

**UNIVERSITE DE LILLE**

**FACULTE DE CHIRURGIE DENTAIRE**

Année de soutenance : 2019

N°:

THESE POUR LE

**DIPLOME D'ETAT DE DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE**

Présentée et soutenue publiquement le 15 Octobre 2019

Par Théo HONOREZ

Né le 22 MAI 1994 à Croix - France

Application des silanes dans les protocoles de collage des reconstitutions en  
céramique : Etude comparative d'un silane auto-mordançant.

**JURY**

Président :	Monsieur le Professeur Pascal BEHIN
Assesseurs :	Monsieur le Docteur Philippe ROCHER
	<u>Monsieur le Docteur Philippe BOITELLE</u>
	Monsieur le Docteur William PACQUET

Président de l'Université	:	Pr. J-C. CAMART
Directeur Général des Services de l'Université	:	P-M. ROBERT
Administrateur Provisoire	:	Pr E. DEVEAUX
Responsable des Services	:	S. NEDELEC
Responsable de la Scolarité	:	M. DROPSIT

## **PERSONNEL ENSEIGNANT DE L'U.F.R.**

### **PROFESSEURS DES UNIVERSITES :**

P. BEHIN	Prothèses
T. COLARD	Fonction-Dysfonction, Imagerie, Biomatériaux
E. DELCOURT-DEBRUYNE	Professeur Emérite Parodontologie
<b>C. DELFOSSE</b>	Responsable du Département d' <b>Odontologie Pédiatrique</b>
E. DEVEAUX	Dentisterie Restauratrice Endodontie <b>Administrateur provisoire de la Faculté</b>

## MAITRES DE CONFERENCES DES UNIVERSITES

K. AGOSSA	Parodontologie
T. BECAVIN	Dentisterie Restauratrice Endodontie
A. BLAIZOT	Prévention, Epidémiologie, Economie de la Santé, Odontologie Légale.
P. BOITELLE	Prothèses
<b>F. BOSCHIN</b>	Responsable du Département de <b>Parodontologie</b>
<b>E. BOCQUET</b>	Responsable du Département d' <b>Orthopédie Dento-Faciale</b>
<b>C. CATTEAU</b>	Responsable du Département de <b>Prévention, Epidémiologie, Economie de la Santé, Odontologie Légale.</b>
A. de BROUCKER	Fonction-Dysfonction, Imagerie, Biomatériaux
M. DEHURTEVENT	Prothèses
T. DELCAMBRE	Prothèses
F. DESCAMP	Prothèses
A. GAMBIEZ	Dentisterie Restauratrice Endodontie
F. GRAUX	Prothèses
<b>P. HILDEBERT</b>	Responsable du Département de <b>Dentisterie Restauratrice Endodontie</b>
C. LEFEVRE	Prothèses
J.L. LEGER	Orthopédie Dento-Faciale
M. LINEZ	Dentisterie Restauratrice Endodontie
T. MARQUILLIER	Odontologie Pédiatrique
G. MAYER	Prothèses
<b>L. NAWROCKI</b>	Responsable du Département de <b>Chirurgie Orale</b> Chef du Service d'Odontologie A. Caumartin - CHRU Lille
<b>C. OLEJNIK</b>	Responsable du Département de <b>Biologie Orale</b>
P. ROCHER	Fonction-Dysfonction, Imagerie, Biomatériaux
L. ROBBERECHT	Dentisterie Restauratrice Endodontie
<b>M. SAVIGNAT</b>	Responsable du Département des <b>Fonction-Dysfonction, Imagerie, Biomatériaux</b>
T. TRENTESAUX	Odontologie Pédiatrique
<b>J. VANDOMME</b>	Responsable du Département de <b>Prothèses</b>

### ***Réglementation de présentation du mémoire de Thèse***

Par délibération en date du 29 octobre 1998, le Conseil de la Faculté de Chirurgie Dentaire de l'Université de Lille a décidé que les opinions émises dans le contenu et les dédicaces des mémoires soutenus devant jury doivent être considérées comme propres à leurs auteurs, et qu'ainsi aucune approbation, ni improbation ne leur est donnée.

*Aux membres du jury...*

**Monsieur le Professeur Pascal BEHIN**

**Professeur des universités – Praticien Hospitalier des CSERD**

*Section Réhabilitation Orale*

*Département Prothèses*

Docteur en Chirurgie Dentaire

Certificat d'Etudes Supérieures de Biomatériaux dentaires (Paris V)

Certificat d'Etudes Supérieures de Prothèse Fixée (Paris V)

Docteur en Odontologie de l'Université Paris DESCARTES (Paris V)

Habilitation à Diriger des Recherches (Université de Lille)

Responsable Unité Fonctionnelle de Prothèses

*Vous me faites l'honneur de présider ce jury et je vous en remercie. Vous êtes pour moi un exemple de sérieux et de perfectionnisme dans l'accomplissement de l'art dentaire. Veuillez trouver, dans ce travail, le témoignage de mon profond respect et de mon admiration.*

**Monsieur le Docteur Philippe ROCHER**

**Maître de Conférences des Universités – Praticien Hospitalier des CSERD**

*Section Réhabilitation Orale*

*Département Sciences Anatomiques*

Docteur en Chirurgie Dentaire

Docteur en Odontologie de l'Université de Lille 2

Maîtrise des Sciences Biologiques et Médicales

Diplôme d'Etudes Approfondies de Génie Biologique et Médicale - option

Biomatériaux

Diplôme Universitaire de Génie Biologique et Médicale

Certificat d'Etudes Supérieures de Biomateriaux

*Vous me faites l'honneur de faire partie de mon jury et je vous en remercie. Vous avez toujours su rendre notre formation concrète et adaptée. Vous faites part d'une bienveillance sans égale envers les étudiants.*

*J'espère que vous trouverez dans ce travail le reflet de la pédagogie dont vous savez faire preuve.*

**Monsieur le Docteur Philippe BOITELLE**

**Maître de Conférences des Universités – Praticien Hospitalier des CSERD**

*Section Réhabilitation Orale*

*Département Prothèses*

Docteur en Chirurgie Dentaire

*Vous avez su trouver les mots pour me guider dans le choix de mon sujet de thèse et avez accepté sans condition de diriger mon travail. Je vous remercie de m'avoir accompagné et éclairé tout au long de cette année. Vous avez toujours réussi à maintenir ma motivation au plus haut niveau pour mettre en place des expériences en laboratoire, ce qui m'a permis de rencontrer des personnes très intéressantes et de mettre un pied dans le monde de la recherche scientifique. Votre attrait pour la technologie et la dentisterie de demain est un exemple pour moi, et malgré votre emploi du temps vous avez su être disponible, connecté et à l'écoute. J'espère que vous trouverez dans cet ouvrage toute ma reconnaissance et la fierté d'achever ce travail à vos côtés.*

**Monsieur le Docteur William PACQUET**

**Assistant Hospitalo-Universitaire des CSERD**

*Section Réhabilitation Orale*

*Département Sciences Anatomiques*

Docteur en Chirurgie Dentaire

*Vous avez sans hésitation accepté de faire parti de mon jury de thèse et je vous en remercie. Votre intérêt scientifique et votre motivation à suivre l'évolution de la dentisterie sont des exemples pour les jeunes praticiens.*

*Je dédie cette thèse...*

**Au Docteur Alain DELAHAYE et à son assistante Vanessa** : Merci beaucoup de m'avoir accepté au sein de votre cabinet, de m'avoir fait confiance. Merci d'être disponible à chaque instant pour me conseiller et m'aider aussi bien dans mes choix thérapeutiques que dans la gestion des patients et du cabinet.

**Au Docteur Florence AUSECACHE** : Merci pour ces bons moments passés en implantologie en T1, vous êtes un exemple de dentiste motivée et appliquée.

**Au Docteur Colas LEMOY** : Merci beaucoup de m'avoir partagé vos travaux sur le silane qui m'ont vraiment inspiré et guidé dans ma compréhension du sujet. Votre thèse est impressionnante de précision et de pédagogie.

**Au Docteur Fabien GRESSIER, et aux Docteurs MYON et ZAKHAR ainsi que leurs assistantes** : Merci de m'avoir ouvert les portes de votre cabinet et d'avoir soigneusement recueilli des dents pour mes expériences en laboratoire.

**À Monsieur Chakib TALEB, responsable scientifique de la société Ivoclar Vivadent** : Merci pour votre disponibilité et de m'avoir fourni le matériel nécessaire pour mes expériences.

**À Monsieur le Docteur Jean-Pierre ATTAL** : Merci de m'avoir indirectement accepté dans votre laboratoire. Votre professionnalisme, votre pédagogie et votre intérêt scientifique forcent ma profonde admiration.

**À Monsieur Stéphane LEGOFF** : Merci de m'avoir accueilli au laboratoire, d'avoir été disponible, de bon conseil et à l'écoute pour réaliser mes expériences.

**À Monsieur Nicolas LEBON** : Merci beaucoup d'avoir mis votre savoir-faire et votre ingéniosité au service de mes recherches.

**À Monsieur Kyo SHINDO** : Merci de m'avoir accompagné sur la réflexion et les recherches scientifiques nécessaires à mon travail.



# Table des matières

<b>Introduction</b> .....	<b>16</b>
<b>1 Les protocoles de collage des céramiques : rappels et principes</b> .....	<b>17</b>
1.1 Collage et adhésion : définitions .....	17
1.2 Le collage .....	18
1.2.1 L'importance du champ opératoire .....	18
1.3 L'interface dent/colle .....	19
1.3.1 L'émail .....	19
1.3.2 La dentine .....	19
1.3.3 Jonction amélo-dentinaire .....	20
1.3.4 Les systèmes adhésifs actuels .....	20
1.3.5 Principes de préparation des surfaces .....	21
1.4 L'interface colle/restauration en céramique .....	23
1.4.1 Les différentes céramiques .....	24
1.4.1.1 Céramiques à phase vitreuse prédominante : les vitrocéramiques	25
1.4.1.2 Céramiques alumineuses infiltrées .....	26
1.4.1.3 Les céramiques denses .....	27
1.4.2 Principes de préparation des surfaces .....	27
1.4.2.1 Un ancrage micromécanique .....	27
1.4.2.2 Un ancrage chimique .....	30
1.5 Les colles .....	31
1.5.1 Colles sans potentiel adhésif .....	32
1.5.2 Colles avec potentiel adhésif .....	33
1.5.3 Colles auto-adhésives .....	33
1.6 Schéma résumé du collage céramique-dentine .....	34
<b>2 Le silane</b> .....	<b>34</b>
2.1 Historique.....	34
2.2 Rôle et utilisations du silane .....	35
2.3 Composition .....	36
2.4 Réaction chimique de silanisation .....	37
2.4.1 Adhésion du silane à la céramique.....	37
2.4.2 Adhésion du silane à l'adhésif/colle.....	40
2.4.3 Silane fonctionnel et non fonctionnel.....	41
2.5 Les différents silanes .....	43
2.5.1 Les systèmes mono-flacon .....	43
2.5.2 Les systèmes bi-flacons .....	44
2.5.3 Conditions d'utilisation .....	44
2.6 Application du silane .....	45
2.7 Le silane « classique » cas du Monobond® Plus .....	46
2.7.1 Description.....	46
2.7.2 Composition.....	46
2.7.3 Protocole d'application .....	46
2.8 Le silane « auto-mordant » cas du Monobond® Etch and Prime .....	46
2.8.1 Description.....	46
2.8.2 Composition.....	47
2.8.3 Protocole d'application .....	47
2.9 Revue de la littérature.....	48
2.9.1 Rapport scientifique publié par Ivoclar® Vivadent.....	48

2.9.2	Revue de littérature .....	49
2.9.2.1	Article 1 .....	50
2.9.2.2	Article 2 .....	51
2.9.2.3	Article 3 .....	52
2.9.2.4	Article 4 .....	53
2.9.2.5	Article 5 .....	54
2.9.2.6	Article 6 .....	55
2.9.3	Conclusion .....	56
<b>3</b>	<b>Etude des applications des silanes.....</b>	<b>57</b>
3.1	Choix de la méthode d'analyse.....	57
3.2	Tests de résistance à la traction .....	58
3.2.1	Introduction.....	58
3.2.2	Matériel et méthode.....	58
3.2.3	Résultats.....	59
3.2.4	Discussions .....	60
3.2.5	Conclusion.....	61
3.3	Test de résistance au cisaillement.....	61
3.3.1	Introduction.....	61
3.3.2	Matériel et méthode.....	61
3.3.3	Résultats et études statistiques.....	62
3.3.3.1	Test de Student T.....	63
3.3.3.2	Test de Fisher de la variance sur deux échantillons .....	64
3.3.4	Discussions .....	65
3.3.5	Conclusion.....	65
	<b>Conclusion .....</b>	<b>66</b>
	<b>Figures.....</b>	<b>67</b>
	<b>Tableaux .....</b>	<b>68</b>
	<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>69</b>
	<b>Annexes.....</b>	<b>72</b>
	Annexe 1 : Matériel de collage fourni par Ivoclar® Vivadent. ....	72
	Annexe 2 : Exemples de silanes commercialisés, tableau inspiré des tableaux de la littérature [3][30].....	73
	Annexe 3 : Usinage des plots de céramique (IPS e.max® CAD) et cuisson (four progamat P300, Ivoclar Vivadent®). ....	74
	Annexe 4 : Protocole illustré de préparation des dents. ....	75
	Annexe 5 : Protocole illustré de préparation de la céramique (IPS e.max® CAD). ....	76
	Annexe 6 : Protocole illustré de collage céramique-dentine. ....	78
	Annexe 7 : Mécanisme mis en place pour les tests de traction. ....	79
	Annexe 8 : Machine de test au cisaillement (universelle LRX® de Lloyd Instruments).....	80

## Introduction

En 2009, dans la publication de leur «Gradient thérapeutique» Gil Tirlet et Jean-Pierre Attal soulignent que: « la dentisterie a opéré ces quinze dernières années une véritable mutation qui touche le cœur même de l'indication des thérapeutiques » [1]. Cela fait donc en effet plus de dix ans que l'art dentaire évolue de manière fulgurante. La dentisterie additive a remplacé une dentisterie soustractive dans laquelle il était nécessaire de retirer de la matière dentaire saine pour pouvoir ensuite reconstituer la dent. Cette dentisterie guidée par les principes mécanistes de rétention de la classification de Black ou des préparations périphériques totales a perdu bon nombre d'indications au profit de la dentisterie adhésive.

Il est dès à présent possible d'obtenir une adhésion forte de nos reconstitutions tout en préparant à minima la dent. La cohésion ainsi obtenue entre la reconstitution et la dent a permis aux praticiens de ne plus chercher à adapter la dent à leur reconstitution mais l'inverse. En parallèle de nouveaux matériaux présentant des propriétés mécaniques, optiques et biologiques toujours plus proche des tissus dentaires ont été développés. Avec ces avancées, le concept du bio-mimétisme est alors naît.

Cette dentisterie adhésive demande un respect strict des protocoles de collage en utilisant les produits et matériaux adaptés et en les appliquant de manière sérieuse. Dans ce cadre, l'utilisation des silanes est autant méconnue et négligée par les praticiens que nécessaire. L'impact des silanes sur la force d'adhésion est indéniable et très documentée [2][3]. En effet, déjà en 1992, une équipe Japonaise prouvait déjà l'utilité de ces agents de couplage sur des tests de résistance au cisaillement réalisés sur une liaison céramique-composite [4]. Comprendre les silanes et leurs mécanismes d'action est important pour comprendre les protocoles de collage.

Les systèmes adhésifs continuent leur évolution et de nouveaux silanes sont arrivés sur le marché. En 2016, la société Ivoclar® Vivadent a lancé la commercialisation de son silane « auto-mordançant », le Monobond® Etch and Prime. En quelques années ce nouveau produit a rencontré un succès certain. Mais est-ce une réelle avancée ? Cette nouvelle formule de silane trouve-t-elle sa place parmi les produits déjà existants et quels en sont les avantages et inconvénients ?

# 1 Les protocoles de collage des céramiques : rappels et principes

Dans le rapport d'évaluation technologique de la Haute Autorité de Santé (HAS) sur les reconstitutions d'une dent par matériau incrusté (inlay-onlay) [5], les différents matériaux de reconstitutions directes et indirectes ont été évalués (alliages précieux, non-précieux, composites, céramiques). Il ressort alors les indications et les contre-indications de chacun des matériaux. Les résultats de ce rapport sont une vraie aide à la décision, mais l'expérience et l'esprit critique du praticien permettent de faire le bon choix du matériau de reconstitution en fonction de la situation clinique.

La céramique semble être un matériau de choix pour toutes sortes de reconstitutions inlay/onlay [5], couronnes, facettes, ou autres reconstitutions à minima (overlay, veneerlay, table top) [6][7].

Les restaurations en céramique « possèdent une déformation plastique faible qui leurs confère un comportement mécanique dit « fragile ». En revanche, l'entité « dent - matériau de collage - inlay/onlay céramique » est bio-mécaniquement résistante [5]. Il est donc indispensable de coller ces reconstitutions.

C'est le principe du bio-mimétisme. Pascal Magne nous dit à ce propos que le but n'est alors pas de faire une restauration la plus dure et la plus forte possible, mais de créer une restauration avec les propriétés mécaniques, biologiques et optiques les plus proches des tissus dentaires sous-jacents, c'est-à-dire avec un gradient de matériaux imitant celui de la succession des strates de dentine et d'émail [7].

