-mordançant en 2 temps Groupe 8 : adhésif auto-mordançant en 1 temps Groupe 9 : adhésif auto-mordançant en 1 temps Groupe 10 : adhésif à mordançage préalable en 2 temps	Les valeurs de réduction de la perméabilité dentinaire sont: Pour l'adhésif témoin : -42,3% Pour les auto-mordançants: Groupe 9 (-68,9%) > Groupe 6 (60,5%) > Groupe 1 (-58,2%) > Groupe 4 (-56,8%) > Groupe 2 (-51%) > Groupe 7 (-45%) > Groupe 3 (-35,5%) > Groupe 5 (-16,4%) > Groupe 8 (16,3%) **Conclusion:** **Certains adhésifs auto-mordançants réduisent plus la perméabilité dentinaire par rapport au témoin (adhésif à mordançage préalable).** **Pour d'autres non (Groupes 3, 5 et 8)**
• **Grégoire G, Dabsie F, Delannée M, Akon B, Sharrock P** • Water permeability, hybrid layer long-term integrity and reaction mechanism of a two-step adhesive system • Journal of dentistry 2010;38:526-533	20 troisièmes molaires recevant un seul adhésif auto-mordançant (SAM 2) Etude de la filtration de fluide pendant 1 an	Perméabilité réduite à 48,50% (initiale) puis à 52,07% après un an **Conclusion :** **L'adhésif auto-mordançant testé réduit considérablement la perméabilité immédiatement et même après un an.**

TABLEAU 10 (suite) – Synthèse des travaux réalisés sur les variations de la perméabilité dentinaire après application de différents systèmes adhésifs amélo-dentinaires en comparaison avec les résultats de notre étude.

• **Delannée M, Grégoire G, Jean Noël Vergnes JN, Sharrock P** • Fluid flow through dentin–self-etch resin interface during long term in vitro aging • Materials Science and Engineering. 2013;33: 3711–3715	20 troisièmes molaires réparties en 2 groupes (n=10) 2 adhésifs auto-mordançants utilisés : - Groupe 1 : adhésif auto-mordançant en 1 temps - Groupe 2 : adhésif auto-mordançant en 2 temps La mesure de la filtration de fluide est réalisée pendant 2ans	- A 3 premiers mois la réduction de la perméabilité est : Groupe 1 : -66,9 , Groupe 2 : - 70,5% -A 2 ans : il y'a eu augmentation de la perméabilité dentinaire mais qui reste inférieure à 50%. **Conclusion : les 2 adhésifs auto-mordançants testés réduisent aussi bien la perméabilité dentinaire à court terme (3 mois) qu'à long terme (2 ans)**
• **Grégoire G, Sharrock P , Prigent Y.** • Performance of a universal adhesive on etched and non-etched surfaces: Do the results match the expectations? • Materials Science and Engineering 2016;66 :199–205	20 troisièmes molairs réparties en 2 groupes (n=10) Un seul adhésif universel utilisé selon deux modes d'application, avec et sans mordançage préalable : Groupe 1 : Adhésif universel avec mordançage préalable Groupe 2 : Adhésif universel en mode auto-mordançant	Valeurs de réduction de l perméabilité dentinaire pour les 2 groupes : Groupe 1 : -47,4%, Groupe 2 : -50,0%. L'analyse statistique ne montre pas de différence significative entre les 2 protocoles d'utilisation de l'adhésif universel utilisé (p=0,546). **Conclusion :** **L'adhésif universel réduit efficacement la perméabilité quel que soit son mode d'utilisation.**
• **Notre étude : Dr Belmabrouk et coll, 2017**	42 troisièmes molaires réparties en 2 groupes (n=21) Un seul adhésif universel utilisé selon deux modes d'application, avec et sans mordançage préalable : Groupe 1 : Adhésif universel avec mordançage préalable Groupe 2 : Adhésif universel en mode auto-mordançant	Valeurs de réduction de la perméabilité dentinaire pour les 2 groupes : Groupe 1 : -52,9% , Groupe 2 : -53,9% L'analyse statistique ne montre pas de différence significative entre les 2 protocoles d'utilisation de l'adhésif universel utilisé (p=0,818). **Conclusion :** **Les variations de la perméabilité dentinaire après application de l'adhésif universel testé sont les mêmes quel que soit son mode d'utilisation avec ou sans mordançage. Ces valeurs font partie de la fourchette haute obtenue par les systèmes adhésifs étudiés dans les travaux présentés précédemment.**

A partir des résultats d'études citées précédemment comparant les adhésifs à mordançage préalable et adhésifs auto-mordançants, nous constatons que les valeurs de la réduction de la perméabilité dentinaire étaient différentes. Les différences de composition de ces adhésifs expliquent ces variations enregistrées. Le facteur « substrat dentinaire » n'a pas été corrélé à ces résultats.

Dans notre étude, les deux protocoles d'utilisation de l'adhésif, avec et sans mordançage, n'ont pas montré de différence en terme de réduction de la perméabilité dentinaire. Pour notre travail, c'est le même adhésif universel (même composition) a été utilisé sur deux substrats dentinaires différents : dentine mordancée et non mordancée.

Afin d'expliquer ces résultats, nous avons approfondi notre recherche par la compréhension des phénomènes produits après application de l'adhésif universel en étudiant son action sur la dentine.

Il est bien admis que la réduction de la perméabilité dentinaire après l'application d'un adhésif est due à la formation de la couche hybride et des tags résineux [128]. Cela se produit quand les fibres de collagène sont infiltrées par l'adhésif [135].

L'hybridation de la dentine signifie que, après polymérisation, les tags de résine et la couche hybride scellent la dentine et retiennent les résines composites. Idéalement, la polymérisation des systèmes adhésifs devrait réduire la perméabilité de la dentine pour limiter les problèmes liés à la pénétration bactérienne et d'hypersensibilité [291].

Le rôle de la structure dentinaire dans l'adhésion a été étudié depuis les travaux du Dr Gwinett [4] montrant que la couche hybride n'apportait pas de contribution directe quantitative à l'adhérence de l'interface des systèmes testés, pour appréhender parfaitement l'importance de la structure de la dentine. Les illustrations présentées par le Dr Gwinnett ont clairement montré la pénétration de la résine non seulement dans les tubules, mais aussi dans les ramifications tubulaires [295].

Cette situation n'est possible que si l'adhésif est **suffisamment acide** pour pouvoir pénétrer, désintégrer la boue dentinaire et déminéraliser la dentine sous-jacente. Les zones déminéralisées sont alors pénétrées par la résine [296, 186, 297].

C'est ainsi que des monomères acides ont été incorporés dans la composition des adhésifs [296] et en fonction de leur pH, ces monomères possèdent différents degrés d'agressivité dans leur capacité à déminéralisation la dentine intacte. Rappelons que l'action d'un acide est liée à son pH et sa constante de dissociation ou pKa.

Selon des notions admises, la déminéralisation résulte en la dissolution des composants minéraux [298]. L'interaction des acides avec la dentine est limitée par l'effet tampon de l'hydroxyapatite [299].

Toutes ces notions nous ont poussé à caractériser l'adhésif universel testé en fonction de son acidité (pH) et de son pouvoir de pénétration (pKa). A cause de la modification du contenu chimique de la dentine résultant de l'acidité de l'adhésif, nous avons opté de suivre l'évolution des matières minérales de la dentine après application du même adhésif universel.

Aussi et dans le but de bien illustrer l'action de l'adhésif universel testé sur les tissus dentaires, nous avons conduit la même étude sur le tissu amélaire du fait qu'il constitue le tissu de recouvrement de la dentine coronaire et un substrat quasi présent en dentisterie adhésive. D'autre part, « une sertissure performante de l'émail protège la dentine sous-jacente. Il est essentiel de connaitre l'action d'un adhésif utilisé en auto-mordançant sur ce tissu très minéralisé. »

Nous présentons, ci-après, notre deuxième partie expérimentale qui s'est intéressée aux modifications des tissus amélo-dentinaires humains après application d'un adhésif universel selon ses deux techniques d'application.

Chapitre 6

MODIFICATIONS DES TISSUS AMELO-DENTINAIRES HUMAINS APRÈS APPLICATION D'UN ADHÉSIF UNIVERSEL SELON SES DEUX TECHNIQUES D'APPLICATION : VARIATIONS DU pH, DU pKa ET DES MATIÈRES MINÉRALES

Nous étudions dans cette deuxième partie de notre travail, les modifications de l'émail et de la dentine après application d'un adhésif universel selon les deux stratégies d'utilisation déjà évoquées.

Deux aspects seront analysés :

1 – Evolution de l'acidité en fonction du temps

2 – Evolution de la matière minérale

6.1 Matériels et méthodes

6.1.1 Préparation de la poudre d'émail et de dentine

40 molaires saines ont été utilisées dans cette étude (figure 70). Les dents extraites sont conservées dans de la chloramine à 1% à une température de 4˚c pour une durée maximale de 3 mois.

6.1.1.1 Préparation de la poudre d'émail

Pour obtenir la poudre d'émail, 20 dents ont été utilisées.

Les racines de chaque dent sont sectionnées et séparées de la couronne avec une fraise diamantée montée sur le contre angle tournant à une vitesse lente sous irrigation d'eau (figure 71).

La coque d'émail (figure 72) est prélevée à l'aide d'une fraise diamantée en vidant toute la dentine coronaire . Après séchage, l'émail obtenu est moulu à l'aide d'un broyeur (K Janke & Kunkel Ika®, Labortechnik, Staufen, Germany) (figure 73) sous azote liquide à basse température pour éviter tout échauffement au moment du broyage.

La poudre d'émail récupérée est passée au tamis pour obtenir des grains de poudre d'émail de granulométrie 67µm de diamètre. La poudre obtenue (figure 74) est stockée dans une boite la mettant à l'abri de l'humidité jusqu'à son utilisation.



FIGURE 70 – Exemple de molaire conservée comme échantillon pour l'étude



FIGURE 71 – La racine est séparée de la couronne



FIGURE 72 – Les coques d'émail préparées pour être broyées



FIGURE 73 – Broyeur utilisé : K Janke & Kunkel Ika®, Labortechnik, Staufen, Germany



FIGURE 74 – Poudre d'émail, d'une granulométrie moyenne de 67 μm de diamètre. Poudre prête à être utilisée pour l'étude

6.1.1.2 Préparation de la poudre de dentine

20 autres molaires saines ont été utilisées pour la préparation de la poudre de dentine.

Après la séparation des racines de la couronne, l'émail recouvrant la couronne est éliminé de même que les restes de pulpe éventuellement présents dans la chambre pulpaire (figure 75 et 76). Puis le même procédé de broyage est utilisé pour obtenir une poudre de dentine.

La poudre de dentine récupérée (figure 77) est passée au tamis pour obtenir des grains de poudre de dentine de granulométrie 67 µm de diamètre. La poudre obtenue (figure 78) est stockée dans une boite la mettant à l'abri de l'humidité jusqu'à son utilisation.



FIGURE 75 – La pulpe et l'émail périphérique sont éliminés



FIGURE 76 – Dentine coronaire prête à être broyée



FIGURE 77 – Poudre de dentine récupérée du broyeur

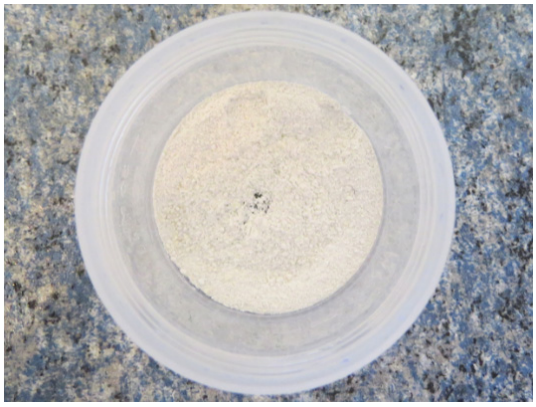


FIGURE 78 – Poudre de dentine après son passage au tamis, d'une granulométrie moyenne de 67 µm **de diamètre. Poudre prête à être utilisée pour l'étude**

6.1.2 Préparation des produits utilisés

Adhésif universel et deux acides témoins

Trois produits ont été utilisés pour cette étude : Un adhésif universel (Ivoclar Vivadent, Lot n° : S43764) et 2 acides : l'acide phosphorique (H_3PO_4, acide orthophosphorique 85%, Fournisseur : Fischer Scientific, Lot n° : 0817457) et l'acide lactique ($C_3H_6O_3$, acide lactique 90%, Fournisseur : Prolabo, Lot n° : 97086).

La composition de l'adhésif universel testé est donnée dans le tableau 11 :

TABLEAU 11 – Composition de l'adhésif testé commercialisé sous le nom Adhese Universal

L'adhésif	L'origine	La composition	Lot N°
Adhese Universal 	Ivoclar Vivadent Schaan, Liechtenstein	2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA) Bis glycidyl methacrylate (Bis-GMA) ; Décandiol diméthacrylate (D3MA) ; Ester d'acide phosphorique méthacrylate (MCAP) ; 10-methacryloxydecyl di-hydrogen phosphate (MDP) ; Ethanol ; Camphorquinone Butyl crésol.	S43764

Les deux acides (acide phosphorique et acide lactique) ont été dilués avec de l'eau dé-ionisée afin d'obtenir des solutions à 30% et sont considérés comme produits témoins pour contrôler notre méthode expérimentale

6.1.3 Évolution de l'acidité de l'adhésif universel et des acides témoins en présence de l'émail et de la dentine mordancés et non mordancés en fonction du temps de contact

Cette partie de l'étude vise à déterminer l'action et la profondeur de pénétration du système adhésif testé sur les tissus amélo-dentinaires mordancés et non mordancés. Nous suivons l'évolution des pH en fonction du temps de contact des produits avec l'émail et la dentine.

6.1.3.1 Variations de pH des produits en présence de l'émail et de la dentine en fonction du temps de contact

Dans un bécher de 100ml, 500mg d'adhésif ou de témoins sont prélevés et dilués sous agitation dans 25ml d'éthanol absolu. Après dispersion complète, 25ml d'eau dé-ionisée sont ajoutés et l'ensemble est homogénéisé à vitesse moyenne à l'aide d'un agitateur magnétique à 100rpm (Bioblock Scientific, Strasbourg, France) (figure 79).

Tous les produits sont pesés avec une balance de précision (Sartorius basic balance, Sartorius AG, Göttingen, Germany) (figure 80).

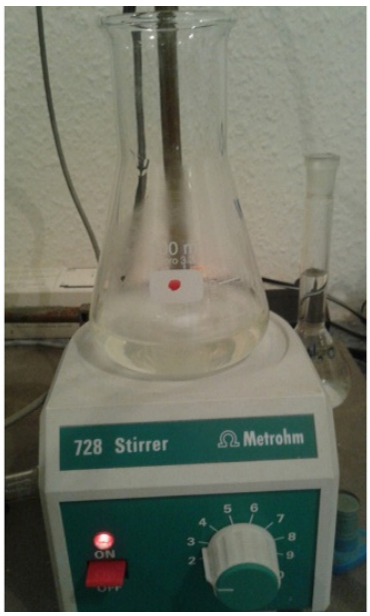


FIGURE 79 – Produits dilués sous agitation continue pour homogénéiser le mélange

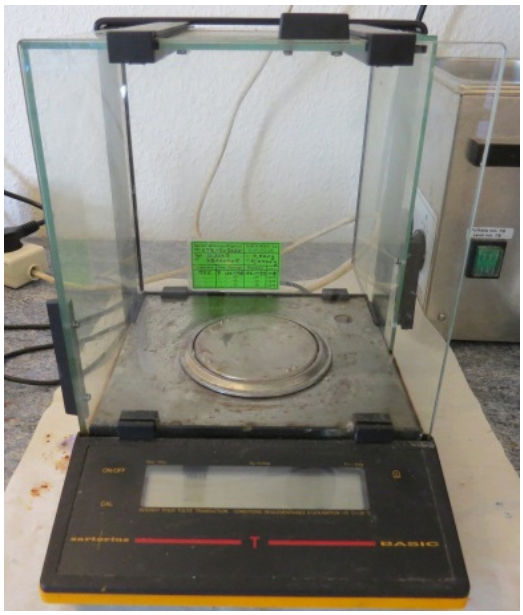


FIGURE 80 – La balance de mesure : Sartorius basic balance, Sartorius AG, Göttingen, Germany

Après calibration et acceptation par le pH mètre (827 pH mètre lab, Swiss made Ω Metrohm) combiné à une électrode en verre (figure 81), une première mesure au temps t=0seconde est effectuée. Cette valeur correspond au pH de la solution stabilisée sans poudre d'émail ou de dentine.



FIGURE 81 – pH mètre utilisé : 827 pH mètre lab, Swiss made Ω Metrohm

Ensuite, 100 mg de poudre d'émail ou de dentine (mordancée ou non) est ajoutée au mélange sous agitation continue (figure 82) et les mesures du pH en fonction du temps sont effectuées chaque 30 secondes pendant 15 mn.



FIGURE 82 – Le mélange produit et poudre de dentine sous agitation continue

Le mordançage des poudres est effectué en ajoutant 0,1 ml d'acide phosphorique à 35% pendant 30 secondes sur l'émail et 15 secondes sur la dentine (figure 83). Le mélange est rincé abondamment à l'eau et filtré sur un verre fritté N° 3 (figure 84). Les poudres d'émail et de dentine mordancées sont récupérées.

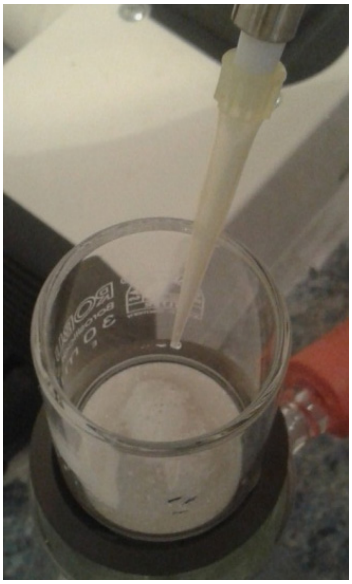


FIGURE 83 – Application de l'acide phosphorique sur la poudre de dentine pendant 15sec

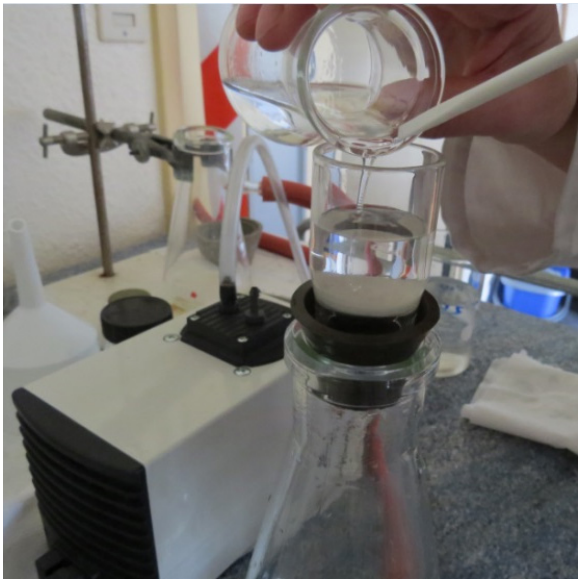


FIGURE 84 – L'action de l'acide est arrêtée par l'ajout de 10 ml d'eau puis filtration

6.1.3.2 Dosage acide des produits par la soude et détermination du pKa

Les trois produits, l'adhésif testé et les 2 témoins, sont caractérisés par titrations acide-base. L'hydroxyde de sodium dont le titre (0,1 N) est vérifié par rapport à l'hydrogénophtalate de potassium ($C_8H_5KO_4$, référence : 4876.0100 242 K 17445876) de masse moléculaire 204,23 g/mol, est utilisé pour le dosage acido-basique des trois produits.

Le dosage de l'acidité des produits par la soude est fait avec un titreur automatique (Ω Metrohm ion analysis 702 SM Titrino) (figure 85).



FIGURE 85 – Le titreur automatique : Ω Metrohm ion analysis 702 SM Titrino

Une électrode combinée est mise en contact de l'acide (figure 86) et l'ensemble est relié à un ordinateur (figure 87). Le titreur automatique permet de mesurer le pH en fonction du volume de soude versé, les données sont analysées par un logiciel Tiamo 1.2 (Titration and more). La méthode du logiciel « suivi du pH vs volume » permet d'enregistrer des valeurs de pH et des volumes (ml) ainsi que les points d'équivalence et les courbes correspondantes.

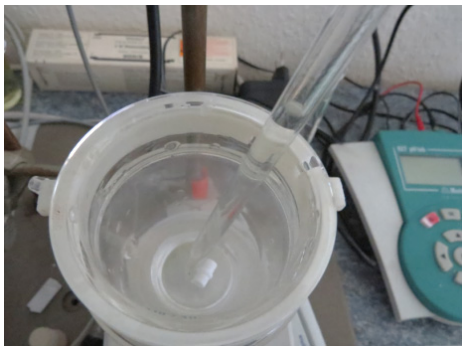


FIGURE 86 – L'électrode en contact avec l'acide d'hydrogénophtalate de potassium



FIGURE 87 – L'ordinateur d'enregistrement et d'analyse des données transmises par le titreur automatique

Le dosage est effectué en présence d'une poudre d'émail ou de dentine mordancée et non mordancée. Une pesée de 250 mg de chaque produit est réalisée et diluée sous agitation avec 12,5ml d'éthanol absolu puis 12,5 ml d'eau dé-ionisée. Le mordançage des poudres est réalisé selon le protocole précédemment décrit.

50mg de poudre d'émail ou de dentine est ajoutée au mélange (figure 88) et un dosage est réalisé à plusieurs temps de contact : 10s, 40s, 300s et 900s. Après chaque temps de contact, 50ml d'eau dé-ionisée est ajoutée pour stopper l'attaque acide. Deux dosages sont réalisés pour chaque solution et la moyenne est calculée (figure 89).

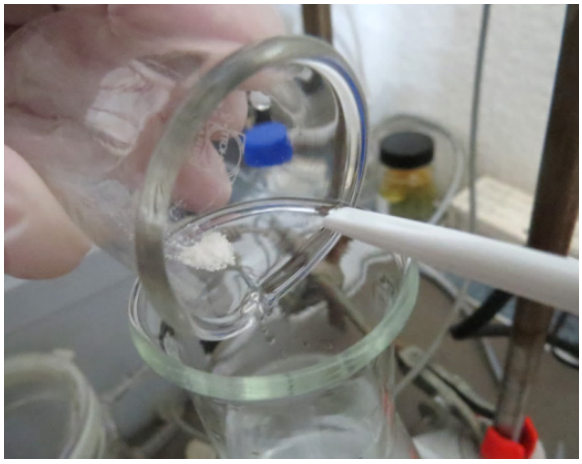


FIGURE 88 – Ajout de 50mg de poudre d'émail ou de dentine au produit dilué



FIGURE 89 – Prélèvement de 10 ml de solution pour le dosage par la soude

Les valeurs des pesées des trois produits testés en présence de la poudre d'émail et de dentine sont représentées dans des tableaux en annexe 2.

Les pKa des produits sont déterminés sur la courbe de dosage pH en fonction du volume de NaOH 0.1N versé tracée par le logiciel Tiamo. Les pka sont déterminés d'abord sans poudre (produit seul) puis après l'ajout d'émail ou de dentine aux différents temps de contact 10sec, 40sec, 300sec et 900sec.

Pour la détermination des pKa, le logiciel Tiamo 1.2 enregistre des valeurs d'équivalence.

A la demi-équivalence, on a la relation pH = pKa. La demi-équivalence d'un dosage est atteinte lorsqu'on a versé la moitié du volume de solution titrante qui permet d'obtenir l'équivalence.

A partir d'une courbe de dosage (figure 90), la valeur du pKa est précisée par la méthode suivante :

1. Déterminer à partir de la courbe pH = f (V) la valeur du volume versé VE pour atteindre l'équivalence
2. Calculer la moitié de cette valeur, qui correspond au volume versé à la demi-équivalence
3. Déterminer par lecture graphique la valeur du pH à la demi équivalence ; Cette valeur est celle du pKa recherché.

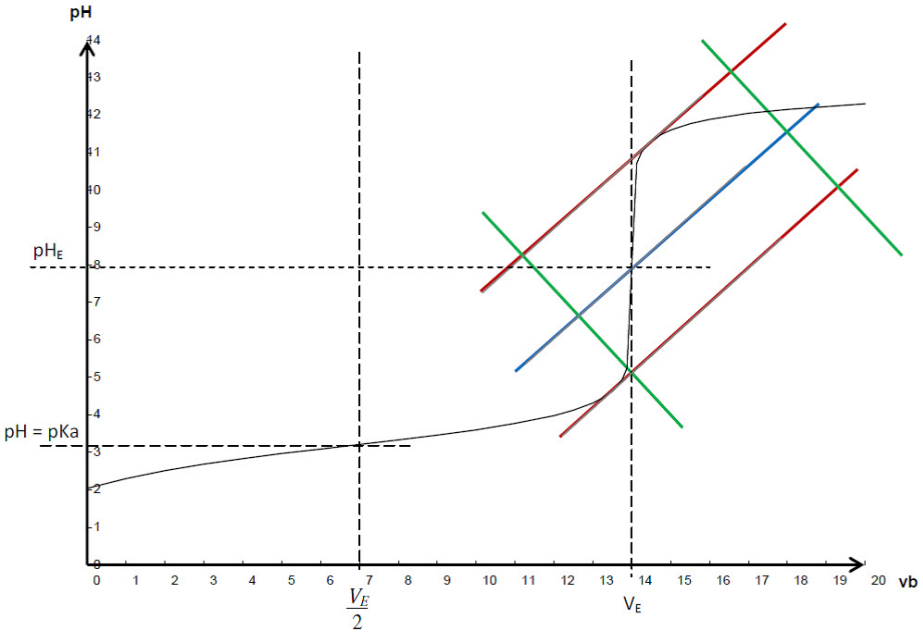


FIGURE 90 – Détermination du pKa sur une courbe de dosage

6.1.3.3 Analyse statistique

Les résultats de chaque méthode sont traités par analyse de la variance (ANOVA one-way) suivie par le test a posteriori de Duncan avec une signification $p<0,05$. Cette analyse statistique est réalisée à l'aide du logiciel Statistica 8.

6.1.3.4 Résultats

6.1.3.4.1 Mesures de pH de l'adhésif universel testé et des 2 acides témoins en présence de la poudre d'émail et de dentine en fonction du temps de contact

6.1.3.4.1.1 Evolution du pH/temps lorsque l'adhésif est mélangé à l'émail non mordancé : comparaison avec les témoins

Lorsque l'adhésif universel et les solutions témoins sont mélangés à la poudre d'émail non mordancée, le pH en fonction du temps (0 sec à 900 sec) varie : (Voir annexe 3)

- Pour l'acide phosphorique à 30% : de 2,42 à 2,65
- Pour l'acide lactique à 30% : de 3,15 à 3,59
- Pour l'adhésif universel : de 3,40 à 3,73

La courbe de variation des pH en présence d'un émail non mordancé figure 91) montre peu de changements de pH pour les trois produits. L'évolution est progressive et tend toujours vers la neutralité. L'adhésif universel montre plus de neutralité que ses témoins.

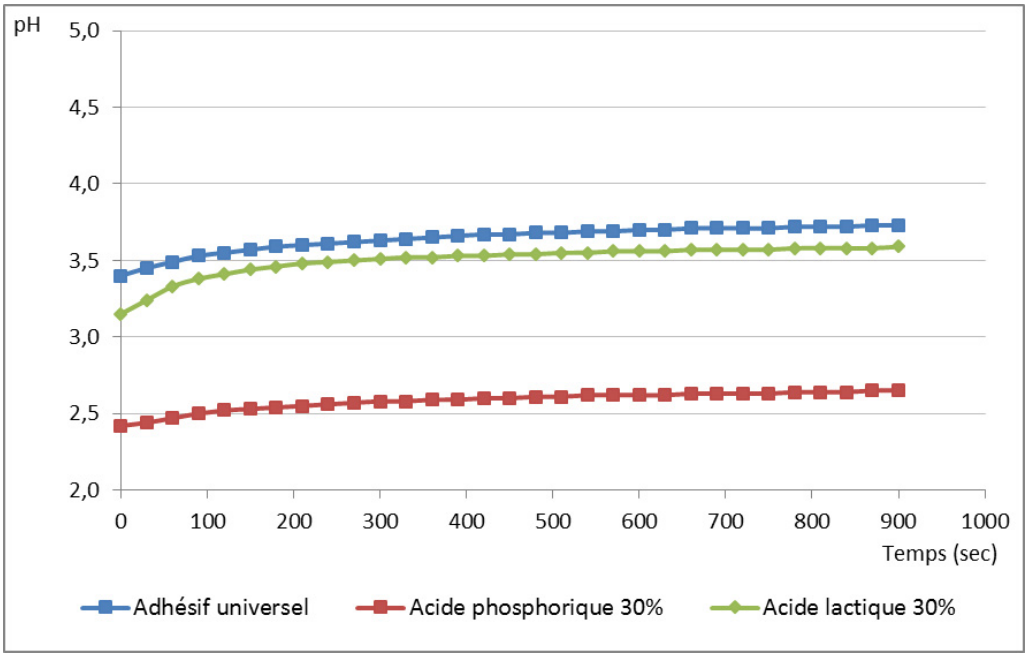


FIGURE 91 – Courbe d'évolution des pH en fonction du temps en présence d'un émail non mordancé

6.1.3.4.1.2 Evolution du pH/temps lorsque l'adhésif est mélangé à l'émail mordancé : comparaison avec les témoins

Lorsque l'adhésif universel et les solutions témoins sont mélangés à la poudre d'émail mordancée, le pH en fonction du temps (0 sec à 900 sec) varie : (Voir annexe 3)

- Pour l'acide phosphorique à 30% : de 2,40 à 2,58
- Pour l'acide lactique à 30% : de 3,12 à 3,37
- Pour l'adhésif universel : de 3,40 à 3,57

La courbe de variations des pH en présence d'un émail mordancé (figure 92) montre peu de changements de pH pour l'adhésif et ses témoins. L'évolution tend toujours vers la neutralité.

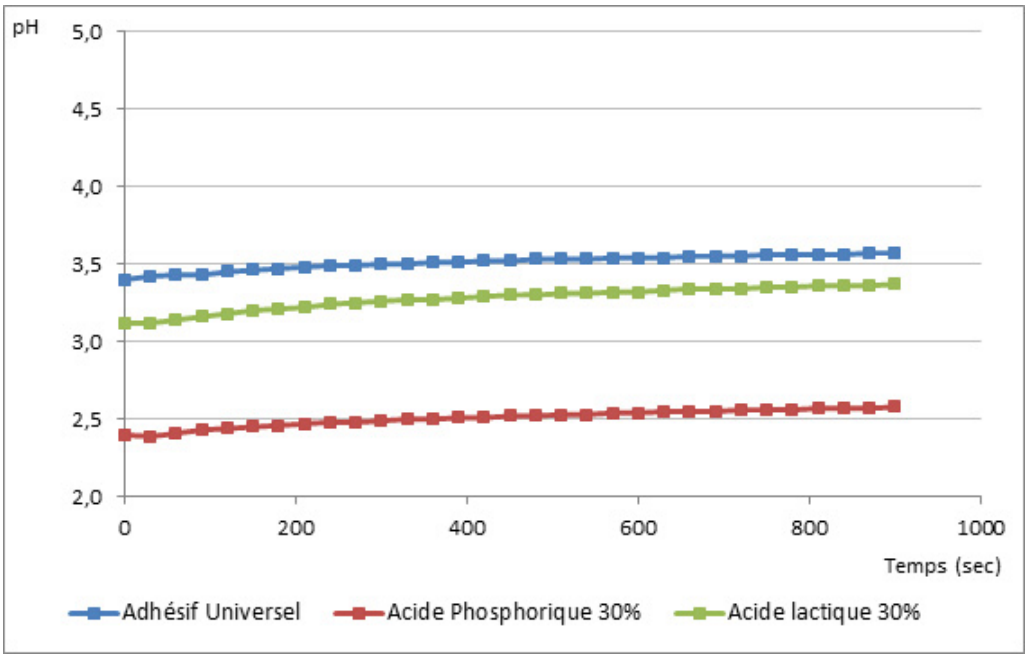


FIGURE 92 – Courbe d'évolution des pH en fonction du temps en présence d'un émail mordancé

Les résultats statistiques : analyse de la variance (tableau 12) et test a posteriori de Duncan (tableau 13) montrent une différence significative de la variation de pH en fonction du temps selon le mode d'application des trois produits sur l'émail (avec ou sans mordançage).

TABLEAU 12 – Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'acidité de l'émail mordancé et non mordancé après application de l'adhésif et des acides témoins

Produit	Sum of squares	Deg. Of Freedom	MS	F statisticts	P Value
Adhésif universel	0,2725	1	0,2725	56,8	0,000000
Acide Phosphorique 30%	0,0898	1	0,0898	26,9	0,000003
Acide Lactique 30%	0,7836	1	0,7836	95,7	0,000000

TABLEAU 13 – Résultats du test a posteriori de Duncan (p< 0,05)

	Adhésif universel	Acide phosphorique 30%	Acide lactique 30%
P (test de Duncan)	0,000109	0,000111	0,000109

Les deux modes d'application sur l'émail mordancé et sur l'émail non mordancé appartiennent donc à 2 groupes statistiques différents.

Sum of squares (Sommes des carrés des écarts) : Sum squares retourne la somme des carrés de séries

Degree of freedom (Degrés de liberté) : C'est le nombre de degrés de libertés de la comparaison

MS (Mean Square) : le carré moyen n'est qu'un autre nom pour la variance d'échantillon

F statictiscts ou test de Fischer : est un test d'hypothèse statistique qui permet de tester l'égalité de deux variances en faisant le rapport des deux variances et en vérifiant que ce rapport ne dépasse pas une certaine valeur théorique que l'on cherche dans la table de Fisher

P value : C'est la valeur du risque de type 1 ou risque alpha

6.1.3.4.1.3 Evolution du pH/temps lorsque l'adhésif est mélangé à la dentine non mordancée : comparaison avec les témoins

Quand l'adhésif universel et les solutions témoins sont mélangés à la poudre de dentine non mordancée, le pH en fonction du temps (0 sec à 900 sec) varie : (Voir annexe 3)

- Pour l'acide phosphorique à 30% : de 2,44 à 2,65
- Pour l'acide lactique à 30% : de 3,11 à 3,50
- Pour l'adhésif universel : de 3,42 à 4,25

La courbe de variation des pH en présence d'une dentine non mordancée (figure 93) montre que pour l'adhésif universel et les acides témoins l'évolution des pH est progressive et tend toujours vers La neutralité. Les changements de pH sont plus marqués pour l'adhésif que pour ses témoins (qui sont plus acides).

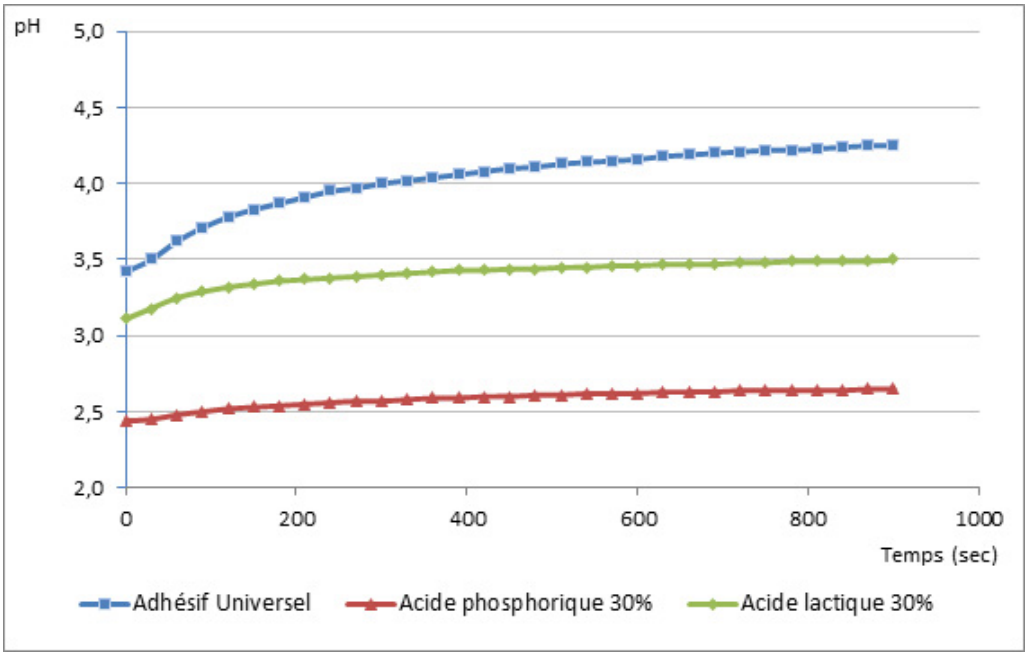


FIGURE 93 – Courbe d'évolution des pH en fonction du temps en présence d'une dentine non mordancée

6.1.3.4.1.4 Evolution du pH/temps lorsque l'adhésif est mélangé à la dentine mordancée : comparaison avec les témoins

Quand l'adhésif universel et les solutions témoins sont mélangés à la poudre de dentine mordancée, le pH en fonction du temps (0 sec à 900 sec) varie : (Voir annexe 3)

- Pour l'acide phosphorique à 30% : de 2,42 à 2,51
- Pour l'acide lactique à 30% : de 3,11 à 3,31
- Pour l'adhésif universel : de 3,40 à 3,48

La courbe de variation des pH en présence d'une dentine mordancée (figure 94) montre peu de changements de pH pour l'adhésif et ses témoins. L'évolution tend toujours vers la neutralité.

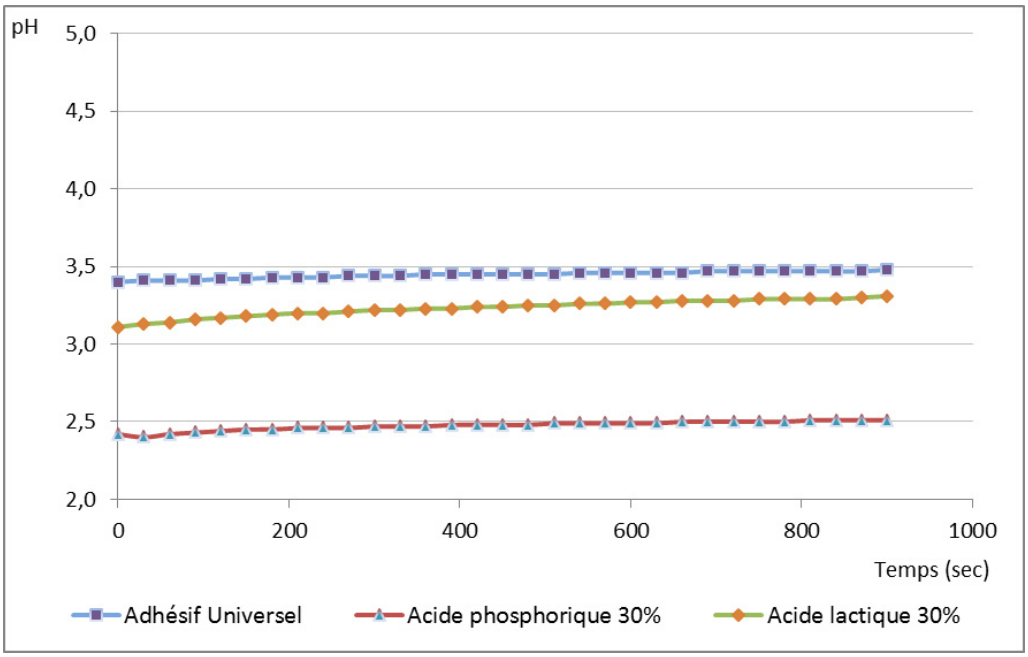


FIGURE 94 – Courbe d'évolution des pH en fonction du temps en présence d'une dentine mordancée

Les résultats statistiques : analyse de la variance (tableau 14) et test a posteriori de Duncan (tableau 15) montrent une différence significative de la variation de pH en fonction du temps selon le mode d'application des trois produits sur la dentine (avec ou sans mordançage).

TABLEAU 14 – Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'acidité de la dentine mordancée et non mordancée après application de l'adhésif et des acides témoins

Produit	Sum of squares	Deg. Of Freedom	MS	F statisticts	P Value
Adhésif universel	**5,1621**	**1**	**5,1621**	**203,63**	**0,00**
Acide Phosphorique 30%	**0,1898**	**1**	**0,1898**	**87,4**	**0,000000**
Acide Lactique 30%	**0,4651**	**1**	**0,4651**	**79,1**	**0,000000**

TABLEAU 15 – Résultats du test a posteriori de Duncan (p< 0,05)

	Adhésif universel	Acide phosphorique 30%	Acide lactique 30%
P (test de Duncan)	0,000109	0,000109	0,000109

Les deux modes d'application sur la dentine mordancée et sur la dentine non mordancée appartiennent donc à 2 groupes statistiques différents.

On remarque aussi que la dentine tamponne mieux l'acidité quand elle est non mordancée. Cette tendance vers la neutralité est plus caractéristique de l'adhésif universel que des 2 témoins.

6.1.3.4.2 Dosage acide-base des produits en présence de la poudre d'émail et de dentine en fonction du temps de contact

Les valeurs de pH et des volumes de la soude sans poudre (produits seuls) et en présence de la poudre d'émail ou de dentine mordancée et non aux différents temps de contact 10, 40, 300 et 900sec sont représentées dans des tableaux en annexe 4 puisque les courbes qui sont le résultat des tableaux figurent sur le texte.

L'adhésif universel testé et les deux acides témoins montrent des courbes de dosage différentes correspondant à des pka différents.

Le dosage des trois produits sans poudre d'émail ou de dentine est représenté sur la figure 95 :

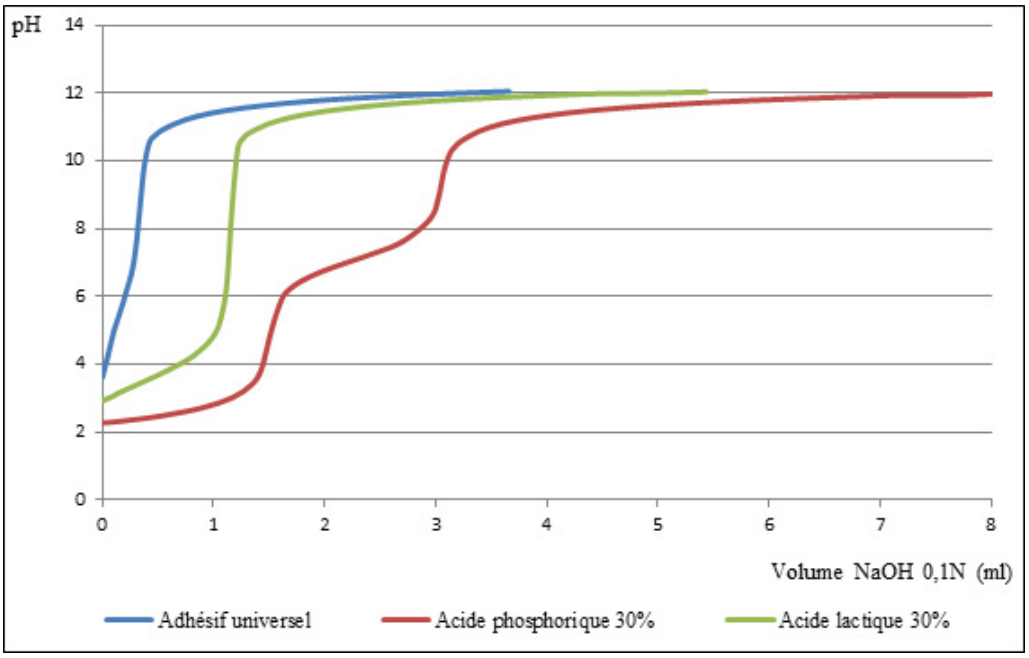


FIGURE 95 – Courbes de dosage acide de l'adhésif testé et des témoins acides

6.1.3.4.2.1 Dosage de l'acidité de l'adhésif universel en présence de la poudre d'émail en fonction du temps de contact

Les figures de 96 à 99 montrent les courbes du dosage des trois produits avec la poudre d'émail mordancée et non mordancée aux temps de contact : 10, 40, 300 et 900 secondes. Les figures de 100 à 103 représentent les courbes du dosage des trois produits avec la poudre de dentine mordancée et non mordancée aux temps de contact : 10, 40, 300 et 900 secondes.

