



**Rapport relatif à l'adhérence à la dentine d'un système
adhésif auto-mordant G6 pour la société ITENA**

**Professeur Michel Degrange
Docteur Wladimir Aranda**

Laboratoire : Unité de Recherches Biomateriaux et Interfaces
Faculté de Chirurgie Dentaire. 1, rue Maurice Arnoux 92120 Montrouge
Tél. : 01 58 07 68 01 Fax : 01 49 65 99 89 E-mail : my.degrange@wanadoo.fr
Siège social : 9, rue Louis Gourlet 94170 Le Perreux

Rapport relatif à l'adhérence à la dentine d'un système adhésif auto-mordant G6 pour la société ITENA

1- Objectifs et chronologie de l'étude

Il convient de rappeler la genèse de ce travail. Dans le cadre de l'évaluation des biomatériaux et systèmes de la gamme DENTOCCLIC, nous avons évalué l'adhérence à la dentine de l'adhésif DENTOBOND QUICK SELF-ETCHING qui est un SAM2 (système auto-mordant en 2 étapes). Nos résultats avaient été décevants à la fois en termes de moyenne d'adhérence et en termes de manipulation. L'adhérence précoce en cisaillement se situait à 9,8 MPa (écart type 3 MPa) et il était difficile d'obtenir une couche homogène lors de l'application (voir rapport de juillet 2004). Nous avons suggéré alors quelques modifications de composition.

Nous avons eu un échange riche et très ouvert sur les modifications à apporter tant au primaire qu'à la résine (bonding resin). Cette nouvelle version du SAM 2 se nommait G6. Les expérimentations ont eu lieu en Mars 2005. Une réunion plus spécifique de discussion concernant ces données et les modifications que nous pensions souhaitables, non sur le produit mais sur son mode d'emploi ont fait l'objet d'une partie de la réunion organisée à la Faculté de Chirurgie Dentaire Paris 5, le 20 mai 2005.

Le but de l'ensemble de cette démarche était d'optimiser la composition et les conditions de mise en œuvre du SAM 2 G6.

Les tests d'adhérence à la dentine sont généralement les premiers tests qui permettent d'avoir une bonne première approche du comportement d'un système adhésif dont la première qualité est de bien coller.

D'autres approches complémentaires devraient s'avérer nécessaires à l'avenir pour confirmer la performance du système, comme l'adhérence à l'émail, l'adhérence à la dentine et à l'émail

après vieillissement simulé (pour apprécier la durabilité), l'étanchéité qu'il procure aux interfaces collées (test de résistance à la pénétration de traceurs ou « microleakage test », observation de la qualité des joints en microscopie électronique à balayage.

2- Matériel et méthodes

Préparation des échantillons

Pour l'étude, 60 troisièmes molaires humaines indemnes de carie et de restauration ont été utilisées. Elles ont été réparties par tirage au sort dans 6 lots de 10 échantillons. Les dents ont été conservées dans une solution de Chloramine T à 1 % à 4°C pendant moins de trois mois après extraction. Les échantillons ont été enrobés dans une résine acrylique (Plexcil, Escil, Chassieu, France) à l'aide de moules cylindriques. Les échantillons enrobés ont ensuite été polis perpendiculairement à leur grand axe à l'aide de disques SiC de grain décroissant (# 80 à # 800) sous irrigation constante (figure 1).



Figure 1 : Échantillon de dentine coronaire enrobé et poli avant collage (à gauche). É échantillon après application de l'adhésif et du composite avant essai (à droite)

Pour chaque échantillon, l'application du système adhésif testé a été réalisée selon les modes opératoires décrits au paragraphe suivant.

Un moule cylindrique composé de 2 hémicylindres de Teflon (diamètre interne = 3 mm - hauteur = 4 mm) (figures 2) a été placé sur chaque échantillon et rempli par deux couches successives d'un composite micro hybride (Z100, teinte A3 - 3M/ESPE), photo polymérisés 20 secondes chacune avec une lampe halogène (Optilux 401-Kerr-hawe) dont l'irradiance a été contrôlée à 600 mW/cm².

Tous les tests ont été réalisés par un même opérateur (Dr Wladimir Aranda).



Figure 2 : *Moule permettant la réalisation des plots de composite*

Après collage du plot de composite, les échantillons de tous les lots sauf un ont été stockés dans l'eau distillée à température ambiante. Les éprouvettes d'un lot (G6PD37) ont été situées dans de l'eau à 37°C avant essai. Les échantillons ont été testés entre 10 et 20 minutes suivant le collage. C'est **un test d'adhérence précoce** (Early Bond Strength Test). Ces éprouvettes sont alors placées à l'intérieur d'un dispositif de cisaillement constitué par un porte-échantillon et une guillotine coulissant sans frottement (figure 3). Le test de cisaillement est conduit dans une machine de traction universelle (LRX, Lloyd Instruments, England) avec une vitesse de déplacement de 5 mm /min.