## 1.1 Collage et adhésion : définitions

Le collage renvoie à l'action de coller, l'action de faire adhérer une chose à une autre au moyen d'une colle ou d'un adhésif approprié [3].

L'adhésion est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques et mécaniques qui se produisent lorsque l'on met en contact intime deux matériaux, dans le but d'unir ces deux matériaux par leur surface et de créer une résistance mécanique à la séparation [3][8].

Le collage d'une restauration à la dent est donc le résultat de plusieurs phénomènes d'adhésions afin de constituer une seule entité [9].

Il existe deux théories complémentaires au phénomène d'adhésion:

- la théorie mécanique : l'agent adhésif tapisse les rugosités et les irrégularités de surface du substrat de collage, et crée un ancrage micro-mécanique [8][10].
- la théorie d'adsorption : il y a alors formation de liaisons chimiques entre l'adhésif et l'adhérant par des liaisons primaires ou secondaires [8].

Dans cette théorie, la mouillabilité du substrat est nécessaire pour espérer une adhésion, c'est à dire que l'adhésif doit bien s'étaler et même être absorbé par le substrat de collage [9].

## 1.2 Le collage

A l'assemblage de la pièce prothétique et de la dent, il est possible d'observer que deux grandes interfaces entrent en jeu afin de constituer une entité adhésive : [3]

- interface dent-adhésif-résine de collage
- interface résine de collage-silane-céramique

### 1.2.1 L'importance du champ opératoire

Les systèmes adhésifs très hydrophobes sont très susceptibles à toute pollution des surfaces de collage. Une bonne isolation est donc indispensable pour éviter toute contamination qui pourrait mener à un échec de l'adhésion [6][3].

## 1.3 L'interface dent/colle

### 1.3.1 L'émail

L'émail dentaire est la structure la plus minéralisée du corps humain [11]. L'émail mature est constitué d'environ 97% de cristaux d'hydroxyapatite, d'environ 2,5% d'eau et moins de 1% de matrice organique (amélogénines, énamélines) [3][12][13]. L'organisation particulière de sa structure donne la résistance mécanique de cette structure. Les cristaux d'hydroxyapatite s'assemblent en microstructure : les cristallites, et l'assemblage de milliers de cristallites constituent un prisme d'émail (diamètre 3 à 5 $\mu$ m) [3][12]. L'émail est principalement prismatique mais est recouvert d'une fine pellicule d'émail aprismatique sur sa couche la plus externe [14]. L'adhésion sera plus aisée sur de l'émail prismatique. L'émail est aussi le substrat de collage le plus prédictible, il est donc important de le conserver le plus possible lors de la préparation de la dent [6]. L'émail est un tissu non innervé, il est acellulaire [3].

### 1.3.2 La dentine

La dentine est la substance majoritaire constituant la dent. Le collage sur la dentine est le plus complexe. Elle est produite sous différentes formes à différents moments de la vie de l'individu. C'est une substance moins minéralisée que l'émail (70% seulement pour la dentine), elle est aussi composée d'eau (10%) et d'une matrice organique (20%) elle-même constituée en majorité de collagène, la dentine est donc plus élastique et va absorber les contraintes [3][13].

La dentine est générée par des cellules situées en périphérie de la pulpe : les odontoblastes [15]. Les tubules dentinaires apparaissent moins nombreux et plus fermés à l'approche de la jonction amélo-dentinaire [3][13][16]. La dentine n'est pas vascularisée mais des fibres nerveuses pulpaires peuvent suivre les prolongements odontoblastiques.

### 1.3.3 Jonction amélo-dentinaire

La jonction amélo-dentinaire est une zone de transition d'environ 60-100µm qui joue un rôle d'amortisseur et de liant entre l'émail et la dentine. Cette jonction fait tampon entre deux modules d'élasticité très différents (émail environ= 70GPa / dentine environ= 15GPa). Elle augmente donc la résistance de la dent à la fatigue [13]. Pascal Magne dit que la jonction amélo-dentinaire joue le rôle de « crack stopper », c'est à dire que de part sa composition et son architecture particulière riche en fibres de collagène, cette zone vient stopper l'évolution des fissures de l'émail et empêche leurs propagations au niveau de la dentine [7][3].

Dans le concept du bio-mimétisme, les différents composants de la dent sont remplacés par des matériaux ayant des propriétés proches. L'émail est remplacé par de la céramique, la dentine peut être remplacée par une résine composite renforcée (exemple : everX® de GC) et la jonction amélo-dentinaire est remplacée par la résine de collage [7].

### 1.3.4 Les systèmes adhésifs actuels

Les différents systèmes adhésifs sont actuellement encore classés par la classification de Degrange *et al.* [17].

On distingue alors les systèmes adhésifs selon leur protocole d'application [3] :

- Protocole avec mordantage suivi d'un rinçage (appelé M&R), ces systèmes constituent encore aujourd'hui le gold standard en matière d'adhésion [3].
- Protocole d'application sans aucun traitement préalable. On parle alors de système auto-mordançant (appelé SAM).

En fonction du nombre d'étapes permettant d'accéder à l'application de l'adhésif il est possible de classer les systèmes selon 4 grandes catégories :

- les systèmes adhésifs M&R III (mordantage/rinçage + primaire + résine adhésive)
- les systèmes adhésifs M&R II (mordantage/rinçage + primaire adhésif)
- les systèmes auto-mordançants SAM II (primaire (acide) + résine adhésive)
- les systèmes auto-mordançants SAM I (adhésif auto-mordançant)

Une « nouvelle » classe de systèmes adhésifs a récemment attiré l'attention des praticiens, il s'agit des adhésifs « universels ». Ils peuvent aussi bien intervenir dans le collage au niveau de l'interface dent-colle que de l'interface colle-reconstitution directe ou indirecte [18]. Ils ont été décrits comme des adhésifs simplifiés, conditionnés en un flacon unique, plus hydrophobes que les autres systèmes ils peuvent être utilisés en M&R ou en SAM. Contenant des monomères fonctionnels, ils permettent aussi d'adhérer aux métaux et à la zircone [3].

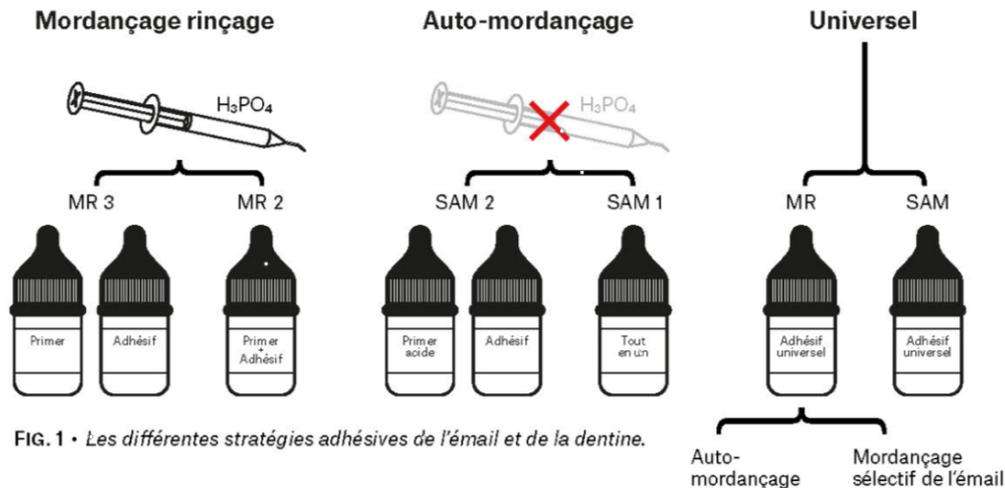


FIG. 1 • Les différentes stratégies adhésives de l'émail et de la dentine.

Figure 1 : Schéma des différents systèmes adhésifs [10].

### 1.3.5 Principes de préparation des surfaces

Après éviction carieuse et préparation mécanique de la dent, il existe une micro-couche de « boue dentinaire » fréquemment appelée « smear layer ». Cette couche hétérogène est un agglomérat d'hydroxyapatite, de protéines et le plus souvent elle contient aussi des bactéries résiduelles de la lésion carieuse. Cette couche a une épaisseur variable selon la méthode d'éviction utilisée (1 à 3 microns en moyenne) [17][19]. Le protocole de collage sur la dent commencera toujours par un traitement à l'acide pour éliminer ou stabiliser cette « smear layer ».

Exemple de protocole complet dans le cas de l'utilisation d'un MR III :

- Sablage de l'émail avec de l'oxyde d'alumine 50 microns pendant 2-3 secondes à une pression de 3 bars: ce sablage permet de nettoyer la surface de l'émail (salive, plaque bactérienne, lubrifiant turbine, émail aprismatique) et de former des microrugosités (qui viendront augmenter le pouvoir d'adhésion) [20].
- Sablage de la dentine avec une poudre de bicarbonate de sodium ou oxyde d'alumine 27 microns pendant 2-3 secondes à une pression de 3 bars : cela permet de nettoyer, d'augmenter la surface de collage et l'énergie de surface. Ce sablage facilite la pénétration de l'adhésif en limitant l'épaisseur de boue dentinaire, et surtout facilite donc la formation de « tags » dans les tubules [20].
- Rinçage au spray eau
- Mordançage de l'émail à l'acide orthophosphorique à 37% (au moins 20%[17]) pendant 20-25 secondes pour nettoyer et altérer l'état de surface de l'émail [6][7]. Une dissolution du cœur des prismes d'émail s'opère alors permettant la création d'anfractuosités et des micro-reliefs à la surface de l'émail. Après cette phase il est possible de contrôler l'efficacité de l'application visuellement car l'émail devient blanc crayeux [17].
- Mordançage de la dentine à l'acide orthophosphorique à 37% pendant 15 secondes, pour nettoyer et ouvrir les tubulis dentinaires. Cette étape est cruciale car elle permettra la pénétration de l'adhésif aux abords des tubulis dentinaires et permettra la formation de la « couche hybride ».
- Rinçage spray eau autant de temps que le temps de mordançage.
- Séchage doux au spray air sans dessécher. Un séchage trop important pourrait dégrader les fibres de collagène dentinaire et être néfaste pour le collage.
- Adhésif :
  - Application du primaire sur une dentine légèrement humide à l'aide d'une microbrush, brossage doux pendant 15 secondes puis séchage doux au spray air pendant 5sec.
  - Application de l'adhésif en brossant activement pendant au moins 20 secondes, un séchage doux au spray air permet d'accélérer l'évaporation de solvant.

- Photo-polymérisation de l'ensemble [10].



Figure 2 : Image en microscopie électronique à balayage de prismes d'émail après mordantage [13].

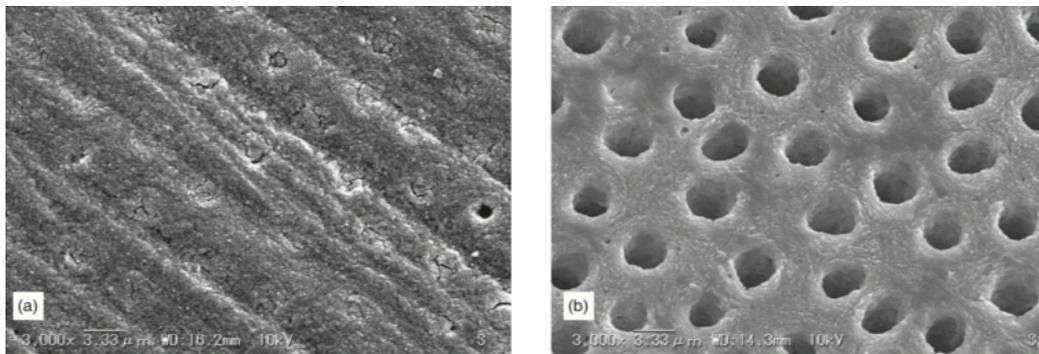


Figure 3 : Images en microscopie électronique à balayage illustrant l'élimination de la "smear layer" et l'ouverture de tubulis dentinaires après mordantage [6].

L'application de l'adhésif va permettre la formation d'une « couche hybride », il s'agit d'un entrelacement entre les polymères naturelles que sont les fibres de collagènes de la matrice dentinaire et les polymères de synthèse formés par les macro-molécules de l'adhésif [17][19].

La dent est alors prête pour le collage de la restauration indirecte en céramique.

#### 1.4 L'interface colle/restauration en céramique

Les céramiques sont des biomatériaux contemporains. D'après Institut national de la santé et de la recherche médicale (INSERM), les biomatériaux sont des matériaux, synthétiques ou vivants, utilisables à des fins médicales pour remplacer une partie ou une fonction d'un organe ou d'un tissu. En dentisterie les céramiques

ont longtemps été utilisées pour la confection des dents prothétiques en prothèse amovible, et la réalisation de couronnes céramo-métalliques. Depuis les années 1980 l'évolution de matériaux a permis la conception de pièces prothétiques en céramique sans armature métallique [21].

Les céramiques sont des isolants thermiques, électriques et résistantes à la dégradation par corrosion. Les céramiques sont des matériaux bio-inertes, sans allergie, à faible tropisme bactérien et qui possèdent de très bonnes propriétés optiques en fonction de leur composition. Les céramiques sont des matériaux inorganiques, composés d'oxydes, de carbures, de nitrures et de borures [21][22].

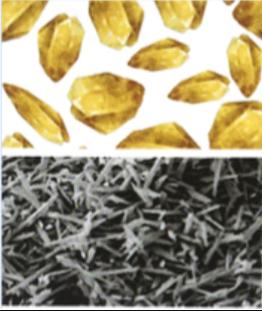
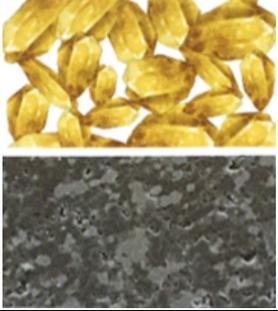
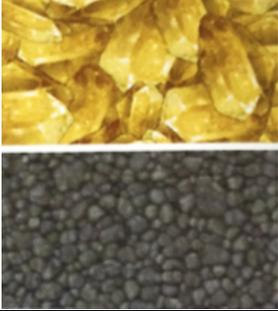
Les céramiques sont composées des 2 phases distinctes : une phase vitreuse et une phase cristalline. La répartition de ces 2 phases au sein du matériau permet d'avoir de nombreuses céramiques avec des propriétés très différentes [23].

En 2006, KELLY définit la céramique comme un matériau composite avec une matrice (vitreuse ou cristalline) à laquelle est ajouté une certaine quantité de charges (leucites, disilicate de lithium, alumine)[24].

#### 1.4.1 Les différentes céramiques

La classification actuelle des céramiques est celle de Sadoun et Ferrari, basée sur la composition chimique, la microstructure et les procédés de mise en forme [19]. Cependant cette classification reste compliquée et permet beaucoup de sous-catégories de céramiques. La classification des céramiques la plus simple et intéressante consiste à les distinguer selon leur composition et leur microstructure, on obtient alors 3 grandes familles [3] :

Tableau 1: Schématisation des 3 grandes familles de céramiques dentaires [3].

<b>VITROCERAMIQUES</b> -Phase cristalline (50%) -Matrice vitreuse (30%) -Cristaux dispersés	<b>ALUMINES INFILTREES</b> -Matrice vitreuse infiltrée (15%) -Cristaux imbriqués	<b>CERAMIQUES DENSES</b> -Aucune matrice vitreuse -Cristaux compactés
		

#### 1.4.1.1 Céramiques à phase vitreuse prédominante : les vitrocéramiques

Il en existe quatre familles principales :

- Les céramiques feldspathiques : composées de 55 à 78% de silice, et de moins de 10% d'alumine (si l'on augmente ce pourcentage la céramique en devient plus opaque), couramment appelée céramique cosmétique ou esthétique. Plus la phase vitreuse augmente, plus la translucidité augmente [3][21]. Ces céramiques peuvent être mises en œuvre par usinage (CEREC Blocs ; VITABLOCS Mark II) mais elles le sont principalement par la technique de la barbotine (poudre + liquide).
- Les céramiques feldspathiques renforcées à la leucite : composées d'environ 62% de dioxyde de silice et de 19% d'oxyde d'aluminium, et des cristaux de leucites répartis aléatoirement dans la masse de la céramique. La leucite vient renforcer la céramique car elle a une très bonne résistance mécanique à la flexion, elle augmente donc la résistance à la fracture de toute la structure [3]. Cette céramique renforcée à la leucite est mise en forme en laboratoire par la technique de pressée à haute température. Les blocs d'usinage les plus connus sont les blocs Empress<sup>®</sup> CAD (Ivoclar-Vivadent).
- Les céramiques à base de di-silicate de lithium : elles sont composées à 70% de cristaux de di-silicate de lithium. L'adjonction de lithium va alors augmenter la résistance à la flexion de la structure. Elles peuvent être obtenues par la technique pressée ou par usinage. Ces céramiques sont aujourd'hui largement utilisées pour les restaurations partielles collées et esthétiques.

Dans cette catégorie se trouvent les systèmes IPS e.max<sup>®</sup> Press et IPS e.max<sup>®</sup> CAD (Ivoclar-Vivadent) [3].