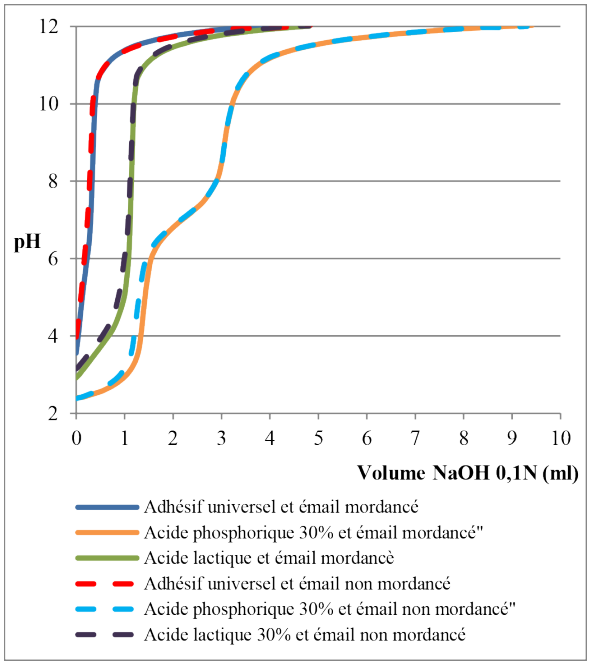


FIGURE 96 – Dosage de l'acidité des produits après contact de 10 secondes avec l'émail mordancé et non mordancé

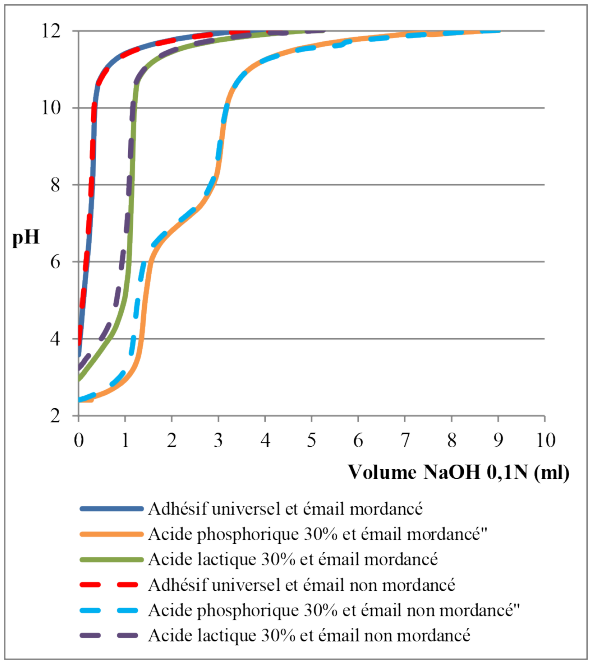


FIGURE 97 – Dosage de l'acidité des produits après contact de 40 secondes avec l'émail mordancé et non mordancé

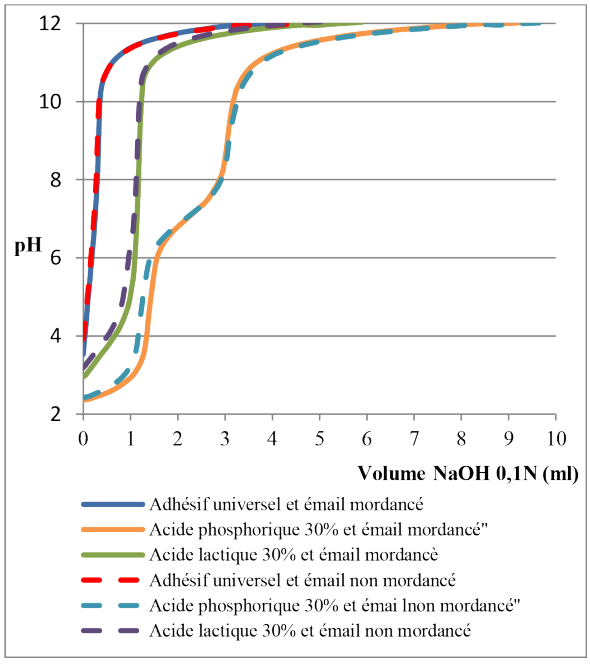


FIGURE 98 – Dosage de l'acidité des produits après contact de 300 secondes avec l'émail mordancé et non mordancé

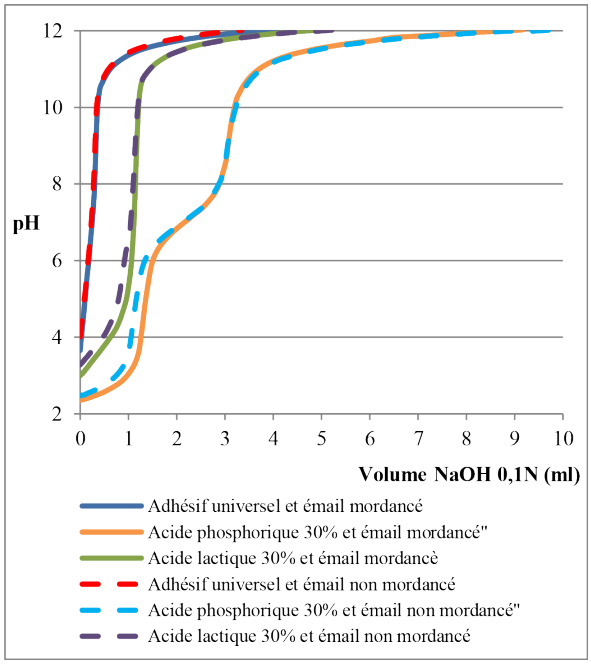


FIGURE 99 – Dosage de l'acidité des produits après contact de 900 secondes avec l'émail mordancé et non mordancé

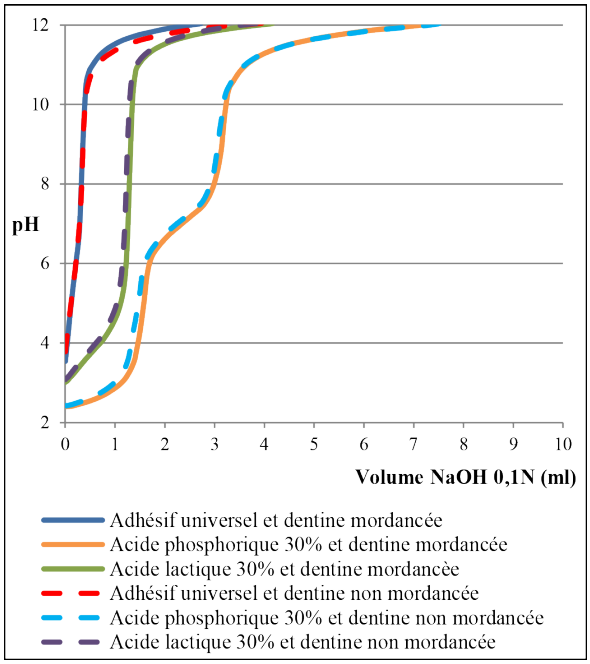


FIGURE 100 – Dosage de l'acidité des produits après contact de 10 secondes avec la dentine mordancée et non mordancée

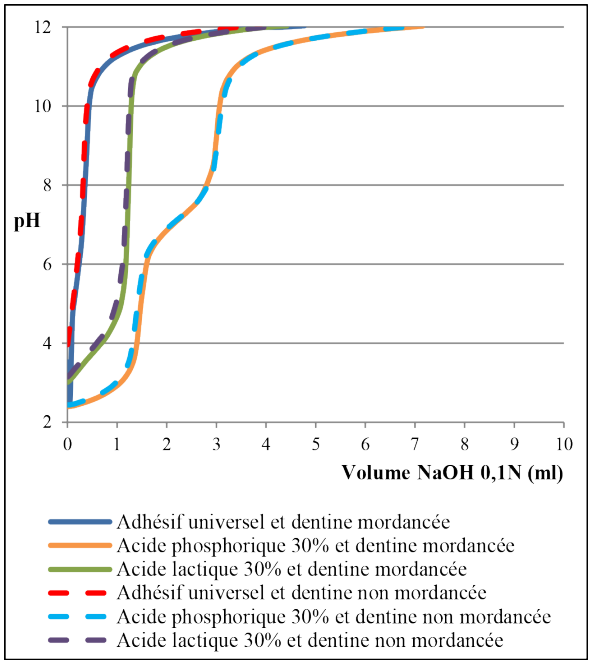


FIGURE 101 – Dosage de l'acidité des produits après contact de 40 secondes avec la dentine mordancée et non mordancée

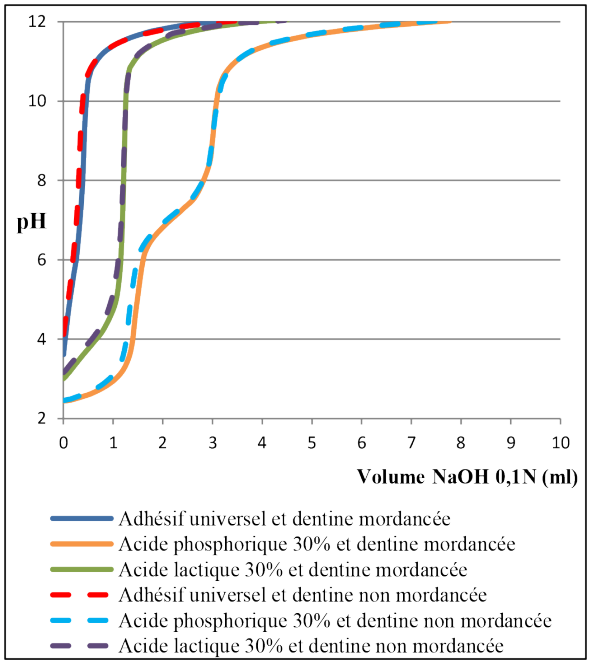


FIGURE 102 – Dosage de l'acidité des produits après contact de 300 secondes avec la dentine mordancée et non mordancée

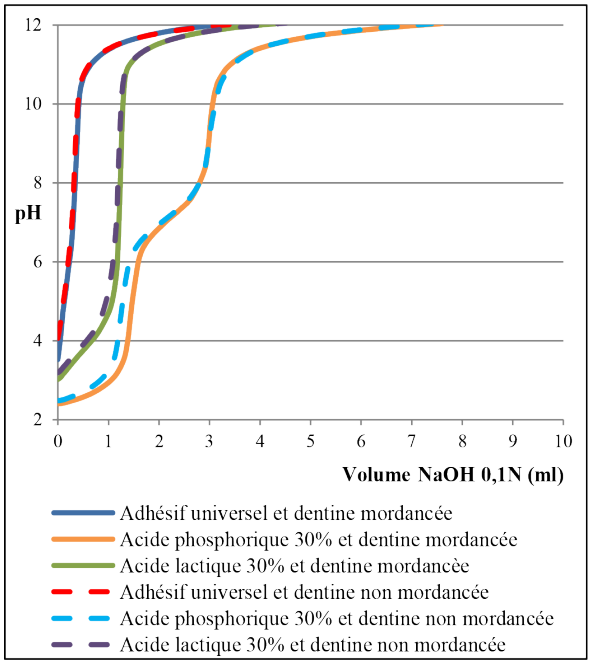


FIGURE 103 – Dosage de l'acidité des produits après contact de 900 secondes avec la dentine mordancée et non mordancée

Les courbes présentées ci-dessus montrent la modification du pH en fonction du volume de base ajoutée (NaOH) aux solutions qui sont acides initialement. Les pH sont donc acides au début et deviennent basiques à la fin. Au début on a des acides (dilués) présents et le pH dépend de leur concentration et de leur pKa qui est une constante (qui dépend de la force de l'acide considéré). Au fur et à mesure de leur réaction avec la base ajoutée, le pH augmente vers la neutralité (pH =7) puis devient basique (pH plus grand que 7).

6.1.3.4.2.2 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide

Nous précisons que pour l'adhésif universel, le logiciel titrino ne donne qu'un seul point d'équivalence (le 2ème), mais lorsque l'on regarde la courbe dérivée (donnée par le logiciel du titrino), on voit bien les 2 pics correspondants aux 2 équivalences. Le 1er point d'équivalence qui correspond au sommet du 1er pic, est déterminé graphiquement sur cette courbe dérivée.

Pour les deux acides témoins, les points d'équivalence ont été enregistrés par le logiciel Titrino.

Les valeurs données ci-après représentent la moyenne des deux dosages acides réalisés.

6.1.3.4.2.2.1 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide des produits seuls (sans poudre)

TABLEAU 16 – Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide des produits seuls (sans poudre) par la soude (0.1mol/l), EP : Point d'équivalence, V : Volume

Adhésif universel				Acide phosphorique à 30%				Acide lactique à 30%	
EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	V1 (ml)
4.928	8.917	0.100	0.347	4.778	9.537	1.505	3.065	8.162	1.158

6.1.3.4.2.2.2 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence de l'émail

Les valeurs de pH à l'équivalence et des volumes de la base correspondants obtenues lors du dosage acide des trois produits par la soude (0.1mol/l) en présence de l'émail mordancé et non mordancé en fonction des différents temps de contact sont reportées sur les tableaux 17 et 18.

- En présence de l'émail non mordancé :

TABLEAU 17 – Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence d'un émail non mordancé, EP : Point d'équivalence, V : Volume

	Adhésif universel				Acide phosphorique 30%				Acide lactique 30%	
Temps (sec)	EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	V1 (ml)
10	5.552	8.690	0.135	0.299	4.585	9.066	1.250	3.072	8.827	1.140
40	5.737	8.628	0.147	0.294	4.633	9.134	1.237	3.040	9.019	1.125
300	5.813	8.620	0.150	0.292	4.583	9.042	1.220	3.093	8.912	1.152
900	5.813	8.705	0.152	0.302	4.543	9.048	1.114	3.647	8.991	1.143

- En présence de l'émail mordancé :

TABLEAU 18 – Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence d'un émail mordancé, EP : Point d'équivalence, V : Volume

	Adhésif universel				Acide phosphorique 30%				Acide lactique 30%	
Temps (sec)	EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	V1 (ml)
10	4.875	8.860	0.112	0.351	4.703	9.055	1.396	3.073	8.144	1.141
40	5.278	8.808	0.130	0.322	4.720	9.246	1.411	3.084	8.179	1.153
300	5.410	8.726	0.139	0.318	4.697	9.225	1.402	3.073	8.318	1.178
900	5.354	8.781	0.130	0.322	4.610	9.267	1.322	3.093	8.268	1.154

6.1.3.4.2.2.3 Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence de la dentine

Les valeurs de pH à l'équivalence et des volumes de la base correspondants obtenues lors du dosage acide des trois produits par la soude (0.1mol/l) en présence de la dentine mordancée et non mordancée en fonction des différents temps de contact sont représentées dans les tableaux 19 et 20.

- En présence de dentine non mordancée :

TABLEAU 19 – Valeurs des points d'équivalences et des volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence d'une dentine non mordancée , EP : Point d'équivalence, V : Volume

	Adhésif universel				Acide phosphorique 30%				Acide lactique 30%	
Temps (sec)	EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	V1 (ml)
10	4.878	8.804	0.105	0.354	4.712	9.316	1.396	3.069	8.253	1.233
40	4.937	8.612	0.102	0.329	4.756	9.344	1.387	3.042	8.416	1.200
300	5.001	8.594	0.099	0.322	4.748	9.279	1.334	3.018	8.573	1.214
900	4.908	8.598	0.099	0.333	4.695	9.200	1.250	3.007	8.522	1.203

- En présence de dentine mordancée :

TABLEAU 20 – Valeurs des points d'équivalences et de volumes correspondants obtenues après dosage acide en présence d'une dentine mordancée , EP : Point d'équivalence, V : Volume

	Adhésif universel				Acide phosphorique 30%				Acide lactique 30%	
Temps (sec)	EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	EP2	V1 (ml)	V2 (ml)	EP1	V1 (ml)
10	4.843	9.045	0.108	0.357	4.796	9.588	1.525	3.165	8.159	1.292
40	4.748	8.788	0.109	0.381	4.776	9.552	1.463	3.043	8.113	1.235
300	4.833	8.933	0.113	0.414	4.747	9.474	1.462	3.032	8.187	1.213
900	4.858	8.821	0.112	0.369	4.751	9.485	1.456	3.025	8.190	1.239

6.1.3.4.2.3 Valeurs des pKa

6.1.3.4.2.3.1 Valeurs des pKa des produits seuls

Après détermination des pKa à partir des courbes tracées de l'adhésif universel et de ses témoins sans poudre d'émail ou de dentine, nous obtenons les valeurs représentées sur le tableau 21.

TABLEAU 21 – Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides sans poudre

Adhésif universel		Acide phosphorique à 30%		Acide lactique à 30%
pKa1	pKa2	pKa1	pKa2	pKa
4.25	6.20	2.60	7.09	3.79

Les valeurs du pka des produits seuls montrent que l'adhésif universel est un acide faible par rapport à ses témoins.

6.1.3.4.2.3.2 Valeurs des pKa en présence de l'émail

Les valeurs des pKa de l'adhésif et de ses acides témoins en fonction du temps de contact avec l'émail non mordancé sont représentées sur le tableau 22.

TABLEAU 22 – Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides en présence d'un émail non mordancé

	Adhésif universel		Acide phosphorique à 30%		Acide lactique à 30%
Temps (sec)	pKa1	pKa2	pKa1	pKa2	pKa
10	4.66	6.77	2.70	7.00	4.08
40	4.78	6.99	2.73	7.02	4.15
300	4.76	6.95	2.75	7.01	4.14
900	4.84	6.90	2.79	7.23	4.22

Les valeurs des pKa de l'adhésif et de ses acides témoins en fonction du temps de contact avec l'émail mordancé sont représentées sur le tableau 23.

TABLEAU 23 – Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides en présence d'un émail mordancé

	Adhésif universel		Acide phosphorique à 30%		Acide lactique à 30%
Temps (sec)	pKa1	pKa2	pKa1	pKa2	pKa
10	4.16	6.03	2.67	7.05	3.84
40	4.40	6.55	2.69	7.06	3.85
300	4.47	6.65	2.67	7.06	3.87
900	4.50	6.66	2.68	7.05	3.90

6.1.3.4.2.3.3 Valeurs des pKa en présence de la dentine

Les valeurs des pKa de l'adhésif et de ses acides témoins en fonction du temps de contact avec la dentine non mordancée sont représentées sur le tableau 24.

TABLEAU 24 – Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides en présence d'une dentine non mordancée

	Adhésif universel		Acide phosphorique à 30%		Acide lactique à 30%
Temps (sec)	pKa1	pKa2	pKa1	pKa2	pKa
10	4.31	6.18	2.73	6.98	4.01
40	4.43	6.26	2.75	7.13	4.02
300	4.53	6.27	2.77	7.10	4.04
900	4.48	6.18	2.78	7.08	4.06

Les valeurs des pKa de l'adhésif et de ses acides témoins en fonction du temps de contact avec la dentine mordancée sont représentées sur le tableau 25.

TABLEAU 25 – Valeurs de pKa de l'adhésif testé et des témoins acides en présence d'une dentine mordancée

	Adhésif universel		Acide phosphorique à 30%		Acide lactique à 30%
Temps (sec)	pKa1	pKa2	pKa1	pKa2	pKa
10	4.14	6.19	2.68	6.99	3.91
40	4.09	6.10	2.73	7.19	3.91
300	4.28	6.11	2.72	7.10	3.91
900	4.18	6.17	2.69	7.13	3.92

A partir de ces résultats, nous observons que les pKa de l'adhésif universel avec l'émail sont globalement plus élevés qu'avec la dentine : l'acide est donc plus consommé avec l'émail qu'avec la dentine.

Les pKa de l'adhésif sont plus élevés avec les poudres non mordancées, elles consomment donc plus d'acide.

Dans le cas de la dentine et en fonction du temps, les pKa tendent à redescendre vers 900 s. Dans le cas de l'émail, les pKa continuent de monter.

6.1.4 Evolution des matières minérales de l'émail et de la dentine après l'application de l'adhésif selon les deux techniques avec et sans mordançage préalable

Nous déterminons les quantités de calcium dissous et de masses minérales restantes dans l'émail et la dentine mordancés et non mordancés après application de l'adhésif. Nous avons déterminé ces dosages en fonction du temps.

6.1.4.1 Dosage du calcium par absorption atomique flamme en fonction du temps d'application de l'adhésif

Nous quantifions le calcium dissous par l'adhésif après son application sur l'émail et la dentine préalablement mordancés ou non.

6.1.4.1.1 Préparation des produits et des échantillons à analyser

Pour le dosage du calcium, l'adhésif universel est comparé à l'acide lactique à 10% pour contrôler notre méthode expérimentale. Pour cela, l'acide lactique à 30% est dilué dans l'eau dé-ionisée (10ml d'acide plus 20ml d'eau).

Les deux produits sont mélangés pour chaque temps de contact : 10, 20, 40, 60, 300, 600 et 900sec avec 100mg de poudre d'émail ou de dentine mordancée puis non mordancée.

Le mordançage est réalisé selon le protocole précédemment décrit.

Pour l'acide lactique, 100mg de poudre est mélangée avec 1ml d'acide lactique puis rincée dans un verre fritté N^{o} 3 avec 5$\times$2ml d'eau dé-ionisée et filtrée régulièrement.

Pour l'adhésif universel, 100 mg de poudre est mélangée avec 120mg d'adhésif puis le mélange après chaque temps est rincé avec des solutions d'éthanol de concentrations décroissantes puis filtré. La poudre est récupérée pour chaque temps ainsi que les solutions.

6.1.4.1.2 Préparation des solutions étalons

Un étalonnage de l'appareil d'absorption atomique est réalisé. Une première solution étalon (dite solution mère) a été préparée à partir de 20 mg de carbonate de calcium ($CaCO_3$, GPR Rectapur Precipitated, Fournisseur : VWR Prolabo, Lot n° 11/010013) dans une fiole jaugée de 100ml. Une petite quantité du mélange est dissoute d'abord dans l'acide chlorhydrique puis complétée par de l'eau dé-ionisée à un volume de 100ml. Nous obtenons une solution de 1ppm. Des solutions filles sont ensuite préparées à partir de la solution mère par dilution. On obtient les solutions étalons suivantes :

1ppm – 0,5ppm – 0,2ppm – 0,1ppm – 0,05ppm – 0,01ppm (figure 104).



FIGURE 104 – Les solutions étalons préparées pour contrôler le bon fonctionnement de l'appareil du dosage

6.1.4.1.3 Méthode du dosage du calcium par absorption atomique Flamme

Après dosage des solutions étalons, chaque solution récupérée (après contact du produit avec la poudre d'émail ou de dentine mordancée ou non) est analysée par absorption atomique flamme acétylène (SpectrAA 220- Atomic Absorption Spectrometer Fast Sequential- Varian) et l'absorbance du calcium est mesurée et enregistrée automatiquement sur le logiciel (SpectrAA 220FS- Worksheet Oriented AA Software Version 5.01 – Varian) (figure 105).

Le détecteur est une lampe Ca/Mg réglée sur une longueur d'onde de λ= 422,7 nm et une intensité de 7mA pour la détection de l'élément Calcium (Ca) (figure 106). La flamme est alimentée par de l'air comprimé et de l'acétylène dont le débit de gaz est de 0,8 l/min. un changement de la couleur vers le rouge signe l'absorbance du calcium (figure 107).



FIGURE 105 – L'appareil de l'absorption atomique : SpectrAA 220- Atomic Absorption Spectrometer Fast Sequential- Varian

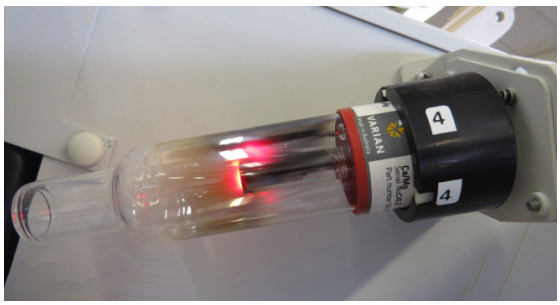


FIGURE 106 – La lampe Ca/Mg pour détecter l'élément Ca

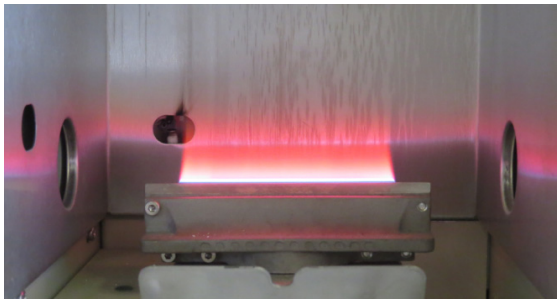


FIGURE 107 – Le changement de couleur de la flamme vers le rouge signe une absorbance du calcium

Les pesées des poudres d'émail et celles des produits utilisés sont représentées dans les tableaux 26 et 27.

- Poudre d'émail mélangée avec l'adhésif universel :

TABLEAU 26 – Pesées de la poudre d'émail et de l'adhésif testé utilisées pour le dosage du calcium

Temps (sec)	Poudre d'émail non mordancée		Poudre d'émail mordancée	
	Pesée de la poudre (mg)	Pesée de l'adhésif universel (mg)	Pesée de la poudre (mg)	Pesée de l'adhésif universel (mg)
10	100, 5	126,8	100,4	126,3
20	100,5	141,7	100,6	148,6
40	100,2	137,1	100,9	142,0
60	100,8	119,7	100,4	136,5
300	100,3	139,4	100,4	139,2
600	100,4	142,8	100,4	131,6
900	100,1	129,5	100,4	142,6

- Poudre d'émail mélangée avec l'adhésif universel :

TABLEAU 27 – Pesées de la poudre d'émail et de l'acide témoin utilisées pour le dosage du calcium

Temps (sec)	Poudre d'émail non mordancée (mg)	Poudre d'émail mordancée (mg)
10	100,2	100,3
20	102,1	100,7
40	100,1	100,1
60	100,6	100,5
300	100,3	100,0
600	100,6	100,3
900	100,1	100,4

Les pesées des poudres de dentine et celles des produits utilisés sont représentées dans les tableaux 28 et 29 :

- Poudre de dentine mélangée avec l'adhésif universel :

TABLEAU 28 – Pesées de la poudre de dentine et de l'adhésif testé utilisées pour le dosage du calcium

Temps (sec)	Poudre de dentine non mordancée		Poudre de dentine mordancée	
	Pesée de la poudre (mg)	Pesée de l'adhésif universel (mg)	Pesée de la poudre (mg)	Pesée de l'adhésif universel (mg)
10	100, 3	112,9	100,8	124,8
20	100,0	113,7	100,9	133,1
40	100,5	126,5	100,8	131,9
60	100,2	121,6	100,5	124,8
300	100,6	127,0	100,7	131,9
600	100,7	125,3	100,4	123,3
900	100,1	132,2	100,5	121,1

- Poudre de dentine mélangée avec le témoin (l'acide lactique 10%) :

TABLEAU 29 – Pesées de la poudre de dentine et de l'acide témoin utilisées pour le dosage du calcium

Temps (sec)	Poudre de dentine non mordancée (mg)	Poudre de dentine mordancée (mg)
10	100,0	100,2
20	102,0	100,0
40	100,5	100,2
60	100,6	100,0
300	100,6	100,2
600	100,0	100,0
900	100,9	100,6

6.1.4.2 Dosage de la matière minérale par analyse thermogravimétrique en fonction du temps d'application de l'adhésif

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné.

Nous quantifions la totalité des masses minérale et organique restantes dans l'émail et la dentine mordancés ou non après contact avec l'adhésif universel testé. Nous avons déterminé ce dosage en fonction du temps. Le but de cette analyse est de

suivre l'évolution de la matière minérale restante dans l'émail et la dentine après réaction avec l'adhésif.

Une quantité de la poudre d'émail ou de dentine ayant réagi avec l'adhésif universel pour les temps de contact 10, 60 et 300sec, est placée dans le porte échantillon de l'appareil de mesure thermogravimétrique SDQ600® (TA instruments, Courtaboeuf, France).

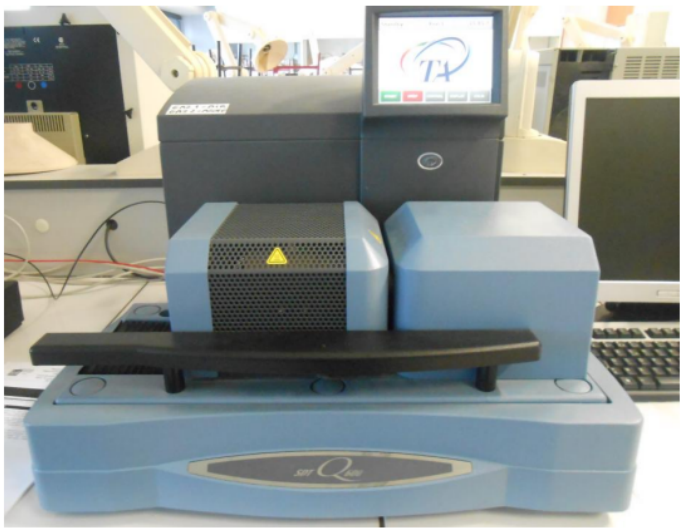


FIGURE 108 – L'appareil de mesure thermogravimétrique SDQ600®

L'appareil permet de chauffer l'échantillon d'une température ambiante à une température de 900°C, par une augmentation de la température de 20°C par minute.

Une courbe thermogravimétrique est enregistrée et analysée.

L'évaporation de l'eau et des solvants est représentée par des pics négatifs (endothermiques) alors que les réactions de combustion font des pics positifs (exothermiques).

➢ Les pesées des poudres d'émail analysées sont représentées dans le tableau 30 :

TABLEAU 30 – Quantités de poudre d'émail résiduelle analysées par thermogravimétrie

Temps de contact (sec)	Poudre d'émail (mg)	
	Poudre mordancée	Poudre non mordancée
0		29,4420
10	13,4510	24,1730
60	13,1810	24,6940
300	9,0010	13,6170

➢ Les pesées des poudres de dentine analysées sont représentées dans le tableau 31 :

TABLEAU 31 – Quantités de poudre de dentine résiduelle analysées par thermogravimétrie

Temps de contact (sec)	Poudre de dentine (mg)	
	Poudre mordancée	Poudre non mordancée
0	3,3160	13,0290
10	14,3740	23,5537
60	13,4320	15,8383
300	18,2260	9,0440

Une fois le logiciel trace la courbe thermogravimétrique, les pourcentages des matières minérale et organique sont calculés de la manière suivante :

1- Calculer le poids de la poudre sèche = poids initial de la poudre – poids de l'eau

2- Calculer le poids de la matière minérale = Poids de la poudre sèche – poids de la matière organique

3- Le pourcentage de la matière minérale = $\frac{(\text{Poids de la matière minérale})}{(\text{Poids de la poudre sèche})} \times 100$

4- Le pourcentage de la matière organique = $\frac{(\text{Poids de la matière organique})}{(\text{Poids de la poudre sèche})} \times 100$

N.B : Les mesures pour chaque méthode ont été réalisées plusieurs fois et une moyenne est à chaque fois calculée.

6.1.4.3 Analyse statistique

Les mêmes tests statistiques sont utilisés pour le traitement des résultats de ces méthodes :

Analyse de la variance (ANOVA one-way) suivie par le test a posteriori de Duncan avec une signification $p<0,05$. Cette analyse statistique est réalisée à l'aide du logiciel Statistica 8.

6.1.4.4 Résultats

6.1.4.4.1 Dosage du calcium par absorption atomique en fonction du temps d'application de l'adhésif

Afin de calibrer l'appareil de l'absorption atomique, nous avons procédé à un étalonnage en utilisant plusieurs solutions étalons qu'on les a dosé plusieurs fois.

Les différentes mesures sont représentées sur le tableau 32 et qui nous ont permis de tracer une courbe de calibration (figure 109).

TABLEAU 32 – Le dosage du calcium des solutions étalons

Etalon (ppm)	1ère Mesure d'absorbance du ca+	2éme Mesure d'absorbance du ca+	3éme Mesure d'absorbance du ca+	**Moyenne**
1,0	2,3166	-	-	**2,3166**
0,5	2,1493	-	-	**2,1493**
0,2	1,2723	1,5129	1,4903	**1,4260**
0,1	0,8664	0,9241	0,8933	**0,8946**
0,05	0,4640	0,4561	0,4374	**0,4525**
0,02	0,2858	0,2374	0,2619	**0,2617**

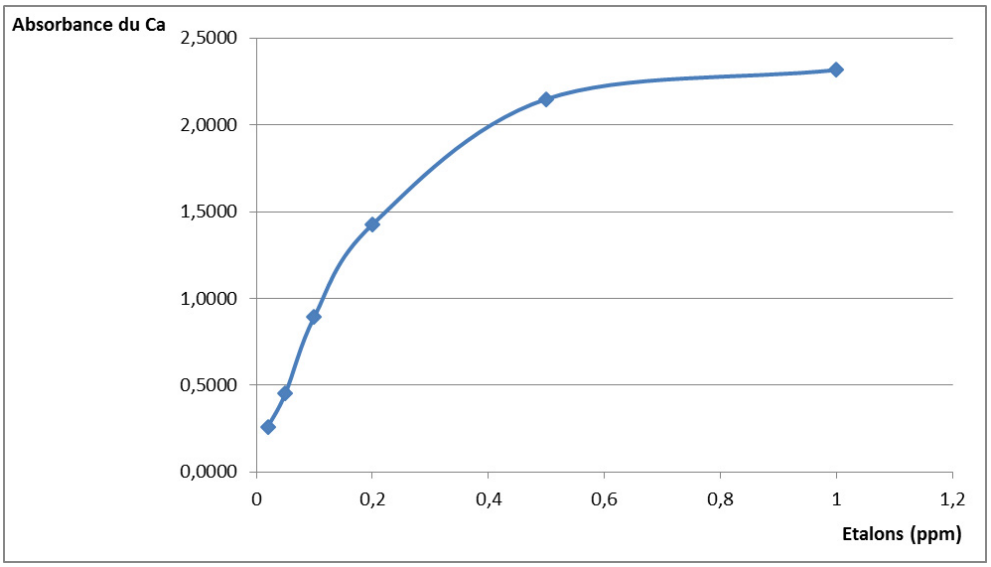


FIGURE 109 – Courbe de calibration de l'appareil d'absorption atomique utilisé dans l'étude

6.1.4.4.1.1 Dosage du calcium en fonction du temps d'application de l'adhésif universel sur l'émail

Les valeurs du dosage du calcium dissous par l'adhésif universel après contact des poudres d'émail mordancées et non mordancées sont représentées sur le tableau 33 et la figure 110 :

TABLEAU 33 – Les valeurs du dosage du calcium dissous en fonction du temps de contact de l'adhésif universel avec l'émail

Temps (sec)	Absorbance du calcium							
	Poudre d'émail mordancée				Poudre d'émail non mordancée			
	1ère Mesure	2éme Mesure	3éme Mesure	Moyenne	1ère Mesure	2éme Mesure	3éme Mesure	Moyenne
10	0,6397	0,6432	0,6260	**0,6363**	0,6905	0,6862	0,7176	**0,6981**
20	0,4539	0,4584	0,4540	**0,4554**	0,8562	0,8246	0,8384	**0,8397**
40	0,4845	0,4884	0,4920	**0,4883**	0,7862	0,7698	0,7496	**0,7685**
60	0,3827	0,3712	0,3913	**0,3817**	0,6299	0,6309	0,6451	**0,6353**
300	0,5197	0,5269	0,5285	**0,5250**	0,7472	0,7442	0,7466	**0,7460**
600	0,5963	0,6310	0,6074	**0,6115**	0,6976	0,7256	0,7082	**0,7104**
900	0,7760	0,7478	0,7770	**0,7669**	0,6889	0,6678	0,6740	**0,6769**

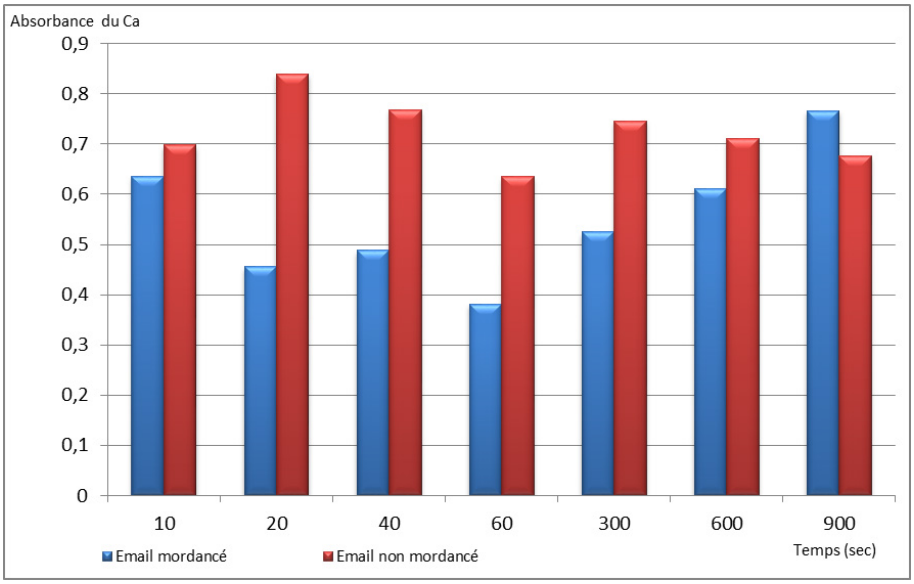


FIGURE 110 – Histogramme représentatif de l'absorbance du calcium par l'adhésif universel en fonction du temps de contact avec l'émail mordancé et non mordancé

L'histogramme montre que l'absorbance du calcium est toujours plus importante lorsque l'émail est non mordancé sauf à 900sec où l'émail mordancé présente plus de calcium dissous.

Les résultats statistiques montrent qu'il existe une différence significative quand l'adhésif est en contact avec l'émail mordancé (groupe a), l'absorbance du calcium varie de 0,6363 (10 s) à 0,7669 (900 s) et avec l'émail non mordancé (groupe b) de 0,6981 (10 s) à 0,6769 (900 s). Tableau 34

TABLEAU 34 – Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'absorbance du calcium par l'adhésif en présence de l'émail mordancé et non mordancé

Produit	Sum of squares	Deg. Of Freedom	MS	F statisticts	P Value
Adhésif universel	**0,104544**	**1**	**0,104544**	**9,8988**	**0,008434**

Le test a posteriori de Duncan montre que le groupe a et le groupe b sont différents (p=0,008593).

6.1.4.4.1.2 Dosage du calcium en fonction du temps d'application de l'acide témoin sur l'émail

Les valeurs du dosage du calcium dissous par l'acide lactique 10% après contact des poudres d'émail mordancées et non mordancées sont représentées sur le tableau 35 et la figure 111 :

TABLEAU 35 – Les valeurs du dosage du calcium dissous en fonction du temps de contact du témoin (acide lactique 10%) avec l'émail

Temps (sec)	Absorbance du calcium							
	Poudre d'émail mordancée				Poudre d'émail non mordancée			
	1ère Mesure	2éme Mesure	3éme Mesure	Moyenne	1ère Mesure	2éme Mesure	3éme Mesure	Moyenne
10	0,6444	0,6249	0,6235	**0,6309**	0,7781	0,7833	0,7753	**0,7789**
20	0,2401	0,2417	0,2467	**0,2428**	0,5155	0,5167	0,5046	**0,5122**
40	0,2314	0,2260	0,2215	**0,2263**	0,5819	0,5673	0,5663	**0,5718**
60	0,3225	0,3058	0,2986	**0,3089**	0,5476	0,5434	0,5313	**0,5407**
300	0,3486	0,3394	0,3336	**0,3405**	0,5827	0,5320	0,5139	**0,5428**
600	0,4687	0,4914	0,4900	**0,4833**	0,4930	0,4825	0,5012	**0,4922**
900	0,5150	0,4977	0,5048	**0,5058**	0,6955	0,7048	0,6865	**0,6956**

Le tableau montre des valeurs plus importantes de calcium dissous lorsque l'acide lactique est mélangé à l'émail non mordancé par rapport à celles obtenues avec l'émail mordancé. Nous observons une diminution progressive de l'absorbance que l'émail soit mordancé ou non.

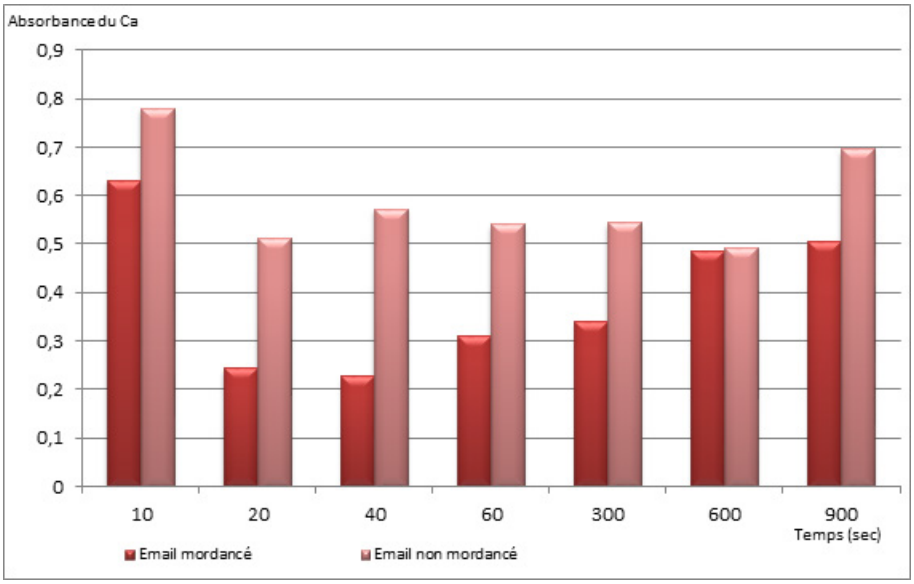


FIGURE 111 – Histogramme représentatif de l'absorbance du calcium par l'acide témoin en fonction du temps de contact en présence de l'émail mordancé et non mordancé

Les résultats statistiques montrent que quand l'acide lactique est en contact avec l'émail mordancé (groupe c), l'absorbance du calcium varie de 0,6309 (10 s) à 0,5058 (900 s) et avec l'émail non mordancé (groupe d) de 0,7789 (10 s) à 0,6956 (900 s).
On constate qu'il existe une différence significative lorsque l'acide lactique est mélangé avec un émail mordancé par rapport à un émail non mordancé. Tableau 36

TABLEAU 36 – Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'absorbance du calcium par l'acide témoin en présence de l'émail mordancé et non mordancé

Produit	Sum of squares	Deg. Of Freedom	MS	F statisticts	P Value
Acide lactique 10%	0,139141	1	0,139141	8,1421	0,014530

Le test a posteriori de Duncan montre que le groupe c et le groupe d sont différents p=0,014687.

6.1.4.4.1.3 Dosage du calcium en fonction du temps d'application de l'adhésif universel sur la dentine

Le dosage du calcium des différentes solutions, obtenues après contact de l'adhésif universel en fonction du temps de contact avec la dentine mordancée et non mordancée, nous donne les valeurs représentées dans le tableau 37 et figure 112 :

TABLEAU 37 – Les valeurs du dosage du calcium dissous en fonction du temps de contact de l'adhésif avec la dentine

Temps (sec)	Absorbance du calcium							
	Poudre de dentine mordancée				**Poudre de dentine non mordancée**			
	1ère Mesure	2éme Mesure	3éme Mesure	Moyenne	1ère Mesure	2éme Mesure	3éme Mesure	Moyenne
10	0,3796	0,3894	0.3850	**0,3846**	0,3741	0,3689	0,3659	**0,3696**
20	0,2326	0,2286	0,2256	**0,2289**	0,4666	0,4654	0,4501	**0,4607**
40	0,3393	0,3188	0,3341	**0,3307**	0,5848	0,5606	0,5729	**0,5727**
60	0,7251	0,7016	0.6972	**0,7079**	0,3986	0,4282	0,4019	**0,4096**
300	0,4150	0,4053	0,4187	**0,4130**	0.5719	0,5946	0,6013	**0,5892**
600	0,4480	0,4655	0,4671	**0,4602**	0,4454	0,4570	0,5080	**0,4701**
900	0,3196	0.3408	0,3449	**0,3351**	0,2090	0,2196	0,2447	**0,2244**

Nous observons à partir des valeurs obtenues, qu'il existe toujours une dissolution du calcium par l'adhésif que la dentine est mordancée ou non. Le calcium dissous est légèrement important quand la dentine est non mordancée (moyenne des valeurs 0,44) par rapport à la dentine mordancée (moyenne des valeurs 0,40).

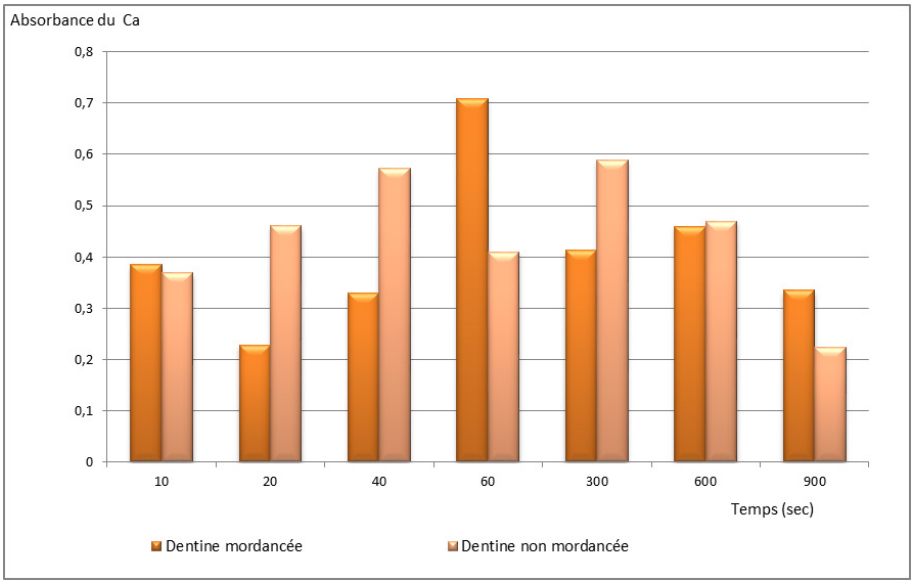


FIGURE 112 – Histogramme représentatif de l'absorbance du calcium par l'adhésif universel en fonction du temps de contact avec la dentine mordancée et non mordancée

L'histogramme montre que la plus importante valeur d'absorbance du calcium est observée à 60sec et lorsque la dentine n'est pas mordancée.

Les résultats statistiques montrent que quand l'adhésif est en contact avec la dentine mordancée (groupe a), l'absorbance du calcium varie de 0,3846 (10 s) à 0,3351 (900 s) et avec la dentine non mordancée (groupe b) de 0,3696 (10 s) à 0,2244 (900 s). Tableau 38

TABLEAU 38 – Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'absorbance du calcium par l'adhésif en présence de la dentine mordancée et non mordancée

Produit	Sum of squares	Deg. Of Freedom	MS	F statisticts	P Value
Adhésif universel	**0,003975**	**1**	**0,003975**	**0,2073**	**0,657044**

Le test a posteriori de Duncan montre que le groupe a et le groupe b sont identiques (p=0,657199).

6.1.4.4.1.4 Dosage du calcium en fonction du temps d'application de l'acide témoin sur la dentine

Le dosage du calcium des différentes solutions obtenues après contact de l'acide témoin (acide lactique10%) en fonction du temps de contact avec la dentine mordancée et non mordancée, nous donne les valeurs représentées dans le tableau 39 et la figure 113 :

TABLEAU 39 – Les valeurs du dosage du calcium dissous en fonction du temps de contact du témoin (acide lactique 10%) avec la dentine

Temps (sec)	Absorbance du calcium							
	Poudre de dentine mordancée				**Poudre de dentine non mordancée**			
	1ère Mesure	2éme Mesure	3éme Mesure	Moyenne	1ère Mesure	2éme Mesure	3éme Mesure	Moyenne
10	0,1631	0,1626	0,1629	**0,1628**	0,5679	0,5744	0,5735	**0,5719**
20	0,2494	0,2653	0,2806	**0,2651**	0,6597	0,6585	0,6665	**0,6615**
40	0,3159	0,3166	0,2995	**0,3106**	0,6771	0,6882	0,6947	**0,6866**
60	0,2690	0,2684	0,2701	**0,2691**	0,5593	0,5701	0,5672	**0,5655**
300	0,3656	0,3654	0,3685	**0,3665**	0,6487	0,6430	0,6445	**0,6454**
600	0,4662	0,4527	0,4628	**0,4605**	0,6966	0,6928	0,6935	**0,6943**
900	0,4832	0,4991	0,4882	**0,4901**	0,6923	0,7061	0,6863	**0,6949**

On observe à partir des valeurs obtenues, qu'il existe toujours une dissolution du calcium par l'acide lactique que la dentine est mordancée ou non. L'absorbance du calcium est beaucoup moindre quand la dentine est mordancée.