Figure 3 : *Dispositif de cisaillement type « guillotine » monté sur la machine de traction*
Les expérimentations ont été conduites sur trois période : début Mars 2005, fin mai 2005 et début décembre 2005.

Lots expérimentaux correspondant à l'évaluation du SAM 2 G6

Lot DentoBond Quick Self-etching.

Les références des lots testés sont les suivantes :

DentoBond Quick adhesive, Primaire : lot : 4101PQP 06/2006

DentoBond Quick Adhesive , Résine (Bond) lot: 4102PQBCH 06/2006

Ce lot correspond au lot testé en juillet 2004. Il a été refait en mars 2005 pour que les conditions de comparaisons soient bien codifiées.

Conditions de mise en oeuvre

1. Application d'une quantité suffisante de « DentoBond Primer » sur les surfaces dentinaires préalablement séchées. Laisser agir pendant 10 sec.
2. Élimination des excès avec un jet d'air latéral
3. Application du Bond en quantité suffisante
4. Évaporation du solvant avec un jet d'air pendant 10 sec jusqu'à ce que la résine apparaisse figée.
5. Si la surface n'est pas complètement recouverte, ré-appliquer une couche de Bond.
6. Photo polymérisation pendant 20 sec.

Lot G6

Les références des lots testés sont les suivantes :

G6 Primer lot: AV170205R&D 02/2007

G6 BOND lot: AV170205R&D 02/2007

Conditions de mise en oeuvre

1. Application de 2 couches successives du PRIMER sur la surface dentinaire sèche ou humide (blott-dried) ; laisser agir pendant 10 sec.
2. Élimination la plus complète possible du primaire avec un jet d'air latéral
3. Application abondante de la résine adhésive (Bond)
4. Étalement le plus complet possible (le mode d'emploi disait « élimination ») de la couche d'adhésif à l'aide d'un jet d'air latéral
5. Photo polymérisation pendant 20 sec.
6. Application d'une deuxième couche de « Bond »
7. Étalement de la deuxième couche avec jet d'air latéral et puissant.
- 8- Application du composite (sans avoir polymérisé spécifiquement cette seconde couche)

Les échantillons sont stockés avant essai dans de l'eau distillée à température ambiante.

Lot G6PDTA

Les produits testés sont les mêmes que ceux du lot G6.

Les conditions de mise en oeuvre sont celles du lot DentoBond Quick Self-Etching.

Ce lot permet de quantifier les éventuelles améliorations procurées par le G6 sur le DentoBond Quick Self-Etching avec un protocole de mise en oeuvre identique.

Les échantillons sont stockés avant essai dans de l'eau distillée à température ambiante.

Lot G6PDT37

Les produits testés sont les mêmes que ceux des lots G6 et G6PDTA

Les conditions de mise en œuvre sont celles du lot précédent, c'est à dire les même que celles du lot DentoBond Quick Self-Etching.

Les échantillons sont stockés avant essai dans de l'eau distillée à 37°C. Nous avons décidé de faire ce lot pour vérifier l'influence de la température (buccale) sur les performances précoces du matériau. Toute réaction chimique étant activée par la température, c'est le degré de polymérisation de l'adhésif qu'il faudra indirectement analyser

Lot G6SP

Les produits testés sont les mêmes que ceux des lots G6 précédents

Le protocole est identique à celui du lot G6PDTA, mais le primaire et l'adhésif ont été simplement appliqués sans aucune pression. Le manipulateur a également séché les différentes couches déposées, assez violemment comme cela est indiqué dans le mode d'emploi. Ce lot a été réalisé pour contrôler 2 paramètres indiquant l'éventuelle sensibilité du produit lors de mise en œuvre : la pression lors de l'application et les modes de séchage.

Lot G6PO

Après avoir analysé les résultats obtenus dans les lots précédents, nous avons élaboré un protocole dit « optimisé » :

- 1 Application d'une quantité suffisante de «G6 Primer » sur la surface de dentine préalablement séchée en frottant le produit pendant 10 secondes avec une micro-brosse. Laisser agir pendant 5 sec.
- 2 Séchage de cette première couche avec un jet d'air de puissance progressive pendant 5 secondes (la pression d'air maximale n'est appliquée que quand la couche est figée ; ce séchage permet l'élimination la plus complète possible des solvants et de l'eau)..
- 3 Application du Bond en quantité suffisante
- 4 Répartir la résine soigneusement avec un léger jet d'air comprimé pendant 5 secondes. Dès que la couche est figée sécher plus fortement 5 secondes supplémentaires. La surface de dentine, doit être brillante et uniforme à ce stade.

5 Photo polymériser pendant 20 sec.

Analyse statistique des résultats

Pour l'étude concernant le G6 et ses différentes conditions de mise en œuvre, l'analyse globale a été conduite à l'aide du test d'analyse de la variance à un facteur (ANOVA1). La comparaison lot par lot a été ensuite réalisée avec un test *a posteriori* de Fischer au seuil significatif de 5% ($p =$ ou $< 0,05$)

3- Résultats

Résultats relatifs à l'adhésif G6

Les valeurs des moyennes d'adhérence, écarts types (déviations standard) et coefficients de variation sont regroupés dans le tableau 1.