- Les céramiques à base de silicate de lithium renforcé sont les dernières vitrocéramiques apparues sur le marché. La base cristalline de ces céramiques est constituée de cristaux de silicate de lithium auxquels sont ajoutés des nano-charges de zircone. Les propriétés mécaniques et optiques sont alors très intéressantes. Ces céramiques sont uniquement disponibles sous forme de blocs pour usinage. En France est commercialisé le Suprinity<sup>®</sup> (FC) (Vita) et le Celtra<sup>®</sup> Duo (Dentsply) [3][21].

Ces quatre types de céramiques sont indiqués pour les traitements esthétiques [21]. La phase vitreuse prédominante est dégradée par le mordantage à l'acide fluorhydrique qui est donc très efficace sur ce type de céramiques. De plus, composées en grande partie de silice, elles sont très réactives à l'application du silane.

#### 1.4.1.2 Céramiques alumineuses infiltrées

Les céramiques alumineuses infiltrées : elles possèdent une faible phase vitreuse (15%) qui rend donc difficile leur mordantage [3]. Elles sont composées en grande partie de particules d'alumine.

On trouve ainsi :

- les céramiques in-ceram<sup>®</sup> Spinell (oxyde d'alumine et de magnésium)
- les céramiques in-ceram<sup>®</sup> alumina (85% d'oxyde d'alumine)
- les céramiques in-ceram<sup>®</sup> zirconia (avec adjonction de particules de zircone pour augmenter la résistance mécanique de l'ensemble) [3][21]

Ce nom générique de « In-ceram<sup>®</sup> » était commercialisé par la société VITA, qui a aujourd'hui abandonné cette gamme au profit de matériaux hybrides comme l'Enamic<sup>®</sup> (VITA) (réseau de céramique infiltrée par une matrice résineuse (composite) [3].

### 1.4.1.3 Les céramiques denses

Les céramiques denses sont les céramiques polycristallines ou totalement cristallines: à base d'alumine (exemple : Procera<sup>®</sup> Alumina (Nobel Biocare)) ou de zirconie (exemple Procera<sup>®</sup> Zirconia (Nobel Biocare)), elles ne se mordant pas, et seul un traitement tribo-chimique peut permettre leur silanisation.

Ces céramiques sont sans phase vitreuse, elles ont une microstructure proche d'un alliage métallique, elles sont très résistantes mais moins esthétiques [21]. Elles peuvent notamment être utilisées pour les armatures de reconstitutions plurales.

### 1.4.2 Principes de préparation des surfaces

Pour essayer d'obtenir l'adhésion la plus stable possible il faut un ancrage micromécanique et une liaison chimique (silanisation) [7]:

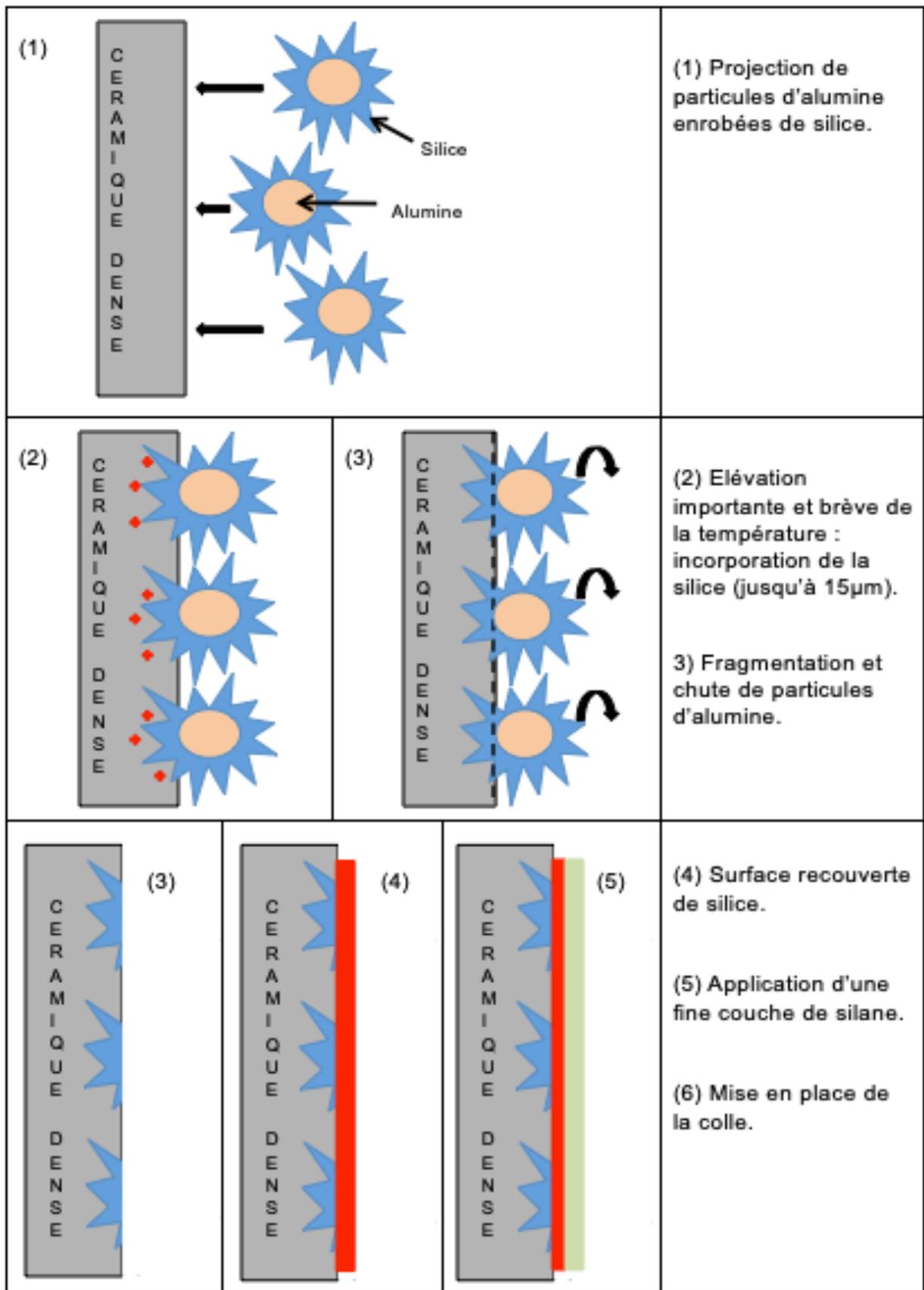
#### 1.4.2.1 Un ancrage micromécanique

L'objectif est alors de créer une surface rugueuse, ce qui augmentera l'énergie de surface de la céramique, c'est à dire son aptitude au mouillage [8][25]. Plus la surface sera mouillable, plus l'étalement et l'engrènement du silane et de la colle à la céramique seront importants.

Deux traitements sont possibles pour cela et il est préférable de les combiner :

- le sablage de la céramique : avec des particules d'alumine 50 microns [25]. Le sablage donne une surface propre et rugueuse. La rugosité augmente la mouillabilité de la surface. Un traitement tribo-chimique de la surface pour les céramiques denses est possible par projection de particules d'alumine enrobées de silice (commercialisées par 3M ESPE sous le nom de CoJet<sup>®</sup> pour les praticiens). L'impact de la particule laissera sur la céramique des résidus de silice propices à la silanisation [3][20].

Tableau 2: Schéma expliquant le dépôt de silice par tribo-chimie sur une surface de céramique dense, inspiré de la littérature [20].



- Le mordantage à l'acide fluorhydrique : 5 à 9% (il n'y aurait pas de différence significative d'adhérence entre l'utilisation de ces différentes concentrations [26][27]).

Mordantage pendant : 120 secondes pour de la céramique feldspathique, 60 secondes pour de la vitrocéramique renforcée en leucite et 20 secondes pour de la vitrocéramique à base de disilicate de lithium sur l'intrados de la restauration [3][19]. En cas de sur-mordantage, on peut observer une couche blanche épaisse de résidus de céramique qui pourrait fausser le collage, il est alors recommandé soit de mordancer la céramique à l'acide orthophosphorique, soit de nettoyer la pièce prothétique en cuve à ultrasons pendant 5 minutes avec alcool (95%), acétone ou eau distillée pour retirer les éventuels résidus de céramique [7].

Seules les céramiques à phase vitreuse prédominante peuvent être mordancées car l'acide va permettre une dissolution de la matrice vitreuse et c'est ce qui entraînera un micro-clavage avec la résine de collage [25].

Pour les céramiques à phase cristalline pré-dominante le mordantage est inefficace seul le traitement tribochimique est possible [7][20].

Pour la suite du protocole de collage :

-rinçage spray air-eau au moins 60 secondes, pour éliminer l'acide et les quelques sels de verre créés par l'attaque acide.

-séchage, car les colles sont hydrophobes, la céramique alors préparée apparaît : blanc crayeux [25].

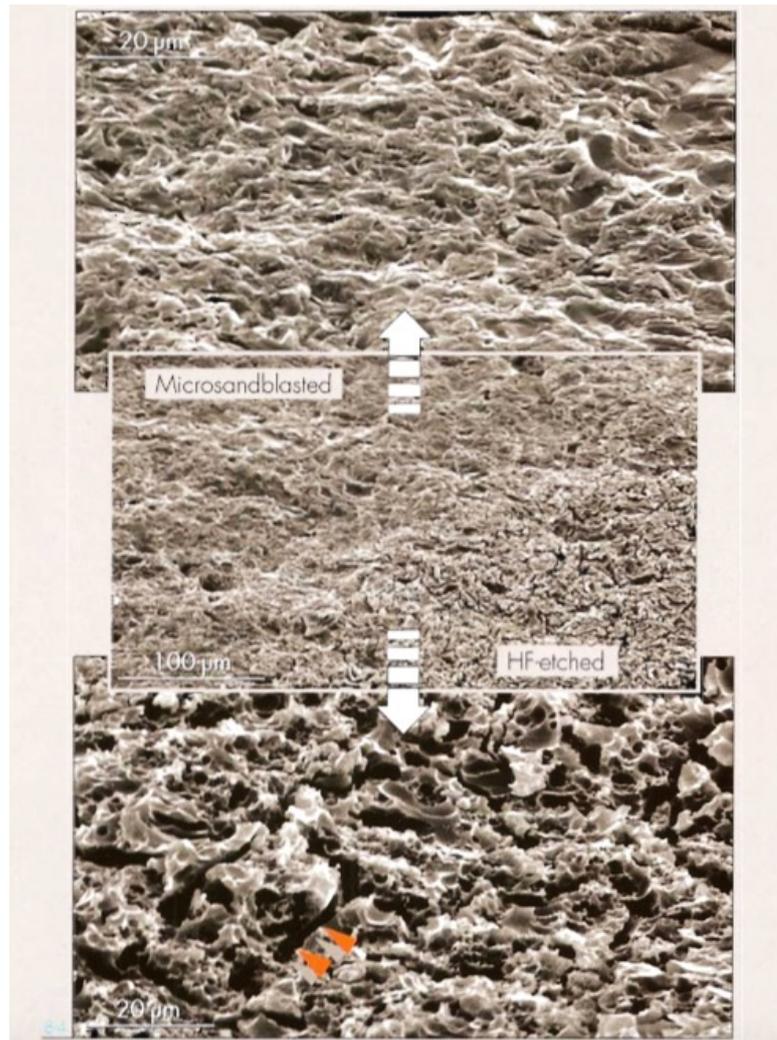


Figure 4 : Images en microscopie électronique à balayage illustrant la rugosité de la céramique après sablage (en haut) et mordantage à l'acide fluorhydrique (en bas) [7].

Un autre protocole de mordantage de la céramique est possible par le polyfluorure d'ammonium. Cette solution est proposée dans le silane auto-mordançant « Monobond® Etch&Prime » de Ivolar Vivadent étudié dans la suite de ce travail.

#### 1.4.2.2 Un ancrage chimique

L'ancrage chimique : entre le verre de la céramique et la résine de collage est obtenue par l'intermédiaire d'un agent de couplage : le silane [25].

## 1.5 Les colles

Les ciments ne permettent pas une adhésion assez forte pour assurer la pérennité des inlays-onlays dont les préparations ne sont pas toujours « rétentives », les inlays-onlays doivent donc être collés et non scellés [25].

Une colle est un matériau qui unit deux surfaces en durcissant par réaction de polymérisation. Les colles sont destinées à l'assemblage dento-prothétique via la création d'une adhésion micromécanique, physico-chimique voire chimique selon la nature et la préparation des différentes surfaces traitées [5].

Différents types de polymérisation sont possibles : chémo-polymérisation, photo-polymérisation et dual (chémo+photo polymérisation) :

- Les colles photo-polymérisables sont indiquées pour le collage de facettes ou de restaurations indirectes esthétiques translucides ou de faible épaisseur, car la colle doit pouvoir être totalement photo-polymérisée au travers. Ces colles présentent une bonne stabilité de teinte [19].
- Les colles chémo-polymérisables sont considérées comme le matériau d'assemblage de choix pour le collage des restaurations colorées, d'épaisseur supérieure à 3 mm. Elles présentent un temps de travail court, et la prise non-contrôlable peut entraîner des risques de dissolution et d'infiltration dans les zones non polymérisées, en cas d'élimination précoce des excès ou en cas de contamination pour des fluides biologiques [19].
- Les colles duales sont souvent préférées car elles offrent un temps de travail relativement long et la totalité de la colle sera polymérisée [6].

Trois classes de colles peuvent être distinguées :

- Colles sans potentiel adhésif
- Colles avec potentiel adhésif
- Colles auto-adhésives

### 1.5.1 Colles sans potentiel adhésif

Ce sont en général des colles composites diméthacrylates, microchargées ou microhybrides. L'adhésion se fait par l'utilisation d'un système adhésif complet, c'est à dire avec un agent de couplage (adhésif) pour l'interface dent-colle, et un agent de couplage (silane) pour l'interface colle-restauration en céramique [5][25]. Ces colles composites présentent de bonnes performances et un bon recul clinique de leurs propriétés mécaniques et esthétiques. Exemples : Variolink® (Ivoclar® Vivadent) ; NX3 (Kerr) ; Calibra® (Dentsply).

Il est aussi possible d'utiliser des composites micro-hybrides photopolymérisables. Ces composites sont classiquement utilisés dans les restaurations par stratifications. Leurs utilisations sont ici détournées en les réchauffant car ils présentent pour avantages d'être très esthétiques, d'avoir un temps de travail peu limité et une élimination des excès très aisée. Par exemple : le composite Tetric EvoCeram® (Ivoclar® Vivadent). Cependant ils présentent quelques contraintes :

-ces composites doivent être chauffés (à 60°) pour diminuer leur viscosité.

-un insert à ultrasons avec embout en caoutchouc est souvent nécessaire : par thixotropie il permet d'augmenter la fluidité du composite et permet une insertion complète de la restauration.

-une lampe à photopolymériser d'une puissance supérieure à 1000 mW/cm<sup>2</sup> est nécessaire et peut engendrer un échauffement pulpaire en cas d'exposition prolongée [25]. Si la reconstitution est épaisse, il est alors préférable d'utiliser une colle composite duale.

### 1.5.2 Colles avec potentiel adhésif

Ces colles contenant un monomère actif présentent des propriétés adhésives grâce aux groupements réactifs qu'elles contiennent [5][19]. Malgré leur potentiel adhésif intrinsèque, elles nécessitent un conditionnement préalable des substrats dentaires et des intrados prothétiques [3].

Exemples : Superbond<sup>®</sup> (Générique International) ; Panavia<sup>®</sup> (Kuraray).

### 1.5.3 Colles auto-adhésives

Ces colles contiennent tous les éléments nécessaires à l'adhésion en un seul matériau. Elles ne nécessitent aucune préparation des substrats dentaires avant collage. La valeur d'adhérence obtenue par ces colles est moindre comparée aux colles utilisées avec préparation du substrat mais dans un souci de simplification des procédures et de diminution du temps de mise en œuvre, elles rencontrent un succès certain [3]. Elles sont aussi très utiles lorsque l'utilisation du champ opératoire est impossible ou non tolérée, la mise en œuvre doit alors être rapide pour limiter le risque de contamination. Exemples : RelyX<sup>®</sup> Unicem2 (3M ESPE) ; Smartcem<sup>®</sup> 2 (Dentsply) ; Maxcem<sup>®</sup> Elite (Kerr) ; Biscem<sup>®</sup> (Bisico) ; G-Cem<sup>®</sup> GC ; I-Cem<sup>®</sup> (Heraeus Kulzer).