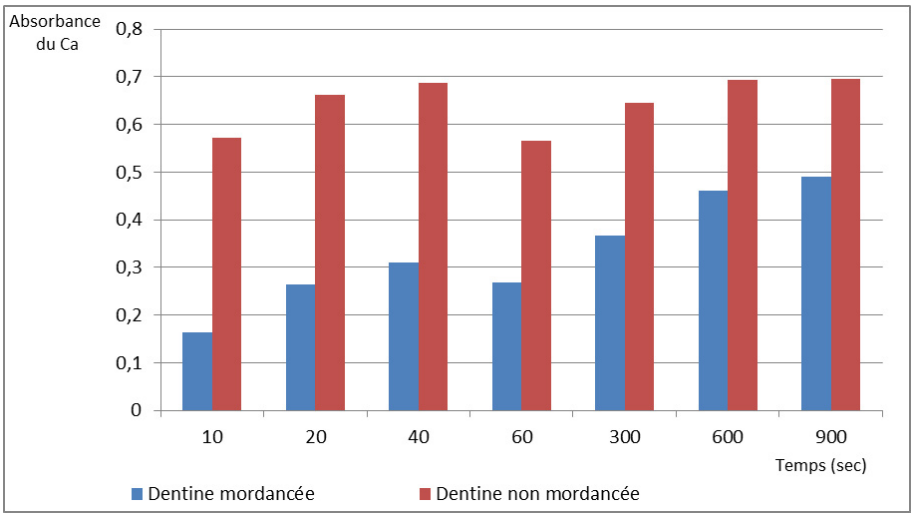


FIGURE 113 – Histogramme représentatif de l'absorbance du calcium par l'acide témoin en fonction du temps de contact en présence de dentine mordancée et non mordancée

Les résultats statistiques montrent que quand l'acide lactique est en contact avec la dentine mordancée (groupe c), l'absorbance du calcium varie de 0,1628 (10 s) à 0,4901 (900 s) et avec la dentine non mordancée (groupe d) de 0,5719 (10 s) à 0,6949 (900 s).
On constate qu'il existe une différence significative lorsque l'acide lactique est mélangé avec une poudre de dentine mordancée par rapport à une poudre non mordancée. Ttableau 40

TABLEAU 40 – Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, de l'absorbance du calcium par l'acide témoin en présence de la dentine mordancée et non mordancée

Produit	Sum of squares	Deg. Of Freedom	MS	F statisticts	P Value
Acide lactique 10%	**0,344270**	**1**	**0,344270**	**41,8141**	**0,000031**

Le test a posteriori de Duncan montre que le groupe c et le groupe d sont différents p=0,000193.

6.1.4.4.2 Dosage de la matière minérale par analyse thermogravimétrique en fonction du temps d'application de l'adhésif

Les spectres de l'analyse thermogravimétrique sont obtenus à partir de la poudre récupérée après réaction avec l'adhésif universel.

Cette analyse quantitative nous a permis de suivre l'évolution de la masse des matières organiques par rapport à celle des matières minérales aux temps 10, 60 et 300s.

Toutes les courbes tracées par le logiciel sont en annexe 5.

6.1.4.4.2.1 Dosage de la matière minérale en fonction du temps d'application de l'adhésif sur l'émail

Les pourcentages sont représentés sur le tableau 41 :

TABLEAU 41 – Pourcentages des matières organiques et minérales quantifiées par analyse thermogravimétrique

Temps (sec)	Pourcentages de la matière organique		Pourcentages de la matière minérale	
	Email mordancé	Email non mordancé	Email mordancé	Email non mordancé
0	-	4,79		95,21
10	12,02	8,02	87,97	91,97
60	9,89	3,79	90,1	93,8
300	16,35	8,37	83,64	91,62

Ces valeurs nous ont permis de tracer des courbes correspondant aux différents pourcentages des matières organique et minérale de l'émail mordancé et non mordancé. Figures 114, 115 et 116

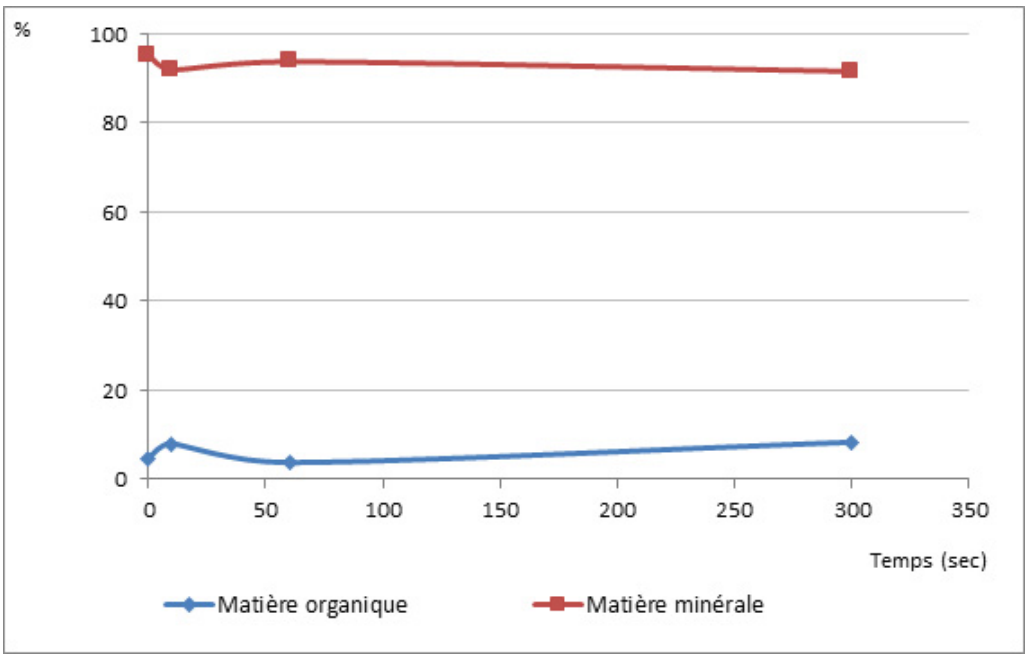


FIGURE 114 – Courbe d'évolution des matières minérale et organique en présence d'un émail non mordancé

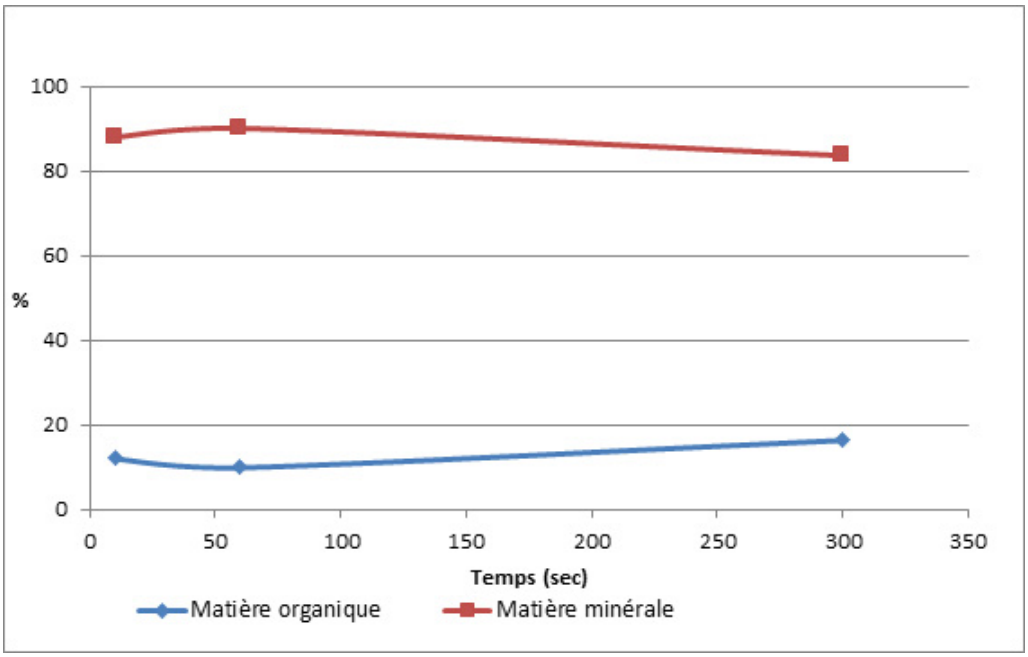


FIGURE 115 – Courbe d'évolution des matières minérale et organique en présence d'un émail mordancé

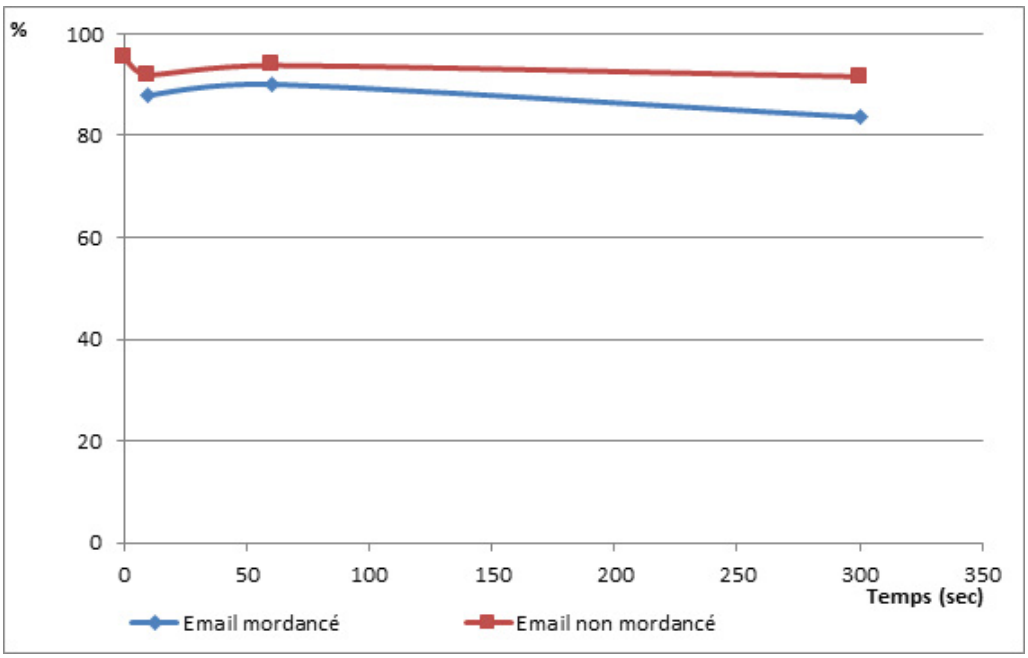


FIGURE 116 – Courbe d'évolution des matières minérales en présence d'un émail mordancé et non mordancé

La courbe montre le même profil d'évolution des matières minérales quand l'émail est mordancé et non mordancé. On retrouve moins de matière minérale dans le cas d'un émail mordancé.

Les résultats statistiques montrent qu'il existe une différence significative entre les pourcentages de la matière minérale dans l'émail mordancé (groupe a) et non mordancé (groupe b). Tableau 42

TABLEAU 42 – Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, des pourcentages de la matière minérale dans l'émail mordancé et non mordancé

Produit	Sum of squares	Deg. Of Freedom	MS	F statisticts	P Value
Adhésif universel	**59,94**	**1**	**59,94**	**9,967**	**0,025179**

Le test a posteriori de Duncan montre que le groupe a et le groupe b sont identiques p=0,025367.

6.1.4.4.2.2 Dosage de la matière minérale en fonction du temps d'application de l'adhésif sur la dentine

Les pourcentages des matières minérale et organique déterminés sont représentés sur le tableau 43 :

TABLEAU 43 – Pourcentages des matières organiques et minérales quantifiées par analyse thermogravimétrique

	Pourcentages de la matière organique (%)		Pourcentages de la matière minérale (%)	
Temps (sec)	Dentine mordancée	Dentine non mordancée	Dentine mordancée	Dentine non mordancée
0	46,6	14,93	53,39	85,06
10	22,33	29,33	77,66	70,66
60	26,97	22,43	73,02	77,56
300	33,32	19,95	66,67	80,04

Ces valeurs nous ont permis de tracer des courbes correspondant aux pourcentages des matières organique et minérale. Figures 117, 118 et 119.

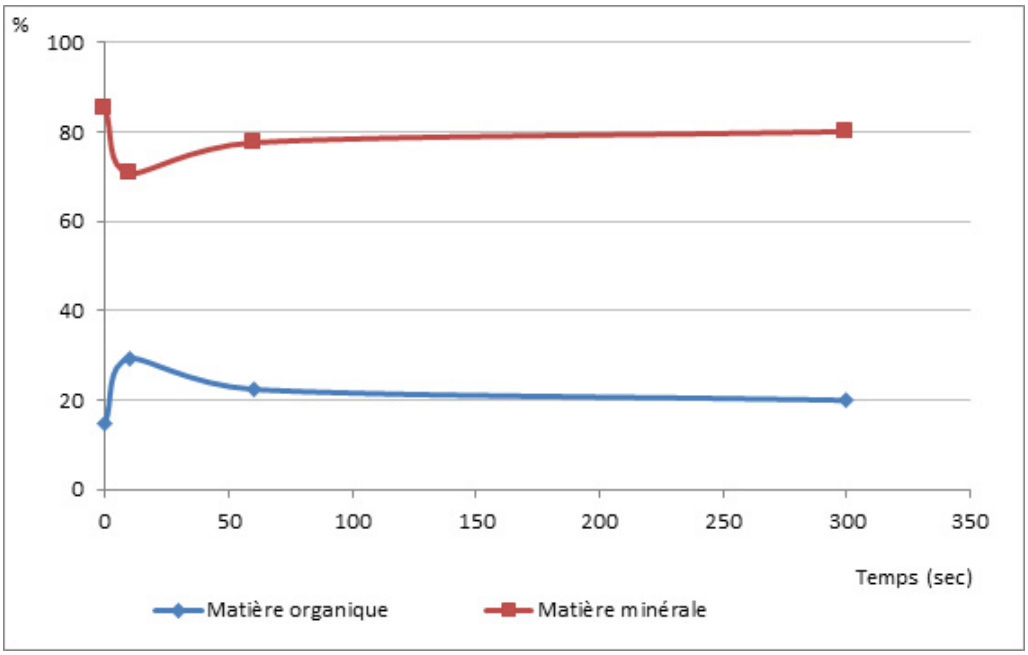


FIGURE 117 – Courbe d'évolution des matières minérale et organique en présence d'une dentine non mordancée

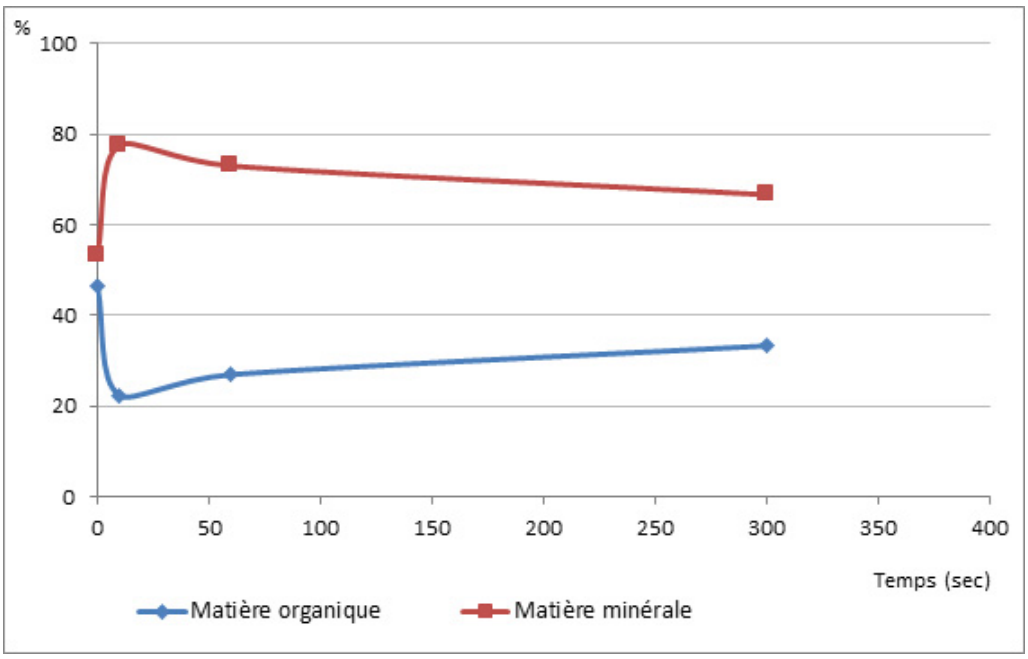


FIGURE 118 – Courbe d'évolution des matières minérale et organique en présence d'une dentine mordancée

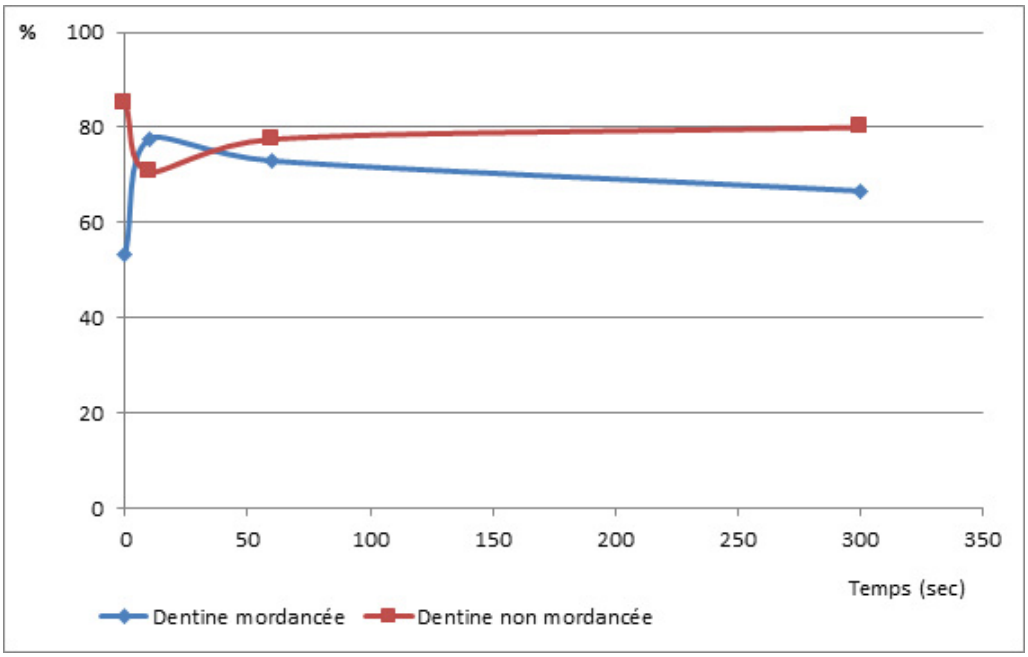


FIGURE 119 – Courbe d'évolution des matières minérales en présence d'une dentine mordancée et non mordancée

La courbe montre une évolution opposée des matières minérales entre une dentine mordancée et non mordancée. Dans le cas de la dentine mordancée, le pourcentage de la matière minérale augmente pendant les premières secondes (10sec) puis il diminue

avec le temps. La dentine non mordancée montre une quantité de minéral qui diminue à 10sec puis qui augmente avec le temps.

Les résultats statistiques montrent qu'il n'existe pas de différence significative entre les pourcentages de la matière minérale dans la dentine mordancée (Groupe c) et non mordancée (groupe d). Tableau 44

TABLEAU 44 – Analyse de la variance (ANOVA One way- STATISTICA 8), avec p<0,05, des pourcentages de la matière minérale dans la dentine mordancée et non mordancée

Produit	Sum of squares	Deg. Of Freedom	MS	F statisticts	P Value
Adhésif universel	**226,63**	**1**	**226,63**	**3,0836**	**0,129608**

Le test a posteriori de Duncan montre que le groupe c et le groupe d sont identiques p=0,129776.

6.2 Discussions

6.2.1 Discussion des résultats sur la dentine

Nous avons étudié les modifications de la dentine après application d'un système adhésif universel avec et sans mordançage préalable.

Etant donné que l'un des deux modes d'application préconisés de l'adhésif étudié est le mode auto-mordançant par la présence dans sa composition de monomères acides (Ester d'acide phosphorique méthacrylate (MCAP) et le 10-methacryloxydecyl di-hydrogen phosphate (MDP)), cet adhésif possède un pouvoir acide qui lui permet de modifier la boue dentinaire et déminéraliser la dentine simultanément (Van Meerbeek et coll 2003) [130].

Pour cette raison, nous avons déterminé, dans un premier temps, les variations du pH en fonction du temps de contact de la dentine mordancée et non mordancée avec l'adhésif ainsi que le pKa.

Pour déterminer les variations du pH de l'adhésif en contact de la dentine, une poudre de dentine a été préparée afin d'obtenir un mélange de particules dentinaires-adhésif en solution et permettre des mesures au pH mètre. ElFersi et coll [300] ont démontré que les particules de dentine d'une taille sub-millimétrique présentent des surfaces réactives élevées et représentent bien les constituants de la dentine humaine. De ce fait, ces particules constituent un moyen intéressant d'investigation des réactions chimiques établies entre les composants de la dentine et ceux des différents agents de mordançage, primaires et résines adhésives.

L'adhésif universel étudié dans notre étude, de par sa composition, appartient à la famille des adhésifs auto-mordançants. Ces derniers présentent souvent des concentrations de monomères acides élevées, capables de mordancer à travers la boue dentinaire et déminéraliser la dentine intacte sous-jacente (Salz et coll 2006 [301], da Silveira et coll 2008 [302], Tay et coll 2003[216], Pashley et coll 2001[115]).

L'eau est nécessaire pour ioniser ces monomères et permettre la déminéralisation (Holzmeier et coll 2008 [303], Salz et coll 2006 [301] , Pashley et coll 2001[115]). En effet la déminéralisation des tissus durs est induite par les ions hydrogènes hydratés (hydronium H_3O^+). En absence d'eau, ces ions ne peuvent pas être formés. Dans notre travail, l'utilisation de l'eau a permis l'obtention du pH de l'adhésif testé.

Cet adhésif contient du MDP comme composé de conditionnement, ce qui justifie notre choix de la solution éthanol afin de pouvoir disperser l'adhésif dans l'eau.

Aussi, pour des raisons comparatives et pour contrôler notre méthode expérimentale, l'adhésif étudié a été comparé à deux acides témoins : l'acide phosphorique 30% et l'acide lactique 30%.

Les mesures du pH en fonction du temps de l'adhésif universel testé et des deux acides témoins (phosphorique et lactique), utilisés dans cette étude, montrent que pour la dentine mordancée, les pH sont stables avec les trois produits. L'acide phosphorique est l'acide le plus fort et pratiquement stable. L'acide lactique est plus acide que l'adhésif universel, leur pH ne changent pas beaucoup.

Nous constatons qu'il y'a peu de pouvoir tampon pour les trois produits. La dentine mordancée tamponne et neutralise peu les fonctions acides des polymères présents dans l'adhésif. On explique ces résultats par la modification de la composition chimique de la dentine suite à l'action de l'acide de mordançage.

La plupart des connaissances concernant l'interaction de l'acide phosphorique et le phosphate de calcium ont été produites à partir de la science du sol puis appliquées à l'odontologie (Chow et Brown, 1973, Elmore et Farr 1940) [304, 305].

Le mordançage à l'acide phosphorique dissout les composants minéraux de la boue dentinaire ainsi que l'hydroxyapatite des tissus sous-jacents sur quelques micromètres de profondeur (Pashley et coll 2011) [298]. Après le mordançage de la dentine et le rinçage, la dentine déminéralisée est réduite à une trame de collagène car le support d'hydroxyapatite a disparu (Blunck 2000) [306]. Les espaces interfibrillaires de 15 à 20nm précédemment remplis d'hydroxyapatite contiennent maintenant de l'eau (Nakabayashi et Pashley 1998) [307].

L'interaction des acides avec la dentine est limitée par l'effet tampon de l'hydroxyapatite (Wang et Hume 1988) [299]. Une dentine mordancée contient moins d'hydroxyapatite et donc neutralise moins les acides.

D'autre part, pour notre expérimentation, quand la dentine est non mordancée, les changements du pH sont plus grands. Le pouvoir tampon est plus important avec les polymères acides (surtout l'adhésif universel). Ceci est lié à la quantité d'apatite qui est plus importante que dans la dentine mordancée. La dentine neutre contient dans ce cas plus de fonctions basiques disponibles PO_4^{-3} OH^- et des fonctions amines du collagène qui neutralisent les protons (H^+).

La neutralisation des solutions adhésives a été démontrée par Maeda et coll [308] et a été attribuée à la formation de sels de calcium neutralisés des groupements fonctionnels acides.

Les différentes stabilités des sels de calcium formés avec les différents groupements fonctionnels acides des monomères entrainent des variations des courbes de pH enregistrées.

Nous observons que dans les deux cas, où la dentine est mordancée ou non, les courbes de pH montrent des valeurs légèrement supérieures après réaction avec la dentine. Nos résultats montrent que la réaction de neutralisation de la dentine est relativement lente en présence de solutions diluées à l'éthanol. Ces résultats sont conformes à ceux obtenus dans l'étude menée par Dieng-sarr et coll [249], en 2011, qui ont obtenu une neutralisation relativement lente du pH des adhésifs auto-mordançants dilués après contact avec la dentine.

Les courbes de dosages de l'adhésif universel et des acides témoins ont une chose de classique : les pH sont assez stables sauf proches des points équivalents où le pH change beaucoup. Loin des points équivalents, on est dans une zone dite "tampon" car les acides ou bases sont partiellement neutralisées. Donc les points équivalents sont représentés par des droites proches de la ligne verticale, là où le pH change rapidement d'acide à basique.

Dans le cas de la poudre de dentine qui est un solide neutre, cette poudre réagit avec les acides et consomme une partie de ces acides. Le pH des solutions est donc tamponné au fur et à mesure que la dentine réagit avec les acides présents en solution. Dans les premières courbes de dosage, on voit l'acidité initiale de l'adhésif universel et des témoins. Les courbes sont donc des courbes de neutralisation. Après le pH équivalent (pH = 7) où l'acidité est neutralisée par la base, le pH continue à monter.

La force d'un acide (son pKa), son degré de dissociation, sa concentration et le temps de contact interviennent dans l'effet global du traitement sur le substrat (Nakabayashi et coll 1982, Pashley 1991) [4, 62].

Si l'on considère l'acidité des monomères, Van Meerbeek [130] distingue deux types d'adhésifs auto-mordançants : adhésifs forts : pH très faible (<1) (strong self-etch adhesive) qui induisent la création d'une couche hybride avec la dentine qui est morphologiquement similaire à celle produite par les systèmes à mordançage préalable ; et adhésifs faibles : pH moins acide ($\approx$ 2) (mild self-etch adhesive) qui ne dissolvent la surface dentinaire que partiellement, d'où un nombre considérable de cristaux d'hydroxyapatite restant « bloqués » au sein de la couche hybride. Des fonctions carboxyls ou phosphates spécifiques des monomères acides interagissent alors chimiquement avec ces cristaux résiduels.

Pour notre travail et à partir des valeurs des pH initiaux et des pKa qui sont des constantes, on constate que l'adhésif universel utilisé est un acide faible à cause de son faible pH initial (3,42) alors que l'acide phosphorique est un acide fort car son pH (2,44) est petit et loin de la neutralité.

Ces résultats nous ont poussé à éliminer l'acide phosphorique comme témoin et de ne garder que l'acide lactique (pH initial de 3,11) qui, lui aussi, a été dilué pour la suite des expérimentations à une concentration plus faible de 10%. Ces conditions nous assurent plus de paramètres comparatifs proches entre l'acide lactique et l'adhésif universel.

Les ions calcium (Ca^{2+}) présents dans les cristaux d'hydroxyapatites sont uns des principaux éléments minéraux de la dentine (Marshall 1993) [309]. Tout changement du rapport Ca/P modifie les proportions originales des composants organiques et inorganiques qui, par ailleurs, changent la dureté, la perméabilité et la solubilité de la dentine et affectent en conséquent l'adhésion des matériaux résineux à la dentine (Perinka et coll 1992, Perdigao et coll 2001) [310, 311].

Dans cette optique, nous avons quantifié le calcium dissous de la dentine mordancée et non après contact avec l'adhésif universel testé. L'acide lactique a été utilisé comme témoin pour des raisons comparatives. La méthode choisie pour doser le calcium dissous est la spectrométrie d'absorption atomique.

Notre choix de cette méthode est bien justifié par ses avantages apportés. La spectrométrie d'absorption atomique (Atomic absorption spectroscopy en anglais ou AAS) est une technique de spectroscopie atomique servant à déterminer la concentration de certains métaux dans un échantillon. Elle fait partie des méthodes classiques d'analyse en chimie analytique. Basée sur des méthodes optiques, elle conduit aussi bien à des résultats qualitatifs qu'à des données quantitatives. L'absorption est utilisée généralement pour faire un dosage, l'élément est connu, on détermine une concentration. Pour cette méthode expérimentale, l'adhésif n'a pas été dilué pour se rapprocher le plus des conditions cliniques et pour avoir des réactions rapides avec la dentine.

Les valeurs de l'absorbance du calcium montrent que dans le cas de l'acide lactique, la dentine brute non mordancée relargue deux fois plus que la dentine mordancée. Cette dernière possède moins de calcium et a perdu son apatite de surface. Le reste de l'apatite présente une réactivité diminuée. L'acide lactique est constitué de molécules hydrosolubles et donc il réagit bien avec l'apatite. Ces résultats rejoignent ceux obtenus par Dieng-sarr et coll [249] qui ont démontré que malgré le pouvoir acide faible de l'acide lactique par rapport à l'acide phosphorique, il dissout plus de calcium. Ceci est lié à l'effet chélatant de l'acide hydrocarboxylique et la large solubilité de ses sels de calcium dans l'eau.

Dans le cas de l'adhésif universel, celui-ci réagit sur les surfaces mais vu qu'il n'est pas hydrosoluble, il arrive moins à dissoudre du calcium. Les résultats sont les mêmes que la dentine soit mordancée ou non et le test a posteriori de Duncan montre qu'il n'existe pas de différence significative ($p=0,657199$).

Dans une approche complémentaire, nous avons suivi l'évolution de la matière minérale restante dans la dentine mordancée et non après contact avec l'adhésif universel. Pour cette méthode expérimentale, nous avons suivi la matière minérale pendant seulement les temps 0, 10, 60 et 300sec puisque nous avons remarqué sur les résultats précédents que le dosage du calcium se modifie très légèrement entre 300 et 900sec.

La méthode choisie pour cette analyse est l'analyse thermogravimétrique (ATG) qui permet de quantifier les masses minérale et organique de la poudre de dentine, mordancée ou non, ayant réagie avec l'adhésif universel testé. Cette technique détermine la température et le changement de poids des réactions de décomposition, qui permet les analyses de composition quantitatives.

Les résultats des analyses thermogravimétriques montrent que la dentine non mordancée montre au début, une augmentation de la masse organique et une diminution de la masse minérale. Le changement observé de la courbe dans les minutes initiales est dû soit à l'adsorption du polymère acide sur la surface de l'apatite soit à son infiltration dans les fibres de collagène.

La dentine mordancée montre une masse organique augmentée et une masse minérale diminuée. La courbe présente une tendance lente et progressive des changements dans le même sens que la dentine non mordancée. Aussi, les résultats ne montrent pas de différence significative que la dentine est mordancé ou non (p=0,129776).

Yoshida [108] a démontré que la diminution de la phase minérale n'est pas attribuée à la dissolution de l'hydroxyapatite avec augmentation de la proportion des fibres de collagène déminéralisés, mais plutôt, à la déposition des composants résineux de l'adhésif sur la surface des particules dentinaires.

Malgré que nos résultats de l'analyse thermogravimétrique s'accordent avec ceux du dosage du calcium (pas de différence significative quel que soit le mode d'application de l'adhésif), il faut bien rappeler que la matière minérale de la dentine ne contient pas seulement du calcium et qu'elle est composée en volume de 45 à 50% de phase minérale sous la forme de cristaux de phosphates de calcium (hydroxyapatite principalement, mais aussi octocalcium phosphate, whitlockite, brushite, monétite), de carbonates et de sulfates de calcium ainsi que des traces de fer, cuivre, plomb, zinc, strontium, magnésium, sodium, chlore et fluor (Auriol 2000) [16].

Nous avons opté de quantifier seulement le calcium dissous par rapport à sa quantité importante au sein des cristaux d'hydroxyapatite et son rôle chimique crucial à se lier aux monomères fonctionnels des adhésifs. Selon le concept Adhésion-Décalcification développé par Yoshida en 2001 [312] qui est l'un des modèles de base de l'adhésion chimique des adhésifs auto-mordançants à l'hydroxyapatite dentaire, le calcium et le phosphate sont les principaux ions incriminés dans les interactions. Il semble être judicieux d'inclure l'analyse du phosphate à celle du calcium, cela limite la corrélation entre les résultats du dosage du calcium dissous à ceux de l'analyse thermogravimétrique.

En conclusion, nos résultats montrent que les modifications de la dentine sont les mêmes quel que soit le protocole d'application de l'adhésif universel testé. Le mordançage préalable ne modifie pas les interactions chimiques adhésif/dentine.

6.2.2 Discussion des résultats sur l'émail

Le mécanisme directeur de l'adhésion à l'émail est principalement basé sur la formation de brides de résine à l'interface de l'émail mordancé par un acide (Buonocore et coll 1968, Gwinnett 1992) [161, 313].

Tout d'abord, Le mordançage à l'acide phosphorique (35%) élimine environ 10 μm d'épaisseur en surface, dégageant la structure des prismes (4 μm de diamètre) sur une profondeur de 10-20 μm. L'énergie de surface de l'émail est doublée et peut atteindre jusqu'à 72 dynes/cm (Paul Lambrechts 2000) [314]. Ensuite il y'aura l'imbrication des

brides de résine (macro- et microbrides) qui infiltrent la surface mordancée. C'est le principe d'action des adhésifs à mordançage préalable.

Le mécanisme d'action des adhésifs auto-mordançants est basé sur l'interaction chimique des monomères fonctionnels acides avec le calcium de l'hydroxyapatite (de Goes et coll 2014) [231].

Plusieurs études (Fujita et coll 2011 [315], Iwai et Nishiyama 2012 [316], Van Landuyt et coll 2008 [211], Van Meerbeek et coll 2011 [225]) ont confirmé que le 10-MDP (10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) est le meilleur monomère acide assurant une interaction stable et durable avec l'hydroxyapatite de l'émail et la dentine. Cependant, la capacité des adhésifs auto-mordançants à déminéraliser l'émail est limitée (Mena-Serrano et coll 2013) [267] et compromet donc l'adhésion à l'émail (Mine et coll 2010) [317]. D'autres études (Van Landuyt et coll 2006 [261], Watanabe et coll 2008 [318]) ont montré que la force d'adhésion des adhésifs auto-mordançants à l'émail est faible par rapport aux adhésifs à mordançage préalable.

Dans cette partie de notre travail, nous nous sommes focalisés sur l'étude des interactions chimiques entre un adhésif universel et l'émail traité préalablement avec un acide phosphorique et non traité. Nous avons procédé à la même méthodologie et aux mêmes produits utilisés pour la dentine pour nous permettre d'analyser d'une façon similaire l'action de cet adhésif sur les deux tissus. Les protocoles ont été réalisés par le même opérateur simultanément avec ceux de la dentine pour éliminer tous les biais liés à ces facteurs.

Les mesures du pH en fonction du temps de l'adhésif universel testé et des deux acides témoins (phosphorique et lactique), utilisés dans cette étude, montrent peu de changements du pH en présence d'une poudre d'émail mordancée. Les variations sont minimes mais il existe un pouvoir tampon quand même.

Dans le cas d'une poudre d'émail non mordancée, il existe un changement initial du pH rapide suivi par un effet faible et lent. Il s'agit d'une réactivité initiale de « surface » suivie par une réactivité faible. On explique ça par le fait que les groupes acides réagissent avec les carbonates, les phosphates et les groupes hydroxyles de l'apatite.

Torii et coll [259] ont affirmé que les monomères acides des adhésifs auto-mordançants sont neutralisés par les ions calcium et phosphate libérés pendant la décalcification de l'émail. Cette réaction cesse graduellement. Cette condition entraine de faibles valeurs d'adhésion comparées à celles obtenues quand l'émail est mordancé à l'acide phosphorique à 37% (Osborne et Summit 1995) [319].

Dans le même sens, nos résultats, concernant l'étude des variations du pH, montrent qu'il existe une différence significative quand l'émail est mordancé ou non. Mais dans les deux cas, l'acidité de l'adhésif est neutralisée.

Les valeurs de l'absorbance du calcium montrent que l'acide lactique réagit de la même manière sur l'émail et sur la dentine. La poudre d'émail non mordancée mélangée à l'acide lactique réagit de la même manière que la dentine non mordancée. La poudre d'émail mordancée possède moins de surfaces disponibles et donc moins de groupements fonctionnels (moins d'absorbance de calcium quand l'émail est mordancé).

Dans le cas de l'adhésif universel, les valeurs de l'absorbance du calcium montrent que cet adhésif arrive moins à attaquer l'émail mordancé pour le dissoudre. Ceci est expliqué par le fait que l'adhésif est un polymère qui ne forme pas des composés solubles avec l'apatite (non hydrosoluble).

Quand l'émail est non mordancé, il existe une légère tendance à dissoudre plus de calcium du fait qu'il y'a plus de minéral disponible sur la surface (96%) et moins d'organique pour empêcher la réactivité.

Les résultats des analyses thermogravimétriques étudiant le pourcentage de toute la matière minérale montrent que l'émail qu'il soit mordancé ou non, il a moins de masse organique. La masse minérale est majoritaire.

A 300sec, il existe un peu plus d'organique et moins de minéral. Cela est dû soit à l'adsorption du polymère ou à une perte d'apatite. L'émail non mordancé montre plus de minéral que le mordancé.

Nous concluons par préciser que nos résultats montrent que les modifications de l'émail après application d'un système adhésif universel différent selon le protocole d'application. Le mordançage préalable modifie les interactions chimiques adhésif/émail.

DISCUSSION GÉNÉRALE SUR LA PARTIE EXPÉRIMENTALE

Nous avons étudié dans ce travail, les variations de la perméabilité dentinaire ainsi que les modifications des tissus amélo-dentinaires après application d'un adhésif universel selon deux modes d'application ; en auto-mordançant et avec mordançage préalable.

Nous avons bien quantifié l'efficacité de l'adhésif universel utilisé dans notre travail en termes de réduction de la perméabilité dentinaire, et nous avons démontré que cette réduction est assez significative (> -50%) quel que soit le type du substrat dentinaire (mordancé ou non).

La diminution de la perméabilité dentinaire suppose la fermeture des tubuli dentinaires et/ou des microporosités créées après l'attaque acide par deux mécanismes associés :

- ➢ d'une part par l'infiltration des monomères résineux de l'adhésif en formant des tags résineux et une couche hybride. Cette infiltration est conditionnée par les propriétés d'hydrophilicité, d'hydrophobicité et de solubilité des constituants de l'adhésif ;
- ➢ et d'autre part par l'établissement de liaisons chimiques avec l'hydroxapatite dentinaire.

C'est ainsi que nous discutons nos résultats en expliquant l'importance de la composition chimique de l'adhésif universel testé.

Tout d'abord, nous mettons l'accent sur le fait que le pouvoir acide de l'adhésif universel a été étudié en prenant en considération toute sa composition chimique, nous n'avons pas étudié chaque composant à part.

Des travaux précédents (Yoshida et coll 2004, Salz et coll 2006) [108, 262, 4] ont investigué les monomères acides isolés des adhésifs auto-mordançants pour définir leur réactivité et leur agressivité acide. L'étude de Dieng-Sarr et coll [249] a confirmé que les composants acides des adhésifs auto-mordançants agissent de la même manière qu'ils soient utilisés seuls ou mélangés avec les autres constituants (solvants, co-monomères et additifs). Cela nous permet de discuter nos résultats en fonction de la composition chimique globale en expliquant l'action des différents composants.

L'adhésif étudié dans notre étude contient du MDP qui est considéré comme le monomère acide le plus intéressant contenu dans les adhésifs auto-mordançants. Cela est dû d'une part à sa capacité à se lier chimiquement à l'hydroxyapatite de l'émail et la dentine mais aussi à sa forte propriété hydrophobe qui protège la couche hybride de la dégradation hydrique (Yoshida et coll 2012) [212]. Le dépôt des sels stables de MDP-Ca au sein de la nano couche-hybride formée explique la forte stabilité d'adhésion (Carvalho et coll 2005, Yoshihara et coll 2010) [143, 231, 2] qui a

été démontrée par plusieurs travaux cliniques et de laboratoire (Wang et Spencer 2005 [320], Giachetti et coll 2004 [321], Van Landuyt et coll 2006 [261]).

Cependant, l'interaction du 10-MDP avec l'émail semble être moindre que celle avec l'hydroxyapatite de la dentine (de Goes 2014) [231].

Selon Yoshihara et al [322], la caractérisation par diffraction X confirme la formation d'une nano couche hybride avec l'émail et la dentine, mais qui est plus signifiante avec la dentine qu'avec l'émail. Ils supposent que la structure et la taille des cristaux d'hydroxyapatite de l'émail interférent avec l'adhésion chimique établie avec le 10-MDP, puisque les cristaux dentinaires sont considérés comme plus petits que ceux de l'émail.

Cela explique bien les résultats obtenus dans notre étude où l'adhésif testé a montré un comportement chimique et une diminution de la perméabilité dentinaire similaires que la dentine soit mordancée ou non.

Au niveau de l'émail traité et non traité, les résultats étaient significativement différents en terme d'acidité, de dissolution du calcium et en quantité de matière minérale restante.

La valeur du pH (2,86) donnée par le fabricant associée à nos résultats concernant les variations du pH et les valeurs de pKa ont montré que l'adhésif testé dans cette étude a une composition chimique à caractère acide faible par rapport à l'acide phosphorique. Selon Pashley, une telle acidité diminue le potentiel de déminéralisation de la phase minérale de l'émail par l'adhésif et sa capacité à créer des micro-porosités (Pashley et coll 2011) [298].

Nous suggérons que l'interaction chimique 10-MDP/dentine est satisfaisante quel que soit le mode d'application de l'adhésif. Pour l'émail, une bonne rétention micromécanique, assurée par le mordançage acide et complétée par une liaison chimique du 10-MDP avec le calcium, est garante d'une bonne adhésion.

Nous notons d'autre part que l'adhésif testé contient aussi un monomère d'acide acrylophosphonique qui possède une stabilité hydrolytique plus marquée que l'ester du phosphate (Moszner et coll 2005) [149]. Bayle et coll en 2007 [323] ont bien expliqué l'action chimique de l'acide acrylophosphonique et ont démontré qu'il est agressif et déminéralise rapidement la dentine. Cet effet couplé à l'action du MDP montrent bien la capacité de l'adhésif universel testé, malgré son acidité faible, à déminéraliser la dentine et à se lier chimiquement avec son hydroxyapatite.

Une méta-analyse menée en 2015 (Wellington Luiz de Oliveira da Rosa et coll) [270] et incluant dix travaux sur les adhésifs universels depuis 2014, a confirmé, à partir des résultats publiés, que les forces d'adhésion des universels à caractère acide faible ne diffèrent pas que la dentine soit mordancée ou non. Par contre, il existe une différence significative entre les deux modes d'application de ces adhésifs concernant l'émail. Les auteurs de cette analyse recommandent d'effectuer un mordançage sélectif de l'émail pour optimiser l'adhésion amélaire. Néanmoins, l'application de l'acide phosphorique sélectivement sur l'émail constitue un challenge en pratique clinique ; nous ne pouvons pas nous assurer que la dentine reste intacte et en fin de compte nous réalisons presque toujours un collage avec mordançage total « émail et dentine ». Le rinçage de l'acide phosphorique nous fait perdre l'avantage de l'auto-mordançage.

L'étude de Takamizawa et coll en 2016 [324], concernant trois adhésifs universels a démontré que le mordançage préalable de la dentine n'a pas d'impact négatif sur la qualité du collage dentinaire.

Tous ces résultats in vitro associés aux nôtres nous permettent de recommander les adhésifs universels en mode auto-mordançant quand la dentine est prépondérante, et en mordançage préalable quand la cavité présente une superficie d'émail prédominante.

Par ailleurs, Wagner et coll en 2014[220] ont étudié la corrélation entre l'ultrastructure de la couche hybride et les forces d'adhésion à la dentine de trois adhésifs universels utilisés selon le mode avec et sans mordançage préalable. L'étude a bien montré que les adhésifs universels pénètrent au niveau de la dentine minéralisée et non minéralisée mais la couche hybride formée diffère selon l'acidité de l'adhésif.

Les adhésifs à faible acidité utilisés sans mordançage préalable forment avec la dentine une très fine ou inexistante couche hybride, ressemblant aux résultats obtenus avec les adhésifs auto-mordançants (Mine et coll 2009, Kenshima et coll 2006) [325, 231, 242]. Néanmoins, ces adhésifs ont montré de meilleures valeurs d'adhésion.

Selon la même étude, l'adhésif universel à forte acidité forme une épaisse couche hybride et de longs tags résineux ressemblant à ceux obtenus avec les adhésifs à mordançage préalable. Cependant, cet adhésif a montré de faibles valeurs d'adhésion attribuées selon Hashimoto [171] à une infiltration incomplète du collagène déminéralisé par la résine adhésive. Ce défaut a été corrigé pour les adhésifs universels par l'ajout de monomères de faible viscosité comme l'HEMA qui a une grande affinité au réseau collagénique hydrophile.

L'adhésif testé dans notre travail contient comme primaire l'HEMA, ce qui lui confère une solubilité dans l'eau et dans les solvants organiques et une capacité à infiltrer la dentine et former une couche hybride. Aussi, l'HEMA est capable d'homogénéiser le mélange entre composants hydrophiles et hydrophobes de l'adhésif (Van Landuyt et coll 2005, Ye Q et coll 2009) [220, 326].

L'eau est aussi contenue dans la composition de l'adhésif universel étudié. L'eau, comme nous l'avons déjà dit, est nécessaire à l'ionisation des monomères acides hydrophiles des auto-mordançants (Salz et coll 2005) [184]. Cette hydrophilicité confère aux adhésifs auto-mordançants en une étape la propriété de se comporter comme une membrane semi-perméable, permettant la transudation du fluide dentinaire à travers l'interface résine-dentine (Tay et coll 2004) [327] . En effet, la présence d'une eau résiduelle après polymérisation accélère la dégradation de l'interface par hydrolyse (Van Meerbeek et coll 2003, Tay et coll 2003) [130, 238, 2] et diminue la longévité de l'interface.

L'éthanol est le solvant organique utilisé dans la composition de l'adhésif universel étudié dans notre étude. Les solvants organiques facilitent l'infiltration de la résine adhésive à l'intérieur des microporosités créées par l'acide de mordançage ou par le conditionneur (Van Landuyt et coll 2007) [218].

Le rôle de l'éthanol comme solvant est de mettre les monomères et autres composants en solution et aussi d'humidifier la surface après un protocole à mordançage préalable. En collage humide l'éthanol élimine l'eau libre laissant suffisamment d'eau (eau liée) pour hydrater et expanser les fibres de collagène (Grégoire et coll 2013) [328].

Selon une étude récente, menée par Grégoire et coll [164] étudiant l'action de l'éthanol contenu dans un adhésif universel par Differential Scanning calorimetry (DSC), les adhésifs participent aussi à l'élimination d'excès d'eau pendant l'infiltration du collagène déminéralisé. Utilisé avec mordançage préalable, l'adhésif universel pénètre la dentine et laisse une eau congelable non décelable à 0°C pour le collagène déminéralisé et la dentine infiltrée. La même étude a bien montré que l'adhésif a atteint le fond de la zone dentinaire mordancée avec la formation d'une couche hybride plus épaisse que celle obtenue en mode auto-mordançant, bien que dans les deux cas une bonne diminution du flux du fluide dentinaire a été observé. Le solvant organique (l'éthanol) favorise l'infiltration et forme au niveau de la couche hybride un complexe hydrophobe insoluble dans l'eau.

Ces notions expliquent bien le caractère non hydrosoluble de l'adhésif universel étudié dans la présente étude et sa capacité à infiltrer la dentine mordancée et non mordancée, avec une réduction de la perméabilité et du flux du fluide dentinaire identique quelle que soit la nature du substrat dentinaire.