Les comparaisons des différences statistiquement significatives entre chaque lot par le test de Fischer sont indiquées dans le tableau 2

Lot	Nombre	Moyenne MPa	Dév. Std. MPa	coef Var %
DBQSE	10	9,11 d	1,4	15,5
G6	10	14,76 c	3,2	21,4
G6SP	10	14,94 c	1,3	9,0
G6PDT37°	10	20,40 a	1,3	6,6
G6PDTA	10	17,76 b	0,8	4,6
G6PO	10	19,40 ab	2,6	13,4

Tableau 1 : valeurs des moyennes d'adhérence, écarts types (déviations standard) et coefficients de variation. Les valeurs moyennes indexées par la même lettre ne sont pas différentes sur le plan statistique.

L'analyse de la variance montre qu'il existe une différence hautement significative entre l'ensemble des 6 lots comparés ($p = 0,0001$ avec $F = 43,77$). Cette différence autorise la comparaison lot par lot.

Le lot témoin (DBQSE) correspond au Dentobond. Nous avons retrouvé des valeurs d'adhérences quasi identiques à celles de la première expérimentation de 2004 (9.1 contre 9.3 MPa).

	DBQSE	G6	G6SP	G6PDT37°	G6PDTA	G6PO
DBQSE		<,0001	<,0001	<,0001	<,0001	<,0001
G6			ns	<,0001	0,0012	<,0001
G6SP				<,0001	0,0022	<,0001
G6PDT37°					0,004	ns
G6PDTA						ns
G6PO						

Tableau 2 : Comparaison deux à deux des différents lots par le test PLSD de Fischer. Les lots statistiquement différents sont indiqués par la valeur de p. Les lots non statistiquement différents sont marqués par ns ($p > 0,05$).

Tous les autres lots correspondant à l'adhésif G6 présentent des valeurs d'adhérence significativement meilleures que le lot témoin.

Les moyennes les plus élevées correspondent au lot stocké dans de l'eau à 37°C, ce qui illustre l'influence de la température sur le degré de polymérisation. Mais ceci est presque anecdotique. Quoi qu'il en soit, ce lot n'est pas différent du lot G6PO réalisé à température ambiante avec un mode d'emploi optimisé.

Les différences enregistrées entre les lots de G6 à température ambiante, révèlent l'importance de la manipulation sur les performances d'un même système. Le rôle de la pression exercée lors de l'application et du mode de séchage sont attestés par les comparaisons entre les lots G6SP et G6PO.

4- Conclusions et synthèse

- Les modifications de composition suggérées au fabricant permettent une amélioration de 50 à presque 100 % des performances d'adhérence à la dentine, ce qui est considérable.
- L'application du G6 est plus conviviale. Les couches appliquées, comparées à celles du DENTOBOND Quick SE, présentent une meilleure homogénéité. Cet aspect après séchage et avant polymérisation, est un contrôle utile pour l'opérateur.
- Le mode d'emploi optimisé que nous proposons procure les meilleures valeurs d'adhérence à température constante. Ce protocole est par ailleurs plus simple (nombre de séquences) et plus rapide (temps global) de mise en œuvre.
- Il s'agira maintenant de valider ces performances dans le cadre des séances « Batailles de l'Adhésion » que nous organisons, au cours desquelles les adhésifs sont évalués par les omnipraticiens. Ces séances permettent notamment une bonne approche de la tolérance des adhésifs à la manipulation.
- Des approches complémentaires s'imposent dorénavant pour apprécier le potentiel d'étanchéité procuré par G6 aux interfaces composite-cavité. Il conviendra également de vérifier la compatibilité de ces systèmes avec les composites de reconstitution (type Dentocore) et colles duales (type Dentocem) lorsque ces composites et colles ne prennent qu'en mode « chémo-polymérisation », c'est-à-dire sans apport de lumière. C'est un point essentiel pour la qualité des reconstitutions corono-radiculaires pré-prothétiques.

ANNEXES

Tableau de l'ensemble des valeurs d'adhérence correspondant à l'étude G6

(en jaune = moyenne)

DBQSE	G6	G6PDTA	G6PDT37°	G6PSP	G6PO
10,87	12,81	16,5	19,35	13,55	17,02
7,49	10,74	17,21	21,67	14,72	17,09
10,42	14,07	17,61	19,45	14,25	15,05
8,51	13,01	17,8	18,04	17,53	21,96
8,31	13,09	18,21	20,03	14,14	18,95
8,43	13,33	18,53	21,33	16,09	21,97
8,85	18,08	17,21	19,57	13,67	17,6
8,33	14,47	16,94	20,67	14,91	22,33
11,84	16,31	18,56	22,38	16,54	20,39
8,14	21,69	19,09	21,56	14,01	21,64
9,119	14,76	17,77	20,41	14,94	19,4