## 1.6 Schéma résumé du collage céramique-dentine

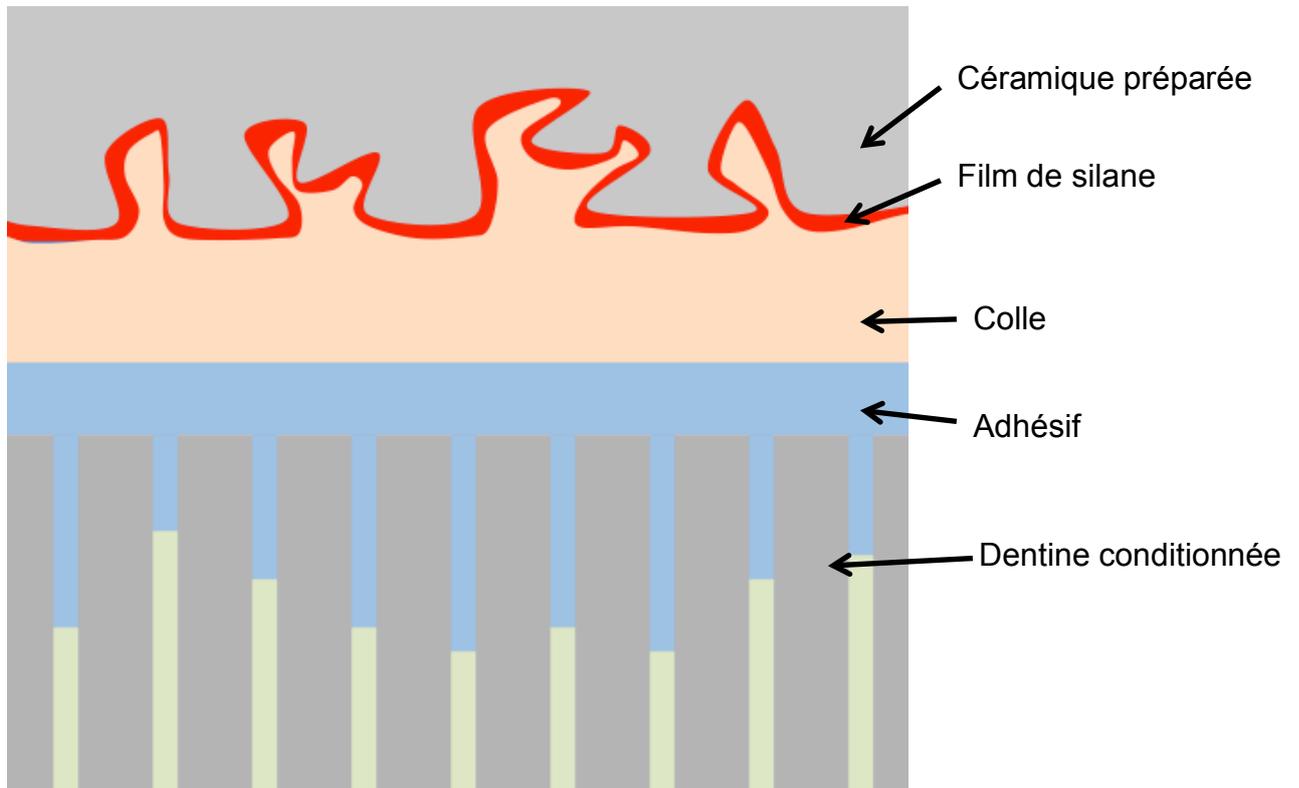


Figure 5 : Schéma récapitulatif de l'interface de collage céramique-dent, inspiré de la littérature [8].

## 2 Le silane

### 2.1 Historique

Depuis les années 1940, dans l'industrie de nombreux matériaux composites renforcés en fibre de verre ont vu le jour, pour augmenter leur résistance mécanique il était nécessaire d'augmenter l'intimité chimique entre la matrice et les charges du matériau composite, c'est pour cela que les silanes ont été créés. Ces composites ont beaucoup été utilisés pour fabriquer des pièces en aéronautique, en automobile, ou pour renforcer des plastiques pour faire des tuyaux, des cabines de douche ou encore des outils de chantier ou des gaines de câbles. De plus les silanes sont aussi

utilisés comme promoteurs d'adhésion dans la composition de certaines colles, ou de certaines peintures par exemple [28].

## 2.2 Rôle et utilisations du silane

Pour Matinlinna *et al.*, « En prothèse et en dentisterie restauratrice, une haute force d'adhésion entre les différents matériaux est essentielle », c'est pour cela qu'il s'est intéressé de près au silane [29]. Le silane est un agent de couplage présentant deux groupements fonctionnels l'un réagit avec le verre de la restauration en céramique et l'autre se lie à la matrice résineuse des adhésifs et colles [3][20].

Les indications de l'utilisation du silane en dentisterie comprennent le collage de restaurations indirectes (inlay, onlay, overlay), la stratification de céramique, les réparations de céramique, l'adhésion de composites renforcés en fibres de verre ou renforcés en résine (composites de collage ou de restauration) [30].

Certains nouveaux adhésifs universels contiennent déjà du silane et permettent une meilleure adhésion composite-composite par exemple (exemple : Single Bond Universal (3M ESPE)) [31].

Une forte adhésion peut être obtenue sur des substrats contenant de la silice comme le verre, le quartz ou les céramiques. Cette adhésion importante est créée par la formation de liaisons siloxanes (-SI-O-Si-). Une adhésion moyenne peut être obtenue avec certains métaux par la formation de liaisons (-SI-O-M) (M=Métal) [30].

Le silane joue donc le rôle d'agent de couplage, c'est un promoteur de l'adhésion. De plus il augmente la mouillabilité à la surface de la céramique ce qui facilite la mise en place de la colle, et enfin les liaisons siloxanes limitent l'action d'hydrolyse à laquelle est confronté le joint de la restauration à l'extérieur par la salive et l'alimentation [3].

## 2.3 Composition

Le silicium est l'élément chimique de numéro atomique 14 et de symbole « Si ». Il appartient au groupe 14 du tableau périodique. La définition stricte de « silane » rapporte à une molécule analogue du méthane (CH<sub>4</sub>) SiH<sub>4</sub>, un précurseur de l'élément Si. Cependant le nom « silane » est couramment attribué à de nombreuses molécules organo-minérales contenant un ou plusieurs atomes de silicium [3][30].

Le silane peut être monofonctionnel, avec un atome de silicium (Si) et 3 groupements alkoxy; Bi-fonctionnel avec deux atomes de silicium (Si) chacun possédant 3 groupements alkoxy ou encore tri-fonctionnel. Il est reconnu que les silanes mono ou bi-fonctionnels sont plus stables [29]. Les silanes commercialisés et disponibles en dentisterie contiennent du trialkoxysilane, comme le 3-méthacryloxypropyle-triméthoxysilane monofonctionnel (3-MPTMS aussi nommé MPS) comme composant réactif principal [3].

Le groupement trialkoxysiloxane du silane (Si-(OCH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>) (contient l'atome silicium, Si) qui une fois hydrolysé va se lier à la phase minérale de l'intrados prothétique (silice contenue dans la céramique, ou silice fixée par tribo-chimie), l'autre groupement méthacrylate (appelé « L ») peut se co-polymériser avec les groupements méthacrylates (L) de la résine de collage [25].

La réaction simplifiée sera :



Un tel silane, mono-fonctionnel peut être formulé ainsi :

Molécule de : 3-méthacryloxypropyl-triméthoxysilane = 3-MPTMS =  $\gamma$ -MPTS = MPS

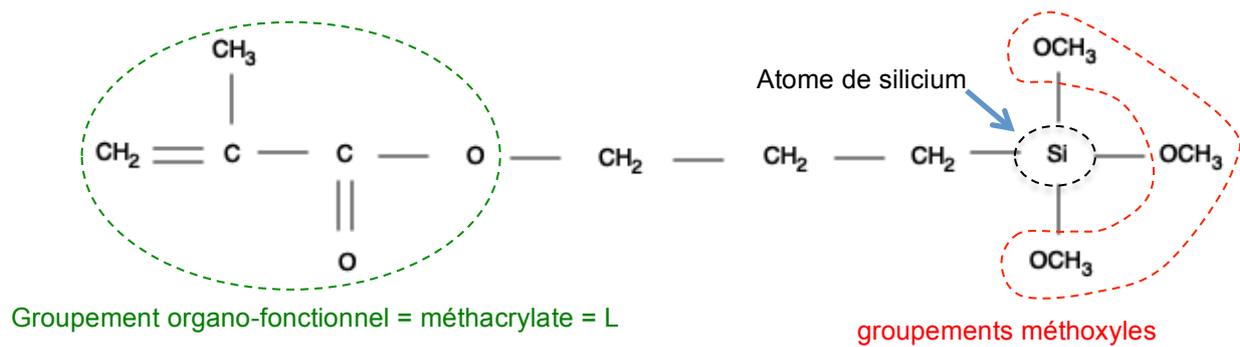


Figure 6 : Schéma d'une molécule de MPS, inspiré des schémas de la littérature [3][10][30].

## 2.4 Réaction chimique de silanisation

### 2.4.1 Adhésion du silane à la céramique

Pour devenir un agent de couplage fonctionnel le silane doit effectuer :

- une réaction d'hydrolyse :(qui permettra son activation)

Cette réaction permet l'activation du silane. Elle peut dépendre de la concentration en silane et des solvants de la solution, ainsi que du pH (les silanes s'hydrolysent facilement en milieu fortement acide ou fortement basique) et de la température [30].

En solution aqueuse les groupements alkoxy (=méthoxyles) de la molécule MPS réagissent avec l'eau et forment des groupements hydrophiles, acides et réactifs, de silanols (Si-OH).

Cette réaction avec de l'eau libère des molécules d'alcool [29].

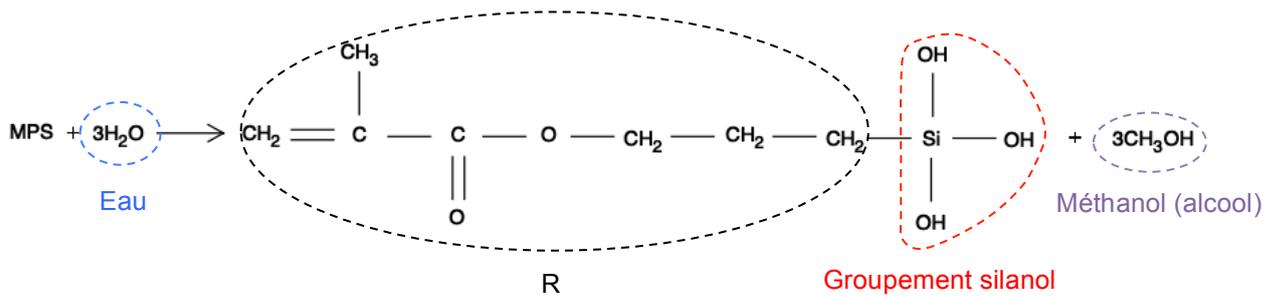


Figure 7 : Schéma de l'hydrolyse d'une molécule de MPS, inspiré des schémas de la littérature [29][8].

➤ une réaction de condensation :

C'est une réaction des molécules de silane entre elles (« cross-linkage »[3]), qui aboutit à la formation de dimères qui se condensent pour former des oligomères de siloxane [29]. Les oligomères (silanols = molécules de silane hydrolysées) réagissent alors ensemble pour former des liaisons siloxanes hydrophobes (Si-O-Si) mais ils réagissent aussi avec une matrice inorganique (la silice, les oxydes de métal contenant une fonction hydroxyle (OH)), et forment des liaisons hydrogènes et covalentes.

Cette réaction libère de l'eau [3] [29] [30].

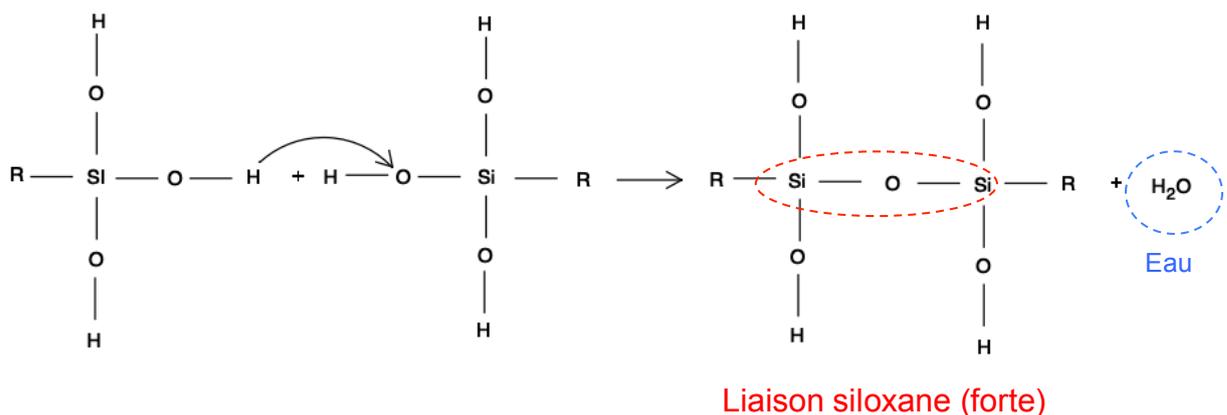


Figure 8 : Schéma de condensation de deux molécules de MPS hydrolysées inspiré d'un schéma de la littérature [29].

Pour avoir une adhésion forte, il faut espérer la formation de liaisons siloxanes (Si-O-Si), au travers d'une condensation des groupements hydroxyles à la surface de la céramique. (Si-OH + OH-Si-Céramique => Si-O-Si-Céramique) [30].

Il est important d'avoir une couche de silane la plus fine possible. En effet les molécules de silane profondes se lient fortement à la céramique, alors que les molécules plus superficielles se lient par des liaisons plus faibles [3]. C'est pourquoi il est conseillé d'appliquer qu'une seule couche de silane.

La formation de ce réseau de silane et de ces différentes liaisons s'appelle la silanisation [3].

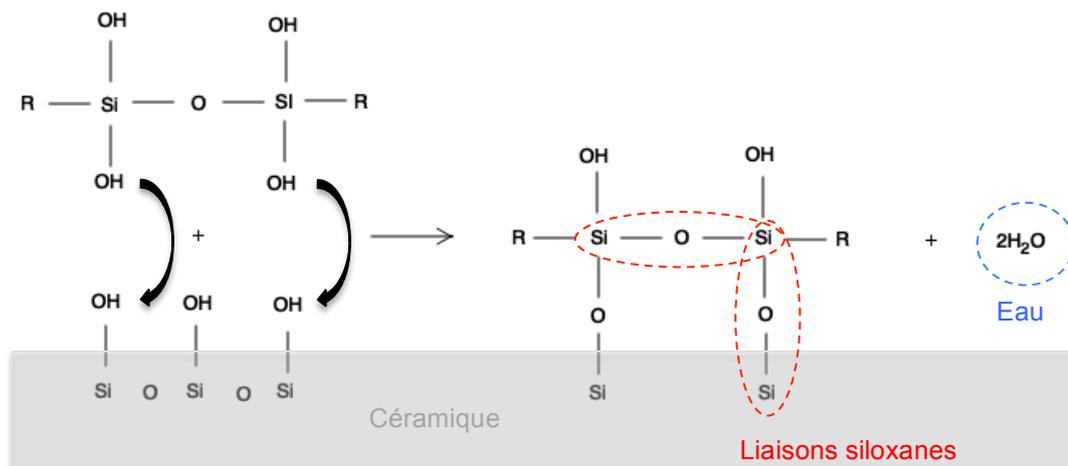


Figure 9 : Schéma de l'adhésion optimale du film de silane à la céramique, inspiré des schémas de la littérature [3][30].

Une molécule de MPS hydrolysée peut se lier à :

- d'autres molécules de MPS hydrolysées
- la silice de la céramique
- les 2 en même temps

Autre réaction possible avec le substrat :

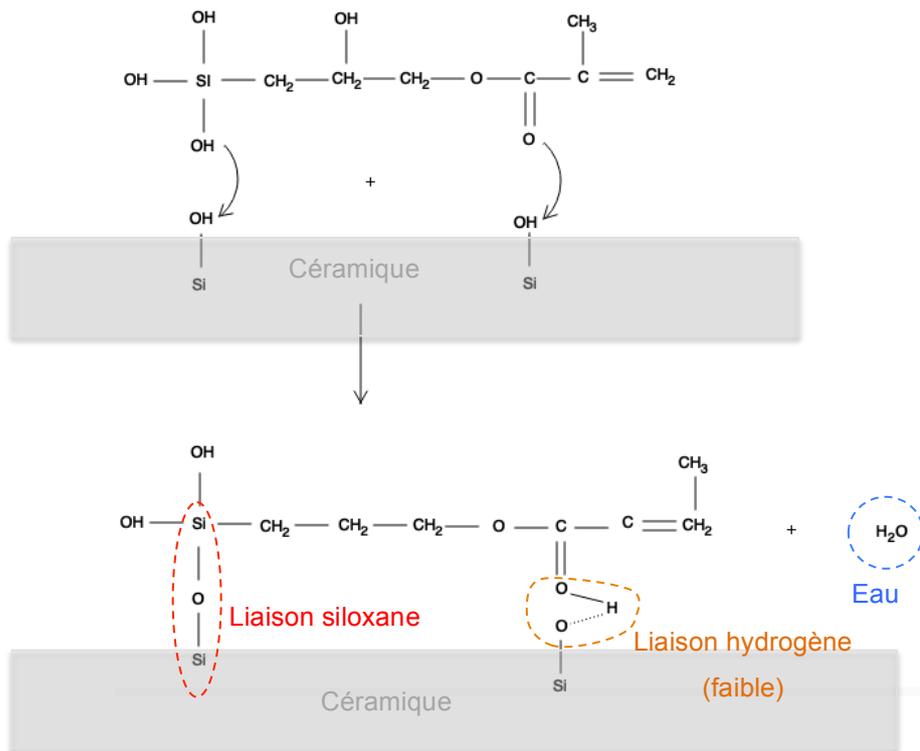
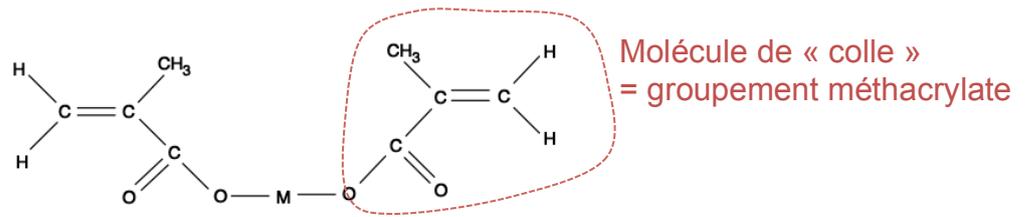


Figure 10 : Schéma de l'adhésion possible d'une molécule de MPS au substrat de collage, inspiré des schémas de la littérature [3][8].