CONCLUSION

L'hybridation systématique de la dentine a beaucoup amélioré la qualité des soins dentaires. C'est une pratique conseillée depuis fort longtemps par Lundy et Stanley en 1969 [329] dans le but de protéger la pulpe. Une dentine hybridée gardera la dentine scellée et imperméable au passage des acides, bactéries et leurs toxines vers la pulpe.

En effet, toute pénétration de fluides le long des parois d'une cavité vers la pulpe, causée par microleakage, entraine un défaut de l'intégrité marginale, décoloration, et sensibilité postopératoire (Sano 1994 [330]). En outre, des pores de jusqu'à 50 nm de taille, qui causent des nanoleakages, peuvent se produire entre la couche hybride et la dentine intacte, même sans espace marginal (Sano 1994, Sano 1995 [330, 331]). **L'étanchéité est donc la clef du succès clinique.**

Notre étude s'est articulée autour de l'étanchéité procurée par un adhésif universel faisant partie de la plus récente famille d'adhésifs amélo-dentinaires.

Au début de notre travail, nous nous sommes fixés un certain nombre d'objectifs qu'il convient de réévaluer à l'issue des travaux expérimentaux :

1. Etudier les variations de la perméabilité dentinaire par technique de conductance hydraulique après application d'un adhésif universel selon deux protocoles, avec et sans mordançage.

Notre travail a bien démontré l'efficacité à court terme de l'adhésif universel testé dans la réduction de la perméabilité dentinaire que la dentine soit conditionnée ou non (-52,9% vs -53,9%).

Cet acquis expérimental nous renseigne sur le comportement clinique de cet adhésif à assurer un bon scellement et une bonne étanchéité de l'interface adhésif/dentine.

En application clinique, un seul adhésif universel appliqué sur des cavités cervicales non carieuses a été testé par plusieurs chercheurs. Les résultats d'évaluation de l'étanchéité des interfaces sur des périodes de 6mois (Mena-Serrano et coll 2013) [270], 18 mois (Perdigao et coll 2014) [259] et 36 mois (Loguercio et coll 2015) [7] ont confirmé la performance de cet adhésif quel que soit le protocole

d'utilisation. Une très récente étude menée par Ruschel et coll (2018) [332], testant cliniquement deux adhésifs universels sur une période de 18 mois, a montré leur acceptable performance clinique. Ces adhésifs nous semblent être fortement innovateurs.

2. Expliquer les résultats obtenus par conductance hydraulique en étudiant les modifications des tissus amélo-dentinaires après application du même adhésif universel. Cette partie de l'étude nous a permis de préciser les interactions chimiques pouvant s'établir entre un adhésif universel et le substrat dentaire.

Plusieurs importantes conclusions ont été relevées :

- ➢ Nous avons démontré et confirmé le pouvoir tampon des tissus amélo-dentinaires. Avec le temps, le pH des solutions tend toujours vers la neutralité. Cette capacité à la neutralisation est assez bien présente que les deux tissus soient purs ou mordancés.
- ➢ Les monomères acides des adhésifs universels sont capables de dissoudre du calcium quelle que soit la nature des tissus amélo-dentinaires.
- ➢ L'exigence d'une rétention micromécanique pour assurer une bonne adhésion doit obligatoirement être complétée par l'aboutissement d'une interaction chimique entre l'adhésif et les tissus dentaires. Cela révolutionne les principes d'adhésion aux tissus dentaires.
  L'adhésif universel testé contient du 10-MDP connu pour sa forte et durable interaction chimique avec l'hydroxyapatite, ce qui résulte en la formation de sels monomère-Ca et de nano-couches hybrides stables.
- ➢ Nous énonçons deux hypothèses pour expliquer le mode d'action de l'adhésif universel étudié sur la dentine : il agit soit par adsorption en surface ou par infiltration du collagène.
- ➢ L'adhésif universel testé agit efficacement aussi bien sur l'émail que sur la dentine. Cependant, le « mordançage préalable » à l'acide phosphorique influence les interactions chimiques entre l'adhésif et l'émail.

3. Orienter le choix du praticien dans l'indication clinique des adhésifs universels.

Nous proposons des recommandations afin de permettre aux cliniciens de bien choisir la stratégie de collage la plus adaptée à la situation clinique présente.

Nous ne préconisons que deux modes d'application aux systèmes adhésifs universels : le mode avec mordançage amélo-dentinaire préalable et le mode auto-mordançant. Le mode mordançage sélectif de l'émail reste un challenge clinique et comme il est décidé par M. Degrange [106], la recommandation de mordancer les bords d'émail avant d'appliquer les primaires acides nous fait revenir en arrière, au mordançage de l'émail sans mordancer la dentine.

- **Pour les restaurations fortement dépendantes de l'adhésion amélaire et/ou d'une exigence esthétique (cavité site 2 sur dents antérieures) ou lorsqu'on est en présence d'une dentine sclérotique, le mordançage préalable est recommandé. Les valeurs d'adhésion seront optimisées au niveau amélaire sans aucune détérioration de l'adhésion dentinaire.**
- **Le mode auto-mordançant est recommandé pour toutes les restaurations où la quantité d'émail présente est faible, quand l'esthétique n'est pas demandée (cavité proximale sur dents postérieures) et quand le protocole de collage peut être réalisé avec difficultés (accès difficile, mauvais champ opératoire, temps de travail limité, manque de coopération du patient : enfants, personnes âgées ou patients difficiles).**

Nous soulignons que notre démarche méthodologique et d'interprétation nous ont bien permis d'atteindre les objectifs prédéfinis.

Si l'évaluation des méthodes d'étude de l'étanchéité se fait, pour les adhésifs universels, autour de défauts de plus en plus fins (nanoleakage)(Kaczor et al 2018 [333]), de la même façon, outre la résistance globale des joints collés, de nombreux auteurs se sont intéressés aux tests sur de faibles surfaces (microtensile bond strength)(de Oliviera 2015 [270]) pour mieux analyser les caractéristiques de résistance aux interfaces. On peut de cette façon corréler l'importance d'obtenir simultanément de bons résultats en résistance mécanique et en étanchéité dans la mesure où de microdéfauts peuvent être consécutifs à des sollicitations mécaniques engendrant des concentrations de contraintes dans certaines zones qui auront pour conséquence l'apparition d'un phénomène de perte d'étanchéité.

Les recherches relatives à l'adhésion constituent un volet ouvert et intéressant d'investigations. C'est ainsi que ce travail est le fruit d'une réflexion scientifique justifiée, qui ouvre à notre équipe un large champ de recherches en dentisterie adhésive. Il présente aussi un réel impact dans le domaine de la recherche au niveau de notre faculté par l'acquisition de la maîtrise des techniques d'évaluation de la qualité des interfaces matériau/tissu dentaire.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1] Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res 1955 ; 34 : 849 - 853.

[2] Pashley DH, Andringa HJ, Derkson GD, Derkson ME, Kalathoor SR. Regional variability in permeability of human dentine. Archs of Oral Biol 1987, 32 : 519 - 523.

[3] Pashely DH. Smear layer : physiological considerations. Oper Dent Suppl 1984, 3 : 13 - 29.

[4] Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. J Biomed Mater Res 1982 ; 16 : 265 - 273.

[5] Pradelle-Plasse N. Evaluation de l'étanchéité des restaurations adhésives : Apport d'une méthodologie d'impédance électrochimique par rapport à une méthodologie conventionnelle de diffusion. Thèse de Doctorat, soutenue le 7 Octobre 2004. Université Paris 7, Denis Diderot, UFR d'Odontologie.

[6] Grégoire G, Delannée M, Lacomblet MP. Quelle est la place des nouveaux adhésifs universels dans notre exercice ? Clinic 2014 ; 35 : 135 - 140.

[7] Ciucchi B, Bouillaguet S, Holz J. La perméabilité dentinaire et ses implications cliniques. Réalités cliniques 1995 ; 6(2) : 145 - 157.

[8] Lasfargues JJ, Colon P. Email dentaire. Livre : Odontologie conservatrice et restauratrice Tome 1 : une approche médicale globale. Editions Cdp, 2010.

[9] Boyde A. The development of enamel structure. Proc R Soc Med 1967, 60 : 923 - 8.

[10] Boyde A. Enamel. In : Oksche A, Vollrath L (eds). Handbook of microscopic anatomy 1989 ; 6 : 310 - 473.

[11] Nicholson JW. Biologic considerations. In : Summit JB, Robbins JW, Schwartz RS, Dos Santos J (eds). Fundamentals of operative dentistry. A contemporary approch. Paris : Quintessence publishing Co. 2001 : 1 - 25.

[12] Auriol MM, Le Charpentier Y et Le Naour G. Histologie de l'émail. Encycl Méd Chir, Stomatologie/Odontologie 22 - 007-A-10, 2000, 13 p.

[13] Jacobsen P. Restorative dentistry. An integrated approch. Owford : Blackwell Publishing 2008 (2e éd).

[14] Palamara J, Phakey PP, Rachinger WA, Orams HJ. Ultrastructure of spindles and tufts inhuman dental enamel. Adv Dent Res 1989 ; 3 : 249 - 257.

[15] Fejerskov O, Nyvad B, Kidd EAM. Clinical and histological manifestations of dental caries. In : Fejerskov O, Kidd E (eds). Dental caries. The disease and its clinical management. Copenhague : Blackwell Munksgaard 2003 : 71 - 97.

[16] Auriol MM, Le Charpentier Y et Le Naour G. Histologie du complexe pulpodentinaire. Encycl Méd Chir (Editions Scientifiques et Médicales Elsevier SAS, Paris), Stomatologie/Odontologie, 22 - 007-B-10, 2000, 15 p.

[17] Lasfargues JJ, Colon P. Complexe pulpo-dentinaire. Odontologie conservatrice et restauratrice Tome 1 : une approche médicale globale. Editions Cdp, 2010.

[18] Perdigão J, Swift EJ. Fundamental Concepts of Enamel and Dentin Adhesion. In : Sturdevant's Art & Science of operative dentistry. Fourth edition 2002 by Mosby, Inc.

[19] Butler WT, Munksgaard EC, Richardson WS. Dentin proteins : chemistry, structure and biosynthesis. J Dent Res 1979 ; 58 : 817 - 824.

[20] Goldberg M, Genotelle-Septier D, Weill R. Glycoprotéines et protéoglycanes dans la matrice prédentinaire et dentinaire chez le rat : une étude ultrastructurale. J Biol Buccale 1978 ; 6 : 75 - 90.

[21] Tucker RP. Immunohistochemical localization of tenascin and fibronectin in the dentine and gingiva of canis familiaris. Arch Oral Biol 1991 ; 36 : 165 - 170.

[22] Sloan AJ, Couble ML, Bleicher F, Magloire H, Smith AJ, Farges JC. Expression of TGF-beta receptors I and II in the human dental pulp by in situ hybridization. Adv Dent Res 2001 ; 15 : 63 - 67.

[23] Fisher LW, Fedarko NS. Six genes expressed in bones and teeth encode the current members of the sibling family of proteins. Connect Tissue Res. 2003 ; 44(suppl. 1) : 33 - 40.

[24] Chaussain-Miller C, Fioretti F, Goldberg M, Menashi S. The role of matrix metalloproteinases (MMPs) in human caries. J Dent Res 2006 ; 85 : 22 - 32.

[25] Mjör IA. Pulp-dentin biology in restorative dentistry. Part 7. The exposed pulp. Quintessence Int 2002 ; 33 : 113 - 135.

[26] Pashley D.H. Dentin-predentin complex and its permeability : physiologic overview. Journal of Dental Research 1985 ; 64 (Spec. Iss) : 613 - 620.

[27] Brannstrom M : Dentin and pulp in restorative dentistry, London, 1982, Wolfe Medical.

[28] Atkinson HF. An investigation into the permeability of human enamel using osmotic methods. Br Dent J 1947 ; 83 : 205 - 211.

[29] Bergman G. Techniques for microscopic study of the enamel fluid in vitro. Odont Rev 1963 ; 14 : 1 - 12.

[30] Bergman G, Linden LA. Techniques for microscopic study of the enamel fluid in vivo. J Dent Res 1965 ; 44 : 1409.

[31] Bertrand MF, Médioni E. Echanges hydro-ioniques transcoronaires. Encycl Méd Chir (Elsevier, Paris), Stomatologie, 22 - 001-H-10, 1998, 7p.

[32] Simon S, Berdal A. Biologie de la pulpe. Endodontie : Simon S Machtou P, Pertot WJ editors. Editions Cdp 2012.

[33] Maniatopoulos C, Smith DC. A scanning electron microscopic study of the odontoblast process in human coronal dentine. Arch Oral Biol 1983 ; 28 : 701 - 710.

[34] Sigal MJ, Aubin JE, Ten Cate AR, Pitaru S. The odontoblast process extends to the dentinoenamel junction : an immunocytochemical study of rat dentine. J Histochem Cytochem 1984 ; 32 : 872 - 877.

[35] Sigal MJ, Aubin JE, Ten Cate AR. An immunocytochemical study of the human odontoblast process using antibodies against tubulin, actin, and vimentin. J Dent Res 1985 ; 64 : 1348 - 1355.

[36] Garberoglio R, Brannström M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. Arch Oral Biol 1976 ; 21 : 355 - 362.

[37] Thomas HF, Carella P. A scanning electron microscope study of dentinal tubules from un-erupted human teeth. Arch Oral Biol 1983 ; 28 : 1125 - 1130.

[38] Thomas HF, Carella P. Correlation of scanning and transmission electron microscopy of human dentinal tubules. Arch Oral Biol 1984 ; 29 : 641 - 646.

[39] Pashley DH. Pulpodentin complex. In : Hargreaves GH, Goodis HE (eds). Seltzer and Bender's dental pulp. Hanover Park : Quintessence Publishing, 2002 : 63 - 93.

[40] Thomas HF. The extent of the odontoblast process in humas dentine. Arch Oral Bio11979 ; 24 : 465 - 469.

[41] Szabo J, Szabo I, Trombitas K. Scanning electron micro-scopy of the watts of tubules in human coronal dentine. Arch Oral Biol 1985 ; 30 : 705 - 710.

[42] Lafleche RG, Frank R, Steuer P. The extent of the human odontoblast process as determined by transmission elec-tron microscopy : the hypothesis of a retractable suspensor system. J Biol Buccale 1985 ; 13 : 293 - 305.

[43] Dai XF, Tencate AR, Limeback H. The extent and distribution of intratubular collagen fibrils in human dentine. Arch Oral Biot 1991 ; 36 : 775 - 778.

[44] Van Der Graaf ER, Tenbosch JJ. The uptake of water by freeze-dhed human dentine sections. Arch Oral Biol 1990 ; 35 : 731 - 739.

[45] Linden LA. Human dentine hydrogel. [abstract] Swed Dent J 1992 ; 16 : A56.

[46] Dunja Brodowski, Thomas Imfeld. Rev Mens Suisse Odontolostomatologie 2003 ; 113 : 1.

[47] Pashley DH, Livingston MJ, Reeder OW, Homer J. Effect of the degree of tubule occlusion on the permeability of human dentine, in vitro. Arch Oral Biol 1978 ; 23 : 1127 - 1133.

[48] Weber DE. Human dentine sclerosis : a microradiographic survey. Arch Oral Bio11974 ; 19 : 163 - 169.

[49] Fosse G, Saele PK, Eide R. Numerical density and distribu-tional pattem of dentin tubules. Acta Odont Scand 1992 ; 50 : 201 - 210.

[50] Holland GR. Morphological features of dentine and pulp related to dentine sensitivity. Arch Oral Biol 1994 ; 39 (suppl) : 3S-11S.

[51] Scott JN, Weber DE. Microscopy of the junctional region between human coronal primary and secondary dentine. J Morpho, 1977 ; 154 : 133 - 145.

[52] Wang YN, Ashrafi SH, Weber DE. Scanning electron micro-scopic observations of casts of human dentinal tubules along the interface between primary and secondary dentine. Anet Rec 1985 ; 211 : 149 - 155.

[53] O'Sullivan R, Flanelly M : Leeuwenhoek and the structure of dentine. J Irish Dent Assoc 1990 ; 36 : 129 - 33.

[54] Pashley DH : Smear layer : overview of structure and function. Proc Finn Dent Soc 1992 ; 88 : 215 - 224.

[55] Pashley DH : Dentin, a dynamic substrate - a review. Scanning Microsc 1989 ; 3 : 161 - 176. .

[56] Maroli S, Khera SC, Krell KV. Regional variation in permea-bility of young dentin. Oper Dent 1992 ; 17 : 93 - 100.

[57] Ferrari M, Mannoci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjor IA : Bonding to root canal : structural characteristics of the substrate. Am J Dent 2000 ; 13(5) : 255 - 60.

[58] Ferrari M, Cagidiaco MC, Vichi A et coll. : Bonding of all-porcelain crowns : Structural characteristics of the substrate. Dent Mater 2001 ; 17(2) : 156 - 64.

[59] Tronstad L : Ultrastructural observations on human coronal dentin, Scandinavian J Dent Res 1973 ; 81 : 101 - 111.

[60] Garberoglio R, Braennstroem M : Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. Arch Oral Biol 1976 ; 21 : 355 - 62.

[61] Mjör IA, Fejerskov O : Histology of the Human Tooth, 2nd edition. Munksgaard, Copenhagen, 1979.

[62] Pashley DH : Clinical correlations of dentin structure and function. J Prosthet Dent 1991 ; 66 : 777 - 781.

[63] Soederholm KJM : Correlation of in vivo and in vitro performance of adhesive restorative materials : a report of the ASC MD156 Task Group of test methods for the adhesion of restorative materials. Dent Mater 1991 ; 7 : 74 - 83.

[64] Schellenberg U, Krey G, Bosshardt D, Nair NR : Numerical density of dentinal tubules at the pulpal wall of human permanent premolars and third molars, J Endod 1992 ; 18 : 104 - 9.

[65] Heymann HO, Bayne SC : Current concepts in dentin bonding. Focusing on dentinal adhesion factors. J Am Dent Assoc 1993 ; 124 : 26 - 39.

[66] Olsson S, Olio G, Adamczak E : The structure of dentin surfaces exposed for bond strength measurements. Scand J Dent Res 1993 ; 101 : 180 - 4.

[67] Harran Ponce E, Canalda Sahli C, Vilar Fernandez JA : Study of dentinal tubule, Architecture of permanent upper premolars : Evaluation by SEM. Austr Endod J 2001 ; 27(2) : 66 - 72.

[68] Mannocci F, Pilecki P, Bertelli E, Watson TF : Density of dentinal tubules affects the tensile strength of root dentin. Dent Mater 2004 ; 20 : 293 - 6.

[69] Noirrit-Esclassan E. Etude de l'interface et de l'étanchéité endocanalaire après collage de tenons fibrés radiculaires. Thèse de doctorat de l'université de Toulouse soutenue le 26 mars 2009.

[70] Sturdevant JR, Lundeen TF, Sluder TB JR. Clinical significance of dental anatomy, histology, physiology, and occlusion. In : Sturdevant's Art & Science of operative dentistry. Fourth edition 2002 by Mosby, Inc.

[71] Mjör IA, Nordahl I : The density and branching of dentinal tubules in human teeth. Arch Oral Biol 1996 ; 41(5) : 401 - 412.

[72] Philippas GG, Applebaum e : Age factor in secondary dentine formation. J Dent Res 1966 ; 45 : 778 - 789.

[73] Avery JK. Dentin. In Bhaskar SN, editor : Orban's oral histology and embryology, ed 9, St Louis, 1980, Mosby.

[74] Moss-Salentijn L, Hendricks-Klyvert M. Dental and Oral Tissues. Philadelphie : Lea and Febiger 1990 : 213 - 214.

[75] Jones SJ, Boyde A. Ultrastructure of dentine and dentino-genesis. In Linde A ed. Dentine and dentinogenesis. Boca Raton : CRC Press 1984 : 81 - 134.

[76] Pashley DH. Dentine permeability and its role in the patho-biology of dentine sensitivity. Arch Oral Biol 1994 ; 39 (suppl) : 73S-80S.

[77] Pissiotis E, Spangberg L. Dentin as inhibitor of bacterial toxicity on pulpal cells in vivo. J Endocrin 1992 ; 18 : 166 - 171.

[78] Brannström M. Sensitivity of dentine. Oral Surg 1 966 ; 21 : 517 - 529.

[79] Matthews WG, Showman CD, Pashley DH. Air-blast indu-ced evaporative water loss from human dentine, in vitro. Arch Oral Bio11993 38 : 517 - 523.

[80] Vongsavan N. Matthews B. The permeability of caf dentine in vivo and in vitro. Arch Oral Biol 1991 ; 36 : 641 - 646.

[81] Vongsavan N, Matthews B. Changes in pulpal blood flow through dentine produced by autonomic and sensory nerve stimulation in the cat. Proc Finn Dent Soc 1992 ; 88 suppl 1 : 491 - 7.

[82] Pashley DH, Matthews WG. The effect of outward forced convective flow on inward diffusion in human dentine, in vitro. Arch Oral Biol 1993 : 38 : 577 - 582.

[83] Matthews B, Vongsavan N. Interactions between neural and hydrodynamic mechanisms in dentine and pulp. Arch Oral Biot 1994 ; 39 (suppl) : 87S-95S.

[84] Grégoire G, Bayle MA. Les systèmes adhésifs amélo-dentinaires avec mordançage préalable et rinçage. Biomater Clin 2016 ; 1 : 26 - 36.

[85] Guastalla O., Viennot S., Allard Y. Collages en odontologie. EMC (Elsevier SAS, Paris), Odontologie, 23 - 065-D-10, 2005.

[86] Mc Lean JW. Les pionniers du collage à l'émail et à la dentine. Dans : Collages et adhésion- La révolution silencieuse. Quintessence International, Paris, 2000.

[87] Hagger O. Swiss patent 278, 946 ; British patent 1951 687, 299.

[88] Kramer IRH, Mitchel B, Ratcliffe MJ. Vinyl urethane resins. British patent 1, 352, 063. 1971.

[89] McLean JW, Kramer IRH. A clinical and pathological evaluation of a sulphinic acide activated resin for use in restorative dentistry. Br Dent J 1952 ; 93 : 255 - 269, 291 - 293.

[90] Philips RW, Ryge G (eds). Worhshop on Adhesive Restorative Dental Materials. US Public Health Service, 1961.

[91] DeBruyne NA, Howwink R. Adhesion and adhesives. London : Elsevier Press, 1951. Wake WC. Adhesion and the formulation of adhesives. 2nd ed. London : Elsevier, 1982 : 326 pp.

[92] Driessens FCM. Chemical adhesion in dentistry. Inf Dent J 1977 ; 27 : 209 - 215.

[93] Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH and Robinson SJ. Current Concepts On Adhesion To Dentin : Critical Reviews in Oral Biology & Medicine 1997 ; 8 : 306.

[94] Marshall SJ, Bayne Stephen C, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. Dental Materials 2010 ; 26 : e11- e16.

[95] Skinner et Phillips. Science des matériaux dentaires. 6éme édition, Paris 1971.

[96] Allen KW. Adsorption theory of adhesion. Theories of adhesion. In : Packham (ed). Handbook of adhesion, ed 1. Essex, England : longman, 1992 : 39, 473.

[97] Gang N, Gang A. Bonding to Enamel and Dentin. In : Textbook of Operative Dentistry. 2010, Jaypee Brothers Medical Publishers, First edition.

[98] Glantz PO.Adhesion to teeth. Int Dent J 1977 ; 27 : 324 - 332. Neumann AW. Surface energetics in adhesion. In : Proceedings of the Symposium on Adhesion : Karlsruhe, Germany, 1969 : 76 - 85.

[99] Asmussen E, Uno S. Solubility parameters, fractional polarities, and bond strenghts of some intermediary resins used in dentin bonding. J Dent Res 1993 ; 72 : 558 - 565.

[100] Asmussen E, Munksgaard EC. Bonding of restorative resins to dentine : status of dentine adhesives and impact on cavity design and filling techniques. Int Dent J 1988 ; 38 : 97 - 104.

[101] Rasmussen ST. Fracture studies of adhesion. J Dent Res 1978 ; 57 : 11 - 20.

[102] Eick JD, Johnson LN, Fromer JR, Good RJ, Neumann AW.Surface topography : its influence on wetting and adhesion in a dental adhesive system. J Dent Res 1972 ; 51 : 780 - 788.

[103] Van Noort R. Principles of adhesion. IN : Van Noort R (ed). Dental Materials. London : Mosby, 1994 : 61 - 71.

[104] Bowen RL. Bonding agents and adhesives : reactor response. Adv Dent Res 1988, 2 : 155 - 157.

[105] Cox CF, Keall CL, Keall HJ, Ostro E, Bergenholtz G. Biocompatibility of surface-sealed dental materials against exposed pulps. J Prosthet Dent 1987, 57 : 1 - 8.

[106] Uwe Blunck. Les adhésifs – principes et état actuel des connaissances. Livre : Collages et adhésion- La révolution silencieuse. Quintessence International, Paris, 2000.

[107] Degrange M. Les systèmes adhésifs amélo-dentinaires. Réalités cliniques 2005 ; 16(4) : 327 - 348.

[108] Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. Journal of Dental Research 2004 ; 83 : 454 - 8.

[109] Kanca J. An alternative hypothesis to the cause of pulpal inflammation in the teeth treated with phosphoric acid on the dentin. Quintessence Int 1990, 21 : 83 - 86.

[110] Kanca J. A method for bonding to tooth structure using phosphoric acid as a dentin enamel conditionner. Quintessence Int 1991, 22 : 285 - 290.

[111] Burke FJ, Combe EC, Douglas NH. Dentine bonding systems ; part I : mode of action. Dent Update 2000, 27 : 85 - 93.

[112] Toida T, Watanabe A, Nakabayashi N. Effect of smear layer on bonding to dentin prepared with bur. J Jpn Dent Mater 1995 ; 14 : 109 - 116.

[113] Triller M. Histologie dentaire. Paris : Masson, 1987, 210 p.

[114] Meola MT, Papaccio G. A scanning electron microscope study of etchning time and mechanical pre-treatment on the pattern of acid etching on the enamel of primary teeth. Int Dent J 1986 ; 36 : 49 - 53.

[115] Pashley DH, Tay FR. Aggresiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II : etching effects on unground enamel. Dent Mat 2001 ; 17 : 430 - 444.

[116] Hannig M, Bock H, Bott B, Hoth-Hannig W. Inter-crystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy. Eur J Oral Sci 2002 ; 110 : 464 - 470.

[117] Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Hori M, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel. Eur J Oral Sci 2003 ; 111 : 447 - 453.

[118] Attal JP. Etudes des mécanismes d'adhésion aux tissues dentaires calcifiés. Th : Université Paris, 1995, 179 p.

[119] Piette E et Goldberg M. La dent normale et pathologique. Bruxelles, De Boeck Université, 2001. 392 p.

[120] Tay FR, Pashley DH.Resin bonding to cervical sclerotic dentin : a review. J Dent 2004 ; 32 : 173 - 196.

[121] Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. Oper Dent 2001 ; Suppl 6 : 119 - 144.

[122] Toida T, Nakabayashi N. Effect of phosphoric acid etching on dentin for adhesion. J Jpn Dent Mater 1996 ; 15 : 231 - 40.

[123] Summitt JB, J. Robbins W, Schwartz RS, Santos Jd. Fundamentals of operative dentistry- A contemporary Approch. Quintessence Publishing CO, Inc. 2éme édition, 2000.

[124] Vaidyanathan TK, Vaidyanathan J. Recent advances in the theory and mechanism of adhesive resin bonding to dentin : a critical review. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2009 ; 88(2) : 558 - 78.

[125] Perdigao J, Denehy GE, Swift EJ Jr. Silica contamination of etched dentin and enamel surfaces : a scanning electron microscopie and bond strength study. Quintessence Int 1994 ; 25 : 327 - 333.

[126] Hitmi L, Attal JP, Degrange M. Influence of salivary contamination on dentin shear bond strength of 3 dentin adhesive systems. J Adh Dent 1999 ; 1 : 219 - 232.

[127] Erickson RL. Surface interactions of dentin adhesive materials. Oper Dent 1992 ; suppl 5 : 81.

[128] Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. J Dent 1997 ; 25 : 355 - 372.

[129] Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicaise M, et al. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. J Dent Res 1993 ; 72 : 495.

[130] Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore Memorial Lecture. Adhesion to Enamel and Dentin : Current Status and Future Challenges. Operative Dentistry 2003, 28 - 3, 215 - 235.

[131] Degrange M. : Systèmes auto-mordançants : une mode ou la voie du futur ? Information Dentaire 2004 ; 15 : 917 - 925.

[132] Sezinando A. Looking for the ideal adhesive – A review. Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac. 2014 ; 5 5(4) : 194 - 206.

[133] Fusayama T. New concepts in operative dentistry. In : Quintessence Publishing Co, Chicago ; 1980 : 14 - 156.

[134] Fusayama T. The problems preventing progress in adhesive restorative dentistry. Adv Dent Res 1988 ; 2(1) : 158 - 61.

[135] Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. J Esthet Dent 1991 ; 3(4) : 133 - 38.

[136] Gwinett AJ. Histological changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. Arch Oral Biol 1971 ; 16 : 731.

[137] Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in pattern of etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. Caries Res 1975 ; 9 : 373 - 387.

[138] Van Meerbeek B, Inoue S, Perdigao J, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion to Enamel and dentin. Fundamentals of operative dentistry- A contemporary Approch. Quintessence Publishing CO, Inc. 2éme édition, 2000.

[139] Summitt JB, Chan DCN, Burgess JO, Dutton FB. Effect of air/water rinse versus water only and of five rinse times on resin-to-etched enamel shear bond strenght. Oper Dent 1992 ; 17 : 142.

[140] Summitt JB, Chan DCN, Dutton FB, Burgess JO. Effect of rinse time on microleakage between composite and etched enamel. Oper Dent 1993 ; 18 : 37.

[141] Kanka J. Resin bonding to wet substrate.I. Bonding to dentin. Quintessence.Int. 1992 ; 23 : 39 - 41.

[142] Pratti C, Chersoni S, Mongiorgi R, Pashley DH. Resin-infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. Oper Dent 1998 ; 23 : 185 - 194.

[143] Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R. et al. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. Biomaterials 2005 ; 26(9) : 1035 - 42.

[144] Yoshida H, Nishiyama N. Development of self-etching primer comprised of methacrylamide, N-methacryloyl glycine. Biomaterials 2003 ; 24(28) : 5203 - 07.

[145] Mizumo Y, Suzuki K, Kondo Y. Adhesiveness of resin to acid-etched dentin. Part 2. Structural change of adherent surface and adhesiveness following to the pretreatment with solution of HEMA. J Jap Dent Mater 1994 ; 13 : 475 - 82.

[146] Sharrock P, Grégoire G. HEMA reactivity with demineralized dentin. J Dent 2010 ; 38(4) : 331 - 35.

[147] Pashley DH, Pashley EL, Carvalho RM, Tay FR. The effects of dentin permeability on restorative dentistry. Dent Clin North Am 2002 ; 46(2) : 211 - 45.

[148] Xu J, Stangel I, Butler IS, Gilson DF. An FT-Raman spectroscopic investigation of dentin and collagen surfaces modified by 2-hydroxyethylmethacrylate. J Dent Res 1997 ; 76(1) : 596 - 601.

[149] Moszner N, Salz U, Zimmermann J : Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives : a systematic review. Dent Mater, 2005 ; 21 : 895 - 910.

[150] Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B et al. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. Biomaterials 2005 ; 26(33) : 6449 - 59.

[151] Maciel KT, Carvalho RM, Ringle RD et al. The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. J Dent Res 1996 ; 75(11) : 1851 - 58.

[152] Ikeda T, De Munck J, Shirai K. et al. Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of HEMA-rich versus HEMA-free one-step adhesives. Dent Mater 2008 ; 24(10) : 1316 - 23.

[153] Kanca J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength. Am J Dent 1992, 5 : 213 - 215.

[154] Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin : its effect on shear bond strength. Am J Dent 1992 ; 5 : 127 - 129.

[155] Perdigào J, Lopes M. The effect of etching time on dentin demineralization. Quintessence Int 2001, 32 : 19 - 26.

[156] Tay FR, Pashley DH. Water treeing - A potential mechanism for degradation of dentin adhesives. Am J Dent2003 ; 16 : 6 - 12.

[157] Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, Robinson SJ. A TEM study of two water based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. J Dent Res 1998 ; 77 : 50 - 59.

[158] Pratti C, Chersoni S, Pashley DH. Effect of removal of surface collagen fibrils on resin-dentin bonding. Dent Mater 1999 ; 15(5) : 323 - 31.

[159] Grégoire GL, Akon BA, Millas A. Interfacial micromorphological differences in hybrid layer formation between water- and solvent-based dentin bonding systems. J Prosthet Dent 2002 ; 87(6) : 633 - 41.

[160] Atac AS, Cehreli ZC, Sener B : Antibacterial activity of fifth-generation dentin bonding systems, J Endod, 2001 ; 27 : 730 - 3.

[161] Buonocore MG, Gwinett AJ, Matsui A. Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. Arch Oral Biol 1968 ; 13 : 61 - 70.

[162] Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. The overwet phenomenon : a scanning electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. Am J Dent 1996 ; 9(3) : 109 - 14.

[163] Dabsie F, Grégoire G, Sharrock P. Critical surface energy of composite cement containing MDP (10- methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) and chemical binding to hydroxyapatite. J Biomater Sci Polym Ed 2012 ; 23(1 - 4) : 543 - 54.

[164] Grégoire G, Sharrock P, Prigent Y. Performance of a universal adhesive on etched and non-etched surfaces : Do the results match the expectations ?. Materials Science and Engineering 2016 ; C 66 : 199 - 205.

[165] Jee SE, Zhou J, Tan J. et al. Investigation of ethanol infiltration into demineralized dentin collagen fibrils using molecular dynamics simulations. Acta Biomater 2016 ; 36 : 175 - 85.

[166] Chiba A, Zhou J, Nakajima M. et al. The effects of ethanol on the size-exclusion characteristics of type I dentin collagen to adhesive resin monomers. Acta Biomater 2016 ; 33 : 235 - 41.

[167] Hashimoto M, Tay FR, Ohno H. et al. SEM and TEM analysis of water degradation of human dentinal collagen. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2003 ; 66(1) : 287 - 98.

[168] Pashley DH, Horner JA, Brewer PD. Interactions of conditioners on the dentin surface. Oper Dent 1992 ; Suppl 5 : 137 - 50.

[169] Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. Quintessence Int 1993 ; 24(9) : 618 - 31.

[170] Kanca J. : Wet bonding : effect of drying time and distance . Am J Dent1996 ; 9 : 273 - 276.

[171] de Goes MF, Ferrari-Pachane GC, Garcia-Godoy F. : resin bond strength with different methods to remove excess water from the dentin. Am J Dent 1997 ; 10 : 298 - 301.

[172] Degrange M. Les adhésifs qui requièrent un mordançage préalable sont- ils obsolètes ?. L'information dentaire. Spécial adhésion. 2007(4).

[173] Iwami Y, Yamamoto H, Kawai K, Ebisu S. Effect of enamel and dentin surface wetness on shear bond strength of composites. J Prosthet Dent 1998 ; 80 : 20 - 26.

[174] Moll K, Gartner T, Haller B. Effect of moist bonding on composite/enamel bond strength. Am J Dent 2002 ; 15 : 85 - 90.

[175] Chuang SF, Chang CH, Yaman P, Chang LT. Influence of enamel wetness on resin composite restorations using various dentine bonding agents : part I- effects on marginal quality and enamel microcrack formation. J Dent 2006 ; 34 : 343 - 51.

[176] Hashimoto M, Ohno H, Endo K, Kaga M, Sano H, Oguchi H. The effect of hybrid layer thickness on bond strength : demineralized dentin zone of the hybrid layer. Dent Mater 2000, 16 : 406 - 411.

[177] Brenna F, Tagliabue A, Levrini L, Tettamanti L, Quacci D, Bergamaschi M. Scanning electron microscopy evaluation of the link between a new dentinal desensitizer and dentine. Minerva Stomatol 2003, 52 : 413 - 21, 421 - 425.

[178] AI Qahtani MQ, Platt JA, Moore BK, Cochran MA. The effect on shear bond strength of rewetting dry dentin with two desensitizers. Oper Dent 2003, 28 : 287 - 296.

[179] De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B : A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue : methods and results. J Dent Res. 2005 ; 84 : 118 - 132.

[180] Pioch T, Stotz S, Buff E, Duschner H, Staedle HJ. : Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength. J Dent 1998 ; 11 : 202 - 206.

[181] Tani C, Finger W. Effect of smear layer thickness on bond strength mediated by 3 « all-in-one » self-etching priming adhesives . J Adhes Dent 2002 Winter ; 4 : 283 - 289.

[182] Van Meerbeek B, Perdigao J, Lambrechts P, Vanherle G : The clinical performance of adhesives. J Dent 1998 ; 26 : 1 - 20.

[183] Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Mattheus WG, Pashley DH : Nanoleakage : Leakage within the hybrid layer. Oper Dent 1995 ; 20 : 18 - 25.

[184] Salz U, Zimmermann J, Zeuner F, Moszner N : Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. J Adhes Dentistry 2005 ; 7 : 107 - 116.

[185] Moszner N, Zeuner F, Angermann J, Fischer UK, Rheinberger V : Monomers for adhesive polymers, 4 : synthesis and radical polymerization of hydrolytically stable cross-linking monomers. Macromol Mater Eng 2003 ; 288 : 621 - 8.

[186] Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N : Bonding to dentin with a self-etching primer : the effect of smear layers. Dent Mater 2001 ; 17 : 122 - 126.

[187] Schulze KA, Oliveira SA, Wilson RS, Gansky SA, MarshalL GW, Marshall SJ : Effect of hydratation variability on hybrid layer properties of a self-etching versus an acid-etching system. Biomater, 2005 ; 26 : 1011-8.

[188] Jacobsen T, Söderholm KJM. Some effects of water on dentin bonding. Dent Mater 1995 ; 11 : 132 - 136.

[189] Gallo JR, Comeaux R, Haines B, Xu X, Burgess JO : Shear bond strength of four filled dentin bonding systems. Oper Dent 2001 ; 26 : 44 - 7.

[190] Meiers JC, Miller GA : Antibacterial activity of dentin bonding systems, resin-modified glass ionomers and poly-acid-modified composite resins. Oper Dent 1996 ; 21 : 257 - 64.

[191] Cheong C., King NM., Pashley DH., Ferrari M., Toledano M. et Tay FR. - Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/ dual-cured composites : two-step vs onestep systems. Oper Dent 2003 ; 28 : 747 - 55.

[192] Inoue H, Inoue S, Uno S, Takahashi A, Koase K, Sano H. Microtensile bond strength of two single-step adhesive systems to burprepared dentin. J Adhes Dent 2001 ; 3 : 129 - 136.

[193] Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Nakajima M, Pereira PN, Tagami J. Effects of different burs on dentin bond strengths of self-etching primer bonding systems. Oper Dent 2001 ; 26 : 375 - 382.

[194] Watanabe I, Saimi Y, Nakabayashi N. Effect of smear layer on bonding to ground dentin : relationship between grinding and tensile bond strength. Jap J Dent Mater 1994 ; 13 : 101 - 108.

[195] Tay FR, Carvahlo R, sano H, Pashley DH. Effect of smear layer on bonding of a self-etching primer to dentin. J Adhes Dent 2000 ; 2 : 99 - 116.

[196] Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. J Dent 1999 ; 27 : 523 - 30.

[197] Perdigao J, Lopes L, Lambrechts P, Leitao J, Van Meerbeek B, Vanherle G. Effects of self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. Am J Dent 1997, 10 : 141 - 146.

[198] Perdigao J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. J Esthet Restor Dent 2003 ; 15 : 32 - 41.

[199] Grégoire G, Ahmed Y. Evaluation of the enamel etching capacity of six contemporary self-etching adhesives. Journal of dentistry 2007 ; 35 : 388 - 397.

[200] Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. Dent Mater 2001 ; 17 : 542 - 556.

[201] Hagge MS, Lindemuth JS. Shear bond strength of an autopolymerizing core buildup composite bonded to dentin with 9 dentin adhesive systems. J Prosthet Dent 2001 ; 86 : 620 - 623.

[202] Alex G. Universal adhesives : the next evolution in adhesive dentistry ?. Compend Contin Educ Dent 2015, 36(1) : 15 - 26.

[203] Key opinion leader symposium held at 3M ESPE ; July 2014 ; Wonewok, MN., Key opinion leader symposium held at Bisco, Inc. ; August 2014 ; Chicago, IL.

[204] Pelissier B, Tarridas T, Brugeaud E, Hemmi B. Les nouveaux systèmes adhésifs universels, Exempls du Peak Universal Bond®. Clinic 2016 ; 37 : 299 - 307.

[205] Kadoma Y. Surface treatment agent for dental metals using a thiirane monomer and a phosphoric acid monomer. Dent Mater J 2002 ; 21 : 156 - 169.

[206] De souza G, Hennig D, Aggarwal A, Tam LE. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. J Prosthet Dent 2014 ; 112 : 895 - 902.

[207] Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hycroxyapatite. J Dent Res 2006 ; 85 : 941 - 944.

[208] Feitosa VP, Sauro S, Ogliari FA, Ogliari AO, Yoshihara K, Zanchi GH, et al. Impact of hydrophilicity and length of spacer chains on the bonding of fonctionnel monomers. Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater 2014 ; 30 : 317 - 323.

[209] Chen L, Suh Bl, Brown D, Chen X. Bonding of primed zirconia ceramics : evidence of chemical bonding and improved bond strengths. Am J Dent 2012 ; 25(2) : 103 - 108.

[210] Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, et al. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. J Dent Res 2006 ; 85(10) : 941 - 944.

[211] Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata I, et al. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. J Dent Res 2008 ; 87(8) : 757 - 761.

[212] Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, et al. Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. J Dent Res 2012 ; 91(4) : 376 381.

[213] Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, et al. Novel fluoro-carbon functional monomer for dental bonding. J Dent Res 2014 ; 93(2) : 189 - 194.

[214] Perdigao J, Swift EJ JR. Contemporary Issues - Universal Adhesives. Journal of esthetic and restorative dentistry 2015 ; 27(6) : 331 - 334.

[215] Nishiyama N, Tay FR, Fujita K, et al. Hydrolysis of functional monomers in single-bottle self-etching primer-correlation of 13C NMR and TEM findings. J Dent Res 2006 ; 85(5) : 422 - 426.

[216] Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic. J Can Dent Assoc 2003 ; 69 : 726 - 73.

[217] Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhsives are permeable membranes. J Dent 2002 ; 30 : 371 - 382.

[218] Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. Biomaterials 2007 : 28(26)3757 - 3785.

[219] Nakabayashi N, Takarada K. Effect of HEMA on bonding to dentin. Dent Mater 1992 ; 8(2) : 125 - 130.

[220] Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, et al. Monomer solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. J Dent Res. 2005 ; 84(2) : 183 - 188.

[221] Suh Bl, Chen L, Brown DJ. A novel concept : the introduction of cross linking monomers into a self-etch adhesive to create a more hydrophobic and durable bond. Oral Health 2011 ; 62 - 66,94.

[222] Burrow MF, Inokoshi S, Tagami J. Water sorption of several bonding resins. Am J Dent. 1999 ; 12(6) : 295 - 298.

[223] Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, et al. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. Dent Mater 1998 ; 14(1) : 6 - 10.

[224] Guo Jingmei, Lei Wenlong, Yang Hongye, Huang Cui.The application of universal adhesives in dental bonding. Chin J Stomatol 2016 ; 51(3) : 189 - 192.

[225] Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. Dental Materials 2011 ; 27 : 17 - 28.

[226] El-Askary FS, Anwar MN, Munoz MA, et al. Micro-shear bond strength of universal adhesives to uncut enamel. J Dent Res. 2014 ; 93(spec iss B). Abstract 1139.

[227] Wagner A, Wendler M, Petschelt A, et al. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. J Dent 2014 ; 42(7) : 800 - 807.

[228] Perdigao J, Sezinando A. Evaluation of a new universal adhesive using different bonding strategies [abstract]. J Dent Res. 2012 ; 91(spec iss A). Abstract 18.

[229] Perdigao J, Munoz MA, Luque-Martinez IV, et al. Enamel Etching Patterns of Universal Adhesives - FESEM Analyses [abstract]. J Dent Res. 2014 ; 93(spec iss B). Abstract 474.

[230] Schittly E, Bouter D, Le Goff S, et al. Compatibility of five self-etching adhesive systems with two resin luting cements. J Adhes Dent. 2010 ; 12(2) : 137 - 142.

[231] de Goes MF, Shinohara MS, Freitas MS. Performance of a new one-step multi-mode adhesive on etched vs nonetched enamel on bond strength and interfacial morphology. The Journal of Adhesive Dentistry 2014 ; 16 : 243 - 50.

[232] Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B et al. Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. J Dent 2012 ; 10 : 475 - 484.

[233] Goracci C, Rengo C, Eusepi L, Juloski J, Vichi A, Ferrari M. Influence of selective enamel etching on the bonding effectiveness of a new « all-in-one » adhésive. American Journal of Dentistry. 2013 ; 26(2) : 99 - 104.

[234] Perdiagao J, Sezinando A, Monteiro PC. Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. Am J Dent. 2012 ; 25 : 153 - 158.

[235] Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD , Bombarda NH. C. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. Journal of Dentistry 2013 May ; 41(5) : 404 - 411.

[236] Munoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez I, Szesz AL, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH, Perdigao J. Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. Journal of Dentistry. 2014 ; 42 : 595 - 602. .

[237] Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosà M, Cadenaro M, Di Lenarda R, Pashley DH, Tay F, Breschi L. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system : 1-Year in vitro study. Journal of dentistry 2014 ; 42 : 603 - 612.

[238] Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. Journal of Dentistry 2014 ; 42 : 800 - 7.

[239] Luque-Martinez I, Perdigão J, Munoz MA, Sezinando A, Reisa A, Alessandro D. Loguercio AD. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives. Dental Materials 2014 ; 30 : 1126 - 1135.

[240] Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, L.-Q. Zhou LQ, Jiao K, Chen JH, Pashley DH,Tay FR. Bonding of universal adhesives to dentine – Old wine in new bottles ?. Journal of dentistry 2015 ; 43 : 525 - 536.

[241] Grégoire G, Dabsie F, Delannée M. Tour d'horizon sur les systèmes adhésifs automordançants. L'AdheSE®One... et les autres. Clinic 2007 ; 28 : 567 - 575.

[242] Swift E Jr, Perdigao J, Heymann H. Bonding to enamel and dentin : a brief history and state of the art. Quintessence Int 1995 ; 26 : 95 - 110.

[243] Reeder JR, Walton RE, Livingston MJ, Pashley DH. Dentin permeability determinants of hydraulic conductance. J Dent Res 1978 ; 57 : 187 - 193.

[244] Outhwaite WC, Livingston MJ, Pashley DH. Effects of cahnges in surface area thickness, temperature and post-extraction time on human dentin permeability. Arch Oral Biol 1976 ; 21 : 599 - 603.

[245] Fogel HM, Marshall FJ, Pashley DH. Effects of distance from the pulp and thickness on the hydraulic conductance of human radicular dentin. J Dent Res 1988 ; 67 : 1381 - 1385.

[246] Perdigão J. Dentin bonding variables related to the clinical situation and the sustrate treatment. Dent Mater 2010 ; 26 : e24 - 37.

[247] Perdigão J. Dentin bonding as a function of dentin structure.Dent Clin North Am 2002 ; 46 : 277 - 301.

[248] Őzok AR, Wu MK, Wesselink PR. Comparison of the invitro permeability of human dentine according to the dentinal region and the composition of the simulated dentinal fluid. Journal of dentistry 2002 ; 30(Issues 2 - 3) : 107 - 111.

[249] Dieng-Sarr F, Sharrock P, Dabsie F, Grégoire G. Modifications of the organic and mineral fractions of dental tissues following conditioning by self-etching adhesives. J Dent 2011 ; 39 : 141 - 147.

[250] Grégoire G, Delannée M. Les adhésifs automordançants : comment optimiser les résultats. Clinic 2008 ; 29 : 487 - 496.

[251] De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, et al. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. Journal of Dental Research 2003 ; 82 : 136 - 40.

[252] Frankenberger R, Strobel WO, Lohbauer U, Kramer N, Petschelt A. The effect of six years of water storage on resin composite bonding to human dentin. Journal of Biomedical Materials Research Part B : Applied Biomaterials 2004 ; 69 : 25 - 32.

[253] Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri Jr A, Cadenaro M, Di Lenarda R, Dorigo E. Dental adhesion review : aging and stability of the bonded interface. Dental Materials 2008 ; 24 : 90 - 101.

[254] De Munck J, Mine A, Poitevin A, Van Ende A, Cardoso MV,Van Landuyt KL, et al. Meta-analytic review of parameters involved in dentin bonding. Journal of Dental Research 2012 ; 91 : 351 - 7.

[255] Frankenberger R, Lohbauer U, Roggendorf MJ, Naumann M, Taschner M. Selective enamel etching reconsidered : better than etch-and-rinse and self-etch ? J Adhes Dent 2008 ; 10 : 339 - 344.

[256] Perdigão J, Kose C, Mena- Serrano A, De Paula E, Tay L, Reis A et al. A new universal simplified adhesive : 18-month clinical evaluation. Oper Dent 2014 ; 39(2) : 113 - 27.

[257] Perdigão J, Carmo AR, Anauate Netto C, Amore R, Lewgoy HR, Cordeiro HJ et al. Clinical performance of a self etching adhesive at 18 months. Am J Dent 2005 ; 18 : 135 - 140.

[258] Peumans M, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Eight year clinical evaluation of a 2-step self-etch adhesive with and without selective enamel etching. Dent Mater 2010 ; 26 : 1176 - 1184.

[259] Torii Y, Itou K, Nishitani Y, Ishikawa K, Suzuki K. Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. Am J Dent 2002 ; 15 : 305 - 308.

[260] Erhardt MC, Osorio E, Aguilera FS, Proença JP, Osorio R, Toledano M. Influence of dentin acid-etching and NaOCl-treatment on bond strengths of self-etch adhesives. Am J Dent 2008 ; 21 : 44 - 48.

[261] Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acidetching. J Dent 2006 ; 34 : 77 - 85.

[262] Taschner M, Nato F, Mazzoni A, Frankenberger R, Falconi M, Petschelt A et al. Influence of preliminary etching on the stability of bonds created by one-step self etch bonding systems. Eur J Oral Sci 2012 ; 120 : 239 - 248.

[263] Van Dijken JW, Pallesen U. Four-year clinical evaluation of class II nano-hybrid resin composite restorations bonded with a one-step self-etch and a two-step etch-and-rinse adhesive. J Dent 2011 ; 39 : 16 - 25.

[264] Perdigao J, Sezinando A, Monteiro PC. Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. American Journal of Dentistry 2012 ; 25 : 153 - 8.

[265] Issis V, Luque- Martinez, Perdigao J, Miguel A, Munoz, Ana Sezinando, Reis A, Alessandre D, Loguercio. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. Dental Materials 2014 Oct ; 30(10) : 1126 - 1135.

[266] Alessandro D. Loguercio AD, et al, Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance ?. Journal of Dentistry.2015.04.005.

[267] Mena-Serrano A, Kose C, Andrade De Paula E, Tay LY, Reis A, Loguercio AD. A New Universal Simplified Adhesive : 6-Month Clinical Evaluation. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry 2013 ; 25(1) : 55 - 69.

[268] Loguercio AD, de Paula EA, Hass V, Luque-Martinez I, Reis A, Perdigão J. A new universal simplified adhesive : 36-Month randomized double-blind clinical trial. J Dent 2015 ; 43(9) : 1083 - 92.

[269] De Munck J. An in vitro and in vivo study on the durability of biomaterial-tooth bonds. PhD thesis, 2004, KUL, Leuven, Belgium.

[270] Wellington Luiz de Oliveira da Rosa L, Piva E, Fernandes da Silva A. Bond strength of universal adhesives : A systematic review and meta-analysis. Journal of dentistry 2015 ; 43 : 765 - 776.

[271] Greenhill JD, Pashley DH. The Effects of Desensitizing Agents on the Hydraulic Conductance of Human Dentin in vitro. J Dent Res 1981 ; 60(3) : 686 - 698.

[272] Derkson GD, Pashley DH, Derkson ME : Microleakage measurement of selected restorative materials : a new in vitro method. J Prosthet Dent 1986 ; 56 : 435 - 40.

[273] Pagliarini A, Rubini R, Rea M, Campese C, Grandini R. Effectiveness of the current enamel-dentinal adhesives : a new methodology for its evaluation. Quintessence In 1996 ; 27 : 265 - 270.

[274] Kornfield B : Study of clinical behaviour of resins in operative dentistry. J Dent Res 1953 ; 32 : 714 - 5.

[275] Pommel L, Camps J : Effects of pressure and measurement time on the fluid filtration method in endodontics. J Endod 2001, 27(4) : 256 - 258.

[276] Wu MK, Wesselink PR : Endodontic leakage studies reconsidered. Part I. Methodology, application and relevance. Int Endod J 1993 ; 26 : 37 - 43.

[277] Youngson CC, Jones JCG, Fox K, Smith IS, Wood DJ, Gale M : A fluid filtration and clearing technique to assess microleakage associated with three dentine bonding systems. J Dent 1999 ; 27 : 223 - 33.

[278] Fogel HM : Microleakage of posts used to restore endodontically treated teeth. J Endod 1995, 21(7) : 376 - 9.

[279] La Macorra JC, Escribano NI. Comparison of two methods to measure permeability of dentin. J Biomed Mater Rest (App Biomat) 2002 ; 63 : 531 - 534.

[280] Camps J, Tardieu C, Dejou J, Franquin JC, Ladaique P, Rieu R : In vitro cytotoxicity of dental adhesive systems under simulated pulpal pressure. Dent Mater 1997 ; 13 : 34 - 42.

[281] Goods HE, Marshall GW JR, Whiter JM. The effects of storage after extraction of the teeth on human dentine permeability in vitro. Archs oral Bid 1991 ; 36(8) : 561 - 566.

[282] Tagami J, Tao L, Pashley DH. Correlation among dentin depth, permeability, and bond strength of adhesive resins. Dent Mater 1990 ; 6 : 45 - 50.

[283] Brannstrom M. Dentinal and pulpal response.V. Application of pressure to exposed dentin. J Dent Res 1961 ; 40 : 960 - 70.

[284] Luz MD, Arona-Chavez VE, Netto NG. Scanning electron microscopy examination of different adhesive systems. Quint. Int 2005 36 : 687 - 694.

[285] Siegward D. Heintze. Clinical relevance of tests on bond strength, microleakage and marginal adaptation. Dental materials 2013 ;29(1) :59-84.

[286] Panighi M, G'sell C. Effect of tooth microstructure on the shear bond strenght of a dental composite. J Biomed Mater 1993 ;27 :975-81.

[287] Watanabe L, Marshall GW, Marshall SJ. Dentin shear strength : effects of tubule orientation and intratooth location. Dent Mater 1996 ;12 :109-115.

[288] Jőrgensen KD, Itoh K, Munksgaard EC, Asmussen E. Composite wall to wall polymerisation contraction en dentin cavities treated with various bonding agent. European journal of oral sciences 1985 ;93(3) : 276-279.

[289] Juloski J, Carrabba M, Aragoneses JM, Forner L, Vichi A, Ferrari M. Microleakage of Class II restorations and microtensile bond strength to dentin of low shrinkage composites. Am J Dent 2013 ;26(5) :271 -7.

[290] Grégoire G, Joniot S, Guignes P, Millas A. Dentin permeability : self-etching and one-bottle dentin bonding systems. Journal of Prosthetic Dentistry 2003 ; 90 (1) : 42 - 49.

[291] Grégoire G, Guignes P, Millas A. Effect of self-etching adhesives on dentin permeability in a fluid flow model. Journal of Prosthetic Dentistry 2005 ; 93 (1) : 56 - 63.

[292] Grégoire G, Guignes P, Nasr K. Effects of dentin moisture on the permeability of total-etch and self-etch adhesives. Journal of Dentistry 2009 ; 37(9) : 691 - 9.

[293] Grégoire G, Dabsie F, Delanné M, Akon B, Sharrock P. Water permeability, hybrid layer long-term integrity and reaction mechanism of a two-step adhesive system. Journal of dentistry 2010 ; 38 526 - 533.

[294] Delannée M, Grégoire G, Vergnes JN, Sharrock P. Fluid flow through dentine-self-etch resin interface during long term in vitro aging. Material Science and Engineering C. 2013 ; 33(7) : 3711 - 3715.

[295] Mjor I, Gordan V. La longue marche vers l'adhésion. Livre : Collages et adhésion : la révolution silencieuse. Quintessence International 2000.

[296] Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I : Depth of penetration beyond dentin smear layers. Dent Mater 2001 ; 17 : 296 - 308.

[297] Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH. Bonding of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers. Am J Dent 2003 ; 16 : 340 - 6.

[298] Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjaderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. Dental Materials 2011 ; 27 : 1 - 16.

[299] Wang JD, Hume WR. Studies on diffusive interactions between acids and alkalis end dentin. Int J Endodont 1988 ; 21 : 17 - 26.

[300] Elfersi S, Grégoire G, Sharrock P. Characterization of sound human dentin particles of sub-millimeter size. Dental materials 2002 ; 18 : 529 - 534.

[301] Salz U, Mücke A, Zimmermann J, Tay FR, Pashley DH. Pka value and buffering capacity of acidic monomers commonly used in self-etching primers. J Adhes Dent 2006 ; 8 : 143 - 150.

[302] da Silveira Lima G, Aulo Ogliari F, da Silva EO, Ely C. Influence of water concentration in an experimental self-etching primer on the bond strength to dentin. J Adhes Dent 2008 ; 10 : 167 - 172.

[303] Holzmeier M, Schaubmayr M, Dasch W. A new generation of self-etching adhesives : comparaison with traditional acid etch technique. J Orofac Orthop 2008 ; 69 : 78 - 93.

[304] Chow LC, Brown WE. Phosphoric acid conditioning of teeth for pit and fissure sealants. J Dent Res 1973 ; 52 : 1158.

[305] Elmore KL, Farr TD. Equilibrium in the system calcium oxide-phosphorus pentoxide-water. Ind Eng Chem 1940 ; 32 : 580 - 586.

[306] Blunck Uwe. Les adhésifs-principes et état actuel des connaissances. Dans Collages et adhésion : la révolution silencieuse. Quintessence International 2000.

[307] Nakabayashi N, Pashley DH. Hybridization of dental hard tissues. Tokyo : Quintessence, 1998 : 1 - 107.

[308] Maeda T, Yamaguchi K, Takamizawa T, Rikuta A, Tsubota K, Ando S, et al. pH changes of self-etching primers mixed with powdered dentine. Journal of dentistry 2008 ; 36 : 606 - 10.

[309] Marshall GW. Dentin microstructure and characterization. Quint Int l 1993 ; 24 : 606 - 17.

[310] Perinka L, SanoH, Hosoda H. Dentin thickness, hardness and Ca concentration vs bond strength of dentin adhesives. Dent materials 1992 ; 8 : 229 - 33.

[311] Perdigao J, Eiriksson S, Rosa BT, Lopes M, Gomes G. Effect of calcium removal on dentin bond strength. Quint Int 2001 ; 32 : 142 - 6.

[312] Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Yoshioka M, Snauwaert J, Abe Y, et al. Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. Journal of Dental Research 2001 ; 80 : 1565 - 9.

[313] Gwinnett AJ. Structure and composition of enamel. Oper Dent 1992 ; 17(5, suppl) : 10 - 17.

[314] Paul Lambrechts, Bart Van Meerbeek, Perdigao J, Vanherle G. Le collage : ce qu'on doit faire, ce qu'on ne doit pas faire. Livre Collages et adhésion. Quintessence International 2000.

[315] Fujita K, Ma S, Aida M, Maeda T, Ikemi T, Hirata M, Nishiyama N. Effect of reacted acidic monomer with calcium on bonding performance. J Dent Res 2011 ; 90 : 607 - 612.

[316] Iwai H, Nishiyama N. Effect of calcium salt of functional monomer on bonding performance. J Dent Res 2012 ; 91 : 1043 - 1048.

[317] Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, Yoshida Y, Suzuki K, Van Meerbeek B. Enamel-smear compromises bonding mild self-etch adhesives. J Dent Res 2010 ; 89 : 1505 - 1509.

[318] Watanabe T, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S, Miyazaki M. Effect of prior acid etching on bonding durability of single step adhesives. Oper Dent 2008 ; 33 : 426 - 433.

[319] Osborne JW, Summit JB. Mechanical properties and clinical performance of a gallium restorative material. Oper Dent 1995 ; 20 : 241 - 245.

[320] Wang Y, Spencer P. Continuing etching of an all-in-one adhesive in wet dentin tubules. Journal of Dental Research 2005 ; 84 : 350 - 4.

[321] Giachetti L, Bertini F, Scaminaci Russo D. Investigation into the nature of dentin resin tags : a scanning electron microscopic morphological analysis of demineralized bonded dentin. Journal of Prosthetic Dentistry 2004 ; 92 : 233 - 8.

[322] Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Irie M, Ogawa T, Van Landuyt KL, Osaka A, Suzuki K, Minagi S, Van Meerbeek B. Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on enamel and dentin. Acta Biomater 2011 ; 7 : 3187 - 3195.

[323] Bayle MA, Grégoire G, Sharrock P. The role of acrylophosphonic acid monomers in the formation of hybride layers based on self-etch adhesives. Journal of dentistry 2007 ; 35 : 302 - 308.

[324] Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Thomas P. Berry TP, Watanabe H, Erickson RL, Latta MA, Miyazaki M. Influence of different etching modes on bond strength and fatigue strength to dentin using universal adhesive systems. Dental Materials 2016 ; 32 : e9 - e21.

[325] Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, et al. Bonding effectiveness of two contemporary self-etch adhesives to enamel and dentin. Journal of Dentistry 2009 ; 37 : 872 - 83.

[326] Ye Q, Wang Y, Spencer P. Nanophase separation of polymers exposed to simulated bonding conditions. Journal of Biomedical Materials Research B Applied Biomaterials 2009 ; 88 : 339 - 48.

[327] Tay FR, Pashley DH, Garcia-Godoy F, Yiu CK. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes afterpolymerization. Part II. Silver tracer penetration evidence.Am J Dent 2004 ; 17 : 315 - 22.

[328] Grégoire G, Sharrock P, Delannée M, Delisle MB, Depletion of water molecules during ethanol wet-bonding with etch and rinse dental adhesives, Mater. Sci. Eng. C Mater. Biol. Appl. 33 (2013) 21 - 27.

[329] Lundy T, Stanley HR. Correlation of pulpal histopathology and clinical symptoms in human teeth subjected to experimental irritation. Oral Surg Oral Med Oral Pathol. 1969 ; 27 : 187 - 201.

[330] Sano H, Shono T, Takatsu T, et al. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. Oper Dent 1994 ;19(2) :59 -64.

[331] Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, et al. Nanoleakage : leakage within the hybrid layer. Oper Dent 1995 ;20 :18-25.

[332] Ruschel VC, Shibata S, Stolf SC, Chung Y, Baratieri LN, Heymann HO, Walter R. Eighteen-month Clinical Study of Universal Adhesives in Noncarious Cervical Lesions. Oper Dent 2018 ;43(3) :241-249.

[333] Kaczor K, Agnieszka Gerula-Szymanska A, Smektała T, Safranow K, Lewusz K, Nowicka A. Effects of different etching modes on the nanoleakage of universal adhesives : A systematic review and meta-analysis. J Esthet Restor Dent 2018 ;1-12.

ANNEXES

Annexe 1

Résultats de la conductance hydraulique

- Valeurs de diminution de la perméabilité des deux groupes AU et AUM après chaque étape enregistrées par l'appareil de Flodec

Valeurs de diminution de la perméabilité des deux groupes AU et AUM après chaque étape enregistrées par l'appareil de Flodec

Adhésif universel utilisé avec mordançage préalable

1				2				3				4				5				6				7				8				9				10				11			
T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A
198,4	87,2	158,4	38,3	54,4	35,9	41,8	28,9	71,1	33,1	40,7	27,1	106,0	37,4	53,0	30,8	43,3	27,4	35,2	26,5	71,4	26,9	37,0	24,6	96,2	43,0	67,6	32,7	97,8	33,9	49,7	30,8	74,8	35,1	38,6	28,9	46,0	31,2	39,5	26,9	46,1	31,7	36,8	26,5
	-56,1				-34,0				-53,5				-64,7				-36,8				-62,3				-55,4				-65,3				-53,0				-32,2				-31,3		
		-20,1				-23,3				-42,8				-50,0				-18,7				-48,2				-29,7				-49,2				-48,4				-14,0				-20,2	
			-80,7				-46,8				-62,0				-70,9				-38,8				-65,5				-66,0				-68,5				-61,3				-41,4				-42,6
195,8	90,9	202,4	78,2	71,7	36,1	48,3	49,0	77,9	27,7	32,0	25,9	118,8	44,9	86,5	40,3	53,0	40,8	38,7	25,8	119,0	18,9	49,6	27,4	118,4	54,9	95,6	39,0	107,0	22,9	66,1	33,6	84,5	46,1	52,6	17,6	77,2	30,1	35,7	36,8	63,9	38,7	52,0	22,8
227,4	87,9	180,7	52,2	167,4	53,2	31,3	33,0	91,1	18,3	28,5	37,2	125,5	40,9	75,8	35,5	30,0	29,6	21,9	19,4	114,4	25,3	37,3	15,9	87,3	67,1	100,3	31,6	107,4	53,2	54,0	34,2	85,1	36,1	53,0	34,0	85,7	39,5	54,1	15,0	51,0	38,4	28,1	30,8
231,8	121,5	137,8	51,9	70,0	44,8	49,9	18,4	89,6	43,1	42,2	21,7	103,3	51,0	63,2	17,4	35,8	27,0	22,8	32,0	80,1	30,8	40,9	35,7	119,1	55,6	69,8	33,8	72,3	47,2	49,1	32,4	81,9	44,9	48,7	54,2	66,5	42,7	40,7	36,8	65,9	29,6	53,2	17,1
215,5	111,6	180,6	41,2	90,9	29,2	60,7	45,0	75,2	47,6	38,8	43,0	124,6	51,8	54,2	34,7	51,0	23,6	36,5	41,4	90,3	21,3	21,9	35,2	94,9	36,1	67,5	12,4	145,7	33,6	62,8	11,5	91,4	43,8	34,3	34,5	51,8	35,3	58,9	12,1	54,3	38,8	33,0	30,0
181,7	94,9	148,4	37,2	70,9	42,5	26,3	62,8	93,2	15,8	77,2	43,1	120,5	33,9	66,0	35,7	48,7	46,4	26,7	21,4	52,8	22,0	35,0	17,6	96,8	41,3	62,1	25,4	128,0	29,3	50,1	27,0	87,0	25,5	45,3	38,9	58,5	52,0	31,6	24,8	53,6	39,6	30,5	41,9
193,3	91,7	168,2	31,3	67,5	40,0	58,6	28,4	72,8	32,2	46,9	20,1	85,1	46,5	53,8	41,5	40,1	25,6	41,1	24,4	83,5	36,1	46,6	29,0	119,8	41,2	69,6	41,9	102,4	42,7	35,2	28,4	71,5	35,0	49,8	17,1	52,0	42,8	26,2	33,1	51,7	16,2	35,7	15,4
199,2	78,4	160,6	17,8	60,6	18,3	40,4	33,9	77,3	44,3	63,9	41,6	102,0	40,8	45,3	36,7	48,9	4,4	27,6	7,4	69,6	25,9	30,4	15,0	110,9	53,7	61,6	20,1	87,5	39,5	80,6	43,8	75,2	35,1	33,0	30,1	38,3	43,1	39,2	7,9	37,8	37,2	39,2	18,4
185,6	94,2	149,2	33,4	64,5	75,7	34,1	14,8	61,9	43,3	51,0	31,1	116,8	34,3	58,0	12,2	54,1	19,1	39,3	10,5	67,7	35,1	26,0	26,0	86,4	50,2	65,1	37,6	116,4	30,9	42,5	43,3	79,7	35,3	43,7	40,5	45,3	35,4	43,9	32,8	45,7	27,8	33,8	40,9
202,2	105,7	141,9	45,3	34,7	23,0	41,4	45,9	61,7	49,2	45,3	23,0	133,5	36,8	46,5	18,9	51,0	23,1	17,3	31,8	58,2	27,0	23,9	21,4	105,7	41,0	58,6	49,5	103,4	46,1	47,9	29,1	73,2	54,2	35,2	28,9	31,3	22,3	39,7	34,2	61,8	34,6	32,0	17,5
188,6	81,8	188,2	24,5	66,5	43,0	37,7	13,1	63,4	32,9	44,9	10,4	109,7	19,1	43,5	14,2	43,7	25,3	44,1	34,8	85,7	38,0	69,5	30,6	107,0	57,9	60,8	44,6	90,6	40,4	58,0	27,0	71,1	34,3	30,1	32,6	25,8	39,5	70,6	36,7	35,6	32,0	31,9	25,1
206,5	83,4	169,7	37,3	63,4	37,8	44,4	53,6	76,3	20,2	40,3	27,5	116,1	27,0	36,1	28,5	46,7	33,1	32,0	34,1	75,6	23,2	32,0	16,1	105,7	37,3	67,1	31,2	112,1	30,6	35,9	25,3	69,0	52,3	34,8	41,6	25,1	24,4	40,6	34,3	46,5	14,4	46,4	20,8
191,6	90,5	168,0	50,4	40,5	43,6	66,2	13,9	55,1	41,5	23,6	42,3	99,4	44,1	62,0	14,5	26,7	38,8	46,5	32,4	70,2	36,4	35,4	21,1	97,5	42,3	74,7	38,3	102,7	31,9	51,6	33,1	78,8	34,4	42,8	35,1	78,3	22,0	48,7	35,0	38,9	34,7	35,8	31,1
203,0	68,5	142,7	48,6	36,6	39,9	87,0	34,9	93,8	49,3	53,0	16,9	117,9	45,0	41,0	32,0	51,3	38,3	58,5	9,7	51,8	8,3	24,9	39,7	109,3	47,5	72,1	28,4	92,7	13,9	43,6	29,6	74,0	30,8	30,9	17,5	47,1	41,6	52,2	32,3	36,4	40,9	43,5	36,8
199,0	64,3	153,7	50,5	43,0	33,6	37,4	33,2	60,0	24,0	32,0	27,7	107,5	35,0	56,5	35,7	39,7	40,2	47,3	27,6	82,3	35,9	32,3	28,4	88,9	42,6	86,2	44,3	113,1	22,4	43,4	19,4	79,7	48,1	50,6	25,2	37,6	35,8	31,6	22,1	58,5	35,4	49,8	28,5
204,2	104,2	161,3	39,0	34,5	20,1	24,4	39,7	90,2	38,1	31,5	19,3	91,7	26,5	55,8	30,9	45,9	21,5	15,4	31,1	73,7	18,5	54,8	38,9	104,9	37,6	51,4	29,3	86,8	32,1	40,6	44,1	69,7	38,4	40,1	39,8	44,9	35,0	24,2	30,4	49,3	22,8	36,4	8,7
188,2	73,7	149,1	17,3	45,2	52,5	33,5	19,6	97,3	31,4	44,7	28,6	109,8	49,4	51,0	37,4	23,0	16,5	49,8	26,9	60,7	38,2	27,7	23,2	79,6	35,0	82,1	19,1	102,3	19,8	50,1	37,3	69,5	16,7	28,6	34,6	51,5	33,5	30,1	18,6	49,9	46,9	52,8	38,4
204,7	85,6	161,3	47,2	18,3	32,4	20,1	29,8	66,6	36,6	47,6	19,3	117,9	33,7	43,8	45,3	51,8	29,8	31,7	30,6	48,6	19,7	45,6	14,5	86,9	45,1	58,8	29,9	106,3	32,2	59,9	57,5	76,1	28,1	25,8	29,0	60,6	8,2	23,3	41,3	32,1	26,0	23,1	19,1
192,7	78,2	180,4	46,3	40,5	29,0	29,8	24,5	64,2	36,2	33,8	23,0	105,0	49,5	50,1	51,0	54,7	23,9	60,7	45,0	57,5	33,7	30,5	23,9	109,4	47,6	60,7	50,7	98,0	27,7	43,4	24,2	58,8	42,1	26,6	24,5	40,5	8,6	38,9	22,0	50,6	37,2	59,3	35,7
205,1	60,2	159,4	29,2	51,4	44,8	43,7	4,7	52,8	48,9	25,4	10,6	109,0	26,5	49,2	36,1	41,4	14,7	18,9	35,0	55,7	24,0	32,4	6,8	90,9	46,4	63,2	29,7	97,6	46,0	57,0	30,0	85,8	28,5	41,9	20,5	41,2	13,8	24,3	28,1	40,5	37,7	50,8	20,8
195,4	99,3	153,7	24,4	46,1	51,5	34,3	25,3	54,7	19,6	56,8	25,8	104,4	36,4	50,5	16,2	46,1	20,4	39,3	26,9	73,2	24,5	41,5	32,1	102,2	38,1	50,8	30,7	91,2	27,4	36,5	30,1	58,1	31,8	23,7	46,3	48,3	17,3	60,1	25,7	41,9	30,2	28,9	27,3
177,4	87,0	141,8	47,1	41,9	13,3	56,0	23,7	74,6	29,7	22,8	6,8	95,9	51,8	52,6	35,7	52,6	34,9	32,7	28,9	56,3	26,6	43,7	22,2	101,7	24,5	80,8	44,6	85,6	51,7	33,7	25,4	79,7	36,6	35,3	23,5	33,0	32,7	29,3	20,9	49,5	17,6	36,9	39,8
200,7	80,4	163,8	36,8	30,6	27,5	24,2	29,9	68,9	21,7	43,3	28,1	87,3	20,6	36,0	36,2	44,9	29,4	38,6	17,8	61,9	17,0	78,2	21,5	86,8	26,1	56,0	15,3	92,2	23,2	52,3	46,0	67,5	41,1	41,6	3,6	33,2	25,5	42,0	44,6	33,6	29,8	26,2	33,3
197,5	79,0	163,6	19,0	58,9	28,7	63,8	43,8	75,0	44,6	41,3	33,1	108,3	30,0	72,3	19,6	38,3	21,7	44,5	15,5	55,3	40,2	30,1	27,4	80,1	23,2	81,5	45,6	88,5	47,6	53,1	19,7	77,5	29,6	51,2	22,1	47,1	31,6	44,2	1,8	41,9	19,7	34,3	11,2
201,3	88,0	161,1	36,2	54,6	42,1	44,8	9,1	77,5	28,2	40,7	29,1	75,7	42,5	39,9	42,1	51,1	29,2	36,6	33,0	78,9	40,7	42,6	30,0	101,9	47,6	51,5	27,3	80,1	33,5	45,9	33,4	73,5	34,7	17,7	12,9	42,1	40,7	30,6	39,2	41,8	32,0	25,0	38,4
204,9	96,5	150,2	57,0	53,5	9,9	37,6	23,6	59,6	11,7	52,5	16,3	103,5	21,5	46,8	22,9	50,3	36,5	18,4	22,3	47,6	15,1	31,8	21,5	87,2	23,4	60,9	27,8	71,8	20,8	44,5	29,2	70,2	31,6	53,6	25,0	27,7	24,3	24,6	16,0	39,3	36,2	28,1	19,8
181,7	64,9	141,5	24,0	38,7	42,7	26,8	38,3	59,9	33,6	28,6	41,8	97,1	41,4	59,7	42,1	27,3	16,1	40,7	29,2	92,6	25,5	19,6	27,7	69,6	34,4	82,0	22,2	78,4	24,9	41,2	42,8	72,9	38,3	28,0	19,2	53,8	33,4	49,8	34,6	42,8	30,4	30,5	27,9
195,2	92,6	162,3	43,5	38,0	15,8	31,4	12,3	66,7	22,7	36,9	38,9	88,4	18,4	45,0	22,9	50,2	33,1	17,5	23,5	74,3	29,4	23,1	32,6	89,4	41,1	55,8	34,2	83,7	48,7	47,7	24,0	66,2	23,7	41,5	35,2	29,2	23,5	29,7	16,7	36,1	27,6	29,4	16,9
184,2	75,9	141,3	33,4	48,2	31,2	34,2	23,0	51,8	32,0	27,5	35,8	104,9	46,6	60,6	28,8	33,6	16,1	44,0	33,2	73,8	27,6	27,0	19,2	95,1	62,2	50,4	19,1	113,7	39,6	59,2	10,0	76,5	26,5	39,6	18,6	36,8	42,7	52,5	42,0	52,3	28,8	29,3	40,8
198,2	101,0	134,6	29,2	27,5	46,9	37,3	30,1	69,0	25,2	37,8	16,7	107,9	37,5	53,0	39,0	40,7	35,4	35,0	32,6	64,3	31,3	31,9	20,1	91,1	44,5	75,1	38,9	86,4	30,6	39,7	24,2	78,2	34,2	40,4	40,6	30,0	20,2	34,1	24,4	40,4	28,6	24,3	21,9
200,2	84,1	135,6	18,5	56,1	30,8	47,3	10,7	55,7	43,5	29,3	26,9	91,9	38,9	34,5	20,6	25,2	26,1	30,6	9,8	65,6	12,0	43,6	17,3	62,1	43,4	57,0	38,0	89,6	27,1	64,5	27,7	60,4	16,3	37,6	26,6	38,5	37,5	34,5	7,2	39,3	40,4	42,9	16,8

Valeurs de diminution de la perméabilité des deux groupes AU et AUM après chaque étape enregistrées par l'appareil de Flodec (Suite)

Adhésif universel utilisé avec mordançage préalable

12				13				14				15				16				17				18				19				20				21			
T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A	T	B	M	A
101,8	35,9	54,8	32,4	45,7	30,5	41,2	29,8	42,4	27,2	33,7	25,9	48,2	28,3	39,8	30,9	46,4	28,4	37,1	28,7	62,6	30,9	50,3	26,2	70,7	38,9	47,3	31,0	116,2	71,1	77,9	57,8	131,4	84,3	112,4	54,5	88,9	70,1	99,8	64,8
	-64,7				-33,3				-35,7				-41,3				-38,8				-50,6				-45,0				-38,8				-35,9				-21,2		
		-46,1				-9,9				-20,4				-17,4				-20,0				-19,6				-33,2				-32,9				-14,5				12,2	
			-68,2				-34,9				-38,9				-35,9				-38,1				-58,2				-56,2				-50,2				-58,5				-27,1
123,5	42,7	75,6	21,4	89,4	44,6	89,7	36,8	68,7	18,1	50,1	33,5	78,3	31,8	81,5	28,6	89,8	27,6	80,4	14,2	71,0	43,1	99,2	35,6	93,8	48,3	94,9	44,4	190,9	77,7	96,8	70,8	196,6	86,1	137,3	57,8	133,4	83,5	100,1	77,3
117,6	53,1	63,2	47,4	63,0	37,2	61,3	15,2	88,1	33,0	25,5	16,6	96,3	16,2	62,9	35,7	65,8	37,3	66,2	39,1	80,8	38,2	54,1	20,1	78,7	30,0	68,5	42,7	167,4	85,0	85,6	75,2	160,4	102,2	135,1	54,1	110,2	81,8	110,2	54,5
104,9	45,4	75,7	45,2	74,5	44,9	95,6	32,3	36,2	28,9	49,6	35,8	71,3	39,3	53,6	40,4	58,6	30,0	37,0	28,8	52,7	30,5	57,0	38,2	85,9	60,4	57,5	44,9	140,2	83,5	76,4	42,7	157,0	89,4	126,1	58,4	86,8	65,8	107,2	79,2
113,8	32,3	51,3	34,2	55,8	29,4	44,5	42,5	73,4	36,3	21,5	27,4	66,4	36,9	39,0	48,6	59,9	21,7	49,8	37,7	69,4	27,3	61,1	17,0	91,3	31,4	47,9	21,3	145,3	75,9	64,7	53,7	151,6	97,7	104,2	41,9	78,1	77,0	123,4	62,1
106,9	40,6	58,9	35,3	47,4	41,8	53,4	38,2	36,0	33,4	46,1	34,3	40,0	27,0	45,8	34,4	76,1	34,3	56,9	35,3	53,0	31,9	48,5	46,7	69,6	38,2	46,8	34,4	125,7	85,3	87,4	74,4	132,6	107,0	117,1	49,4	83,0	83,5	112,3	60,1
117,4	32,4	45,7	17,0	52,1	44,2	26,3	27,0	63,2	37,8	31,2	28,3	41,4	32,4	64,8	49,7	36,6	35,6	42,1	31,4	60,7	34,9	37,6	29,3	72,0	60,1	61,9	20,8	136,6	69,5	67,2	56,8	132,9	40,1	125,3	66,2	82,1	74,1	120,1	75,9
107,2	43,6	51,5	55,5	36,0	33,4	60,3	22,1	42,8	20,7	44,9	33,5	49,2	17,5	50,0	38,8	50,6	29,9	53,4	18,4	54,9	44,6	63,9	23,7	83,2	38,9	50,0	38,2	127,2	81,5	91,2	71,4	169,2	91,1	116,9	61,0	76,3	77,1	105,3	80,3
99,3	45,9	56,2	45,5	35,0	28,1	29,7	37,6	44,6	36,6	34,6	13,6	61,4	38,2	51,4	50,6	59,3	25,8	32,1	35,2	55,2	19,4	36,0	22,7	75,7	28,3	50,0	32,4	140,3	86,4	79,9	52,1	152,8	99,0	119,0	41,0	98,7	75,1	89,4	78,1
108,9	16,3	47,5	25,7	51,7	25,3	46,4	23,9	48,3	31,7	26,8	26,8	38,0	17,6	56,6	20,1	41,1	31,8	34,3	39,1	56,0	27,6	46,2	43,7	75,7	43,4	53,8	21,6	136,7	60,4	102,8	65,2	166,8	75,9	109,4	56,2	79,5	71,7	112,5	75,6
89,9	55,9	40,0	59,2	34,7	28,3	32,0	39,7	53,3	10,6	40,2	14,4	46,8	30,8	36,5	14,5	36,1	26,0	40,5	15,0	71,6	46,4	42,1	13,5	65,8	39,7	56,1	33,1	125,3	73,9	75,0	69,0	147,5	83,9	114,6	56,1	76,3	78,0	108,7	71,2
94,8	33,8	48,0	32,9	56,7	19,1	28,8	24,4	43,3	44,6	35,2	27,8	68,3	23,9	29,4	34,9	50,1	32,1	39,9	27,5	66,3	22,9	45,2	24,2	70,5	49,6	39,9	38,3	121,2	71,7	75,5	58,7	127,9	88,7	113,2	49,4	94,9	64,3	87,6	71,0
98,1	36,1	52,2	49,0	39,6	39,3	24,5	28,3	30,8	18,8	22,3	23,6	43,7	19,8	48,3	37,6	32,2	24,0	29,8	19,4	50,0	42,2	46,4	38,0	80,0	38,9	44,3	39,7	114,6	76,6	93,8	55,6	140,5	92,4	105,4	69,4	76,8	80,5	103,8	71,6
104,7	32,3	50,4	37,4	55,8	34,4	53,2	14,0	47,9	39,3	54,4	34,7	54,4	36,9	33,4	20,5	54,1	36,7	35,3	38,2	56,6	33,9	56,7	19,8	65,3	29,1	51,0	20,2	114,4	55,8	61,8	61,4	119,6	75,1	94,0	65,7	77,0	70,5	109,7	77,3
112,7	26,2	56,1	36,0	34,0	13,6	43,5	38,0	47,5	25,4	38,9	12,2	32,9	32,8	33,8	36,6	42,5	33,2	21,2	38,2	70,7	28,2	57,1	31,1	37,4	46,7	42,1	31,6	99,06	84,0	78,6	60,7	126,8	92,2	109,8	74,4	84,0	63,9	96,1	38,2
91,1	29,5	57,2	17,1	46,5	13,2	22,7	21,6	39,9	28,4	39,5	38,8	41,3	31,3	37,4	19,8	37,4	28,6	34,5	32,9	58,4	28,3	49,1	14,1	88,1	34,2	42,1	34,1	114,4	89,2	76,2	75,7	130,0	89,5	115,2	49,1	93,2	67,3	103,8	80,7
113,9	50,4	47,9	46,0	34,6	45,2	36,4	23,0	27,4	9,8	29,8	26,3	34,3	22,1	28,1	43,7	37,0	27,6	23,8	36,5	64,7	29,3	40,7	25,5	92,4	35,6	38,5	25,3	121,5	81,5	80,2	48,3	138,5	90,4	105,8	54,9	83,5	83,1	89,4	71,2
90,0	22,0	59,3	18,5	53,2	16,5	25,1	27,9	19,9	39,3	36,2	25,2	45,4	23,8	34,4	17,6	37,7	27,3	32,1	33,3	53,7	28,9	41,5	38,3	75,4	37,8	56,1	46,0	118,8	77,7	71,3	72,9	123,9	101,2	108,5	64,0	92,7	69,6	108,0	58,9
100,3	50,6	70,3	28,4	37,6	33,4	39,6	29,9	34,0	30,5	43,6	20,2	48,0	39,0	30,0	27,8	51,3	21,1	27,3	33,9	65,2	29,6	49,9	18,5	76,4	36,0	55,5	28,6	100,4	65,8	64,0	65,0	125,1	97,2	110,5	52,9	90,1	51,1	104,7	72,8
84,3	36,8	68,4	28,5	62,0	33,5	35,2	39,5	28,1	6,7	29,3	34,2	43,6	18,4	29,2	41,4	38,4	23,8	42,3	12,2	58,0	15,8	42,0	23,7	60,3	41,2	35,2	29,0	106,3	75,9	93,3	47,7	117,8	84,5	132,5	40,3	89,4	72,2	92,4	55,0
96,6	19,7	50,6	30,9	36,9	40,7	48,2	40,8	51,9	42,9	42,1	14,6	26,6	40,7	32,9	11,0	40,5	27,8	24,7	37,7	68,7	41,1	57,3	18,5	75,1	31,2	51,3	30,9	97,11	41,8	62,5	48,9	104,1	93,1	117,2	36,5	80,7	63,7	93,2	74,9
98,6	42,1	57,9	15,4	43,5	28,5	29,1	26,8	29,1	27,5	23,6	26,3	61,7	32,4	32,2	34,6	43,5	30,0	27,5	23,0	48,0	20,5	49,3	26,2	64,8	44,4	31,6	22,0	97,22	68,2	65,8	37,4	123,2	68,7	111,0	55,2	86,3	79,2	108,4	75,9
93,4	38,1	59,9	43,9	36,6	12,0	32,8	35,3	49,1	23,2	21,9	26,2	58,7	15,1	30,1	20,5	30,4	41,3	30,6	41,6	66,6	45,2	48,0	15,9	52,8	30,8	45,1	40,4	101,7	60,4	97,2	56,9	113,1	73,2	115,7	59,8	83,3	67,2	95,8	68,0
92,8	19,0	53,3	18,8	42,7	41,2	45,7	33,6	30,8	12,0	24,2	39,1	29,2	33,1	34,7	24,9	37,6	12,0	22,7	13,1	70,4	14,7	44,4	30,3	62,6	49,6	37,7	19,9	103,2	73,2	64,3	56,1	107,6	75,5	115,7	59,0	102,2	62,0	75,8	67,9
95,7	38,5	47,5	14,8	38,3	27,6	39,1	40,5	24,9	33,7	34,6	11,5	41,2	35,3	35,4	33,9	44,7	36,1	46,7	29,9	66,2	32,2	42,7	17,7	61,3	33,1	32,6	26,7	95,35	54,1	96,6	57,3	98,6	73,2	106,5	41,8	102,3	61,9	94,2	17,0
97,7	48,4	56,6	28,5	46,5	28,3	20,7	13,5	20,9	20,6	27,1	14,2	32,8	32,0	27,5	26,2	34,9	18,3	29,1	19,6	65,8	42,7	57,9	27,7	62,5	34,6	34,0	14,6	90,43	58,8	77,2	51,9	119,7	87,4	110,4	68,5	83,8	47,9	97,1	71,6
98,3	18,9	41,8	34,3	31,3	24,9	31,6	43,7	43,6	30,0	24,3	32,7	30,5	21,7	32,3	21,2	34,4	18,9	28,5	18,1	58,4	8,6	55,2	30,7	73,3	39,7	37,9	25,7	104,2	59,6	69,0	40,0	116,9	84,9	88,6	44,9	81,1	65,4	99,9	67,2
113,8	33,6	54,1	31,8	31,6	35,0	49,1	13,1	30,1	23,2	25,1	37,4	50,6	17,7	29,9	23,7	34,1	22,7	45,4	40,4	69,4	41,8	32,7	23,3	48,6	33,1	49,6	28,5	92,73	66,0	77,2	51,5	114,1	68,7	99,4	63,0	79,2	57,3	76,1	44,8
80,6	43,9	40,9	25,2	41,3	22,4	32,2	34,2	42,5	19,2	21,9	23,7	35,8	37,3	26,2	26,9	47,0	18,2	23,0	10,8	54,2	35,7	58,3	22,1	58,5	32,8	35,3	43,7	100,4	61,9	64,5	61,9	98,1	78,8	103,1	38,0	89,4	74,4	99,9	74,2
110,6	33,7	56,1	23,3	30,6	23,8	30,4	17,7	38,7	31,1	27,3	13,5	43,1	13,3	25,4	17,4	47,8	32,4	32,0	30,2	73,9	14,8	43,9	33,2	71,0	44,4	34,4	13,8	78,01	69,5	73,5	42,1	117,3	65,4	83,6	50,8	90,8	68,4	101,6	15,6
95,5	14,4	50,6	23,4	32,9	24,9	29,1	31,7	36,0	23,2	39,7	29,8	34,6	34,1	42,0	45,1	41,2	39,3	23,8	30,4	66,8	26,5	44,9	15,6	54,3	24,8	36,4	36,5	78,44	61,8	69,0	52,3	113,2	78,8	121,6	56,0	103,2	64,4	68,1	57,1

Valeurs de diminution de la perméabilité des deux groupes AU et AUM après chaque étape enregistrées par l'appareil de Flodec (Suite)