#### 2.4.2 Adhésion du silane à l'adhésif/colle

La plupart des molécules de « colle » sont des monomères ou des polymères qui possèdent un radical (nommé « M ») qui leur est propre et 2 extrémités réactives méthacrylates. Ceci est valable pour les molécules : Bis-GMA, UDMA et TEGMA par exemple. La polymérisation de cette colle active l'adhésion avec le silane qui possède lui aussi une extrémité méthacrylate réactive [30].



MPS  
= groupement méthacrylate

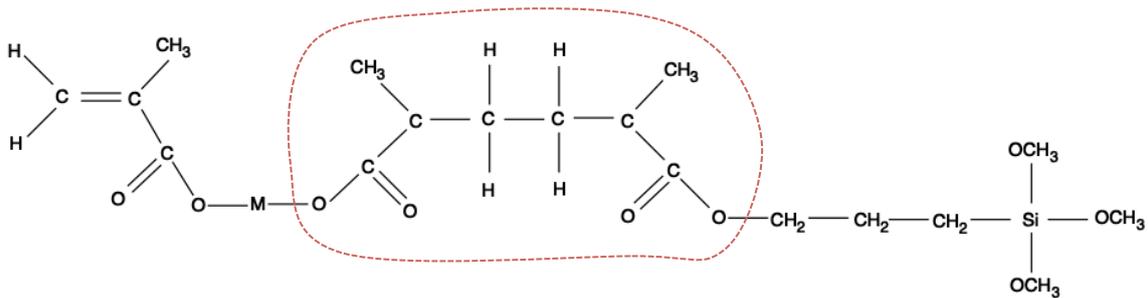
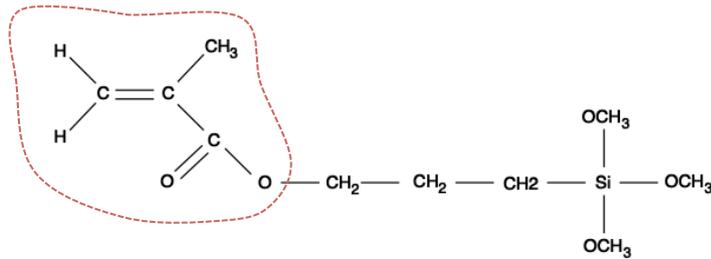


Figure 11 : Schéma de l'adhésion d'une molécule de MPS avec une molécule de colle, inspiré des schémas de la littérature [10].

### 2.4.3 Silane fonctionnel et non fonctionnel

Une molécule de silane est dite fonctionnelle si elle est constituée des groupements alkoxy ayant la capacité de se lier à la surface de la céramique (ainsi qu'à d'autres molécules de silane) et aussi un groupement méthacrylate ayant la capacité de se lier aux monomères organiques de la résine de collage [10][30].

Une molécule de silane est dite non-fonctionnelle si elle est constituée des groupements alkoxy ayant la capacité de se lier à la surface de la céramique (ainsi

qu'à d'autres molécules de silanes) et qu'elle n'a pas la capacité de se lier aux monomères organiques de la résine de collage [10][30].

2 molécules de MPS peuvent ainsi réagir ensemble par leur groupement organo-fonctionnel :

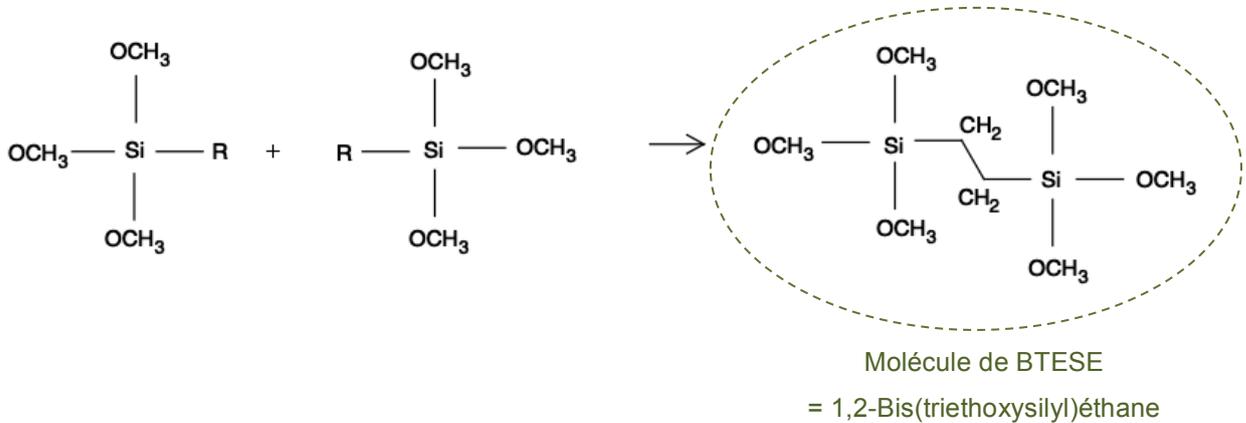


Figure 12 : Schéma d'une molécule de silane non fonctionnelle, inspiré des schémas de la littérature [10][30].

Cette « double molécule de silane » n'a plus la capacité de réagir avec la colle, c'est une molécule de silane « non-fonctionnel ». Mais cette « grosse » molécule peut augmenter la stabilité du film de silane en créant des liaisons fortes avec d'autres molécules de silane

## 2.5 Les différents silanes

Tableau 3 : Tableau illustrant les différentes familles de silane, inspiré de la littérature [3].

Mono-flacon		Bi-flacons	Unidose	Silane associé à l'agent de mordantage
Silane seul	Silane associé			
				

### 2.5.1 Les systèmes mono-flacon

Les formules utilisant un seul flacon de silane pré-hydrolysé, répertoriées dans le tableau 3, doivent être bien agitées avant ouverture et normalement ne doivent être utilisées qu'une seule fois. En effet le silane va rapidement s'hydrolyser et former de nombreux polymères inactifs à l'intérieur même du flacon [30]. De plus du fait des multiples ouvertures/fermetures réalisées une évaporation des solvants se produit et peut altérer les capacités chimiques de la solution. Une solution mono-flacon peut ainsi se conserver au maximum un an dans de bonnes conditions [3].

Ces systèmes mono-flacon contiennent du silane actif donc pré-hydrolysé, présentant déjà des groupements silanols (ex : Monobond<sup>®</sup> plus (Ivoclar Vivadent) ; Silane (Ultradent)). [25]

Dans ces solutions mono-flacon certains fabricants mélangent le MPS à d'autres agents de couplage comme des monomères phosphatés (MDP) (c'est la molécule retrouvée dans la colle avec potentiel adhésif Panavia<sup>®</sup> (Kuraray)). Cette molécule réactive se lie fortement à l'hydroxyapatite, mais aussi à toute sorte de céramique, et notamment aux céramiques denses (type zircone) [3].

## 2.5.2 Les systèmes bi-flacons

En réponse à ce problème de stockage, les systèmes de silane en deux flacons ont été introduits. Le premier flacon contient des monomères de silane non hydrolysés dissous dans de l'alcool, et le second flacon contient de l'acide acétique en solution aqueuse. Les deux contenus sont mélangés juste avant utilisation pour permettre au silane de s'hydrolyser [30].

## 2.5.3 Conditions d'utilisation

Le silane pré-hydrolysé se conserve mal, il faut donc :

- le conserver moins d'un an le produit entamé [3].
- conserver le produit dans un endroit frais et sec ou au réfrigérateur.
- bien refermé le flacon après emploi
- ne pas utiliser un silane d'apparence blanche ou laiteuse [20][25].

En effet, aussitôt que la solution de silane a été mélangée, elle absorbe l'eau de l'air et s'hydrolyse, elle commence à se réticuler ce qui la rend de plus en plus laiteuse et de moins en moins utilisable [3][8].

Le silane est souvent dissous dans de l'alcool mais des solutions avec de l'acétone ou d'autres solvants se font aussi [29]. (Un tableau illustrant des exemples de silanes commercialisés (et leur composition) est consultable en annexe 2).

## 2.6 Application du silane

L'application de silane améliore la mouillabilité en diminuant l'énergie de surface de la céramique. Seule la couche la plus profonde est hydrolytiquement stable et est liée à la surface de la céramique par des liaisons covalentes [19].

Lors de l'application, il est important d'effectuer un bref spray d'air pour éliminer les excès et obtenir une fine couche de silane, puis de laisser agir le silane (60 secondes) avant de le sécher complètement pour éliminer l'eau et les solvants, cela facilitera la diffusion de la colle au sein de cette couche silanique [3].

Plusieurs études ont montré que le séchage permet d'augmenter la force d'adhésion. Et cette force augmente d'autant plus avec un séchage à l'air chaud [32]. Il est donc recommandé, pour gagner 2-3 MPa de force d'adhésion d'effectuer un séchage à l'air chaud (entre 45°C et 100°C) pendant 1 à 2 minutes, plutôt qu'un séchage à l'air ambiant.

Plusieurs techniques plus ou moins pratiques ont été décrites: le sèche-cheveux, le décapeur thermique, ou encore le four [3][33][34]. On remarque alors que le séchage à température élevée (proche de 100°C) serait meilleur qu'un séchage au sèche cheveux par exemple (50°C). Certains auteurs ont essayé de rincer à l'eau chaude avant de sécher à l'air chaud, mais il semblerait que cela fasse diminuer la force d'adhésion [19][35].

D'autres techniques non décrites dans la littérature consisteraient à faire chauffer la pièce prothétique silanisée en la plaçant dans un réchauffeur à composite ou en effectuant plusieurs cycles de photo-polymérisation avec une lampe assez puissante pour générer de la chaleur, à proximité de la pièce prothétique.

Cette phase de séchage à l'air chaud peut paraître contraignante, dans une tendance globale visant la simplification des protocoles de collage, en effet cela permettrait de gagner 2-3 MPa d'adhésion alors que les produits actuels ont déjà un fort pouvoir d'adhésion (>20MPa au test de cisaillement effectué dans la suite de ce travail, sans séchage à l'air chaud).

Les techniques d'applications varient fortement en fonction du produit utilisé et des données du fabricant qu'il faut à tout prix respecter.

## 2.7 Le silane « classique » cas du Monobond® Plus

### 2.7.1 Description

Le Monobond® Plus (Ivoclar® Vivadent) est un primer universel permettant une adhésion chimique entre les composites de collage et tous les matériaux de restaurations indirectes (vitrocéramique, céramique cristalline, métal, composites et composite renforcé aux fibres de verre) [36]. Le Monobond® Plus est un silane composé à la fois de molécules actives de MPS et de MDP. C'est un système dit mono-flacon.

### 2.7.2 Composition

Il s'agit d'une solution alcoolisée de méthacrylate de silane, de méthacrylate d'acide phosphorique et de sulfure méthacrylate [36].

### 2.7.3 Protocole d'application

- Appliquer le silane sur une surface parfaitement sèche
- Etendre une très fine couche (plus stable), de façon énergique pour faciliter l'imprégnation du silane dans la céramique fraîchement mordancée [3][36].
- Laisser agir le silane pendant 60 secondes, puis disperser l'excès de matériau avec un souffle d'air fort.
- Appliquer le composite de collage et insérer la restauration [36].

## 2.8 Le silane « auto-mordançant » cas du Monobond® Etch and Prime

### 2.8.1 Description

Le Monobond® Etch and Prime (Ivoclar® Vivadent) est utilisé pour conditionner les surfaces céramiques à base de silicate (c'est à dire à phase vitreuse prédominante), devant être collées avec un composite de collage. Le Monobond® Etch and Prime mordance et silanise en une application les surfaces céramiques à base de silicate [37].

Le di-fluorure d'ammonium est un agent de mordantage des verres dans l'industrie, il peut être obtenu par neutralisation de l'ammoniac par de l'acide fluorhydrique. Il y a quelques années, le di-fluorure d'ammonium a été utilisé en dentisterie avec le système Dicor (les couronnes ou facettes vitrocéramiques pouvaient déjà être mordancées et silanées ainsi en 1988 [38][39]) mais il a été remplacé par l'acide fluorhydrique plus puissant. La littérature montre que les ammoniums polyfluorures mordangent peu la céramique comparativement à l'acide fluorhydrique [3][10].

## 2.8.2 Composition

La composition du Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime est une solution alcoolisée de polyfluorure d'ammonium, de méthacrylate de silane, et de colorants bleus.

## 2.8.3 Protocole d'application

- Appliquer le silane sur une surface parfaitement sèche.
- Appliquer à l'aide d'une micro-brush et broser la surface pendant 20 secondes en exerçant une pression légère. Laisser agir 40 secondes supplémentaires.
- Rincer soigneusement le Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime à l'eau jusqu'à ce que la couleur bleue ait été éliminée.
- Sécher la restauration avec un puissant souffle d'air sec pendant 10 secondes.
- Placer la restauration conditionnée à l'aide d'un composite de collage [37].

Le mécanisme d'action 2 en 1 de ce produit fonctionnerait de la manière suivante :

- avec l'application du produit et le brossage effectué pendant 20 secondes, la surface de la céramique est nettoyée.

- pendant les 40 secondes suivantes, la phase vitreuse de la céramique est alors dissoute, créant des microrugosités de surface. Le méthacrylate de silane présent dans le produit se positionne à la surface de la céramique.
- le rinçage élimine les résidus d'acide de polyfluorure d'ammonium hydrosolubles et surtout hydrolyse le silane qui peut alors se fixer chimiquement à la céramique. Le rinçage n'élimine pas les molécules de silane mais leurs permet de réagir avec la surface mordancée de la céramique.

## 2.9 Revue de la littérature

En vue de réaliser des expérimentations comparant les silanes « Monobond<sup>®</sup> Plus » et « Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime » une étude de la littérature scientifique récente sur le sujet a été effectuée.

Pour la suite de ce travail, les abréviations suivantes sont retenues :

- HF= acide fluorhydrique
- MP= Monobond<sup>®</sup> Plus
- MBEP= Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime

Le protocole dit « conventionnel » décrit l'utilisation d'acide HF et de silane type MP.

### 2.9.1 Rapport scientifique publié par Ivoclar<sup>®</sup> Vivadent

En 2018, Ivoclar<sup>®</sup> Vivadent a édité un rapport scientifique [40] accessible en ligne.

Ce rapport compile 19 articles scientifiques, publiés entre 2014 et 2018.

Malgré les divers protocoles expérimentaux, il est possible d'observer que parmi ces 19 articles :

- 5 articles concluent que la force d'adhésion obtenue avec le silane MBEP est supérieure à celle obtenue avec un protocole de collage « conventionnel » avec acide fluorhydrique et silane (type Monobond<sup>®</sup> Plus) [41].

- 11 articles concluent que les 2 protocoles de collage (MBEP ou « conventionnel »), permettent des résultats d'adhésion « similaires » ou « comparables » [42][43][44][45].
- 3 articles soulignent les bonnes performances du silane MBEP de part sa stabilité dans le temps (en conditions particulières : froid, chaleur, lumière), sa polyvalence quant à la résine de collage utilisée (Multilink<sup>®</sup>, RelyX<sup>™</sup> Unicem, Panavia<sup>™</sup> V5) et pour ses capacités d'adhésion in vitro et in vivo (à 6 mois).

## 2.9.2 Revue de littérature

Une première sélection de 15 articles publiés entre 2017 et 2019, abordant les 2 protocoles a été effectuée. Parmi ces 15 articles figurent les articles déjà utilisés par la société Ivoclar<sup>®</sup> Vivadent pour son rapport scientifique ainsi que les articles ne permettant pas une comparaison directe des 2 protocoles, ceux-ci ont été exclus. Au final, il reste alors 6 articles qui se rapprochent fortement des expérimentations souhaitées.

### 2.9.2.1 Article 1

Guimarães HAB. *et al.* : Simplified Surface Treatments for Ceramic Cementation: Use of Universal Adhesive and Self-Etching Ceramic Primer 2018 [46].

➤ Matériel et méthode :

Test de cisaillement à l'interface :

- blocs de disilicate de lithium (IPS e.max<sup>®</sup> Press, Ivoclar Vivadent) (8X8mm)
- cylindre de résine de collage (Variolink<sup>®</sup>) 3X3mm

Collage : Variolink<sup>®</sup> (Silane= Monobond N = équivalent de MP)

Lampe : Bluephase<sup>®</sup>

Stockage en eau déminéralisée à 37°C pendant 24 heures,

➤ Résultats :

Tableau 4 : Résumé des résultats.