Adhésif universel utilisé en automordançant

	1			2			3			4			5			6			7			8			9			10			11	
T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A
51,3	32,6	24,3	139,3	90,9	34,0	122,7	41,3	34,6	46,6	28,9	27,0	42,3	29,8	27,6	43,2	30,8	25,4	64,8	45,0	32,9	65,9	39,3	33,4	50,1	34,8	27,9	205,6	58,6	43,8	61,7	36,6	28,8
	-36,4			-34,7			-66,3			-37,9			-29,6			-28,6			-30,6			-40,3			-30,4			-71,5			-40,6	
		-52,6			-75,6			-71,8			-42,1			-34,8			-41,2			-49,3			-49,4			-44,4			-78,7			-53,4
65,6	32,6	11,4	114,5	80,6	54,4	119,8	62,2	62,2	48,4	30,2	21,0	58,3	57,4	23,5	47,9	26,0	28,4	96,2	52,2	40,6	84,2	58,1	37,0	67,2	66,5	39,8	214,2	105,5	103,0	119,7	27,6	29,0
69,7	36,1	27,8	168,4	92,3	40,6	141,4	35,0	49,5	97,0	37,4	31,8	50,7	25,2	25,3	67,3	31,3	29,2	85,3	62,9	67,7	79,4	60,2	68,2	76,9	74,2	17,8	215,8	81,5	91,4	90,8	52,8	37,7
64,6	32,8	32,9	123,0	104,4	40,0	123,3	59,1	37,8	42,9	27,2	35,8	45,2	31,8	17,4	31,1	43,4	28,6	58,7	39,5	45,0	64,9	70,6	40,6	74,2	32,6	23,7	192,3	52,4	62,5	77,6	46,3	38,6
52,5	53,0	41,0	162,5	132,7	36,0	132,0	35,2	44,0	85,0	31,1	31,6	71,2	12,4	33,8	58,3	29,9	14,2	67,5	59,0	24,0	84,6	54,5	37,2	84,6	39,5	50,5	198,9	79,3	35,1	66,0	36,1	38,0
49,4	40,3	22,8	140,3	76,6	31,3	149,0	45,3	32,8	55,6	23,9	38,9	39,1	15,9	36,7	48,2	50,6	17,3	79,5	40,7	44,7	71,8	41,3	46,1	77,9	49,7	25,2	207,3	46,7	59,7	75,5	47,4	25,6
72,7	42,6	27,6	142,1	110,0	41,6	135,4	39,9	52,3	57,5	26,9	7,5	43,5	34,2	32,7	36,6	28,4	16,2	80,3	55,0	28,6	76,6	40,2	46,8	54,2	34,2	42,4	208,8	70,1	31,1	71,7	44,4	33,7
53,5	33,1	27,7	114,0	88,7	11,5	137,6	39,2	53,2	45,4	27,6	30,1	41,1	21,5	15,9	59,8	26,6	24,3	63,9	44,1	49,9	63,6	37,7	25,2	42,1	29,2	10,8	211,4	54,3	51,5	52,9	32,6	37,9
48,5	32,7	16,5	132,6	92,4	61,6	126,2	38,7	85,7	36,9	19,6	23,7	38,5	22,7	19,9	42,9	11,2	7,9	84,1	52,1	35,7	79,4	43,1	64,0	46,4	32,7	11,2	219,3	53,5	39,8	67,6	38,3	39,8
59,6	37,9	32,8	146,8	85,0	40,5	135,3	65,1	23,4	49,8	26,9	7,7	26,0	31,5	18,2	47,4	30,9	26,7	63,0	52,5	39,2	62,9	46,1	33,0	44,1	30,9	41,1	203,5	50,4	43,6	57,8	64,0	26,8
43,1	36,1	29,9	133,4	93,5	29,0	116,5	53,1	29,4	29,3	43,3	39,6	49,1	30,9	30,1	35,0	4,0	37,3	80,3	45,0	30,6	61,9	47,7	22,7	46,7	55,7	29,8	197,7	46,1	25,7	49,0	22,2	45,7
52,1	36,6	21,0	149,0	103,7	51,0	109,6	46,4	37,2	51,4	28,6	24,2	39,0	16,4	32,3	29,7	35,7	27,7	46,4	22,1	33,0	69,7	26,0	39,9	64,2	36,5	14,4	215,8	55,9	42,4	73,3	42,9	14,0
28,5	24,7	22,3	164,6	101,8	52,0	133,1	47,4	23,5	31,4	14,0	36,6	40,1	25,5	25,6	32,7	15,8	31,7	62,8	58,7	47,3	37,6	45,2	46,1	29,8	17,9	31,6	211,9	38,0	48,8	55,6	53,0	43,5
48,2	47,2	21,5	149,2	91,9	37,5	125,9	19,7	34,0	49,9	16,9	16,0	45,3	21,6	26,8	34,4	31,5	27,3	74,6	46,9	21,6	70,2	58,2	32,8	97,6	38,5	21,4	193,0	63,3	24,4	45,3	43,6	8,9
41,3	40,2	23,5	121,5	83,1	31,5	121,5	33,9	28,6	74,1	26,2	31,3	38,1	22,2	10,2	65,8	41,3	27,9	60,2	37,6	42,8	49,2	27,0	27,4	48,9	22,2	38,1	212,9	36,9	42,2	54,8	39,7	30,7
56,7	24,5	38,6	160,7	75,2	16,6	130,4	33,8	31,4	22,8	32,8	33,4	39,9	25,5	36,7	49,7	23,0	34,1	68,7	55,9	24,2	54,7	48,1	23,2	41,3	21,2	35,9	190,1	54,7	30,2	53,6	32,1	46,5
58,6	31,6	12,4	149,4	91,5	38,0	126,6	19,6	41,0	68,1	31,4	25,5	48,9	34,4	40,4	29,8	52,0	26,1	53,6	39,9	29,8	46,6	41,3	4,3	34,4	7,9	39,1	209,2	39,0	40,7	74,2	22,9	26,1
38,1	40,5	48,0	124,3	111,6	32,9	137,6	29,6	19,2	31,4	20,9	26,6	35,0	63,5	20,1	38,4	16,7	22,5	77,8	25,6	44,3	82,4	35,5	23,0	60,8	26,9	21,3	199,4	50,3	33,9	63,2	39,5	22,0
63,8	52,0	27,0	138,8	88,6	18,9	105,7	38,8	45,4	35,8	28,6	27,5	41,0	36,1	30,7	39,9	32,1	23,2	46,5	41,1	25,0	57,9	33,0	23,9	33,5	39,0	28,3	218,6	50,5	23,9	60,5	19,4	23,2
45,1	23,6	5,4	139,2	76,1	82,7	119,7	56,2	28,5	30,7	27,2	22,1	38,0	27,7	22,8	35,2	31,1	34,2	73,5	23,2	35,0	84,2	33,2	31,9	52,8	18,4	29,5	201,6	37,4	50,3	45,3	40,8	24,4
67,2	39,9	23,8	151,9	89,8	20,9	123,2	27,8	18,3	57,2	50,3	24,9	39,1	29,6	24,9	39,9	41,4	32,1	74,7	56,0	14,0	60,3	44,1	27,2	42,3	37,0	42,8	205,4	56,1	31,9	48,3	39,7	44,4
31,1	22,8	26,7	119,2	108,0	19,4	126,1	50,6	12,0	32,7	30,4	29,2	32,8	27,7	29,7	34,3	33,3	21,2	57,2	22,8	34,4	60,3	25,8	36,1	50,3	50,3	32,0	145,0	47,1	48,2	70,5	32,6	17,0
51,1	34,0	8,9	161,3	90,5	12,3	114,6	37,9	36,2	40,6	19,2	31,9	36,4	31,5	35,4	53,4	23,9	7,5	49,7	41,6	50,4	72,0	39,3	31,9	44,5	40,0	21,3	199,0	38,9	52,0	50,5	18,2	32,6
47,3	3,9	26,0	121,7	53,5	18,5	110,2	38,3	20,8	45,2	28,0	33,6	49,9	26,8	41,0	31,5	40,8	46,5	52,4	42,7	19,2	71,9	34,6	27,0	56,5	31,5	29,9	206,1	53,2	42,5	51,3	34,3	26,3
56,6	18,8	2,4	146,8	96,5	16,0	132,4	53,8	9,1	44,7	38,0	25,0	32,2	30,9	24,5	44,4	19,2	33,5	39,5	51,0	28,3	44,3	47,3	25,0	32,3	19,7	18,8	209,9	49,9	21,5	60,4	27,6	27,9
42,2	25,5	18,1	124,7	68,4	43,6	105,8	42,0	38,9	46,0	30,1	33,9	33,7	32,3	37,0	37,7	38,1	26,7	36,0	36,6	2,4	85,9	15,2	45,0	27,0	29,0	24,0	204,4	110,1	44,4	52,6	39,8	15,5
60,6	25,9	25,6	135,2	73,2	17,7	118,6	19,9	25,2	39,9	12,9	11,3	30,7	37,4	46,2	56,0	39,9	16,9	73,6	64,1	21,2	53,6	23,3	23,0	36,8	41,9	34,1	195,6	70,5	34,2	46,4	24,3	21,6
37,4	19,1	28,6	145,3	98,6	25,1	120,5	46,1	31,9	33,5	20,2	18,3	39,9	39,7	6,2	41,2	37,5	28,6	55,6	39,7	32,0	51,0	13,7	28,1	19,2	26,7	26,7	215,7	41,8	47,9	40,8	30,2	12,0
49,8	26,2	15,0	135,6	75,1	26,6	87,1	26,9	33,5	33,1	59,5	35,5	36,0	36,8	43,1	38,5	15,3	26,0	44,1	63,5	13,8	51,7	14,4	30,6	39,2	36,1	11,7	223,5	58,0	42,5	64,2	28,3	40,4
47,6	18,3	31,5	122,2	101,1	51,7	115,0	55,5	22,5	38,2	31,2	25,2	60,7	29,6	17,9	43,3	30,6	17,5	83,6	21,5	16,9	83,3	38,1	22,6	31,1	34,6	10,4	192,8	124,3	25,3	49,0	29,2	21,3
36,6	46,0	32,0	141,4	93,4	21,5	100,1	42,0	31,1	43,5	27,6	30,0	49,4	14,3	22,1	44,4	43,5	19,6	55,6	56,7	45,0	62,0	37,3	31,2	45,9	24,6	32,4	249,4	42,2	44,5	63,0	49,1	11,7

Valeurs de diminution de la perméabilité des deux groupes AU et AUM après chaque étape enregistrées par l'appareil de Flodec (Suite)

Adhésif universel utilisé en automordançant

12			13			14			15			16			17			18			19			20			21		
T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A	T	B	A
94,8	49,4	36,3	134,2	40,7	35,5	95,8	60,9	39,1	58,9	51,6	31,0	100,0	85,9	33,7	34,9	27,4	23,8	54,3	33,4	36,0	104,0	47,2	34,6	61,2	36,1	32,5	56,5	42,9	27,1
	-47,8			-69,7			-36,4			-12,4			-14,1			-21,5			-38,3			-54,6			-41,0			-24,1	
		-61,7			-73,5			-59,2			-47,4			-66,3			-32,0			-33,6			-66,8			-46,9			-52,1
85,4	55,2	57,9	131,2	66,9	79,0	127,4	69,0	53,8	77,2	42,3	25,5	101,7	75,9	45,6	70,0	28,6	33,9	52,9	53,7	47,7	102,2	54,8	48,5	67,0	37,2	41,0	54,2	31,1	38,1
87,4	43,5	51,3	128,4	65,4	55,8	126,0	75,7	53,6	46,7	63,4	30,2	104,1	87,3	36,8	54,0	23,0	27,4	49,1	31,7	38,3	105,2	54,2	61,7	64,5	36,1	46,0	57,2	52,8	44,1
77,4	46,2	48,7	144,7	28,3	52,2	105,6	48,2	38,7	60,3	47,6	36,2	102,9	89,5	36,0	44,3	33,7	26,1	57,7	51,1	50,3	89,1	53,4	44,7	49,0	38,3	41,6	69,7	55,2	53,6
104,1	50,4	25,7	142,8	44,6	42,7	113,2	71,4	48,8	75,5	49,1	30,6	105,4	93,0	43,4	48,4	30,7	26,7	48,9	26,6	46,9	105,5	51,8	46,1	66,3	34,8	30,3	65,2	54,1	26,0
90,5	32,9	44,5	130,4	48,3	20,0	119,8	80,4	46,8	63,7	52,3	28,6	92,6	79,8	26,3	66,2	30,1	28,3	53,4	23,5	47,4	108,7	36,6	36,5	74,9	42,7	35,4	58,0	29,6	36,6
89,1	59,9	29,0	130,0	30,8	49,1	103,7	54,4	58,0	72,1	51,6	16,7	95,7	88,5	29,6	30,6	26,3	29,8	99,8	49,7	56,0	106,3	47,9	64,5	38,1	27,3	20,0	38,5	56,5	15,2
107,7	52,1	29,7	130,5	33,6	36,4	94,3	70,4	44,5	67,1	53,5	42,7	95,8	92,7	25,6	47,7	27,3	30,5	70,7	31,4	41,5	108,9	58,3	26,9	55,7	40,4	35,4	48,9	42,9	44,4
92,5	46,8	38,4	130,7	33,9	28,6	91,4	49,9	70,2	64,4	63,4	33,5	112,2	88,4	34,6	23,7	24,2	19,0	49,5	23,6	52,7	102,1	47,9	51,9	70,0	27,6	23,9	63,9	46,9	14,6
84,0	64,0	25,2	138,1	40,5	42,7	101,2	63,6	51,4	48,3	57,1	28,9	92,2	93,4	23,4	32,3	19,1	19,7	42,9	32,7	29,7	118,4	48,4	32,8	48,1	36,8	31,9	53,7	45,4	36,8
76,6	28,9	38,2	137,8	45,0	28,9	99,1	61,0	33,1	42,7	55,6	13,7	109,9	92,6	28,4	48,0	36,2	24,9	50,7	37,0	34,3	101,1	51,1	41,4	62,8	35,1	39,8	64,1	39,1	13,9
110,1	41,6	30,5	138,5	48,0	31,8	93,0	72,3	41,6	70,7	49,1	32,9	93,6	76,9	38,2	28,2	27,3	19,9	51,4	35,2	39,6	108,6	51,1	39,2	47,1	41,3	32,2	46,0	30,4	37,5
94,7	53,4	30,8	132,4	53,7	41,9	94,7	50,7	25,3	50,3	56,4	22,0	98,6	90,3	34,3	29,1	34,7	25,1	41,1	27,8	32,3	104,9	45,9	28,0	75,0	43,4	27,4	64,1	45,2	19,8
82,7	38,0	40,3	135,1	34,3	34,1	102,8	60,5	28,5	61,0	45,9	31,3	106,4	86,1	37,7	23,0	31,6	27,2	46,3	31,9	29,3	96,1	35,4	36,1	59,4	36,6	53,3	40,7	40,8	30,6
96,4	45,7	33,6	133,1	41,0	42,7	72,0	66,4	36,5	50,5	46,4	43,6	94,8	87,8	29,9	21,6	29,7	20,6	64,2	42,2	20,4	117,1	55,0	20,1	46,1	35,6	23,3	60,3	63,9	6,0
102,8	60,3	47,3	128,0	30,7	36,6	103,8	62,7	27,0	54,7	51,0	13,8	100,3	75,4	26,0	37,0	29,1	7,4	43,0	20,1	29,8	117,3	50,5	18,9	59,1	25,2	31,4	60,5	30,4	28,1
102,3	32,7	57,7	132,1	43,1	20,8	85,9	67,4	25,9	61,5	61,0	29,2	92,3	93,2	26,2	28,2	26,0	29,0	60,6	46,6	39,5	95,4	43,2	30,4	62,7	34,6	32,3	44,2	47,5	22,0
100,6	39,8	33,6	132,9	29,9	31,6	89,4	53,7	39,9	69,8	60,4	47,6	102,7	88,2	31,1	34,3	28,0	18,6	42,8	46,7	30,9	97,9	33,3	30,6	76,1	25,5	22,1	49,1	43,6	27,2
101,3	64,2	48,4	140,6	29,9	39,6	72,1	46,4	41,0	47,8	55,3	29,1	86,6	81,1	36,1	29,9	26,3	9,8	48,2	28,1	44,9	113,7	30,0	21,5	60,7	41,6	30,1	53,9	36,5	16,6
89,2	40,8	31,5	129,8	34,2	27,3	82,1	60,3	29,4	57,3	52,2	46,5	114,4	84,2	29,9	26,5	16,1	30,3	49,1	37,6	28,5	101,9	41,2	24,4	58,3	29,5	20,4	59,7	30,6	33,1
90,9	55,1	25,6	140,3	53,5	20,0	100,4	72,8	34,9	53,0	42,9	33,3	97,3	77,5	57,9	28,5	29,9	22,7	56,2	28,1	41,5	90,1	55,6	24,6	66,2	43,7	42,5	59,9	59,0	29,8
96,5	35,3	34,1	138,3	87,4	38,3	85,5	51,2	39,2	60,3	60,4	23,3	89,9	89,9	29,7	29,1	15,3	16,8	55,2	38,3	26,9	105,1	48,0	37,5	57,0	41,3	39,1	63,6	25,3	23,5
105,0	54,6	29,0	124,9	37,4	32,6	89,5	60,2	26,2	60,4	42,0	37,6	109,5	91,7	56,8	22,4	30,6	27,2	56,1	29,7	29,7	96,2	35,5	30,2	68,0	28,6	30,8	67,0	39,5	10,4
90,2	49,6	30,9	142,4	26,9	33,8	87,3	48,4	44,1	41,5	64,5	17,9	93,7	86,0	26,3	45,3	30,5	29,0	48,6	23,2	32,1	111,4	43,6	36,1	54,1	28,9	26,1	62,1	42,0	23,0
91,1	62,1	32,9	122,6	32,3	24,7	71,4	69,4	36,5	53,7	11,3	41,6	109,8	85,3	36,5	30,7	34,4	15,5	69,4	18,4	26,8	112,4	43,2	36,0	55,8	38,5	27,4	64,5	57,0	27,7
97,4	49,9	26,2	132,1	43,2	33,0	83,3	46,3	29,4	59,0	52,4	23,0	101,6	74,5	39,5	22,6	15,0	30,8	58,6	46,5	24,3	92,2	53,7	5,5	71,4	29,8	38,7	44,7	31,6	16,3
99,6	63,7	38,8	140,2	30,5	17,8	104,4	75,2	35,4	56,8	44,9	41,5	84,6	91,6	36,3	29,9	31,4	29,0	64,6	27,7	39,1	95,8	40,5	33,9	65,0	28,0	37,8	66,4	42,1	42,9
108,8	52,5	26,2	143,8	29,9	37,9	94,1	46,1	25,2	66,4	59,9	39,0	111,8	88,0	25,5	24,9	33,5	29,2	43,7	31,3	23,6	114,0	55,6	30,3	73,1	45,2	28,2	57,7	33,8	22,7
93,8	58,3	30,0	125,6	35,2	22,9	89,1	69,0	32,2	50,6	45,2	25,8	106,7	78,5	20,8	34,0	18,9	6,9	44,5	23,5	35,9	109,5	54,9	37,7	51,5	40,2	26,0	43,0	53,1	24,0
98,5	54,1	38,5	127,6	30,3	26,0	103,2	58,1	38,3	50,3	52,6	25,3	101,9	77,8	39,6	31,3	30,4	29,8	65,2	28,2	34,4	91,1	46,8	30,6	78,2	41,5	25,4	65,2	25,2	18,4
96,2	50,8	34,9	141,2	30,9	36,9	88,4	46,1	38,1	74,1	58,8	39,3	89,7	91,1	23,0	26,6	25,4	22,4	43,0	31,4	26,6	101,4	47,9	30,0	54,8	47,9	34,9	50,3	55,9	29,8

Annexe 2

Pesées des produits et des poudres d'émail et de dentine utilisés pour le dosage acide-base

- Pesées des produits et de la poudre d'émail non mordancée
- Pesées des produits et de la poudre d'émail mordancée
- Pesées des produits et de la poudre de dentine non mordancée
- Pesées des produits de la poudre de dentine mordancée

Pesées des produits et de la poudre d'émail non mordancée

	Adhésif universel		Acide phosphorique 30%		Acide lactique 30%	
Temps (sec)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)
10	50.1	249.8	50.1	249.7	50.0	249.8
40	50.1	250.1	49.8	249.9	50.2	249.9
300	50.1	250.4	50.1	250.0	50.1	250.1
900	50.3	250.6	50.1	250.2	50.1	250.2

Pesées des produits et de la poudre d'émail mordancée

	Adhésif universel		Acide phosphorique 30%		Acide lactique 30%	
Temps (sec)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)
10	50.0	249.8	50.4	250.3	50.1	250.0
40	50.0	250.2	50.4	250.0	50.2	250.0
300	50.2	250.5	50.0	250.5	49.9	250.5
900	49.9	250.2	50.2	249.8	50.0	250.3

Pesées des produits et de la poudre de dentine non mordancée

	Adhésif universel		Acide phosphorique 30%		Acide lactique 30%	
Temps (sec)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)
10	50.1	250.5	50.0	250.6	50.6	250.3
40	50.1	250.1	50.0	250.4	50.5	250.1
300	50.0	250.3	50.1	250.0	50.2	250.0
900	50.0	250.5	50.3	250.4	50.3	250.4

Pesées des produits et de la poudre de dentine mordancée

	Adhésif universel		Acide phosphorique 30%		Acide lactique 30%	
Temps (sec)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)	Poids de la poudre (mg)	Poids du produit (mg)
10	50.5	250.5	50.3	250.0	50.1	250.5
40	50.1	250.3	50.0	250.5	49.9	250.3
300	50.1	250.4	50.3	250.2	50.3	249.9
900	50.1	250.2	50.3	250.3	50.2	250.0

Annexe 3

Mesures de pH en présence des poudres d'émail et de dentine

- Valeurs du pH en fonction du temps en présence d'un émail non mordancé
- Valeurs du pH en fonction du temps en présence d'un émail mordancé
- Valeurs du pH en fonction du temps en présence d'une dentine non mordancée
- Valeurs du pH en fonction du temps en présence d'une dentine mordancée

Valeurs du pH en fonction du temps en présence d'un émail non mordancé

Temps (sec)	Adhésif Universel	Acide phosphorique 30%	Acide lactique 30%
0	3,40	2,42	3,15
30	3,45	2,44	3,24
60	3,49	2,47	3,33
90	3,53	2,50	3,38
120	3,55	2,52	3,41
150	3,57	2,53	3,44
180	3,59	2,54	3,46
210	3,60	2,55	3,48
240	3,61	2,56	3,49
270	3,62	2,57	3,50
300	3,63	2,58	3,51
330	3,64	2,58	3,52
360	3,65	2,59	3,52
390	3,66	2,59	3,53
420	3,67	2,60	3,53
450	3,67	2,60	3,54
480	3,68	2,61	3,54
510	3,68	2,61	3,55
540	3,69	2,62	3,55
570	3,69	2,62	3,56
600	3,70	2,62	3,56
630	3,70	2,62	3,56
660	3,71	2,63	3,57
690	3,71	2,63	3,57
720	3,71	2,63	3,57
750	3,71	2,63	3,57
780	3,72	2,64	3,58
810	3,72	2,64	3,58
840	3,72	2,64	3,58
870	3,73	2,65	3,58
900	3,73	2,65	3,59

Valeurs du pH en fonction du temps en présence d'un émail mordancé

Temps	Adhésif universel	Acide phosphorique 30 %	Acide lactique 30%
0	3,40	2,40	3,12
30	3,42	2,39	3,12
60	3,43	2,41	3,14
90	3,43	2,43	3,16
120	3,45	2,44	3,18
150	3,46	2,45	3,20
180	3,47	2,46	3,21
210	3,48	2,47	3,22
240	3,49	2,48	3,24
270	3,49	2,48	3,25
300	3,50	2,49	3,26
330	3,50	2,50	3,27
360	3,51	2,50	3,27
390	3,51	2,51	3,28
420	3,52	2,51	3,29
450	3,52	2,52	3,30
480	3,53	2,52	3,30
510	3,53	2,53	3,31
540	3,53	2,53	3,31
570	3,54	2,54	3,32
600	3,54	2,54	3,32
630	3,54	2,55	3,33
660	3,55	2,55	3,34
690	3,55	2,55	3,34
720	3,55	2,56	3,34
750	3,56	2,56	3,35
780	3,56	2,56	3,35
810	3,56	2,57	3,36
840	3,56	2,57	3,36
870	3,57	2,57	3,36
900	3,57	2,58	3,37

Valeurs du pH en fonction du temps en présence d'une dentine non mordancée

Temps (sec)	Adhésif universel	Acide phosphorique 30%	Acide lactique 30%
0	3,42	2,44	3,11
30	3,50	2,45	3,18
60	3,62	2,48	3,25
90	3,71	2,50	3,29
120	3,78	2,52	3,32
150	3,83	2,53	3,34
180	3,87	2,54	3,36
210	3,91	2,55	3,37
240	3,95	2,56	3,38
270	3,97	2,57	3,39
300	4,00	2,57	3,40
330	4,02	2,58	3,41
360	4,04	2,59	3,42
390	4,06	2,59	3,43
420	4,08	2,60	3,43
450	4,10	2,60	3,44
480	4,11	2,61	3,44
510	4,13	2,61	3,45
540	4,14	2,62	3,45
570	4,15	2,62	3,46
600	4,16	2,62	3,46
630	4,18	2,63	3,47
660	4,19	2,63	3,47
690	4,20	2,63	3,47
720	4,21	2,64	3,48
750	4,22	2,64	3,48
780	4,22	2,64	3,49
810	4,23	2,64	3,49
840	4,24	2,64	3,49
870	4,25	2,65	3,49
900	4,25	2,65	3,50

Valeurs du pH en fonction du temps en présence d'une dentine mordancée

Temps (sec)	Adhésif universel	Acide Phosphorique 30 %	Acide lactique 30%
0	3,40	2,42	3,11
30	3,41	2,40	3,13
60	3,41	2,42	3,14
90	3,41	2,43	3,16
120	3,42	2,44	3,17
150	3,42	2,45	3,18
180	3,43	2,45	3,19
210	3,43	2,46	3,20
240	3,43	2,46	3,20
270	3,44	2,46	3,21
300	3,44	2,47	3,22
330	3,44	2,47	3,22
360	3,45	2,47	3,23
390	3,45	2,48	3,23
420	3,45	2,48	3,24
450	3,45	2,48	3,24
480	3,45	2,48	3,25
510	3,45	2,49	3,25
540	3,46	2,49	3,26
570	3,46	2,49	3,26
600	3,46	2,49	3,27
630	3,46	2,49	3,27
660	3,46	2,50	3,28
690	3,47	2,50	3,28
720	3,47	2,50	3,28
750	3,47	2,50	3,29
780	3,47	2,50	3,29
810	3,47	2,51	3,29
840	3,47	2,51	3,29
870	3,47	2,51	3,30
900	3,48	2,51	3,31

Annexe 4

Valeurs de pH et des volumes de la soude en présence de la poudre d'émail et de la dentine aux différents temps de contact

- Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail non mordancé à 10, 40, 300 et 900 secondes

- Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail mordancé à 10, 40, 300 et 900 secondes

- Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'une dentine non mordancée à 10, 40, 300 et 900 secondes

- Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'une dentine mordancée à 10, 40, 300 et 900 secondes

- Valeurs du dosage acide-base des produits utilisés seuls (sans poudre d'émail ou de dentine)

Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail non mordancé à 10 secondes

Adhésif universel						Acide phosphorique 30%						Acide lactique 30%					
V1 (ml)	V2(ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2(ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2(ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**
0,0000	0,0000	**0,0000**	3,589	4,351	**3,9700**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,391	2,382	**2,3865**	0,0000	0,0000	**0,0000**	3,110	3,187	**3,1485**
0,0500	0,0500	**0,0500**	4,230	4,667	**4,4485**	0,0500	0,0500	**0,0500**	2,399	2,398	**2,3985**	0,0500	0,0500	**0,0500**	3,187	3,229	**3,2080**
0,1000	0,1000	**0,1000**	4,955	5,208	**5,0815**	0,1000	0,1000	**0,1000**	2,415	2,415	**2,4150**	0,1000	0,1000	**0,1000**	3,273	3,314	**3,2935**
0,1500	0,1500	**0,1500**	5,663	5,857	**5,7600**	0,1500	0,1500	**0,1500**	2,436	2,437	**2,4365**	0,1500	0,1500	**0,1500**	3,342	3,384	**3,3630**
0,2270	0,2080	**0,2175**	6,795	6,737	**6,7660**	0,5030	0,4990	**0,5010**	2,624	2,618	**2,6210**	0,3330	0,3410	**0,3370**	3,656	3,682	**3,6690**
0,3010	0,2660	**0,2835**	8,475	7,830	**8,1525**	0,8380	0,8450	**0,8415**	2,921	2,903	**2,9120**	0,5080	0,5540	**0,5310**	3,954	4,024	**3,9890**
0,3520	0,3190	**0,3355**	10,038	9,782	**9,9100**	1,0420	1,0690	**1,0555**	3,307	3,266	**3,2865**	0,7230	0,7740	**0,7485**	4,425	4,518	**4,4715**
0,4030	0,3690	**0,3860**	10,390	10,451	**10,4205**	1,1310	1,1750	**1,1530**	3,684	3,630	**3,6570**	0,8590	0,8910	**0,8750**	5,038	5,046	**5,0420**
0,4530	0,4190	**0,4360**	10,579	10,676	**10,6275**	1,1900	1,2390	**1,2145**	4,254	4,185	**4,2195**	0,9180	0,9500	**0,9340**	5,474	5,498	**5,4860**
0,5940	0,5480	**0,5710**	10,886	10,988	**10,9370**	1,2420	1,2910	**1,2665**	4,783	4,715	**4,7490**	0,9740	1,0050	**0,9895**	5,960	5,976	**5,9680**
0,7830	0,7270	**0,7550**	11,111	11,236	**11,1735**	1,3240	1,3550	**1,3395**	5,457	5,309	**5,3830**	1,0430	1,0790	**1,0610**	6,553	6,956	**6,7545**
1,0380	0,9650	**1,0015**	11,308	11,427	**11,3675**	1,3850	1,4300	**1,4075**	5,862	5,857	**5,8595**	1,1380	1,1310	**1,1345**	8,653	8,662	**8,6575**
1,3440	1,2670	**1,3055**	11,461	11,573	**11,5170**	1,4920	1,4910	**1,4915**	6,176	6,095	**6,1355**	1,1880	1,1810	**1,1845**	10,100	10,052	**10,0760**
1,7000	1,6270	**1,6635**	11,584	11,700	**11,6420**	1,6540	1,6300	**1,6420**	6,448	6,396	**6,4220**	1,2390	1,2330	**1,2360**	10,560	10,714	**10,6370**
2,0940	2,0190	**2,0565**	11,688	11,803	**11,7455**	1,8700	1,8200	**1,8450**	6,702	6,660	**6,6810**	1,2890	1,2830	**1,2860**	10,742	10,898	**10,8200**
2,5130	2,4380	**2,4755**	11,771	11,886	**11,8285**	2,1270	2,0570	**2,0920**	6,953	6,921	**6,9370**	1,4330	1,4260	**1,4295**	11,017	11,139	**11,0780**
2,9540	2,8790	**2,9165**	11,840	11,956	**11,8980**	2,4060	2,3210	**2,3635**	7,219	7,181	**7,2000**	1,6360	1,6420	**1,6390**	11,244	11,346	**11,2950**
3,4100	3,3340	**3,3720**	11,898	12,013	**11,9555**	2,6880	2,5990	**2,6435**	7,529	7,489	**7,5090**	1,8980	1,9230	**1,9105**	11,427	11,504	**11,4655**
3,8780		**3,8780**	11,949		**11,9490**	2,9530	2,8630	**2,9080**	8,105	7,973	**8,0390**	2,2160	2,2660	**2,2410**	11,566	11,643	**11,6045**
4,3530		**4,3530**	11,991		**11,9910**	3,0380	2,9750	**3,0065**	8,530	8,467	**8,4985**	2,5870	2,6450	**2,6160**	11,683	11,752	**11,7175**
4,8370		**4,8370**	12,028		**12,0280**	3,0940	3,0320	**3,0630**	8,934	9,022	**8,9780**	2,9900	3,0560	**3,0230**	11,776	11,840	**11,8080**
						3,1530	3,0840	**3,1185**	9,320	9,545	**9,4325**	3,4190	3,4910	**3,4550**	11,852	11,911	**11,8815**
						3,2410	3,1700	**3,2055**	9,753	10,096	**9,9245**	3,8670	3,9450	**3,9060**	11,915	11,971	**11,9430**
						3,3070	3,2240	**3,2655**	10,055	10,380	**10,2175**	4,3290	4,4110	**4,3700**	11,970	12,020	**11,9950**
						3,4350	3,3430	**3,3890**	10,395	10,670	**10,5325**	4,8000		**4,8000**	12,015		**12,0150**
						3,6060	3,5210	**3,5635**	10,711	10,936	**10,8235**						
						3,8120	3,7500	**3,7810**	10,954	11,143	**11,0485**						
						4,0680	4,0380	**4,0530**	11,149	11,311	**11,2300**						
						4,3760	4,3770	**4,3765**	11,289	11,435	**11,3620**						
						4,7430	4,7660	**4,7545**	11,422	11,543	**11,4825**						
						5,1330	5,1800	**5,1565**	11,528	11,635	**11,5815**						
						5,5490	5,6120	**5,5805**	11,616	11,711	**11,6635**						
						5,9850	6,0610	**6,0230**	11,690	11,776	**11,7330**						
						6,4360	6,5220	**6,4790**	11,755	11,833	**11,7940**						
						6,8970	6,9910	**6,9440**	11,809	11,882	**11,8455**						
						7,3690	7,4680	**7,4185**	11,858	11,926	**11,8920**						
						7,8460	7,9500	**7,8980**	11,900	11,966	**11,9330**						
						8,3300	8,4370	**8,3835**	11,937	12,000	**11,9685**						
						8,8190		**8,8190**	11,972		**11,9720**						
						9,3110		**9,3110**	12,003		**12,0030**						

V1, pH1 : Volumes et pH du premier dosage
V2, pH2 : Volumes et pH du deuxième dosage

Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail mordancé à 10 secondes

Adhésif universel						Acide phosphorique 30%						Acide lactique 30%					
V 1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V 1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V 1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**
0,0000	0,0000	**0,0000**	3,473	3,649	**3,561**	0,0000	0,0000	**0,000**	2,374	2,427	**2,401**	0,0000	0,0000	**0,000**	2,919	2,924	**2,922**
0,0500	0,0500	**0,0500**	4,048	4,129	**4,089**	0,0500	0,0500	**0,050**	2,376	2,426	**2,401**	0,0500	0,0500	**0,050**	2,977	2,989	**2,983**
0,1000	0,1000	**0,1000**	4,743	4,722	**4,733**	0,1000	0,1000	**0,100**	2,385	2,433	**2,409**	0,1000	0,1000	**0,100**	3,062	3,062	**3,062**
0,1500	0,1500	**0,1500**	5,303	5,209	**5,256**	0,1500	0,1500	**0,150**	2,398	2,444	**2,421**	0,1500	0,1500	**0,150**	3,140	3,129	**3,135**
0,2060	0,2090	**0,2075**	5,900	5,762	**5,831**	0,5490	0,5610	**0,555**	2,561	2,611	**2,586**	0,3630	0,3810	**0,372**	3,504	3,503	**3,504**
0,2870	0,2970	**0,2920**	6,975	6,760	**6,868**	0,8960	0,8910	**0,894**	2,811	2,848	**2,830**	0,5690	0,5710	**0,570**	3,856	3,810	**3,833**
0,3670	0,3820	**0,3745**	9,639	9,680	**9,660**	1,1250	1,1200	**1,123**	3,101	3,144	**3,123**	0,7840	0,7920	**0,788**	4,278	4,220	**4,249**
0,4170	0,4320	**0,4245**	10,468	10,518	**10,493**	1,2690	1,2590	**1,264**	3,499	3,515	**3,507**	0,9610	0,9760	**0,969**	4,974	4,810	**4,892**
0,4670	0,4820	**0,4745**	10,676	10,740	**10,708**	1,3390	1,3320	**1,336**	4,008	4,016	**4,012**	1,0230	1,0490	**1,036**	5,441	5,371	**5,406**
0,5170	0,5320	**0,5245**	10,804	10,856	**10,830**	1,3910	1,3850	**1,388**	4,621	4,641	**4,631**	1,0770	1,1020	**1,090**	6,028	6,415	**6,222**
0,6900	0,7150	**0,7025**	11,082	11,153	**11,118**	1,4430	1,4370	**1,440**	5,203	5,208	**5,206**	1,1310	1,1520	**1,142**	7,720	8,629	**8,175**
0,9110	0,9350	**0,9230**	11,287	11,363	**11,325**	1,5220	1,5100	**1,516**	5,858	5,813	**5,836**	1,1810	1,2020	**1,192**	9,669	10,279	**9,974**
1,1960	1,2160	**1,2060**	11,460	11,528	**11,494**	1,5780	1,5670	**1,573**	6,087	6,080	**6,084**	1,2320	1,2520	**1,242**	10,466	10,663	**10,565**
1,5310	1,5540	**1,5425**	11,585	11,659	**11,622**	1,7140	1,6940	**1,704**	6,396	6,387	**6,392**	1,2820	1,3020	**1,292**	10,694	10,813	**10,754**
1,9180	1,9370	**1,9275**	11,699	11,759	**11,729**	1,8990	1,8730	**1,886**	6,673	6,651	**6,662**	1,4100	1,4620	**1,436**	10,970	11,075	**11,023**
2,3270	2,3570	**2,3420**	11,788	11,846	**11,817**	2,1280	2,1040	**2,116**	6,936	6,917	**6,927**	1,6000	1,6810	**1,641**	11,202	11,281	**11,242**
2,7610	2,7950	**2,7780**	11,860	11,916	**11,888**	2,3870	2,3630	**2,375**	7,204	7,180	**7,192**	1,8520	1,9640	**1,908**	11,392	11,452	**11,422**
3,2140	3,2500	**3,2320**	11,920	11,975	**11,948**	2,6590	2,6370	**2,648**	7,527	7,489	**7,508**	2,1610	2,2990	**2,230**	11,536	11,587	**11,562**
3,6800	3,7170	**3,6985**	11,972	12,024	**11,998**	2,9150	2,8990	**2,907**	8,072	7,996	**8,034**	2,5250	2,6780	**2,602**	11,660	11,700	**11,680**
4,1540		**4,1540**	12,015		**12,015**	3,0070	3,0020	**3,005**	8,541	8,463	**8,502**	2,9210	3,0860	**3,004**	11,760	11,789	**11,775**
						3,0630	3,0590	**3,061**	9,010	8,908	**8,959**	3,3430	3,5200	**3,432**	11,839	11,861	**11,850**
						3,1170	3,1140	**3,116**	9,459	9,359	**9,409**	3,7880	3,9730	**3,881**	11,906	11,922	**11,914**
						3,2130	3,2050	**3,209**	9,975	9,877	**9,926**	4,2460	4,4380	**4,342**	11,963	11,971	**11,967**
						3,2690	3,2620	**3,266**	10,168	10,152	**10,160**	4,7150	4,9150	**4,815**	12,008	12,014	**12,011**
						3,4170	3,3870	**3,402**	10,533	10,490	**10,512**						
						3,5940	3,5560	**3,575**	10,818	10,791	**10,805**						
						3,8150	3,7660	**3,791**	11,032	11,026	**11,029**						
						4,0950	4,0280	**4,062**	11,210	11,215	**11,213**						
						4,4240	4,3430	**4,384**	11,355	11,362	**11,359**						
						4,7940	4,7070	**4,751**	11,468	11,484	**11,476**						
						5,2000	5,1040	**5,152**	11,569	11,576	**11,573**						
						5,6240	5,5330	**5,579**	11,652	11,662	**11,657**						
						6,0660	5,9730	**6,020**	11,714	11,734	**11,724**						
						6,5280	6,4260	**6,477**	11,777	11,795	**11,786**						
						6,9920	6,8910	**6,942**	11,831	11,849	**11,840**						
						7,4640	7,3630	**7,414**	11,877	11,896	**11,887**						
						7,9440	7,8420	**7,893**	11,919	11,936	**11,928**						
						8,4290	8,3280	**8,379**	11,957	11,976	**11,967**						
						8,9180	8,8150	**8,867**	11,991	12,007	**11,999**						
						9,4110		**9,411**	12,022		**12,022**						

V1, pH1 : Volumes et pH du premier dosage

V2, pH2 : Volumes et pH du deuxième dosage

Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail non mordancé à 40 secondes

Adhésif universel						Acide phosphorique 30%						Acide lactique 30%					
V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**
0,0000	0,0000	**0,0000**	3,623	4,139	**3,8810**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,435	2,387	**2,4110**	0,0000	0,0000	**0,0000**	3,184	3,273	**3,2285**
0,0500	0,0500	**0,0500**	4,288	4,646	**4,4670**	0,0500	0,0500	**0,0500**	2,446	2,399	**2,4225**	0,0500	0,0500	**0,0500**	3,255	3,325	**3,2900**
0,1000	0,1000	**0,1000**	4,969	5,191	**5,0800**	0,1000	0,1000	**0,1000**	2,462	2,418	**2,4400**	0,1000	0,1000	**0,1000**	3,331	3,399	**3,3650**
0,1500	0,1500	**0,1500**	5,747	5,787	**5,7670**	0,1500	0,1500	**0,1500**	2,481	2,437	**2,4590**	0,1500	0,1500	**0,1500**	3,421	3,475	**3,4480**
0,2090	0,2200	**0,2145**	6,654	6,949	**6,8015**	0,5240	0,5310	**0,5275**	2,688	2,634	**2,6610**	0,3280	0,3750	**0,3515**	3,712	3,821	**3,7665**
0,2850	0,2720	**0,2785**	7,996	8,165	**8,0805**	0,8340	0,8610	**0,8475**	2,983	2,917	**2,9500**	0,5320	0,6010	**0,5665**	4,064	4,228	**4,1460**
0,3420	0,3230	**0,3325**	9,974	9,924	**9,9490**	1,0220	1,0710	**1,0465**	3,335	3,271	**3,3030**	0,7420	0,7830	**0,7625**	4,637	4,741	**4,6890**
0,3920	0,3730	**0,3825**	10,387	10,414	**10,4005**	1,1170	1,1740	**1,1455**	3,761	3,638	**3,6995**	0,8290	0,8690	**0,8490**	5,157	5,283	**5,2200**
0,4420	0,4230	**0,4325**	10,584	10,644	**10,6140**	1,1740	1,2370	**1,2055**	4,393	4,193	**4,2930**	0,8840	0,9230	**0,9035**	5,586	5,800	**5,6930**
0,5800	0,5510	**0,5655**	10,891	10,959	**10,9250**	1,2250	1,2890	**1,2570**	4,956	4,740	**4,8480**	0,9460	0,9770	**0,9615**	6,139	6,306	**6,2225**
0,7670	0,7290	**0,7480**	11,129	11,213	**11,1710**	1,3110	1,3510	**1,3310**	5,681	5,349	**5,5150**	1,0180	1,0670	**1,0425**	6,705	7,285	**6,9950**
1,0140	0,9630	**0,9885**	11,325	11,414	**11,3695**	1,3680	1,4310	**1,3995**	5,961	5,905	**5,9330**	1,0920	1,1310	**1,1115**	7,854	9,374	**8,6140**
1,3170	1,2570	**1,2870**	11,479	11,572	**11,5255**	1,4920	1,4870	**1,4895**	6,277	6,123	**6,2000**	1,1430	1,1810	**1,1620**	9,413	10,496	**9,9545**
1,6720	1,6050	**1,6385**	11,598	11,700	**11,6490**	1,6600	1,6260	**1,6430**	6,550	6,413	**6,4815**	1,1930	1,2320	**1,2125**	10,283	10,769	**10,5260**
2,0690	1,9930	**2,0310**	11,703	11,797	**11,7500**	1,8900	1,8200	**1,8550**	6,799	6,682	**6,7405**	1,2430	1,2820	**1,2625**	10,576	10,899	**10,7375**
2,4870	2,4160	**2,4515**	11,790	11,883	**11,8365**	2,1530	2,0580	**2,1055**	7,048	6,944	**6,9960**	1,2930	1,4540	**1,3735**	10,732	11,164	**10,9480**
2,9240	2,8550	**2,8895**	11,857	11,956	**11,9065**	2,4350	2,3220	**2,3785**	7,320	7,210	**7,2650**	1,4490	1,6800	**1,5645**	11,010	11,368	**11,1890**
3,3810	3,3070	**3,3440**	11,915	12,015	**11,9650**	2,7150	2,5970	**2,6560**	7,667	7,524	**7,5955**	1,6590	1,9680	**1,8135**	11,227	11,534	**11,3805**
3,8490		**3,8490**	11,966		**11,9660**	2,9660	2,8570	**2,9115**	8,346	8,081	**8,2135**	1,9310	2,3090	**2,1200**	11,407	11,660	**11,5335**
4,3240		**4,3240**	12,009		**12,0090**	3,0370	2,9460	**2,9915**	8,823	8,559	**8,6910**	2,2560	2,6970	**2,4765**	11,545	11,763	**11,6540**
						3,0900	3,0010	**3,0455**	9,220	9,120	**9,1700**	2,6300	3,1150	**2,8725**	11,657	11,846	**11,7515**
						3,1720	3,0530	**3,1125**	9,681	9,632	**9,6565**	3,0380	3,5560	**3,2970**	11,752	11,915	**11,8335**
						3,2340	3,1390	**3,1865**	9,970	10,156	**10,0630**	3,4670	4,0120	**3,7395**	11,826	11,974	**11,9000**
						3,3610	3,1930	**3,2770**	10,362	10,393	**10,3775**	3,9170	4,4790	**4,1980**	11,890	12,021	**11,9555**
						3,5190	3,3240	**3,4215**	10,693	10,687	**10,6900**	4,3790		**4,3790**	11,943		**11,9430**
						3,7120	3,5100	**3,6110**	10,949	10,950	**10,9495**	4,8520		**4,8520**	11,988		**11,9880**
						3,9550	3,7450	**3,8500**	11,147	11,153	**11,1500**	5,3330		**5,3330**	12,032		**12,0320**
						4,2550	4,0380	**4,1465**	11,296	11,315	**11,3055**						
						4,6120	4,3830	**4,4975**	11,411	11,447	**11,4290**						
						5,0130	4,7670	**4,8900**	11,522	11,554	**11,5380**						
						5,4280	5,8110	**5,6195**	11,612	11,643	**11,6275**						
						5,8620	5,6160	**5,7390**	11,690	11,719	**11,7045**						
						6,3090	6,0650	**6,1870**	11,753	11,783	**11,7680**						
						6,7710	6,5270	**6,6490**	11,809	11,836	**11,8225**						
						7,2410	7,0000	**7,1205**	11,859	11,882	**11,8705**						
						7,7170	7,4800	**7,5985**	11,903	11,924	**11,9135**						
						8,1990	7,9650	**8,0820**	11,944	11,963	**11,9535**						
						8,6850	8,4530	**8,5690**	11,978	11,996	**11,9870**						
						9,1770	8,9460	**9,0615**	12,010	12,027	**12,0185**						
						9,4430		**9,4430**	12,010		**12,0100**						

V1, pH1 : Volumes et pH du premier dosage
V2, pH2 : Volumes et pH du deuxième dosage

Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail mordancé à 40 secondes

Adhésif universel						Acide phosphorique 30%						Acide lactique 30%					
V 1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V 1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V 1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**
0,0000	0,0000	**0,0000**	3,464	3,691	**3,5775**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,360	2,451	**2,4055**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,952	2,938	**2,9450**
0,0500	0,0500	**0,0500**	4,106	4,281	**4,1935**	0,0500	0,5000	**0,2750**	2,361	2,449	**2,4050**	0,0500	0,0500	**0,0500**	3,017	3,004	**3,0105**
0,1000	0,1000	**0,1000**	4,819	4,943	**4,8810**	0,1000	0,1000	**0,1000**	2,371	2,459	**2,4150**	0,1000	0,1000	**0,1000**	3,087	3,070	**3,0785**
0,1500	0,1500	**0,1500**	5,501	5,563	**5,5320**	0,1500	0,1500	**0,1500**	2,384	2,470	**2,4270**	0,1500	0,1500	**0,1500**	3,162	3,152	**3,1570**
0,2240	0,2230	**0,2235**	6,516	6,507	**6,5115**	0,5560	0,5760	**0,5660**	2,555	2,638	**2,5965**	0,3720	0,3270	**0,3495**	3,526	3,431	**3,4785**
0,3030	0,3000	**0,3015**	8,000	8,102	**8,0510**	0,8950	0,9140	**0,9045**	2,803	2,871	**2,8370**	0,5830	0,5470	**0,5650**	3,890	3,780	**3,8350**
0,3550	0,3510	**0,3530**	9,957	9,972	**9,9645**	1,1240	1,1520	**1,1380**	3,108	3,169	**3,1385**	0,7930	0,7700	**0,7815**	4,309	4,184	**4,2465**
0,4050	0,4010	**0,4030**	10,445	10,572	**10,5085**	1,2580	1,2930	**1,2755**	3,490	3,531	**3,5105**	0,9660	0,9580	**0,9620**	5,022	4,736	**4,8790**
0,4550	0,4510	**0,4530**	10,661	10,774	**10,7175**	1,3270	1,3680	**1,3475**	3,958	4,007	**3,9825**	1,0260	1,0390	**1,0325**	5,464	5,272	**5,3680**
0,5870	0,5880	**0,5875**	10,927	11,065	**10,9960**	1,3800	1,4220	**1,4010**	4,533	4,691	**4,6120**	1,0810	1,0930	**1,0870**	5,944	6,151	**6,0475**
0,7840	0,7800	**0,7820**	11,173	11,314	**11,2435**	1,4330	1,4730	**1,4530**	5,072	5,305	**5,1885**	1,1480	1,1440	**1,1460**	7,784	8,050	**7,9170**
1,0340	1,0250	**1,0295**	11,374	11,480	**11,4270**	1,5120	1,5490	**1,5305**	5,722	5,939	**5,8305**	1,1980	1,1940	**1,1960**	9,680	10,027	**9,8535**
1,3360	1,3470	**1,3415**	11,508	11,619	**11,5635**	1,5730	1,6030	**1,5880**	6,046	6,165	**6,1055**	1,2480	1,2490	**1,2485**	10,452	10,711	**10,5815**
1,7050	1,7190	**1,7120**	11,630	11,743	**11,6865**	1,6920	1,7370	**1,7145**	6,341	6,470	**6,4055**	1,2980	1,2990	**1,2985**	10,666	10,865	**10,7655**
2,1040	2,1170	**2,1105**	11,737	11,839	**11,7880**	1,8690	1,9220	**1,8955**	6,611	6,744	**6,6775**	1,4310	1,4570	**1,4440**	10,943	11,114	**11,0285**
2,5210	2,5430	**2,5320**	11,816	11,921	**11,8685**	2,0960	2,1520	**2,1240**	6,875	6,991	**6,9330**	1,6250	1,6800	**1,6525**	11,165	11,313	**11,2390**
2,9650	2,9860	**2,9755**	11,879	11,989	**11,9340**	2,3540	2,4190	**2,3865**	7,117	7,274	**7,1955**	1,8850	1,9690	**1,9270**	11,351	11,487	**11,4190**
3,4270	3,4430	**3,4350**	11,936	12,044	**11,9900**	2,6370	2,6880	**2,6625**	7,430	7,612	**7,5210**	2,2010	2,3050	**2,2530**	11,500	11,622	**11,5610**
3,8960		**3,8960**	11,986		**11,9860**	2,9010	2,9370	**2,9190**	7,892	8,294	**8,0930**	2,5640	2,6850	**2,6245**	11,616	11,724	**11,6700**
4,3720		**4,3720**	12,027		**12,0270**	3,0230	3,0070	**3,0150**	8,353	8,845	**8,5990**	2,9660	3,1020	**3,0340**	11,715	11,810	**11,7625**
						3,0840	3,0590	**3,0715**	8,785	9,525	**9,1550**	3,3900	3,5400	**3,4650**	11,795	11,880	**11,8375**
						3,1380	3,1110	**3,1245**	9,237	10,069	**9,6530**	3,8340	3,9950	**3,9145**	11,860	11,939	**11,8995**
						3,2070	3,1680	**3,1875**	9,689	10,397	**10,0430**	4,2940	4,4620	**4,3780**	11,917	11,991	**11,9540**
						3,2690	3,2200	**3,2445**	10,004	10,579	**10,2915**	4,7630	4,9360	**4,8495**	11,967	12,033	**12,0000**
						3,3370	3,3670	**3,3520**	10,256	10,877	**10,5665**	5,2390		**5,2390**	12,010		**12,0100**
						3,4800	3,5640	**3,5220**	10,576	11,108	**10,8420**						
						3,6670	3,8210	**3,7440**	10,854	11,284	**11,0690**						
						3,8970	4,1420	**4,0195**	11,068	11,435	**11,2515**						
						4,1810	4,5050	**4,3430**	11,242	11,557	**11,3995**						
						4,5150	4,9020	**4,7085**	11,384	11,659	**11,5215**						
						4,8890	5,3230	**5,1060**	11,499	11,744	**11,6215**						
						5,2940	5,7620	**5,5280**	11,598	11,816	**11,7070**						
						5,7190	6,2150	**5,9670**	11,675	11,878	**11,7765**						
						6,1660	6,6790	**6,4225**	11,744	11,931	**11,8375**						
						6,6230	7,1520	**6,8875**	11,804	11,980	**11,8920**						
						7,0890	7,6300	**7,3595**	11,857	12,020	**11,9385**						
						7,5620		**7,5620**	11,903		**11,9030**						
						8,0420		**8,0420**	11,946		**11,9460**						
						8,5260		**8,5260**	11,982		**11,9820**						
						9,0160		**9,0160**	12,015		**12,0150**						

V1, pH1 : Volumes et pH du premier dosage
V2, pH2 : Volumes et pH du deuxième dosage

Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail non mordancé à 300 secondes

Adhésif universel						Acide phosphorique 30%						Acide lactique 30%					
Volume (ml)	V2	**Moyenne**	pH	pH2	**Moyenne**	Volume (ml)	V2	**Moyenne**	pH	pH2	**Moyenne**	Volume (ml)	V2	**Moyenne**	pH	pH2	**Moyenne**
0,0000	0,0000	**0,0000**	3,659	4,176	**3,9175**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,451	2,395	**2,4230**	0,0000	0,0000	**0,0000**	3,180	3,213	**3,1965**
0,0500	0,0500	**0,0500**	4,301	4,658	**4,4795**	0,0500	0,0500	**0,0500**	2,458	2,411	**2,4345**	0,0500	0,0500	**0,0500**	3,248	3,270	**3,2590**
0,1000	0,1000	**0,1000**	4,964	5,182	**5,0730**	0,1000	0,1000	**0,1000**	2,478	2,429	**2,4535**	0,1000	0,1000	**0,1000**	3,333	3,346	**3,3395**
0,1500	0,1500	**0,1500**	5,696	5,907	**5,8015**	0,1500	0,1500	**0,1500**	2,495	2,449	**2,4720**	0,1500	0,1500	**0,1500**	3,414	3,425	**3,4195**
0,2140	0,2030	**0,2085**	6,657	6,787	**6,7220**	0,5340	0,5230	**0,5285**	2,710	2,647	**2,6785**	0,3660	0,3700	**0,3680**	3,758	3,754	**3,7560**
0,2890	0,2610	**0,2750**	7,992	7,921	**7,9565**	0,8240	0,8530	**0,8385**	2,986	2,937	**2,9615**	0,5870	0,5930	**0,5900**	4,151	4,136	**4,1435**
0,3440	0,3160	**0,3300**	9,926	9,844	**9,8850**	1,0130	1,0590	**1,0360**	3,344	3,292	**3,3180**	0,7820	0,7870	**0,7845**	4,716	4,627	**4,6715**
0,3940	0,3660	**0,3800**	10,357	10,385	**10,3710**	1,1060	1,1600	**1,1330**	3,780	3,672	**3,7260**	0,8630	0,8860	**0,8745**	5,222	5,163	**5,1925**
0,4440	0,4160	**0,4300**	10,545	10,610	**10,5775**	1,1620	1,2210	**1,1915**	4,342	4,239	**4,2905**	0,9170	0,9420	**0,9295**	5,679	5,669	**5,6740**
0,5860	0,5450	**0,5655**	10,857	10,954	**10,9055**	1,2140	1,2730	**1,2435**	4,845	4,780	**4,8125**	0,9760	0,9960	**0,9860**	6,216	6,207	**6,2115**
0,7740	0,7150	**0,7445**	11,086	11,206	**11,1460**	1,3010	1,3440	**1,3225**	5,495	5,427	**5,4610**	1,0580	1,0710	**1,0645**	6,822	6,810	**6,8160**
1,0270	0,9450	**0,9860**	11,290	11,410	**11,3500**	1,3600	1,4130	**1,3865**	5,859	5,892	**5,8755**	1,1210	1,1320	**1,1265**	7,982	8,264	**8,1230**
1,3280	1,2350	**1,2815**	11,443	11,573	**11,5080**	1,4710	1,4710	**1,4710**	6,176	6,100	**6,1380**	1,1710	1,1820	**1,1765**	9,495	9,821	**9,6580**
1,6830	1,5780	**1,6305**	11,567	11,696	**11,6315**	1,6350	1,6160	**1,6255**	6,446	6,389	**6,4175**	1,2210	1,2330	**1,2270**	10,334	10,606	**10,4700**
2,0760	1,9690	**2,0225**	11,668	11,803	**11,7355**	1,8530	1,8140	**1,8335**	6,699	6,655	**6,6770**	1,2710	1,2830	**1,2770**	10,617	10,817	**10,7170**
2,4970	2,3850	**2,4410**	11,749	11,890	**11,8195**	2,1110	2,0550	**2,0830**	6,941	6,910	**6,9255**	1,3860	1,4170	**1,4015**	10,915	11,076	**10,9955**
2,9400	2,8220	**2,8810**	11,822	11,962	**11,8920**	2,3940	2,3240	**2,3590**	7,199	7,173	**7,1860**	1,5590	1,6180	**1,5885**	11,148	11,286	**11,2170**
3,3930	3,2750	**3,3340**	11,883	12,019	**11,9510**	2,6810	2,6030	**2,6420**	7,498	7,477	**7,4875**	1,8000	1,8880	**1,8440**	11,353	11,472	**11,4125**
3,8580		**3,8580**	11,934		**11,9340**	2,9520	2,8690	**2,9105**	7,995	7,939	**7,9670**	2,0950	2,2080	**2,1515**	11,505	11,605	**11,5550**
4,8130		**4,8130**	12,018		**12,0180**	3,0570	2,9910	**3,0240**	8,454	8,478	**8,4660**	2,4480	2,5840	**2,5160**	11,636	11,718	**11,6770**
						3,1150	3,0480	**3,0815**	8,851	9,032	**8,9415**	2,8360	2,9910	**2,9135**	11,738	11,811	**11,7745**
						3,1730	3,1000	**3,1365**	9,233	9,528	**9,3805**	3,2550	3,4210	**3,3380**	11,820	11,884	**11,8520**
						3,2770	3,1900	**3,2335**	9,718	10,067	**9,8925**	3,6970	3,8720	**3,7845**	11,889	11,946	**11,9175**
						3,3390	3,2440	**3,2915**	10,018	10,352	**10,1850**	4,1530	4,3360	**4,2445**	11,948	11,997	**11,9725**
						3,4640	3,3630	**3,4135**	10,361	10,645	**10,5030**	4,6200	4,8110	**4,7155**	11,995	12,042	**12,0185**
						3,6320	3,5400	**3,5860**	10,669	10,917	**10,7930**	5,0990		**5,0990**	12,037		**12,0370**
						3,8390	3,7660	**3,8025**	10,926	11,131	**11,0285**						
						4,0890	4,0480	**4,0685**	11,126	11,300	**11,2130**						
						4,3910	4,3840	**4,3875**	11,262	11,438	**11,3500**						
						4,7590	4,7610	**4,7600**	11,395	11,550	**11,4725**						
						5,1490	5,1690	**5,1590**	11,504	11,643	**11,5735**						
						5,5630	5,5990	**5,5810**	11,593	11,720	**11,6565**						
						5,9980	6,0470	**6,0225**	11,668	11,787	**11,7275**						
						6,4480	6,5060	**6,4770**	11,734	11,845	**11,7895**						
						6,9080	6,9740	**6,9410**	11,790	11,895	**11,8425**						
						7,3780	7,4500	**7,4140**	11,840	11,939	**11,8895**						
						7,8540	7,9320	**7,8930**	11,884	11,980	**11,9320**						
						8,3360	8,4180	**8,3770**	11,922	12,015	**11,9685**						
						8,8240		**8,8240**	11,959		**11,9590**						
						9,3140		**9,3140**	11,991		**11,9910**						
						9,8090		**9,8090**	12,019		**12,0190**						

V1, pH1 : Volumes et pH du premier dosage
V2, pH2 : Volumes et pH du deuxième dosage

Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail mordancé à 300 secondes

Adhésif universel						Acide phosphorique 30%						Acide lactique 30%					
V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**
0,0000	0,0000	**0,0000**	3,486	3,574	**3,5300**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,337	2,398	**2,3675**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,973	2,950	**2,9615**
0,0500	0,0500	**0,0500**	4,139	4,190	**4,1645**	0,0500	0,0500	**0,0500**	2,344	2,403	**2,3735**	0,0500	0,0500	**0,0500**	3,017	2,990	**3,0035**
0,1000	0,1000	**0,1000**	4,888	4,881	**4,8845**	0,1000	0,1000	**0,1000**	2,357	2,414	**2,3855**	0,1000	0,1000	**0,1000**	3,091	3,071	**3,0810**
0,1500	0,1500	**0,1500**	5,602	5,513	**5,5575**	0,1500	0,1500	**0,1500**	2,372	2,426	**2,3990**	0,1500	0,1500	**0,1500**	3,176	3,139	**3,1575**
0,2220	0,2170	**0,2195**	6,644	6,367	**6,5055**	0,5490	0,5700	**0,5595**	2,553	2,598	**2,5755**	0,3430	0,3520	**0,3475**	3,479	3,476	**3,4775**
0,2990	0,2980	**0,2985**	8,149	7,828	**7,9885**	0,8850	0,9070	**0,8960**	2,815	2,835	**2,8250**	0,5560	0,5340	**0,5450**	3,820	3,766	**3,7930**
0,3510	0,3500	**0,3505**	10,011	9,910	**9,9605**	1,1040	1,1440	**1,1240**	3,104	3,120	**3,1120**	0,7770	0,7530	**0,7650**	4,253	4,151	**4,2020**
0,4010	0,4000	**0,4005**	10,406	10,461	**10,4335**	1,2480	1,2990	**1,2735**	3,522	3,524	**3,5230**	0,9380	0,9530	**0,9455**	4,787	4,693	**4,7400**
0,4510	0,4500	**0,4505**	10,599	10,662	**10,6305**	1,3160	1,3710	**1,3435**	4,037	4,017	**4,0270**	1,0110	1,0420	**1,0265**	5,246	5,241	**5,2435**
0,5910	0,5870	**0,5890**	10,913	10,992	**10,9525**	1,3680	1,4240	**1,3960**	4,591	4,601	**4,5960**	1,0660	1,0960	**1,0810**	5,620	5,891	**5,7555**
0,7770	0,7670	**0,7720**	11,145	11,234	**11,1895**	1,4230	1,4770	**1,4500**	5,140	5,197	**5,1685**	1,1600	1,1470	**1,1535**	7,193	7,529	**7,3610**
1,0270	1,0080	**1,0175**	11,340	11,435	**11,3875**	1,5030	1,5610	**1,5320**	5,776	5,887	**5,8315**	1,2110	1,1970	**1,2040**	9,131	9,490	**9,3105**
1,3320	1,3050	**1,3185**	11,487	11,587	**11,5370**	1,5630	1,6160	**1,5895**	6,054	6,139	**6,0965**	1,2610	1,2480	**1,2545**	10,272	10,513	**10,3925**
1,6920	1,6590	**1,6755**	11,617	11,709	**11,6630**	1,6900	1,7440	**1,7170**	6,356	6,447	**6,4015**	1,3110	1,2980	**1,3045**	10,553	10,801	**10,6770**
2,0820	2,0540	**2,0680**	11,721	11,808	**11,7645**	1,8710	1,9240	**1,8975**	6,630	6,715	**6,6725**	1,3610	1,4120	**1,3865**	10,710	11,032	**10,8710**
2,5000	2,4770	**2,4885**	11,805	11,893	**11,8490**	2,0990	2,1540	**2,1265**	6,888	6,981	**6,9345**	1,5170	1,6080	**1,5625**	10,964	11,247	**11,1055**
2,9400	2,9170	**2,9285**	11,874	11,965	**11,9195**	2,3600	2,4130	**2,3865**	7,157	7,262	**7,2095**	1,7370	1,8730	**1,8050**	11,181	11,427	**11,3040**
3,3960	3,3700	**3,3830**	11,930	12,024	**11,9770**	2,6320	2,6790	**2,6555**	7,453	7,603	**7,5280**	2,0140	2,1950	**2,1045**	11,354	11,562	**11,4580**
3,8660		**3,8660**	11,979		**11,9790**	2,8980	2,9260	**2,9120**	7,919	8,242	**8,0805**	2,3450	2,5700	**2,4575**	11,496	11,682	**11,5890**
4,3430		**4,3430**	12,021		**12,0210**	3,0180	3,0010	**3,0095**	8,414	8,802	**8,6080**	2,7180	2,9720	**2,8450**	11,605	11,778	**11,6915**
						3,0770	3,0530	**3,0650**	8,865	9,473	**9,1690**	3,1280	3,3990	**3,2635**	11,702	11,855	**11,7785**
						3,1310	3,1050	**3,1180**	9,299	10,006	**9,6525**	3,5560	3,8460	**3,7010**	11,780	11,920	**11,8500**
						3,2230	3,1610	**3,1920**	9,818	10,343	**10,0805**	4,0020	4,3060	**4,1540**	11,845	11,975	**11,9100**
						3,2810	3,2140	**3,2475**	10,101	10,528	**10,3145**	4,4620	4,7770	**4,6195**	11,901	12,019	**11,9600**
						3,4050	3,3610	**3,3830**	10,443	10,822	**10,6325**	4,9320		**4,9320**	11,951		**11,9510**
						3,5720	3,5590	**3,5655**	10,741	11,050	**10,8955**	5,4080		**5,4080**	11,991		**11,9910**
						3,7820	3,8180	**3,8000**	10,982	11,224	**11,1030**	5,8940		**5,8940**	12,027		**12,0270**
						4,0420	4,1410	**4,0915**	11,171	11,373	**11,2720**						
						4,3560	4,5060	**4,4310**	11,322	11,497	**11,4095**						
						4,7170	4,9020	**4,8095**	11,447	11,599	**11,5230**						
						5,1110	5,3230	**5,2170**	11,549	11,683	**11,6160**						
						5,5310	5,7630	**5,6470**	11,637	11,754	**11,6955**						
						5,9680	6,2170	**6,0925**	11,710	11,816	**11,7630**						
						6,4200	6,6810	**6,5505**	11,770	11,870	**11,8200**						
						6,8850	7,1530	**7,0190**	11,823	11,918	**11,8705**						
						7,3580	7,6310	**7,4945**	11,871	11,960	**11,9155**						
						7,8360	8,1150	**7,9755**	11,913	11,997	**11,9550**						
						8,3200	8,6040	**8,4620**	11,953	12,030	**11,9915**						
						8,8070		**8,8070**	11,986		**11,9860**						
						9,3000		**9,3000**	12,017		**12,0170**						

V1, pH1 : Volumes et pH du premier dosage
V2, pH2 : Volumes et pH du deuxième dosage

Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail non mordancé à 900 secondes

Adhésif universel						Acide phosphorique 30%						Acide lactique 30%					
V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**
0,0000	0,0000	**0,0000**	3,861	4,160	**4,0105**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,491	2,454	**2,4725**	0,0000	0,0000	**0,0000**	3,272	3,286	**3,2790**
0,0500	0,0500	**0,0500**	4,382	4,672	**4,5270**	0,0500	0,0500	**0,0500**	2,505	2,469	**2,4870**	0,0500	0,0500	**0,0500**	3,337	3,345	**3,3410**
0,1000	0,1000	**0,1000**	5,016	5,230	**5,1230**	0,1000	0,1000	**0,1000**	2,527	2,490	**2,5085**	0,1000	0,1000	**0,1000**	3,420	3,420	**3,4200**
0,1500	0,1500	**0,1500**	5,634	5,952	**5,7930**	0,1500	0,1500	**0,1500**	2,551	2,511	**2,5310**	0,1500	0,1500	**0,1500**	3,482	3,496	**3,4890**
0,2300	0,2040	**0,2170**	6,675	6,803	**6,7390**	0,5040	0,5210	**0,5125**	2,781	2,732	**2,7565**	0,3200	0,3760	**0,3480**	3,759	3,845	**3,8020**
0,3050	0,2680	**0,2865**	8,388	8,022	**8,2050**	0,8010	0,8240	**0,8125**	3,141	3,035	**3,0880**	0,4870	0,6020	**0,5445**	4,043	4,240	**4,1415**
0,3560	0,3220	**0,3390**	10,069	9,834	**9,9515**	0,9430	1,0080	**0,9755**	3,525	3,439	**3,4820**	0,6990	0,7960	**0,7475**	4,573	4,907	**4,7400**
0,4070	0,3720	**0,3895**	10,518	10,367	**10,4425**	1,0130	1,0880	**1,0505**	4,007	3,862	**3,9345**	0,8000	0,8620	**0,8310**	5,090	5,397	**5,2435**
0,4570	0,4220	**0,4395**	10,701	10,596	**10,6485**	1,0660	1,1430	**1,1045**	4,521	4,390	**4,4555**	0,8570	0,9150	**0,8860**	5,485	5,915	**5,7000**
0,6010	0,5500	**0,5755**	11,011	10,942	**10,9765**	1,1220	1,1960	**1,1590**	5,014	4,898	**4,9560**	0,9190	0,9730	**0,9460**	5,945	6,458	**6,2015**
0,7920	0,7190	**0,7555**	11,242	11,200	**11,2210**	1,1990	1,2870	**1,2430**	5,550	5,565	**5,5575**	1,0110	1,0600	**1,0355**	6,513	7,153	**6,8330**
1,0450	0,9460	**0,9955**	11,436	11,411	**11,4235**	1,2610	1,3460	**1,3035**	5,862	5,889	**5,8755**	1,0830	1,1280	**1,1055**	7,146	9,098	**8,1220**
1,3520	1,2300	**1,2910**	11,586	11,557	**11,5715**	1,3830	1,4630	**1,4230**	6,178	6,215	**6,1965**	1,1400	1,1780	**1,1590**	8,451	10,324	**9,3875**
1,7110	1,5830	**1,6470**	11,701	11,698	**11,6995**	1,5560	1,6290	**1,5925**	6,440	6,479	**6,4595**	1,1900	1,2310	**1,2105**	9,734	10,663	**10,1985**
2,1130	1,9630	**2,0380**	11,802	11,808	**11,8050**	1,7840	1,8510	**1,8175**	6,685	6,731	**6,7080**	1,2450	1,2810	**1,2630**	10,442	10,816	**10,6290**
2,5360	2,3740	**2,4550**	11,877	11,893	**11,8850**	2,0510	2,1120	**2,0815**	6,930	6,982	**6,9560**	1,2950	1,4390	**1,3670**	10,657	11,083	**10,8700**
2,9840	2,8120	**2,8980**	11,947	11,966	**11,9565**	2,3370	2,3920	**2,3645**	7,187	7,255	**7,2210**	1,4270	1,6550	**1,5410**	10,940	11,288	**11,1140**
3,4400	3,2640	**3,3520**	12,002	12,023	**12,0125**	2,6260	2,6710	**2,6485**	7,492	7,579	**7,5355**	1,6180	1,9370	**1,7775**	11,165	11,465	**11,3150**
						2,8960	2,9290	**2,9125**	7,973	8,228	**8,1005**	1,8740	2,2680	**2,0710**	11,347	11,600	**11,4735**
						3,0080	3,0030	**3,0055**	8,437	8,719	**8,5780**	2,1900	2,6460	**2,4180**	11,498	11,702	**11,6000**
						3,0670	3,0560	**3,0615**	8,833	9,232	**9,0325**	2,5510	3,0630	**2,8070**	11,619	11,791	**11,7050**
						3,1240	3,1110	**3,1175**	9,200	9,681	**9,4405**	2,9480	3,4980	**3,2230**	11,717	11,862	**11,7895**
						3,2280	3,1760	**3,2020**	9,672	10,070	**9,8710**	3,3720	3,9520	**3,6620**	11,796	11,922	**11,8590**
						3,2900	3,2360	**3,2630**	9,970	10,340	**10,1550**	3,8170	4,4180	**4,1175**	11,861	11,975	**11,9180**
						3,4150	3,3650	**3,3900**	10,314	10,635	**10,4745**	4,2770	4,8910	**4,5840**	11,917	12,018	**11,9675**
						3,5820	3,5500	**3,5660**	10,632	10,911	**10,7715**	4,7470		**4,7470**	11,967		**11,9670**
						3,7850	3,7790	**3,7820**	10,897	11,128	**11,0125**	5,2230		**5,2230**	12,008		**12,0080**
						4,0300	4,0610	**4,0455**	11,107	11,292	**11,1995**						
						4,3240	4,4010	**4,3625**	11,242	11,412	**11,3270**						
						4,6900	4,7930	**4,7415**	11,380	11,526	**11,4530**						
						5,0760	5,2030	**5,1395**	11,489	11,618	**11,5535**						
						5,4890	5,6350	**5,5620**	11,582	11,697	**11,6395**						
						5,9200	6,0810	**6,0005**	11,658	11,764	**11,7110**						
						6,3690	6,5400	**6,4545**	11,724	11,820	**11,7720**						
						6,8290	7,0100	**6,9195**	11,781	11,870	**11,8255**						
						7,2980	7,4860	**7,3920**	11,831	11,914	**11,8725**						
						7,7740	7,9680	**7,8710**	11,875	11,955	**11,9150**						
						8,2560	8,4540	**8,3550**	11,914	11,989	**11,9515**						
						8,7430	8,9460	**8,8445**	11,951	12,020	**11,9855**						
						9,2330		**9,2330**	11,982		**11,9820**						
						9,7280		**9,7280**	12,012		**12,0120**						

V1, pH1 : Volumes et pH du premier dosage
V2, pH2 : Volumes et pH du deuxième dosage

Valeurs du dosage acide-base des produits en présence d'un émail mordancé à 900 secondes

Adhésif universel						Acide phosphorique 30%						Acide lactique 30%					
V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**	V1 (ml)	V2 (ml)	**Moyenne**	pH1	pH2	**Moyenne**
0,0000	0,0000	**0,0000**	3,573	3,743	**3,6580**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,344	2,374	**2,3590**	0,0000	0,0000	**0,0000**	2,990	2,999	**2,9945**
0,0500	0,0500	**0,0500**	4,200	4,358	**4,2790**	0,0500	0,0500	**0,0500**	2,351	2,382	**2,3665**	0,0500	0,0500	**0,0500**	3,036	3,060	**3,0480**
0,1000	0,1000	**0,1000**	4,907	5,010	**4,9585**	0,1000	0,1000	**0,1000**	2,367	2,400	**2,3835**	0,1000	0,1000	**0,1000**	3,128	3,132	**3,1300**
0,1500	0,1500	**0,1500**	5,532	5,736	**5,6340**	0,1500	0,1500	**0,1500**	2,386	2,418	**2,4020**	0,1500	0,1500	**0,1500**	3,203	3,208	**3,2055**
0,2120	0,2130	**0,2125**	6,311	6,612	**6,4615**	0,5240	0,5360	**0,5300**	2,576	2,599	**2,5875**	0,3290	0,3730	**0,3510**	3,517	3,550	**3,5335**
0,2940	0,2870	**0,2905**	7,522	7,956	**7,7390**	0,8590	0,8850	**0,8720**	2,855	2,870	**2,8625**	0,5170	0,5990	**0,5580**	3,841	3,913	**3,8770**
0,3710	0,3400	**0,3555**	9,925	9,923	**9,9240**	1,0760	1,1110	**1,0935**	3,218	3,206	**3,2120**	0,7300	0,8170	**0,7735**	4,245	4,352	**4,2985**
0,4210	0,3900	**0,4055**	10,461	10,422	**10,4415**	1,1780	1,2280	**1,2030**	3,564	3,555	**3,5595**	0,9220	0,9680	**0,9450**	4,902	4,925	**4,9135**
0,4710	0,4400	**0,4555**	10,644	10,628	**10,6360**	1,2430	1,2980	**1,2705**	4,093	4,080	**4,0865**	0,9910	1,0320	**1,0115**	5,386	5,433	**5,4095**
0,6150	0,5750	**0,5950**	10,937	10,962	**10,9495**	1,2950	1,3510	**1,3230**	4,622	4,622	**4,6220**	1,0450	1,0850	**1,0650**	5,850	6,116	**5,9830**
0,8110	0,7520	**0,7815**	11,166	11,203	**11,1845**	1,3550	1,4070	**1,3810**	5,170	5,151	**5,1605**	1,1090	1,1370	**1,1230**	6,727	7,758	**7,2425**
1,0680	0,9920	**1,0300**	11,351	11,407	**11,3790**	1,4280	1,4850	**1,4565**	5,726	5,733	**5,7295**	1,1610	1,1870	**1,1740**	8,395	9,802	**9,0985**
1,3830	1,2870	**1,3350**	11,502	11,561	**11,5315**	1,4940	1,5460	**1,5200**	6,040	6,059	**6,0495**	1,2110	1,2380	**1,2245**	9,906	10,580	**10,2430**
1,7440	1,6390	**1,6915**	11,620	11,685	**11,6525**	1,6200	1,6650	**1,6425**	6,334	6,367	**6,3505**	1,2690	1,2880	**1,2785**	10,565	10,767	**10,6660**
2,1440	2,0320	**2,0880**	11,715	11,791	**11,7530**	1,8030	1,8380	**1,8205**	6,599	6,639	**6,6190**	1,3190	1,4300	**1,3745**	10,752	11,023	**10,8875**
2,5710	2,4490	**2,5100**	11,790	11,876	**11,8330**	2,0360	2,0620	**2,0490**	6,855	6,905	**6,8800**	1,4610	1,6390	**1,5500**	11,014	11,232	**11,1230**
3,0200	2,8880	**2,9540**	11,855	11,947	**11,9010**	2,3010	2,3170	**2,3090**	7,113	7,175	**7,1440**	1,6670	1,9150	**1,7910**	11,237	11,413	**11,3250**
3,4810	3,3420	**3,4115**	11,913	12,006	**11,9595**	2,5800	2,5860	**2,5830**	7,395	7,483	**7,4390**	1,9330	2,2410	**2,0870**	11,419	11,558	**11,4885**
3,9490		**3,9490**	11,963		**11,9630**	2,8550	2,8460	**2,8505**	7,811	7,986	**7,8985**	2,2540	2,6100	**2,4320**	11,565	11,671	**11,6180**
4,4250		**4,4250**	12,004		**12,0040**	3,0830	2,9510	**3,0170**	8,688	8,472	**8,5800**	2,6210	3,0160	**2,8185**	11,680	11,763	**11,7215**
						3,1420	3,0080	**3,0750**	9,160	9,040	**9,1000**	3,0250	3,4470	**3,2360**	11,774	11,839	**11,8065**
						3,1950	3,0600	**3,1275**	9,528	9,608	**9,5680**	3,4540	3,8960	**3,6750**	11,850	11,903	**11,8765**
						3,2710	3,1330	**3,2020**	9,899	10,126	**10,0125**	3,9020	4,3580	**4,1300**	11,913	11,957	**11,9350**
						3,3320	3,1860	**3,2590**	10,158	10,369	**10,2635**	4,3640	4,8300	**4,5970**	11,967	11,999	**11,9830**
						3,4650	3,3140	**3,3895**	10,476	10,680	**10,5780**	4,8360	5,3140	**5,0750**	12,012	12,038	**12,0250**
						3,6450	3,4930	**3,5690**	10,770	10,932	**10,8510**						
						3,8640	3,7290	**3,7965**	11,012	11,129	**11,0705**						
						4,1280	4,0260	**4,0770**	11,199	11,293	**11,2460**						
						4,4450	4,3710	**4,4080**	11,350	11,425	**11,3875**						
						4,8070	4,7550	**4,7810**	11,469	11,522	**11,4955**						
						5,2060	5,1770	**5,1915**	11,570	11,614	**11,5920**						
						5,6280	5,6110	**5,6195**	11,654	11,689	**11,6715**						
						6,0680	6,0610	**6,0645**	11,721	11,754	**11,7375**						
						6,5260	6,5220	**6,5240**	11,837	11,810	**11,8235**						
						7,4620	6,9920	**7,2270**	11,883	11,860	**11,8715**						
						7,9420	7,4680	**7,7050**	11,925	11,903	**11,9140**						
						8,4270	7,9510	**8,1890**	11,963	11,943	**11,9530**						
						8,9160	8,4380	**8,6770**	11,997	11,978	**11,9875**						
						9,4090	8,9300	**9,1695**	12,027	12,009	**12,0180**						

V1, pH1 : Volumes et pH du premier dosage
V2, pH2 : Volumes et pH du deuxième dosage

Annexe 5

Courbes de l'analyse thermogravimétrique

- Courbes de l'adhésif universel mélangé à la poudre d'émail non mordancée pendant 10, 60 et 300 secondes

- Courbes de l'adhésif universel mélangé à la poudre d'émail mordancée pendant 10, 60 et 300 secondes

- Courbes de l'adhésif universel mélangé à la poudre de dentine non mordancée pendant 10, 60 et 300 secondes

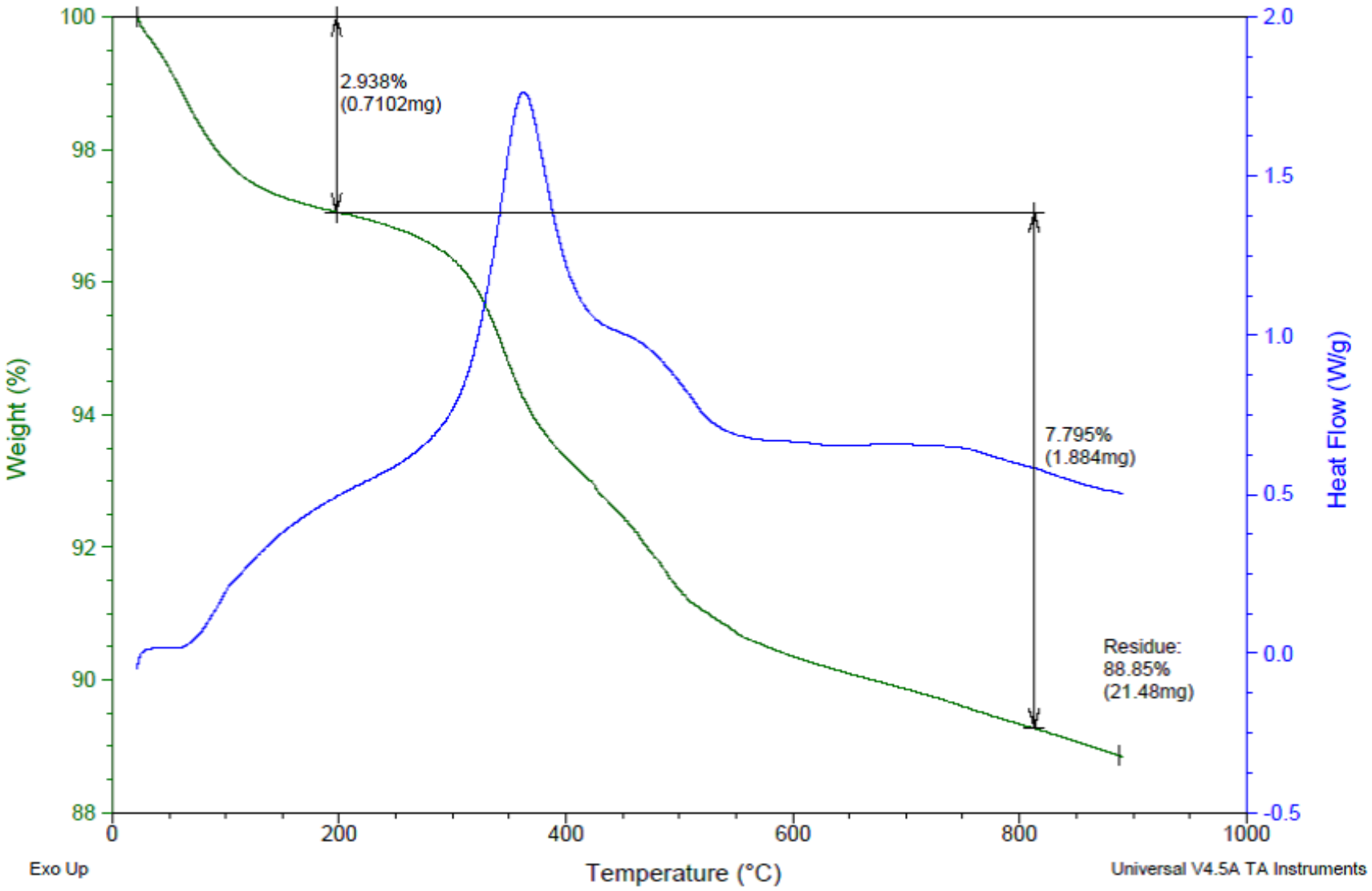
- Courbes de l'adhésif universel mélangé à la poudre de dentine mordancée pendant 10, 60 et 300 secondes

- Courbe de l'émail pur

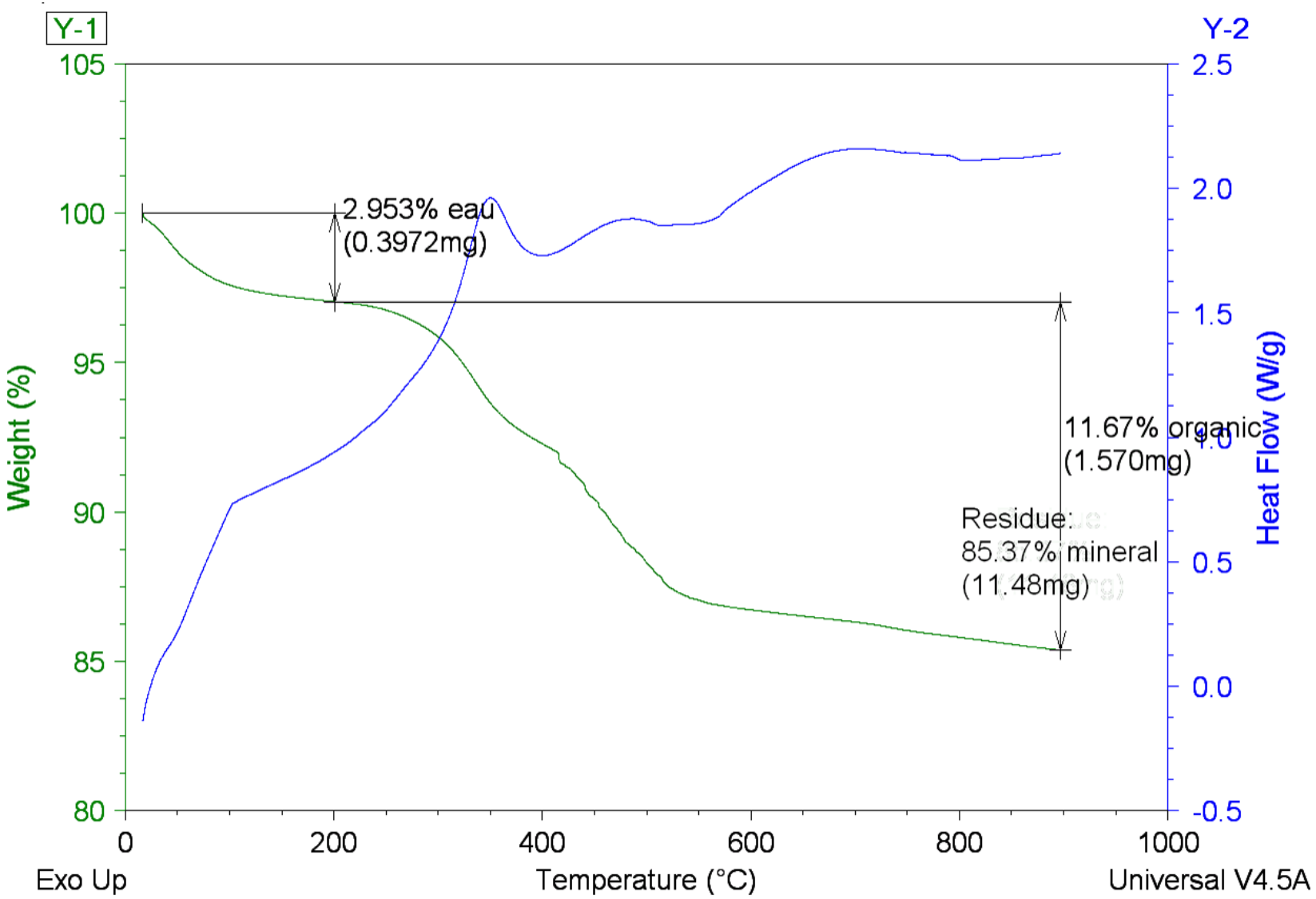
- Courbe de la dentine pure

- Courbe de la dentine mordancée

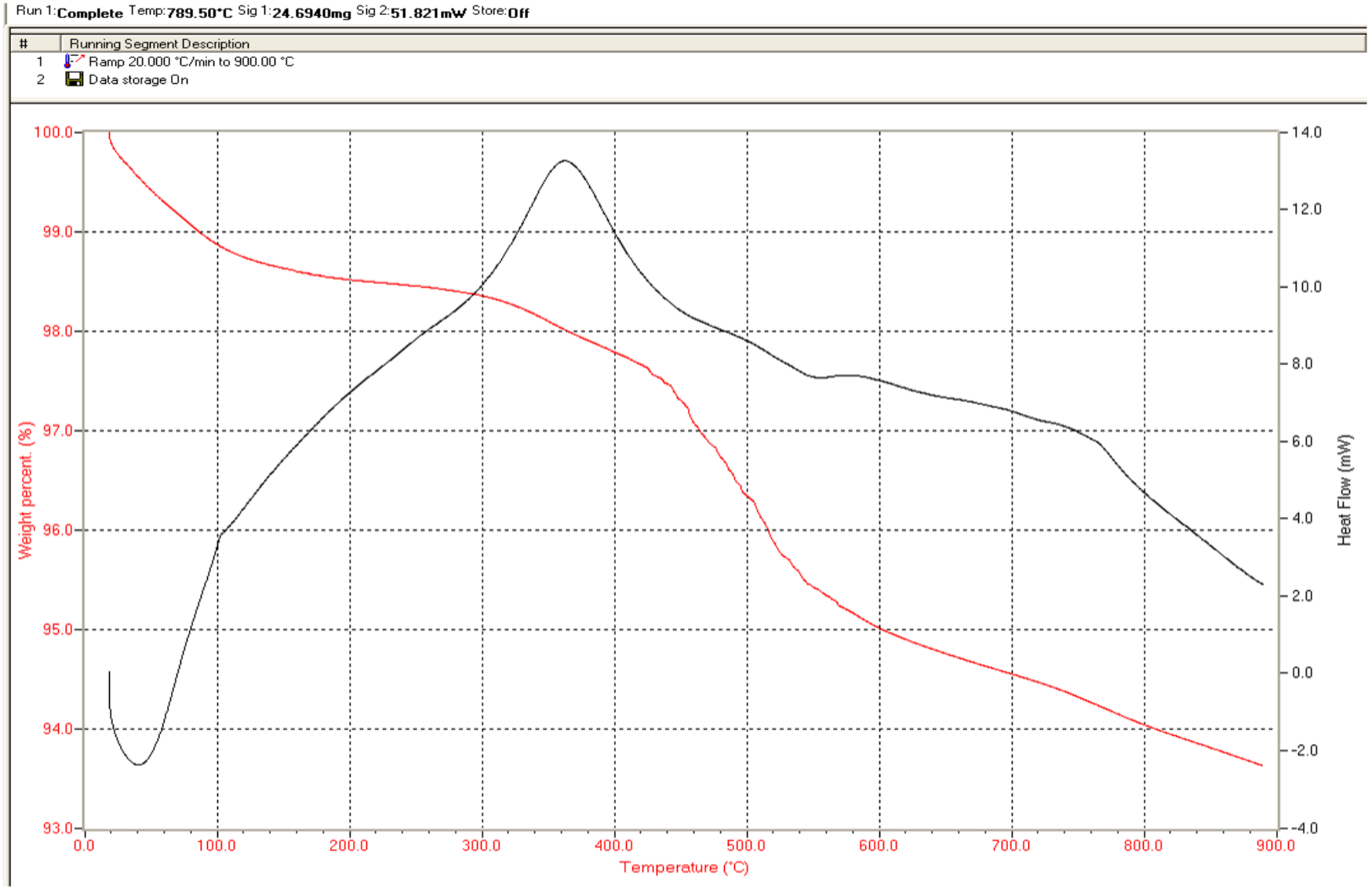
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre d'émail non mordancée pendant 10 secondes



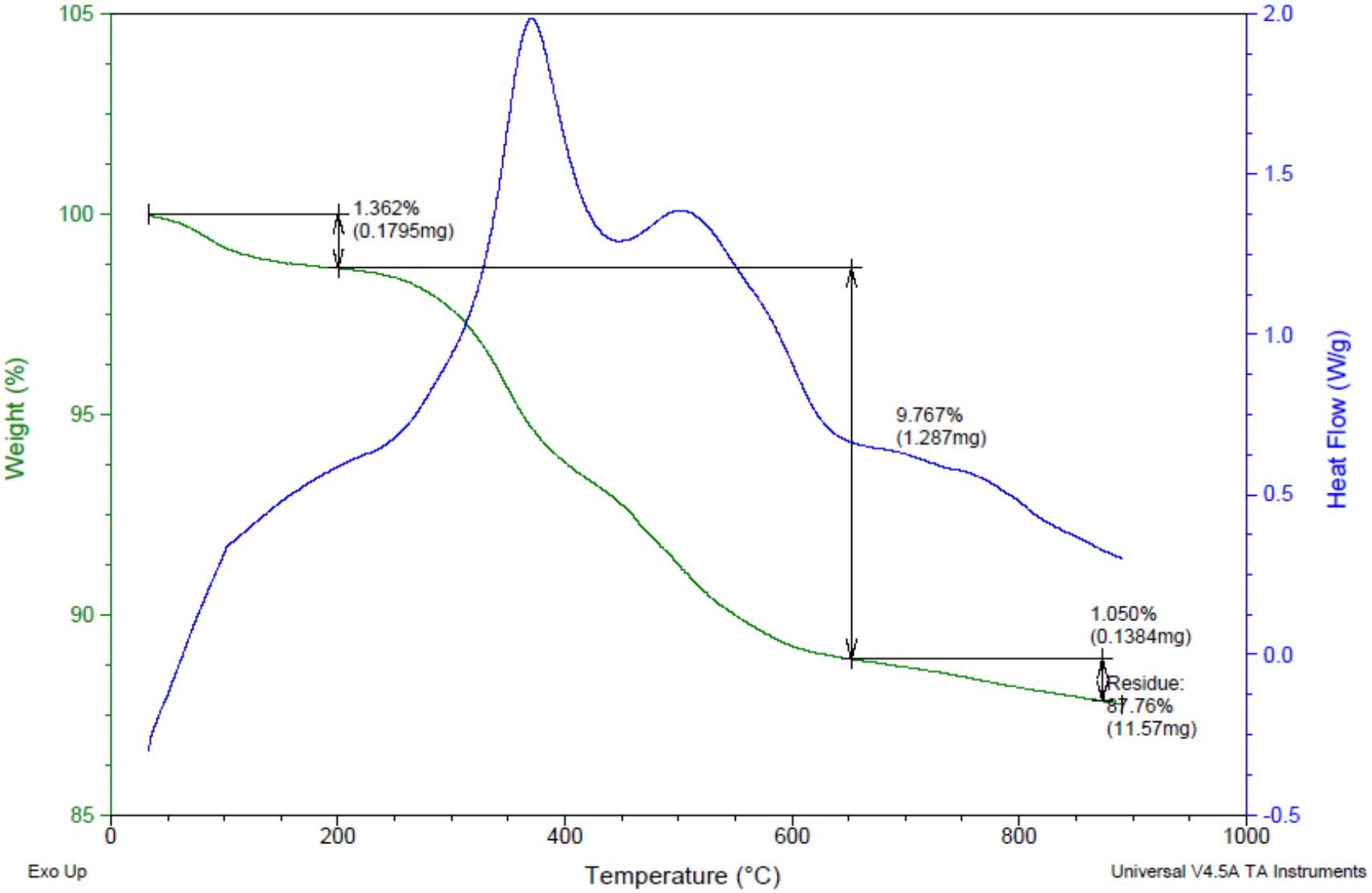
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre d'émail mordancée pendant 10 secondes