Traitement de surface de la céramique (n=10)	Test de résistance au cisaillement 0,5mm/min, en MPa
HF 10% + silane + adhésif	9,61 +/-2,50
<b>HF 10% + silane</b>	<b>10,22 +/-3,28</b>
HF 10% + silane + adhésif universel	7,39 +/-2,02
HF 10% + adhésif universel	4,28 +/-1,32
MBEP + adhésif	9,01 +/-1,97
<b>MBEP</b>	<b>6,18 +/-2,75</b>

➤ Conclusions :

- Un traitement de surface « conventionnel » = acide Fluorhydrique + silane permet une meilleure adhésion.
- L'utilisation d'un adhésif en plus de la couche de silane, montre des résultats similaires avec le traitement « conventionnel » et le traitement au MBEP.
- Le silane MBEP semble être une solution satisfaisante de remplacement de l'acide fluorhydrique au vu de ses précautions d'emploi.

## 2.9.2.2 Article 2

Murillo-Gómez F. *et al.* : Bonding effectiveness of tooth-colored materials to resin cement provided by self-etching silane primer after short- and long-term storage 2019 [47].

### ➤ Matériel et méthode :

Test de traction entre :

- 10 blocs de disilicate de lithium (IPS e.max<sup>®</sup> CAD, Ivoclar Vivadent) (3,5X1,8X1,8mm)
- blocs de résine composite (Lava<sup>™</sup> Ultimate)

Collage : Variolink<sup>®</sup> (Silane = monobond S = équivalent MP)

Lampe : Bluephase<sup>®</sup>

Stockage en eau déminéralisée à 37°C pendant 24 heures, et pendant 1an.

### ➤ Résultats :

Tableau 5 : Résumé des résultats.

Traitement de surface de la céramique (n=10)	Test de résistance à la traction, en MPa, à 24h	Test de résistance à la traction, en MPa, à 1an
<b>HF 5% + silane</b>	<b>13,5+/-1,8</b>	<b>10+/-3,1</b>
<b>MBEP</b>	<b>15,5 +/-6,6</b>	<b>13,4+/-5,3</b>

### ➤ Conclusions :

- L'acide fluorhydrique est un produit dangereux nécessitant des précautions d'emploi particulières.
- La rugosité de surface est nettement augmentée avec le traitement de surface à l'acide fluorhydrique.
- La force d'adhésion est quasiment similaire avec traitement de surface « conventionnel » et traitement de surface MBEP.
- Les interfaces de collage sont toutes affectées par stockage en milieu humide pendant 1an.

### 2.9.2.3 Article 3

Scherer MM. *et al.* : Fatigue failure load of an adhesively-cemented lithium disilicate glass-ceramic: Conventional ceramic etching vs etch & prime one-step primer 2018 [48].

➤ Matériel et méthode :

Test de résistance à la fatigue à l'interface : (soit 250 000 charges à environ 700N)

- disques de disilicate de lithium (diamètre : 10mm, épaisseur : 1,5mm)
- disques similaires à la dentine (résine époxy-glass)(diamètre 10mm, épaisseur : 2mm)

Collage : Multilink<sup>®</sup> Automix

Stockage en eau déminéralisée à 37°C pendant 7 jours

Thermo-cyclage : pendant 90 jours, 12000 cycles de 5°C à 55°C avec un changement toutes les 30 secondes.

➤ Résultats :

Tableau 6 : Résumé des résultats.

Traitement de surface de la céramique	Test de résistance à la fatigue, en MPa, à 7 jours	Test de résistance à la fatigue, en MPa, à 90 jours
Silane	876,7 Newton soit environ 11,2 MPa ( $\pi \times r^2$ )	Pas de résultats car nombreuses ruptures prématurées
<b>HF 5% + silane</b>	1305,9 Newton soit environ <b>16,6 MPa</b>	1193,7N soit environ <b>15,2MPa</b>
<b>MBEP</b>	1160,5 Newton soit environ <b>14,8MPa</b>	854,6N soit environ <b>10,9 MPa</b>

➤ Conclusions :

- Un traitement de surface « conventionnel » = acide fluorhydrique + silane permet une meilleure adhésion et une meilleure résistance à la fatigue. Cependant le MBEP laisse apparaître des résultats prometteurs.
- L'utilisation d'un silane seul comme traitement de surface est insuffisant, car lors des cycles de fatigue une rupture de plus de la moitié des échantillons a été observée.
- Le silane MBEP prépare moins en profondeur la surface de la céramique.

## 2.9.2.4 Article 4

Swank M. *et al.* : Bond strength of resin cement to ceramic with new simplified primers and pre-treatment solutions 2016 [49].

### ➤ Matériel et méthode :

Test de cisaillement à l'interface :

- blocs de disilicate de lithium (IPE e.max® CAD, Ivoclar Vivadent) (épaisseur 3mm)
- cylindre de résine de collage NX3 (Kerr)

Collage : NX3 (Kerr)

Lampe : Bluephase®

Stockage en eau déminéralisée à 37°C pendant 24 heures

### ➤ Résultats :

Tableau 7 : Résumé des résultats.

Traitement de surface de la céramique sur 16 échantillons	Test de résistance au cisaillement en MPa, à 24 heures
Air abrasion	8,4MPa
<b>HF 5% + silane</b>	<b>11,7 MPa</b>
<b>MBEP</b>	<b>8MPa</b>
Air abrasion + HF 5% + Optibond XTR (Kerr)	10,6 Mpa
HF 5% + Bis-silane (Bisico)	23,2 Mpa

### ➤ Conclusions :

- Un traitement de surface « conventionnel » = acide Fluorhydrique + silane permet une meilleure adhésion.
- L'utilisation du silane Bis-silane (Bisco) permet une adhésion significativement meilleure.

## 2.9.2.5 Article 5

Lopes G. *et al.* : Does a Self-etching Ceramic Primer Improve Bonding to Lithium Disilicate Ceramics? Bond Strengths and FESEM Analyses 2019 [50].

### ➤ Matériel et méthode :

Test de cisaillement à l'interface :

- blocs de disilicate de lithium (IPS e.max<sup>®</sup> CAD LT) 14X4X2mm
- cylindre de résine de collage (Variolink<sup>®</sup>)

Collage : Variolink<sup>®</sup>

Lampe : Bluephase<sup>®</sup>

Stockage en eau déminéralisée 37°C pendant 48 heures

### ➤ Résultats :

Tableau 8 : Résumé des résultats

Traitement de surface de la céramique (n=5)	Test de résistance au cisaillement en MPa, à 48 heures, eau 37°C
Aucun traitement de surface	0
<b>HF 5% + MP</b>	<b>15+/-4,1</b>
<b>HF 9% + MP</b>	<b>8+/-2,2</b>
<b>MBEP</b>	<b>3,8+/-1,9</b>

### ➤ Conclusions :

- Un traitement de surface « conventionnel » = acide Fluorhydrique + silane permet une meilleure adhésion.
- L'utilisation du silane MBEP est significativement moins efficace face au test de cisaillement, une majorité de ruptures adhésives est alors observée.
- L'observation en microscopie électronique à balayage permet l'observation de sporadiques zones de rétention lors de l'utilisation du silane MBEP, l'attaque acide ne semble alors pas assez puissante.

## 2.9.2.6 Article 6

Tribst J. *et al.* : Self-etching Primers vs Acid Conditioning: Impact on Bond Strength Between Ceramics and Resin Cement 2018 [51].

### ➤ Matériel et méthode :

Test de cisaillement (0,5mm/min) à l'interface :

- blocs de disilicate de lithium (IPS e.max<sup>®</sup> CAD LT) 5X7X4mm
- bloc de composite IPS Empress<sup>®</sup>

Collage : Variolink<sup>®</sup>

Lampe : Bluephase<sup>®</sup>

Stockage en eau déminéralisée à 37°C pendant 24 heures.

Thermo-cyclage : 5000 cycles de 5°C à 55°C avec un changement toutes les 30 secondes (5 secondes de transition)

### ➤ Résultats :

Tableau 9 : Résumé des résultats.

Traitement de surface de la céramique sur 5 échantillons	Test de résistance au cisaillement en MPa à 24h	Test de résistance au cisaillement en MPa
<b>HF 10% + MP</b>	<b>22,60+/-3</b>	<b>16 +/-4</b>
<b>MBEP</b>	<b>24,73+/-6,9</b>	<b>16,08 +/-5,4</b>

### ➤ Conclusions :

- L'utilisation du silane MBEP semble idéal pour obtenir une adhésion suffisante.
- Le vieillissement prématuré engendré par le thermo-cyclage influence l'adhésion.

### 2.9.3 Conclusion

Selon cette revue, il peut être apporté comme conclusion que :

- L'utilisation du silane serait nécessaire pour obtenir une forte adhésion, mais son utilisation seule, sans préparation de surface serait insuffisante. La force d'adhésion serait alors diminuée d'environ un tiers, et serait très faible à long terme.
- L'application d'acide fluorhydrique permettrait la formation de nombreuses microrugosités favorisant l'adhésion. Cependant son utilisation est dangereuse et requière des précautions d'emplois (protections appropriées : gants, masque, lunettes et neutralisation adaptée du produit après utilisation (par exemple : poudre neutralisante IPS ceramic de Ivoclar® Vivadent)).
- L'adhésion semblerait plus forte avec l'utilisation du protocole dit « conventionnel » plutôt qu'avec l'utilisation du silane Monobond® Etch and Prime. Malgré cela, le silane MBEP laisserait paraître des résultats prometteurs voire suffisants pour une bonne adhésion, en simplifiant grandement le protocole de collage.
- Le stockage en milieu humide et le vieillissement prématuré (engendré par le thermo-cyclage) influenceraient tous deux les résultats d'adhésion.
- L'utilisation du silane MBEP laisserait observer un dépôt de silane dispersé à la surface de la céramique [3]. Il est alors peut-être possible que le rinçage de la solution vienne tout de même éliminer une partie du silane.
- Le recul clinique est moindre avec le silane MBEP par rapport au protocole dit « conventionnel ».

### 3 Etude des applications des silanes

#### 3.1 Choix de la méthode d'analyse

Dans la littérature les tests de cisaillement sont les plus largement utilisés. Le cisaillement semble être le plus représentatif des mouvements de la mastication et est simple à mettre en place. Hooshmand soutient que la préparation micromécanique de surface de la céramique n'aurait pas d'influence sur les résultats d'adhésion lors de tests de traction. Il n'y aurait ainsi pas de différence significative d'adhésion entre la céramique simplement polie et la céramique sablée ou mordancée [52].

Cependant, l'étude des modèles théoriques numériques des forces appliquées sur le joint de collage d'une couronne [53] ou d'un onlay, illustrée par la figure 13, montre des forces verticales dirigées vers le pilier dentaire et des forces centripètes dirigées vers l'extérieur, correspondant respectivement à des forces de traction et à des forces de cisaillement. De plus en prenant l'exemple des facettes collées, il est fort probable qu'elles subissent des forces d'arrachement de type traction lors des mouvements de propulsion. Enfin, les travaux de Bella Dona *et al.*, comparant les tests de traction et de cisaillement en dentisterie, ont conclu que le test de traction serait plus représentatif de l'adhésion que le test de cisaillement [54].

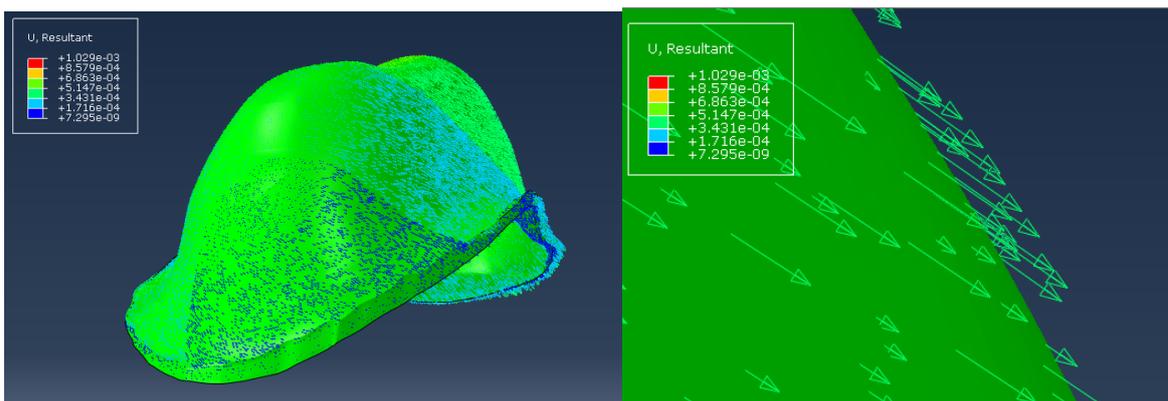


Figure 13: Image de simulation numérique du joint dento-prothétique (Laboratoire URB2i) [53].

Le choix du test de résistance pour évaluer une adhésion en dentisterie fait donc débat, il faudrait peut être corréler les résultats de tests de traction et de cisaillement pour espérer avoir une représentation scientifique la plus juste possible.

La décision fut prise d'utiliser dans un premier temps une méthodologie comportant uniquement des tests de résistance mécanique de traction pour cette étude.

## 3.2 Tests de résistance à la traction

### 3.2.1 Introduction

Les tests de résistance à la traction sont très peu décrits en dentisterie car ils sont difficiles à mettre en œuvre, mais cependant il semblerait que leurs résultats seraient plus justes en matière d'adhésion. [54] De plus, les tests de traction ne se font habituellement que sur des échantillons de très petite section comme par exemple avec le Microtensile Tester proposé (BISCO®) [55]. Dans notre étude, avec une surface de collage de  $19,6\text{mm}^2$ , les valeurs d'adhérence en traction stricte ne sont pas connues, et une grande surface de collage se rapproche plus de la réalité clinique. Ces raisons ont motivé la réalisation de tests de traction.

### 3.2.2 Matériel et méthode

Des dents de sagesse fraîchement extraites (<2mois) ont été conservées dans de l'eau puis dans une solution aqueuse composée de 2,5g de Chloramine T pour 500mL d'eau. Les dents ont été découpées perpendiculairement à leur grand axe afin d'obtenir une surface de dentine plane supérieure à 5mm de diamètre (encerclée d'émail). Les coupes de dents sont ensuite polies en surface avec du papier de verre (grip P800). Ces coupes sont ensuite enrobées dans de la résine PPMA en maintenant la surface de dentine bien dégagée. En tout, 20 échantillons ont été réalisés pour l'expérience (n=20).

Des plots cylindriques de céramique renforcée en disilicate de lithium (Emax® CAD (Ivoclar® Vivadent)) ont été modélisés et usinés par un système CFAO afin de présenter des dimensions de 5mm de diamètre et de 8mm de hauteur. La surface de collage est alors de  $19,6\text{mm}^2$  (Aire du disque =  $\pi \times r^2 = \pi \times (5/2)^2$ ). Les plots de céramique sont cuits à l'aide du four « Programat® P300 » de Ivoclar® Vivadent, ces plots ont bénéficié d'un traitement thermique de cristallisation/glaçage (programme de cuisson numéro 81) (Illustrations en annexe 3). Les plots de céramique sont alors

assemblés aux surfaces dentaires par un protocole de collage (illustré en annexe 4,5 et 6). La lampe à photo-polymériser utilisée est une lampe VALO d'une intensité lumineuse mesurée avant expérience de 965mW/cm<sup>2</sup>.

De manière aléatoire, 10 échantillons sont sélectionnés pour faire partie du groupe MP : Monobond<sup>®</sup> Plus, 10 autres échantillons sont sélectionnés pour faire partie du groupe MBEP : Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime.

Le test de traction est mis en œuvre par une machine de résistance universelle d'élongation/de flexion/de résistance à la compression (AGS-X de chez Shimadzu Corp (Japan)), équipée d'une cellule de force 5kN. Pour réaliser les tests un système de pince « étau » est mis en place, l'étau attrape le bloc de céramique (à la manière d'un « foret sur une perceuse ») et tire dessus alors que la dent reste bloquée sur le socle (dispositif consultable en annexe 7). Le système semble ingénieux mais il n'a jamais été testé dans le laboratoire UBR2i.

La colle utilisée étant à prise duale (Variolink<sup>®</sup> Esthetic DC (Dual Cure) teinte « Warm »), les tests sont effectués 48 heures après collage. Pendant cette période les échantillons sont stockés dans de l'eau à température ambiante..

### 3.2.3 Résultats

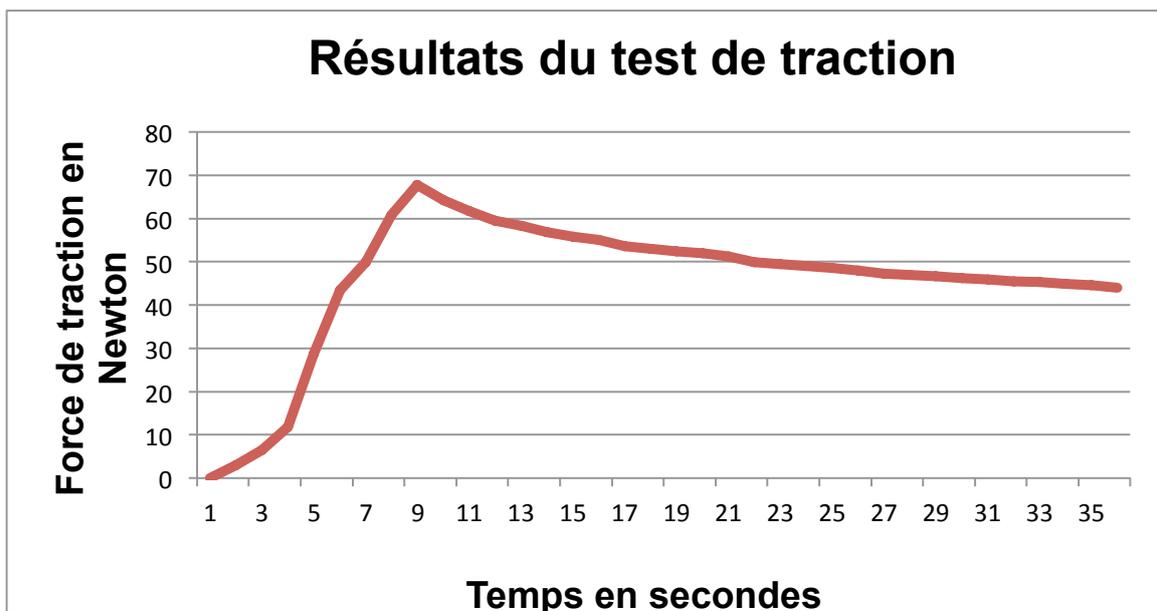


Figure 14 : Graphique type obtenu avec les échantillons sur les tests de traction.

Le graphique en figure 14 est un exemple représentatif des résultats obtenus sur les échantillons testés. À partir d'un certain seuil de force appliquée, le plot de céramique se met à glisser de la pince qui le retenait initialement. Avec cet exemple il est possible d'observer que le point de rupture se fait à environ 70N, pour une surface de 19,6mm<sup>2</sup>, ce qui représente une force d'adhérence d'environ 3,5 MPa. Un maximum de 8MPa a aussi été enregistré.

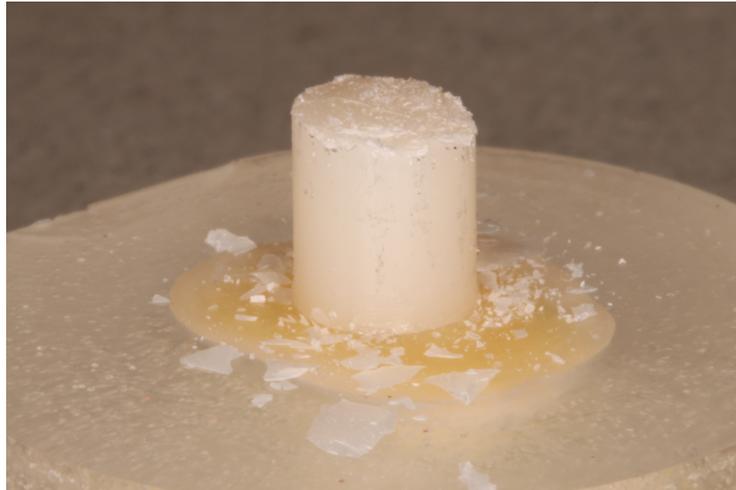


Figure 15 : Image d'un échantillon après un essai de test de traction.

### 3.2.4 Discussions

Au cours des différents tests, il a été observé que la pince « étau » ne permet pas de retenir le bloc de céramique avec assez de force. À partir d'une certaine force appliquée le bloc de céramique glisse petit à petit puis se fragmente, rendant les échantillons inutilisables. Le serrage de plus forte intensité de la pince a donné les mêmes effets. La surface dure et lisse de la céramique ne permet pas à la pince de se bloquer, il faudrait imaginer un système d'encoches ou de rétentions secondaires.

La littérature rapporte que les tests de cisaillement présentent des résultats d'environ 20 MPa [51]. Pour des tests de traction, il est possible d'imaginer des valeurs supérieures. Les moyens mis en place pour les tests de traction ne sont donc pas à la hauteur des objectifs escomptés.

### 3.2.5 Conclusion

Les tests de traction sur ce genre d'échantillons demande l'application d'une force considérable. La surface de collage testée est grande, et le système mis en œuvre n'est malheureusement pas assez efficace. Un nouveau système de traction est alors à imaginer. Nous choisissons alors de continuer nos expérimentations par de tests de cisaillement.

## 3.3 Test de résistance au cisaillement

### 3.3.1 Introduction

Les tests de résistance au cisaillement sont très simples à mettre en œuvre sur nos échantillons et largement décrits dans la littérature[49][50][51]. L'objectif est alors de pouvoir comparer les résultats obtenus en cisaillement à ceux décrits dans la littérature, et aussi de comparer les résultats des deux protocoles de silanisation proposés par Ivoclar® Vivadent.

### 3.3.2 Matériel et méthode

Les échantillons (n=20) utilisés pour ces tests de cisaillement sont constitués de plots de céramique collés sur des dents, ils ont été préparés de manière similaire aux échantillons utilisés pour les tests de traction (cette préparation est consultable au paragraphe 3.2.2 et en annexe 4,5 et 6). La mise en œuvre des tests de résistance au cisaillement sont effectués à l'aide d'une machine de test universelle LRX® (Lloyd Instruments) à une vitesse de 0,5mm/min. L'échantillon est placé verticalement, le plot de céramique collé ressort sur l'avant de la machine (dispositif consultable en annexe 5). Une force est alors appliquée sur le plot de céramique parallèlement au joint de collage et au plus proche de celui-ci. Elle augmente progressivement et cela jusqu'à rupture de l'échantillon. La force à la rupture est donc enregistrée par la machine qui réalise le calcul suivant:

Force (N) / Surface de collage ( $19,6\text{mm}^2$ ), et donne un résultat en MPa.

### 3.3.3 Résultats et études statistiques

Le tableau 10 expose les résultats bruts obtenus après rupture des échantillons au test de cisaillement. Et les données statistiques classiques sont ensuite regroupées dans le tableau 11.

Tableau 10 : Résultats test de cisaillement (réalisé sur Microsoft® Excel)

Force de cisaillement (en MPa)	Monobond® Plus (n=10)	MBEP (n=10)
	22,72	34,55
	34,35	23,1
	37,73	23,4
	34,79	24,73
	27,24	21,88
	41,96	29,5
	22,62	25,02
	46,57	15,06
	32,18	28,98
	27,68	47,58

Tableau 11 : Résultats statistiques (réalisé sur Microsoft® Excel)

	Monobond® Plus (n=10)	MBEP (n=10)
1er quartile	27,4	23,2
Minimum	22,6	15,1
Médiane	33,3	24,9
Maximum	46,6	47,6
3ème quartile	37,0	29,4

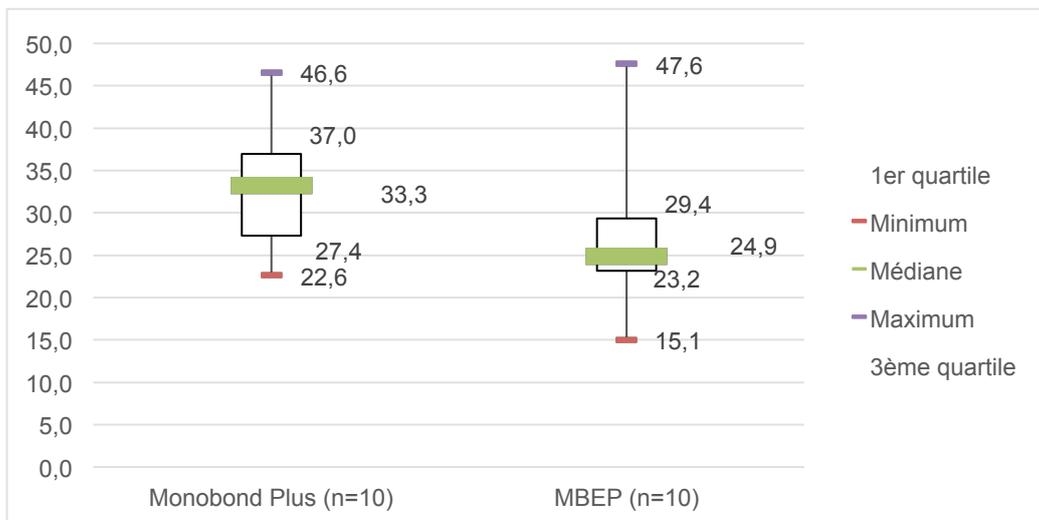


Figure 16 : Graphique "Boîte à moustaches" exposant les résultats statistiques des tests de cisaillement (réalisé sur Microsoft® Excel)

Le graphique « boîtes à moustaches » de la figure 16 montre la dispersion des valeurs statistiques. Les résultats obtenus en cisaillement avec l'utilisation du Monobond® Plus sont visiblement moins dispersés et présentent une meilleure médiane que les résultats obtenus avec le MBEP.

L'hypothèse nulle est qu'«il n'existe pas de différence significative dans les valeurs de résistance au test de cisaillement entre le groupe MP et le groupe MBEP ».

### 3.3.3.1 Test de Student T

Pour comparer les moyennes il faut utiliser un test d'homogénéité des moyennes : le test de Student T.

- la taille des échantillons est inférieure à 30.
- le rapport de la variance la plus élevée sur la moins élevée est environ égal à 1,23.

Selon la table de Fisher-Snedecor pour un risque  $\alpha=0,05$ , le rapport des variances ne doit alors pas dépasser 2,98. Or  $1,23 < 2,98$ , les variances sont proches, le test de Student T peut être utilisé.

$p=T.TEST(C2 :C11 ;D2 :D11 ;1 ;2)= 0,083097789$

1 : car code test unilatéral

2 : car code pour utiliser variance commune

L'analyse statistique des moyennes des deux groupes donne un degré de confiance de  $p= 0,08 > 0,05$  pour des variances égales (=homoscédasticité) selon le Student T test, donc l'hypothèse nulle n'est pas rejetée, il n'y a donc pas de différence significative entre les valeurs des 2 groupes.

L'adhésion dans le groupe MP n'est pas significativement plus élevée que l'adhésion dans le groupe MBEP selon le test de Student T de comparaison des moyennes.

### 3.3.3.2 Test de Fisher de la variance sur deux échantillons

Le tableau 12 exprime les résultats du test de Fisher, obtenus via un logiciel automatisé de calculs statistiques. Il réalise ici le test d'égalité des variances pour un risque  $\alpha = 0,05$ .

Tableau 12 : Tableau résumé du test de Fisher d'égalité de deux variances (réalisé via l'application Mac : Stat Plus, Analysoft)

<b>F-Test de la variance sur deux échantillons</b>			
Niveau de signification (Alpha)	5.%		
<b>Statistique descriptive</b>			
	<b>Monobond Plus (n=10)</b>	<b>MBEP (n=10)</b>	
Taille de l'échantillon	10	10	
Moyenne	32,784	27,38	
Variance	62,99274	77,25407	
Déviat ion standard	7,93680	8,78943	
Erreur type (de la moyenne)	2,50984	2,77946	
<b>Ratio of variances Var[Monobond Plus (n=10)]/Var[MBEP (n=10)]</b>			
<b>F</b>	<b>0,81540</b>		
F Valeur critique(5%)	0,31457		
F Valeur critique(5%) 2-latéral	0,24839		
Valeur p 2-latéral (H1: F ≠ 1)	0,76608	H1 rejeté	
Valeur p 1-latéral (H1: F > 1)	0,61696	H1 rejeté	
Valeur p 1-latéral (H1: F < 1)	0,38304	H1 rejeté	
<b>F [larger/smaller]</b>			
<b>F</b>	<b>1,22640</b>		
F Valeur critique(5%)	3,17889		
F Valeur critique(5%) 2-latéral	4,02599		
H0 F=1 (5%)?	accepté		

L'hypothèse nulle est acceptée. Il n'y a donc pas de différence significative entre les valeurs des 2 groupes.

L'adhésion dans le groupe MP n'est pas significativement plus élevée que l'adhésion dans le groupe MBEP selon de test de Fisher sur la variance de deux échantillons.

### 3.3.4 Discussions

Les résultats d'adhésion évalués par des tests de cisaillement au travers de cette étude sont comparables aux résultats de la littérature scientifique actuelle [51]. Les groupes MP et MBEP proposent tous deux une force d'adhésion globalement supérieure à 20MPa, ce qui représente un collage efficace pour une surface plane de 19,6mm<sup>2</sup>.

Le protocole opératoire dit « conventionnel » utilisant l'acide fluorhydrique et le silane Monobond<sup>®</sup> Plus semble avoir de meilleurs résultats (1<sup>ier</sup> quartile, médiane et 3<sup>ième</sup> quartile sont supérieurs). C'est aussi ce que conclue la revue de la littérature réalisée dans ce mémoire (paragraphe 2.9.2). Cependant après analyse statistique, il est possible d'observer que cette différence n'est pas statistiquement significative, les deux protocoles sont alors comparables.

L'utilisation du Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime facilite et simplifie grandement le protocole opératoire. A l'inverse, le protocole incluant l'utilisation de l'acide fluorhydrique allonge et complique le protocole. De plus, cet acide très dangereux doit être neutralisé avant d'être éliminé, mais cette étape est parfois négligée et peut entraîner une forte pollution des eaux.

### 3.3.5 Conclusion

L'utilisation du Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime lors du protocole de collage de céramique dentaire permet une adhésion comparable à celle obtenue avec un protocole « conventionnel ».

Les tests de cisaillement ont été effectués sur un petit échantillon (n=20). Il serait intéressant d'augmenter le nombre d'échantillons pour augmenter la puissance de l'étude et peut être à ce moment là mettre en évidence une différence d'adhésion significative. Il est aussi envisageable d'effectuer des cycles de vieillissement artificiel pour évaluer le comportement du joint de collage dans chacun des protocoles.

Enfin, les tests de cisaillement ne sont pas les tests de choix pour évaluer une adhésion [54], il serait donc intéressant de mettre en place des tests de traction efficaces.

## Conclusion

Les protocoles de collage des matériaux dentaires font inévitablement partie de la pratique quotidienne du chirurgien dentiste. Il est alors important d'en connaître les fondements ainsi que les relations entre les tissus dentaires et les biomatériaux utilisés. Tout cela s'inscrit alors dans la pratique contemporaine de l'art dentaire au travers du bio-mimétisme. À ces connaissances s'ajoute le devoir du chirurgien dentiste de s'adapter aux évolutions technologiques et aux nouveaux matériaux afin d'être toujours en accord avec les données acquises de la science.

L'étude de la littérature ainsi que l'étude comparative effectuées dans ce travail permettent de conclure que le Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime simplifie les protocoles de collage des céramiques dentaires tout en gardant des performances comparables au protocole conventionnel utilisant de l'acide fluorhydrique, et cela pour de petits échantillons.

Bien que les résultats sur des tests de résistance à la traction pourraient fournir de nouvelles informations sur l'adhésion avec l'utilisation du Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime, il serait intéressant à l'avenir d'obtenir des résultats in vivo de ce nouveau produit afin d'en constituer un recul clinique indispensable à une approche plus sereine par les praticiens. En effet, dans le monde contemporain où les choses se font très rapidement, il est très important de se rappeler qu'il en va de la santé des patients et de la santé publique en général.

Les études scientifiques sont indispensables pour évaluer les produits commercialisés et garantir aux patients les meilleurs soins, il est donc nécessaire de les perfectionner, et de développer un esprit critique. L'étude réalisée dans le cadre de travail se doit alors d'être poursuivie et complétée.