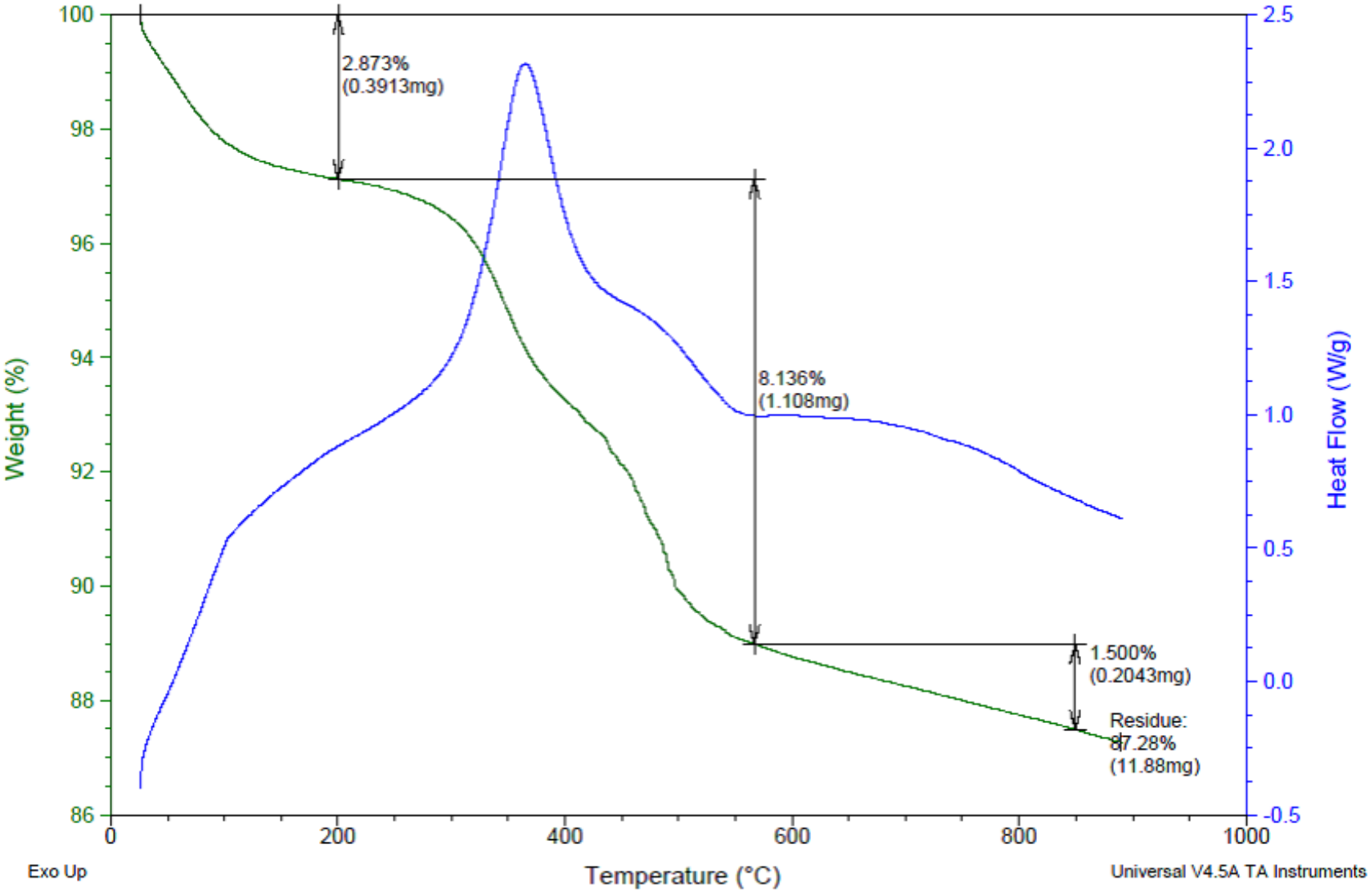
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre d'émail non mordancée pendant 60 secondes



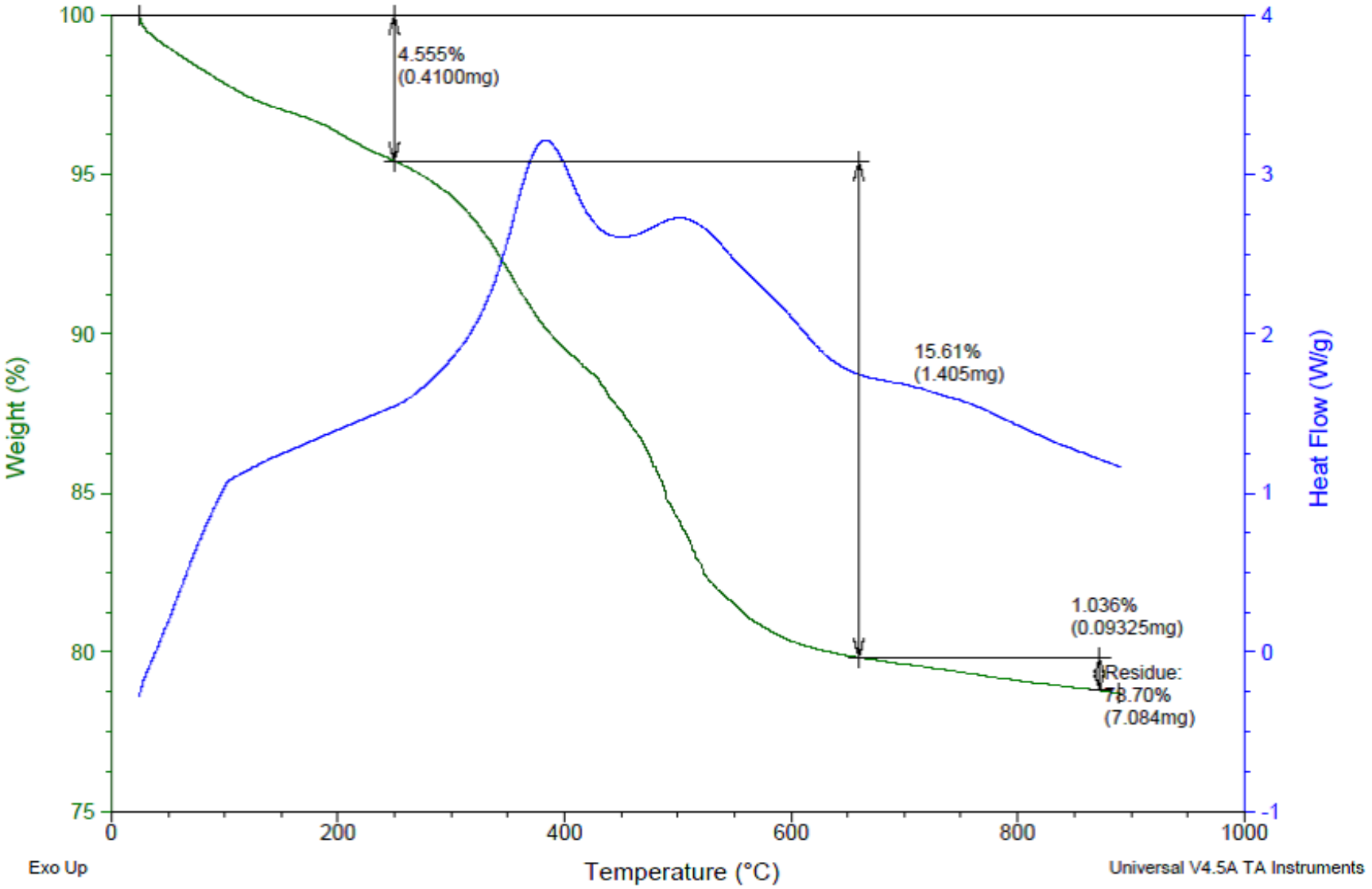
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre d'émail mordancée pendant 60 secondes



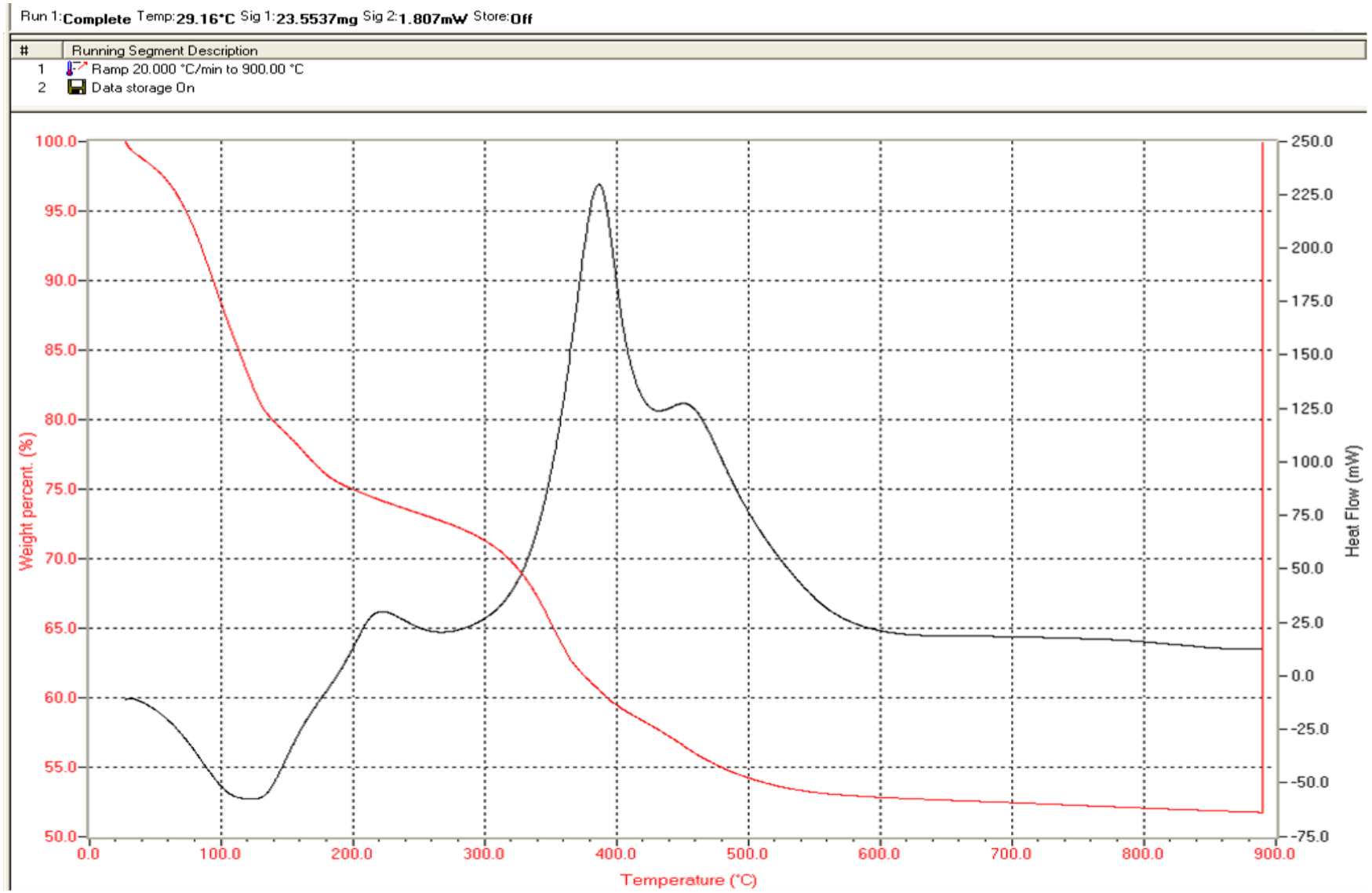
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre d'émail non mordancée pendant 300 secondes



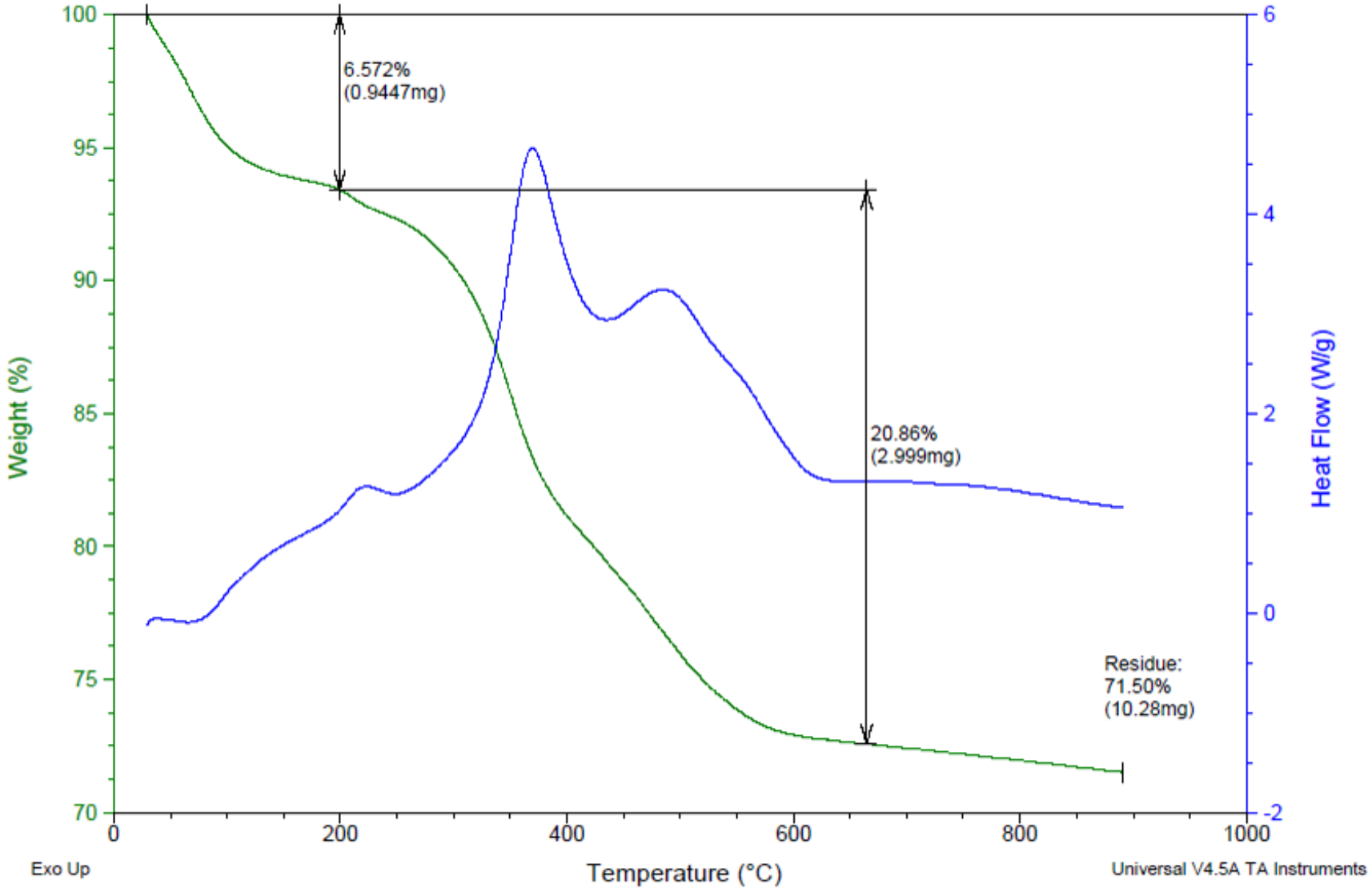
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre d'émail mordancée pendant 300 secondes



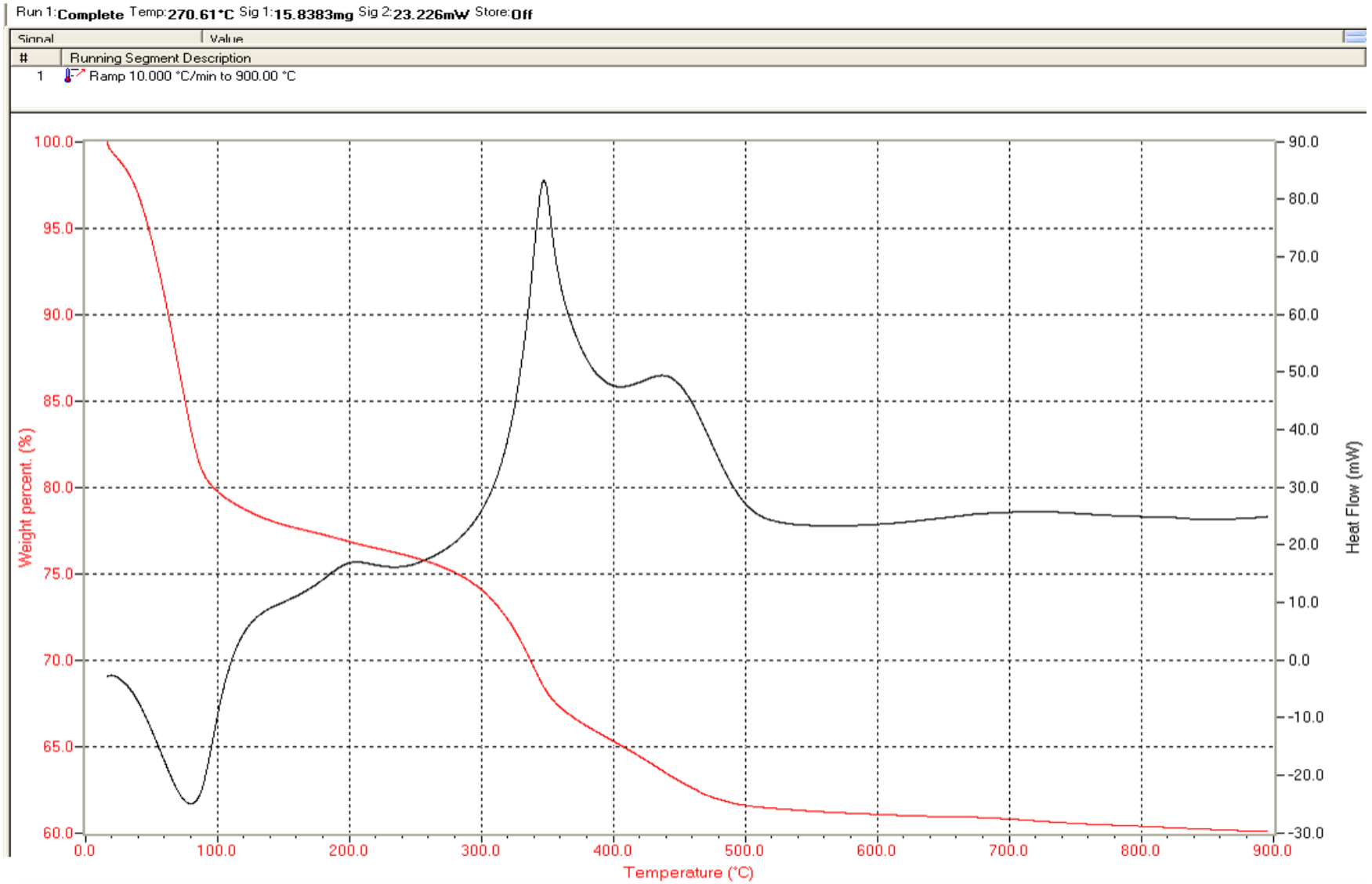
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre de dentine non mordancée pendant 10secondes



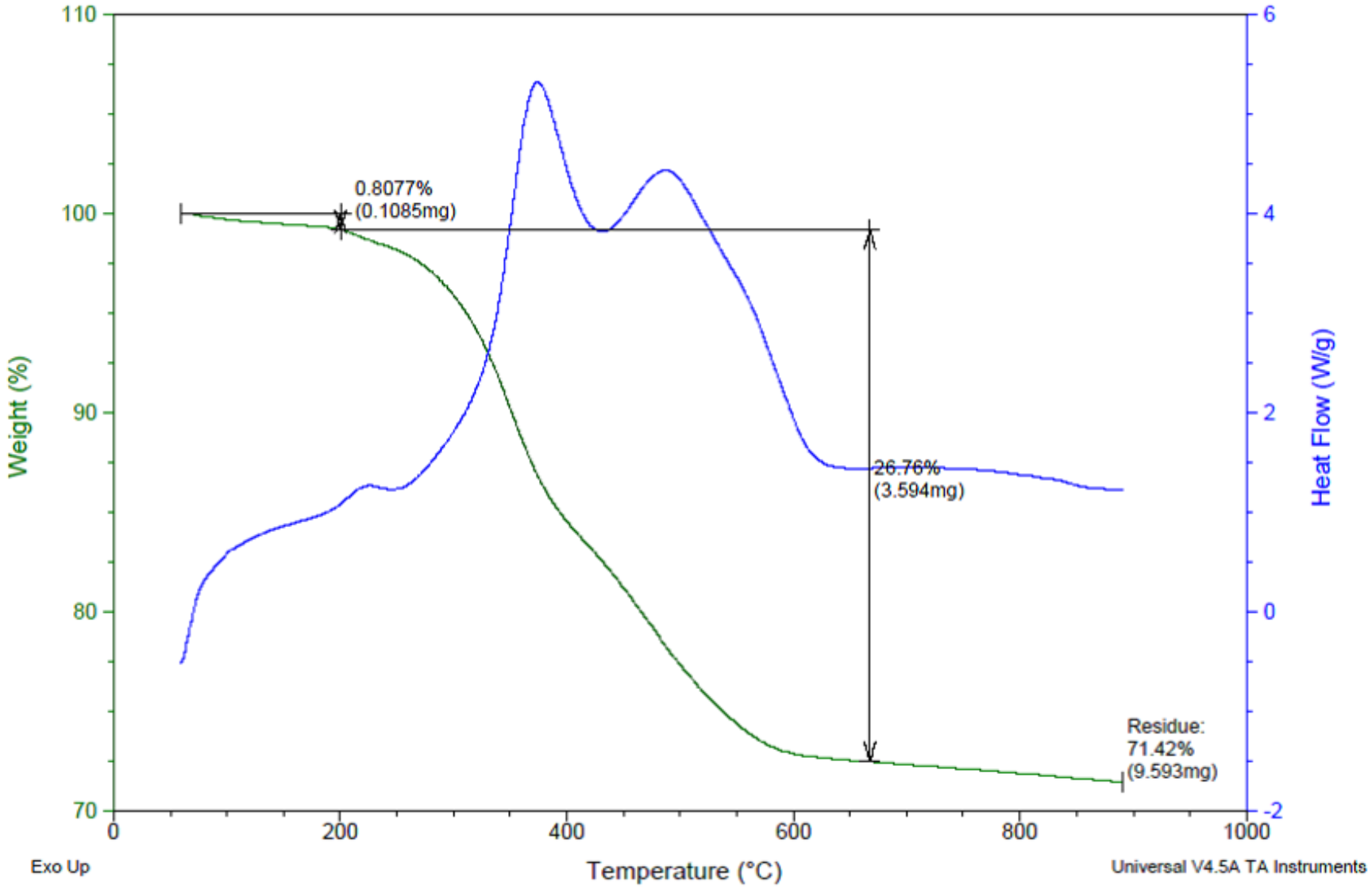
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre de dentine mordancée pendant 10 secondes



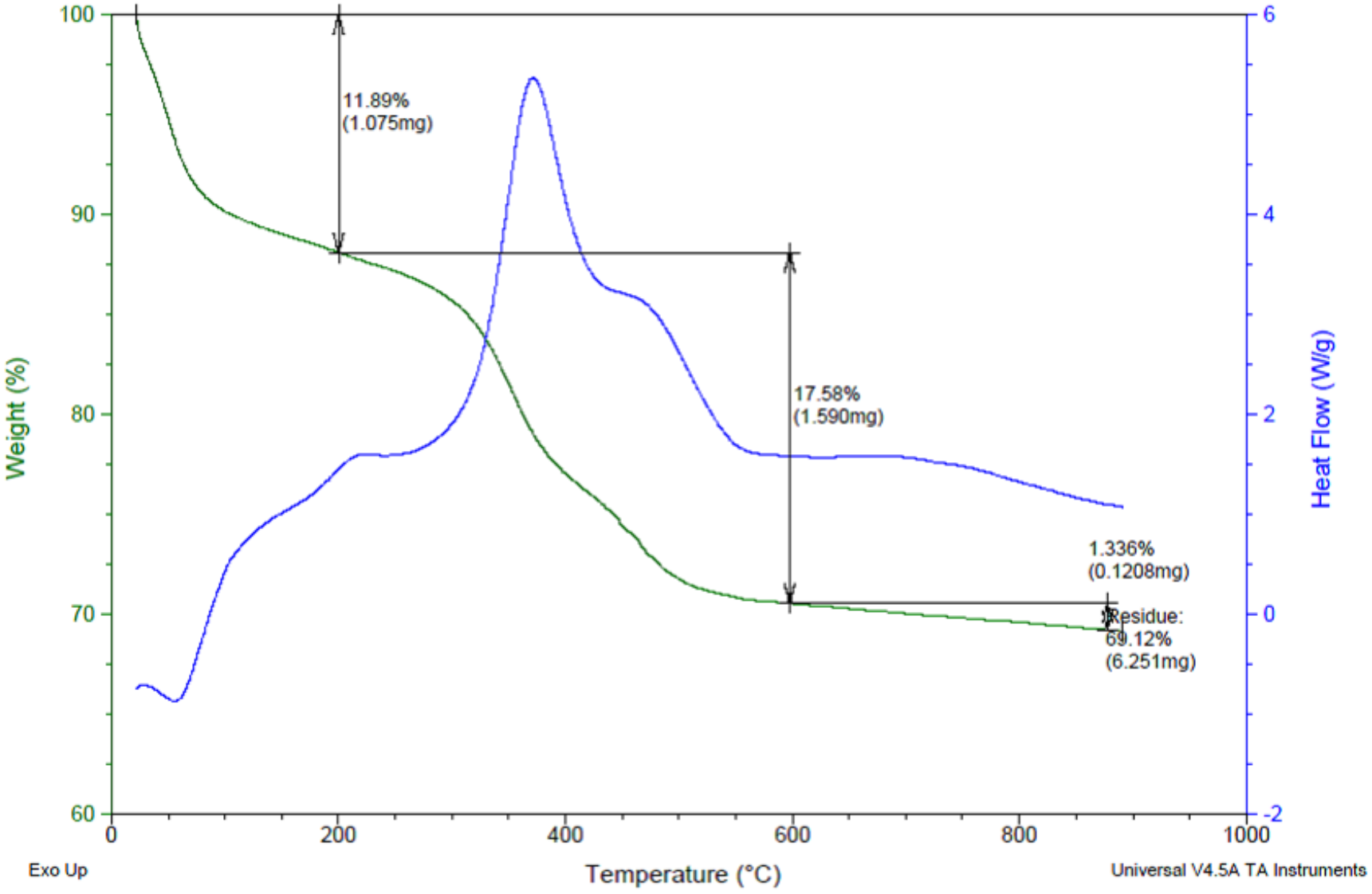
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre de dentine non mordancée pendant 60 secondes



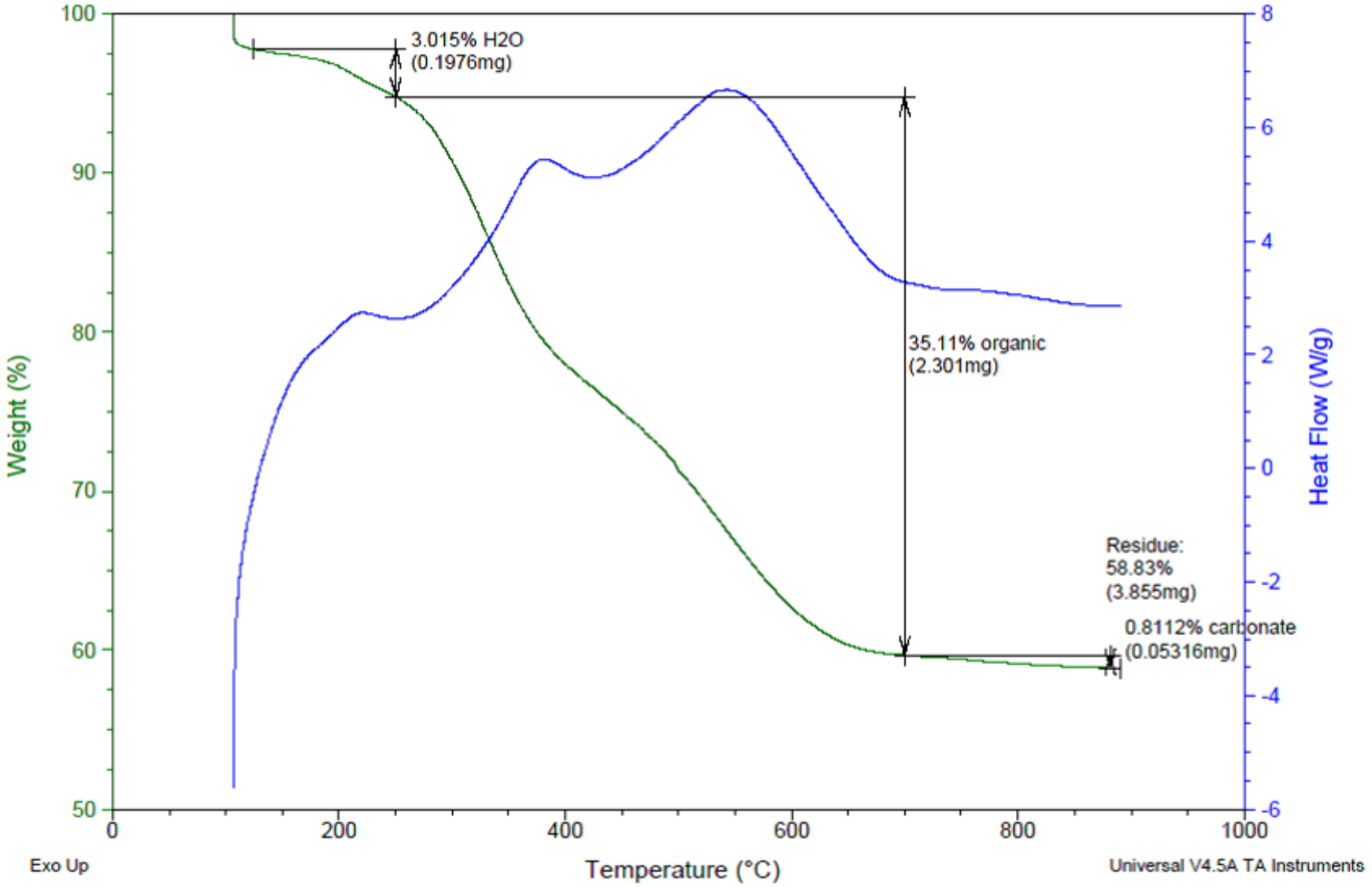
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre de dentine mordancée pendant 60 secondes



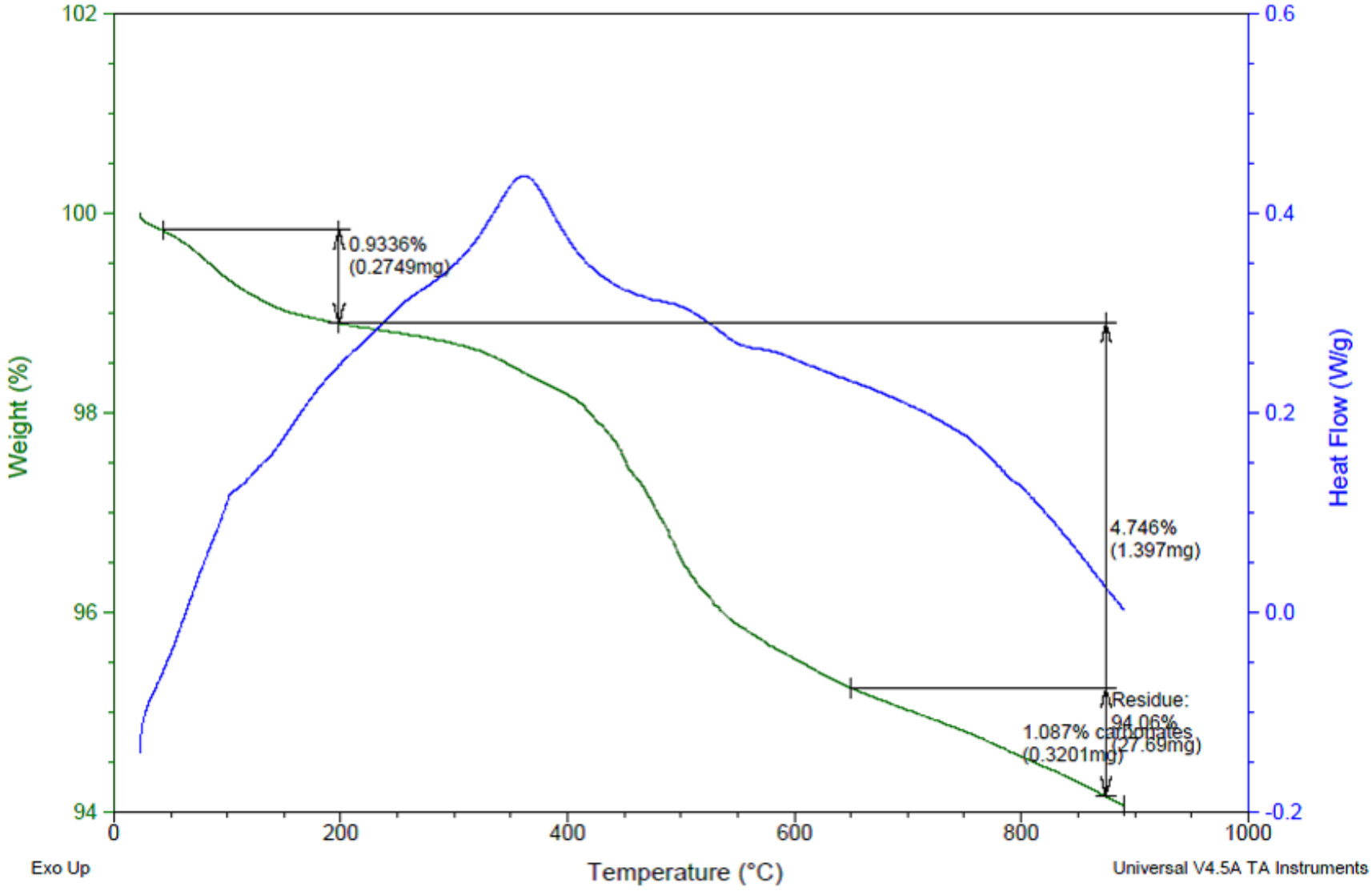
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre de dentine non mordancée pendant 300 secondes



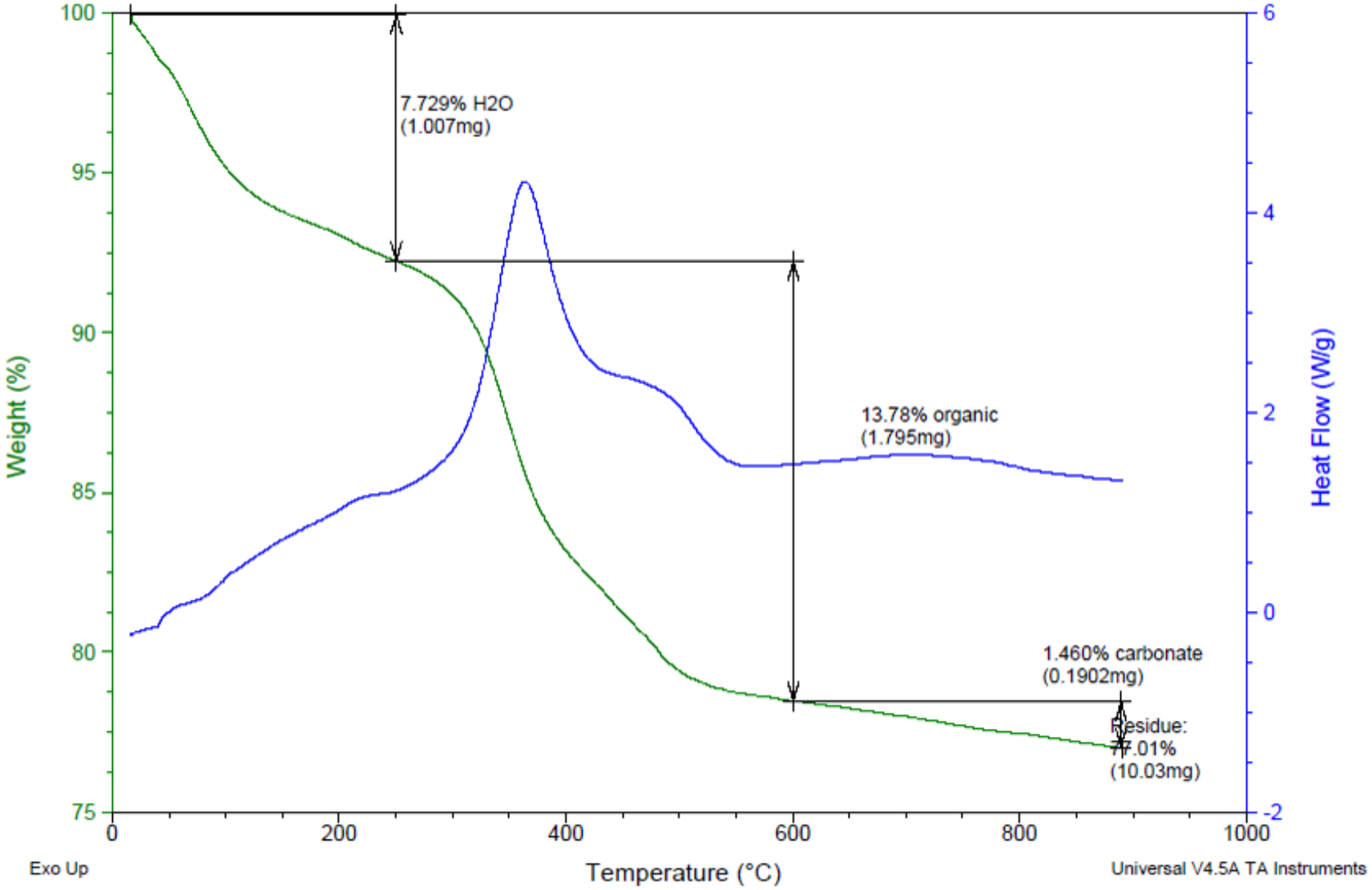
Courbe : adhésif universel mélangé à la poudre de dentine mordancée pendant 300 secondes

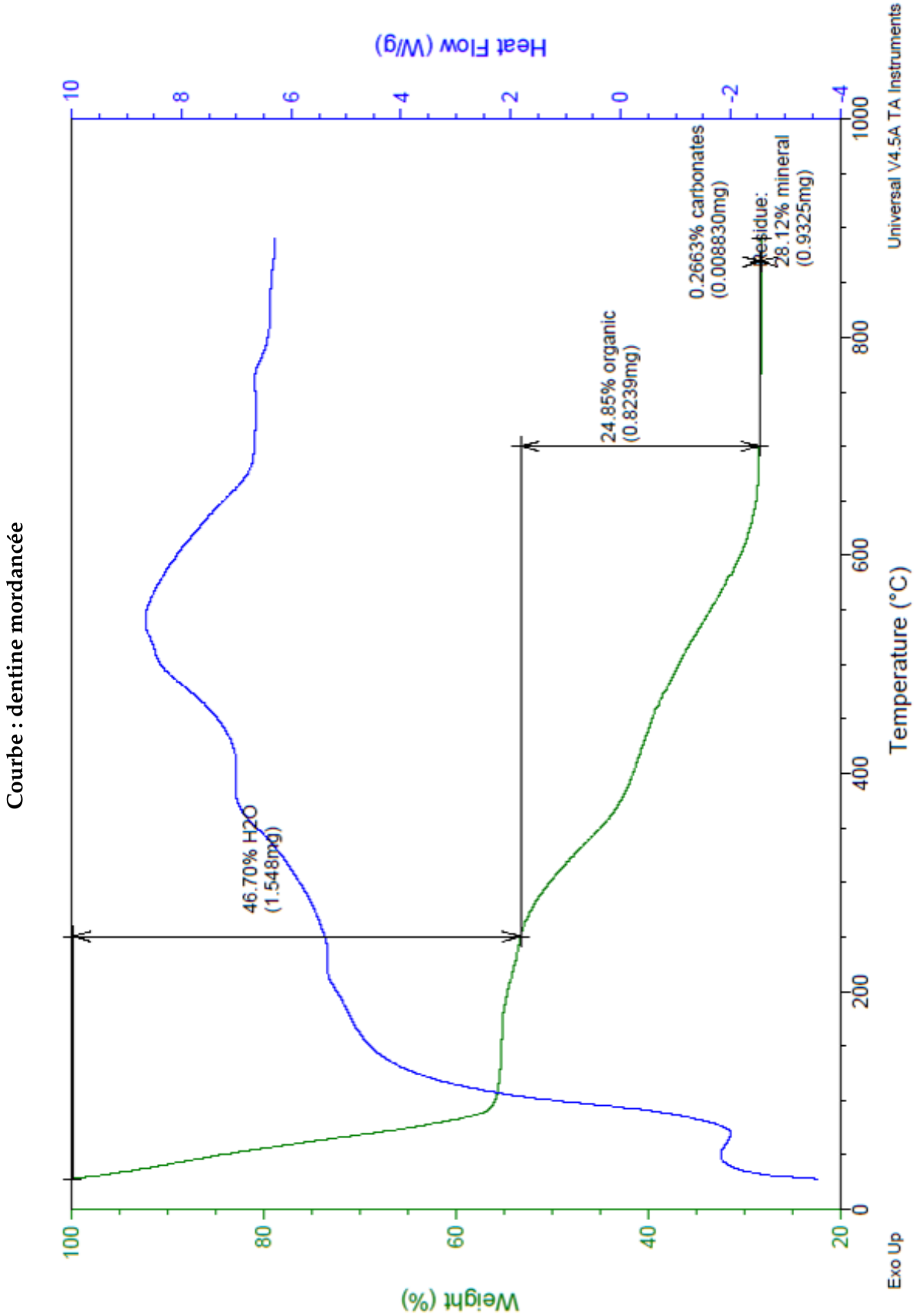


Courbe : émail pur



Courbe : Dentine pure




Courbe : dentine mordancée
Heat Flow (W/g)
Weight (%)
Temperature (°C)
Exo Up
Universal V4.5A TA Instruments
46.70% H2O
(1.548mg)
24.85% organic
(0.8239mg)
0.2663% carbonates
(0.008830mg)
Residue:
28.12% mineral
(0.9325mg)

Résumé

Objectifs : l'objectif de notre étude est d'évaluer les variations de la perméabilité dentinaire après application d'un adhésif universel appliqué en mode auto-mordançant ou à mordançage préalable. Par ailleurs, le comportement chimique du même adhésif universel est analysé sur l'émail et sur la dentine.

Matériels et méthodes : les variations de la perméabilité dentinaire ont été examinées par la technique de conductance hydraulique (Flodec – De Marco Engineering, Geneva, Switzerland). L'étude a examiné les changements de pH (pHmètre 827 pH lab WMetrohm) et les concentrations en ions H^+ de l'adhésif (Titrino 702 WMetrohm ion analysis) lorsque l'adhésif universel est mélangé avec les poudres d'émail et de dentine mordancées ou non. La perte minérale est quantifiée par spectroscopie d'absorption atomique (SpectrAA 220- Fast Sequential- Varian) et par analyse thermogravimétrique (SDQ600, TA Instruments).

Résultats : Les résultats obtenus montrent une perméabilité dentinaire non statistiquement significative entre les échantillons mordancés et non mordancés (-52,9% vs -53,9% respectivement). Les valeurs du pH montrent une augmentation régulière des pH mettant en évidence l'action tampon des tissus dentaires. L'augmentation du pH est plus marquée pour l'émail et la dentine non mordancés, statistiquement différente de celle obtenue avec l'émail et la dentine mordancés. Le dosage du calcium montre qu'il existe une différence significative lorsque l'adhésif a été testé sur l'émail mordancé ou non (moyennes d'absorbance 0.55/0.72). Sur la dentine, aucune différence n'a été démontrée $P>0,05$ (moyennes d'absorbance 0.41/0.44). De même, les résultats des analyses thermogravimétriques montrent des résultats différents pour l'émail selon le protocole d'utilisation de l'adhésif et identiques pour la dentine.

Conclusion : Les deux stratégies de collage (avec mordançage préalable ou en auto-mordançant) assurent une herméticité dentinaire satisfaisante. L'étude de l'adhésif universel testé ne montre pas de différence lorsqu'il est utilisé sur la dentine alors que sur l'émail une différence apparaît.

Mots clés : Perméabilité dentinaire, adhésif universel, conductance hydraulique, acidité, adhésion chimique, libération de calcium.

ملخص

الأهداف :

الهدف من دراستنا هو تقييم الاختلافات في نفاذية العاج بعد تطبيق لاصقة عالمية تطبق في التخريش الذاتي أو بعد التخريش الحمضي. علاوة على ذلك ، يتم تحليل السلوك الكيميائي لنفس المادة اللاصقة العالمية على المينا وعلى العاج.

المواد والطرق:

تم فحص التغييرات في نفاذية العاج بواسطة تقنية التوصيل الهيدروليكي (Flodec-De Marco Engineering, Geneva, Switzerland)

فحصت الدراسة التغيرات في الرقم الهيدروجيني (pHmètre 827 pH lab WMetrohm) وتركيزات H^+ (Titrino 702 WMetrohm ion analysis) عند خلط المادة اللاصقة العالمية مع مساحيق المينا والعاج المخرشة او الغير المخرشة.

يتم قياس فقدان المعادن بواسطة التحليل الطيفي الامتصاص الذري (SpectrAA 220-Fast Sequential-Varian) والتحليل الحراري القياسي (SDQ600, TA Instruments)

النتائج :

تظهر النتائج التي تم الحصول عليها نفاذية عاجلة غير ذات دلالة إحصائية بين العينات المخرشة وغير المخرشة (52.9%- مقابل 53.9%- على التوالي).

تظهر قيم الأس الهيدروجيني زيادة منتظمة في الرقم الهيدروجيني الذي يظهر الإجراء الوقائي لأنسجة الأسنان. تكون زيادة درجة الحموضة أكثر ملحوظة للمينا و والعاج الغير المخرشة، تختلف إحصائياً عن تلك التي تم الحصول عليها بالمينا و العاج المخرشة.

يظهر اختبار الكالسيوم أن هناك اختلافًا كبيرًا عندما تم اختبار المادة اللاصقة على المينا المخرش أو لا (يعني الامتصاص 0.72 / 0.55). على العاج، لم يظهر الفرق $P> 0.05$ (0.44 / 0.41).

و بالمثل، فإن نتائج التحاليل الحرارية تظهر نتائج مختلفة للميناء وفقا لبروتوكول استخدام اللاصق و نتائج مماثلة للعاج.

الخاتمة :

تضمن إستراتيجيتان للترابط (مع الخرش المسبق أو الخرش الذاتي) إحكامًا عاجيًا مرضيًا. إن دراسة اللصق العالمي الذي تم اختباره لا يظهر أي فرق عند استخدامه على العاج ، بينما يظهر على المينا اختلاف.

الكلمات الرئيسية : نفاذية العاج ، لاصق عالمي ، توصيل هيدروليكي ، حموضة ، التصاق كيميائي، إطلاق الكالسيوم.

Abstract

Objectives : the aim of our study was to evaluate the variations of the dentinal permeation after application of an universal adhesive both in selfetch and etch and rinse mode. Furthermore, the chemical behavior of the same adhesive on human enamel and dentin.

Materials and methods : the variations of the dentinal fluid permeation were studied by hydraulic conductance (Flodec - De Marco Engineering, Geneva, Switzerland). The study examined the pH changes (pHmètre 827 pH lab WMetrohm) and concentration of H^+ (Titrino 702 WMetrohm ion analysis) when the universal adhesive is mixed with an etched and non etched powders of enamel and dentin. The mineral loss was quantified by atomic spectroscopy (SpectrAA 220- Fast Sequential-Varian) and thermogravimetric analysis (SDQ600, TA Instruments).

Results : The obtained results show non-statistically significant fluid permeability between the etched and non etched dentinal samples (-52.9% vs -53.9% respectively). The pH values increase regularly depending on the time of contact, confirming the buffering action of dental tissues. This increase is more marked for the non etched enamel and dentin, statistically different from that obtained with the etched tissues. The dosage of calcium shows that there is a significant difference when the adhesive was tested on the etched or non etched enamel (averages of absorbance 0.55/0.72). On dentin, no difference was demonstrated $p>0,05$ (averages of absorbance 0.41/0.44). Also, thermogravimetric analysis demonstrates different results for the enamel according to the protocol of use of the adhesive and identical results for the dentin.

Conclusion : The two bonding strategies (etch-andrinse mode or self etch mode) ensure satisfactory dentine sealing. The study of the universal adhesive used with two protocols do not show a difference when applied on the dentin while on enamel a difference appears.

Keywords : Dentinal permeability, universal adhesive, hydraulic conductance, acidity, chemical adhesion, calcium release.