## Figures

Figure 1 : Schéma des différents systèmes adhésifs [10].	21
Figure 2 : Image en microscopie électronique à balayage de prismes d'émail après mordançage [13].	23
Figure 3 : Images en microscopie électronique à balayage illustrant l'élimination de la "smear layer" et l'ouverture de tubulis dentinaires après mordançage [6].	23
Figure 4 : Images en microscopie électronique à balayage illustrant la rugosité de la céramique après sablage (en haut) et mordançage à l'acide fluorhydrique (en bas) [7].	30
Figure 5 : Schéma récapitulatif de l'interface de collage céramique-dent, inspiré de la littérature [8].	34
Figure 6 : Schéma d'une molécule de MPS, inspiré des schémas de la littérature [3][10][30].	37
Figure 7 : Schéma de l'hydrolyse d'une molécule de MPS, inspiré des schémas de la littérature [29][8].	38
Figure 8 : Schéma de condensation de deux molécules de MPS hydrolysées inspiré d'un schéma de la littérature [29].	38
Figure 9 : Schéma de l'adhésion optimale du film de silane à la céramique, inspiré des schémas de la littérature [3][30].	39
Figure 10 : Schéma de l'adhésion possible d'une molécule de MPS au substrat de collage, inspiré des schémas de la littérature [3][8].	40
Figure 11 : Schéma de l'adhésion d'une molécule de MPS avec une molécule de colle, inspiré des schémas de la littérature [10].	41
Figure 12 : Schéma d'une molécule de silane non fonctionnelle, inspiré des schémas de la littérature [10][30].	42
Figure 13: Image de simulation numérique du joint dento-prothétique (Laboratoire URB2i) [53].	57
Figure 14 : Graphique type obtenu avec les échantillons sur les tests de traction....	59
Figure 15 : Image d'un échantillon après un essai de test de traction.....	60
Figure 16 : Graphique "Boîte à moustaches" exposant les résultats statistiques des tests de cisaillement (réalisé sur Microsoft® Excel).....	62

## Tableaux

Tableau 1: Schématisation des 3 grandes familles de céramiques dentaires [3].....	25
Tableau 2: Schéma expliquant le dépôt de silice par tribo-chimie sur une surface de céramique dense, inspiré de la littérature [20].....	28
Tableau 3 : Tableau illustrant les différentes familles de silane, inspiré de la littérature [3].....	43
Tableau 4 : Résumé des résultats.....	50
Tableau 5 : Résumé des résultats.....	51
Tableau 6 : Résumé des résultats.....	52
Tableau 7 : Résumé des résultats.....	53
Tableau 8 : Résumé des résultats.....	54
Tableau 9 : Résumé des résultats.....	55
Tableau 10 : Résultats test de cisaillement (réalisé sur Microsoft® Excel).....	62
Tableau 11 : Résultats statistiques (réalisé sur Microsoft® Excel).....	62
Tableau 12 : Tableau résumé du test de Fisher d'égalité de deux variances (réalisé via l'application Mac : Stat Plus, Analysoft).....	64

## Références bibliographiques

- [1] Tirlet G, Attal J-P. Le Gradient thérapeutique un concept médical pour les traitements esthétiques. *Inf Dent* 2009.
- [2] Lung CYK, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: An overview. *Dent Mater* 2012;28:467–77.
- [3] Anckenmann L, Etienne O. Restaurations esthétiques en céramique collée. JPIO. Editions CdP; 2016. 353p.
- [4] Hayakawa T, Horie K, Aida M, Kanaya H, Kobayashi T, Murata Y. The influence of surface conditions and silane agents on the bond of resin to dental porcelain. *Dent Mater* 1992;8:238–40.
- [5] Bodin T, Poullié A-I, Fanelli G. Rapport d'évaluation technologique: Reconstitution d'une dent par matériau incrusté (inlay-onlay). Haute Autorité de Santé; 2009.
- [6] Ruiz J-L. *Supra-Gingival Minimally Invasive Dentistry*. Los Angeles: Wiley Blackwell; 2017. 260p.
- [7] Magne P, Belser U. *Bonded porcelain restorations in the anterior dentition: a biomimetic approach*. USA: Quintessence Publishing Co Inc.; 2002. 406p.
- [8] Roulet J-F, Degrange M. *Collage et adhésion: La révolution silencieuse*. Paris: Quintessence International; 2000. 358p.
- [9] Decrucq E, Devisse T, Benhammadi O. Les matériaux de collage et de scellement. *Orthod Fr* 2009;80:87–96.
- [10] Lemoy C. *Préparation de la vitro-céramique collée: étude in vitro du surmordançage et d'un agent de couplage auto-mordançant [Thèse]*. Université de Strasbourg, 2017.
- [11] Kirkham J, Robinson C, Shore RC. *Dental Enamel: formation to destruction*. USA: CRC Press; 2018. 272p.
- [12] Duverger O, Beniash E, Morasso MI. Keratins as components of the enamel organic matrix. *Matrix Biol* 2016;52–54:260–5.
- [13] Vallittu PK. *Non-metallic biomaterials for tooth repair and replacement*. USA: Woodhead publishing; 2013. 406p.
- [14] Goldberg M. Histologie de l'émail. *Encycl Méd Chir* 2007;1–27.
- [15] Maurin J-C, Couble M-L, Thivichon-Prince B, Magloire H. L'odontoblaste: Un acteur incontournable de la perception de la douleur dentinaire. *Med Sci Paris* 2013;29:293–9.
- [16] Garberoglio R, Brännström M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch Oral Biol* 1976;21:355–62.
- [17] Degrange M, Pourreyron L. Les systèmes adhésifs amélo-dentaires. *Société Francoph Biomatériaux Dent* 2010:29.
- [18] Miletic V. *Dental composite materials for direct restorations*. USA: Springer International Publishing; 2018.
- [19] Etienne O, Toledano C, Paladino F, Serfaty R. *Restaurations tout-céramiques sur dents vitales*. Editions CdP. France: 2011.
- [20] Sablage et amélioration de la liaison adhésive [Internet]. *Dental Tribune France* 2013 [consulté le 6 Juin 2019]. Disponible sur: <https://www.dental-tribune.com/e-paper/dt-france-no-11-2013-1113/>
- [21] Dejou J. Les céramiques [Internet] Société Francophone de Biomatériaux Dentaires 2009 [consulté le 4 Mai 2019]. Disponible sur: <http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap17/site/html/3.html>
- [22] Poujad J-M, Zerbib C, Serre D. *Dental ceramics*. EMC-Dentisterie 2004.

- [23] Darvell BW. *Materials Science for Dentistry*. vol. Tenth Edition. India: Woodhead Publishing; 2018. 813p.
- [24] Devigus A. Le tout céramique sur les dents antérieures: l'embarras du choix. *Rev Mens Suisse Odontostomatol* 2011;121:5.
- [25] Dahan L, Raux F. Les inlays-onlays esthétiques. *Inf Dent* 2012:10.
- [26] Prochnow C, Venturini AB, Grasel R, Gundel A, Bottino MC, Valandro LF. Adhesion to a Lithium Disilicate Glass Ceramic Etched with Hydrofluoric Acid at Distinct Concentrations. *Braz Dent J* 2018;29:492–9.
- [27] Sundfeld Neto D, Naves L, Costa A, Correr A, Consani S, Borges G, et al. The Effect of Hydrofluoric Acid Concentration on the Bond Strength and Morphology of the Surface and Interface of Glass Ceramics to a Resin Cement. *Oper Dent* 2015;40:470–9.
- [28] Moriguchi K, Utagawa S. *Silane: Chemistry, Applications and Performance*. New-York; USA: Nova publishers; 2013. 176p.
- [29] Matinlinna JP, Yli-Urpo A, Vallittu PK. An Introduction to Silanes and Their Clinical Applications in Dentistry. *Int J Prosthodont* 2004;17:11.
- [30] Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater* 2018;34:13–28.
- [31] Çakir NN, Demirbuga S, Balkaya H, Karadaş M. Bonding performance of universal adhesives on composite repairs, with or without silane application. *J Conserv Dent JCD* 2018;21:263–8.
- [32] Carlos Cruz Gonzalez A, Delgado-Mejia E. Alternatives of surface treatments for adhesion of lithium disilicate ceramics. *Rev Cub* 2018;55(1):59-72.
- [33] Carvalho RF de, Cotes C, Kimpara ET, Leite FPP. Heat Treatment of Pre-hydrolyzed Silane Increases Adhesion of Phosphate Monomer-based Resin Cement to Glass Ceramic. *Braz Dent J* 2015;26:44–9.
- [34] Shen C, Oh W, Williams JR. Effect of post-silanization drying on the bond strength of composite to ceramic. *J Prosthet Dent* 2004;91:453–8.
- [35] Corazza PH, Cavalcanti SCM, Valandro LF, Bottino MA. Effect of Post-silanization Heat Treatments of Silanized Feldspathic Ceramic on Adhesion to Resin Cement. *J Adhes Dent* 2013:473–479.
- [36] Notice Monobond Plus; Fifth Edition [Internet]. Ivoclar Vivadent 2018 [consulté le 3 Mai 2019]. Disponible sur: <https://www.ivoclarvivadent.fr/fr/p/chirurgien-dentiste/produits/collage-scellement/bonding-agents-luting-composites-to-restorations/monobond-plus>
- [37] Notice Monobond Etch and Prime; First Edition [Internet]. Ivoclar Vivadent 2016 [consulté le 3 Mai 2019]. Disponible sur: <https://www.ivoclarvivadent.ch/fr-ch/produktkategorien/monobond-etch-prime-2>
- [38] Bailey LF, Bennett RJ. DICOR® Surface Treatments for Enhanced Bonding. *J Dent Res* 1988;67:925–31.
- [39] Roulet JF, Söderholm KJM, Longmate J. Effects of Treatment and Storage Conditions on Ceramic/Composite Bond Strength. *J Dent Res* 1995;74:381–7.
- [40] Etch and prime scientific report [Internet]. Ivoclar Vivadent 2018 [consulté le 1<sup>ier</sup> Août 2019]. Disponible sur: <https://www.google.com/search?q=etch+and+prime+scientific+report&oq=etch+and+prime+scientific+report&aqs=chrome..69i57j33.6727j0j8&sourceid=chrome&ie=UTF-8>
- [41] Alrahlah A, Awad MM, Vohra F, Al-Mudahi A, Al jeaidi ZA, Elsharawy M. Effect of self etching ceramic primer and universal adhesive on bond strength of lithium disilicate ceramic. *J Adhes Sci Technol* 2017;31:2611–9.
- [42] Wille S, Lehmann F, Kern M. Durability of Resin Bonding to Lithium Disilicate

- and Zirconia Ceramic using a Self-etching Primer. *J Adhes Dent* 2017;19:491–6.
- [43] El-Damanhoury HM, Gaintantzopoulou MD. Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. *J Prosthodont Res* 2018;62:75–83.
- [44] Roman-Rodriguez J, Perez-Barquero J, Gonzalez-Angulo E, Fons-Font A, Bustos-Salvador J. Bonding to silicate ceramics: Conventional technique compared with a simplified technique. *J Clin Exp Dent* 2017:0–0.
- [45] Lyann SK, Takagaki T, Nikaido T, Wada T, Uo M, Ikeda M, et al. Efficacy of Various Surface Treatments on the Bonding Performance of Saliva-contaminated Lithium-Disilicate Ceramics. *J Adhes Dent* 2019;21:51–8.
- [46] Guimarães HAB, Cardoso PC, Decurcio RA, Monteiro LJE, de Almeida LN, Martins WF, et al. Simplified Surface Treatments for Ceramic Cementation: Use of Universal Adhesive and Self-Etching Ceramic Primer. *Int J Biomater* 2018:1–7.
- [47] Murillo-Gómez F, De Goes MF. Bonding effectiveness of tooth-colored materials to resin cement provided by self-etching silane primer after short- and long-term storage. *J Prosthet Dent* 2019;121:713.
- [48] Scherer MM, Prochnow C, Venturini AB, Pereira GKR, Burgo TA de L, Rippe MP, et al. Fatigue failure load of an adhesively-cemented lithium disilicate glass-ceramic: Conventional ceramic etching vs etch & prime one-step primer. *Dent Mater* 2018;34:1134–43.
- [49] Swank M. Bond strength of resin cement to ceramic with new simplified primers and pre-treatment solutions [Internet]. 2016 [consulté le 23 Août 2019]. Disponible sur: <https://apps.dtic.mil/dtic/tr/fulltext/u2/1029986.pdf>
- [50] Lopes G, Perdigão J, Baptista D, Ballarin A. Does a Self-etching Ceramic Primer Improve Bonding to Lithium Disilicate Ceramics? Bond Strengths and FESEM Analyses. *Oper Dent* 2019;44:210–8.
- [51] Tribst J, Anami L, Özcan M, Bottino M, Melo R, Saavedra G. Self-etching Primers vs Acid Conditioning: Impact on Bond Strength Between Ceramics and Resin Cement. *Oper Dent* 2018;43:372–9.
- [52] Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater* 2002;18:179–88.
- [53] Shindo K. Analyse mécanique et optimisation géométrique de la dent restaurée par méthode indirecte [Mémoire]. Paris, 2019.
- [54] Della Bona A, van Noort R. Shear vs. Tensile Bond Strength of Resin Composite Bonded to Ceramic. *J Dent Res* 1995;74:1591–6.
- [55] BISCO. Mircotensile Tester Notice [Internet] Disponible sur: [https://www.bisco.com/assets/1/22/Micro\\_Tensile\\_Tester\\_Manual.pdf](https://www.bisco.com/assets/1/22/Micro_Tensile_Tester_Manual.pdf) (consulté le 23 Août 2019).

## Annexes

### Annexe 1 : Matériel de collage fourni par Ivoclar® Vivadent.

(articles : 626407 ; 626221 ; 681492)

<p>1*System Kit Variolink Esthetic DC for IPS e.max &amp; IPS Empress:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>-3 seringues Variolink Esthetic DC de 5 g chacune, en teintes Light, Neutral, Warm</li> <li>-3 seringues Variolink Esthetic Try-In de 1,7 g chacune en teintes Light, Neutral, Warm</li> <li>-1 seringue Total Etch, 2 g</li> <li>-1 Adhese Universal VivaPen, 2 ml</li> <li>-1 flacon <b>Monobond Etch &amp; Prime</b>, 5 g</li> <li>-1 seringue Liquid Strip, 2.5 g</li> <li>-30 canules-pinceaux + 20 housses de protection VivaPen</li> <li>-50 applicateurs Vivadent</li> <li>-5 embouts de mélange Variolink</li> <li>-Accessoires divers</li> </ul>	<p>1*System Kit Variolink Esthetic DC:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>-3 seringues Variolink Esthetic DC de 5 g chacune, en teintes Light, Neutral, Warm</li> <li>-3 seringues Variolink Esthetic Try-In de 1,7 g chacune, en teintes Light, Neutral, Warm</li> <li>-1 seringue Total Etch de 2 g</li> <li>-1 VivaPen Adhese Universal de 2 ml</li> <li>-1 flacon de <b>Monobond Plus</b> de 5 g</li> <li>-1 seringue de Liquid Strip de 2,5 g</li> <li>-30 canules-pinceaux + 20 housses de protection VivaPen</li> <li>-20 embouts applicateurs Variolink</li> <li>-30 embouts de mélange</li> <li>-5 embouts de mélange Variolink</li> <li>-Accessoires divers</li> </ul>
--	--

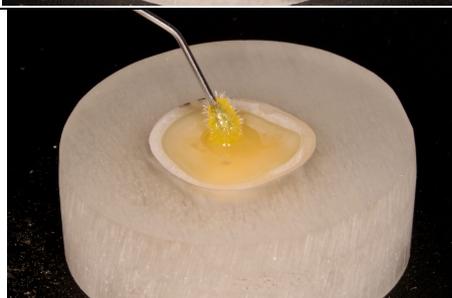
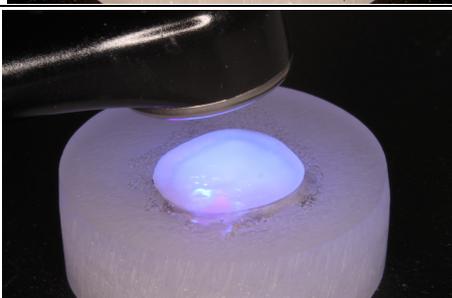
Annexe 2 : Exemples de silanes commercialisés, tableau inspiré des tableaux de la littérature [3][30].

Nom	Fabricant	Agent de couplage	pH	Composition de la solution
Bisco porcelain Primer	Bisco	NC	5,9	Alcool 30-50% Acétone 30-50%
Bisco Bis silane™ (Biflacon)	Bisco	3-(triméthoxysil)propyl-2métyl-2-propenoic acid ; 1-5%	4	Ethanol 50-75%
Calibra™ silane coupling agent	Dentsply	NC	5,5	Acétone 50-100%
Ceramic Bond	VOCO	NC	5,5	Acétone 50-100%
Cimara®	VOCO	MPS ; 3%	5,5	Propan-2-ol 50-100%
Clearfil ceramic primer	Kuraray	MPS <5% MDP	3	Ethanol >80%
Clearfil porcelain bond activaor	Kuraray	MPS 40-60%	2,3	Di-méthacrylate aromatique hydrophobe
ESPE™ Sil	3M ESPE	MPS <3%	4,5	Ethanol >97% Méthanol kétone <2%
ESPE™ RelyX™ ceramic primer	3M ESPE	MPS <2%	4,6	Ethanol 70-80% Eau 20-30%
Pulpdent® silane bond enhancer	Pulpent	NC	6,3	Ethanol 92% Acétone 7%
Ultradent® silane	Ultradent	MPS <10%	5,3	Propan-2-ol <95%
VITASIL	VITA	MPS <2,5	NC	Ethanol 25-50%
Monobond® Plus	Ivoclar-Vivadent	MPS+10-MDP <4%	NC	Ethanol 96%
Monobond® Etch and Prime	Ivoclar-Vivadent	Bis-triéthoxysilyl-éthane 1-2,5% MPS Esters d'acide phosphorique méthacrylé 3-10%	3,5	Eau 50-75% Butanol 10-25% Tétrabutyl-ammonium dihydrogène trifluoride <10%
Silane primer	Kerr	MPS 1-5% TEGDMA 1-5% Bis-EMA 1-5%	7,3	Ethanol >60% Eau <40%
Ceramic primer II	GC	MPS	2,9	Ethanol >90% Eau

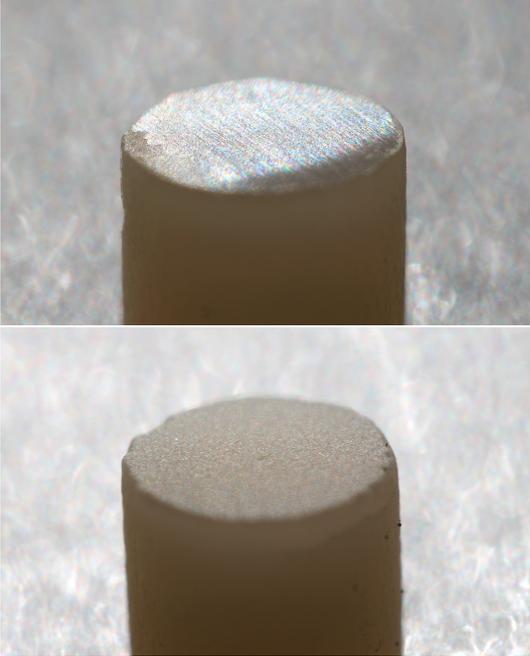
Annexe 3 : Usinage des plots de céramique (IPS e.max<sup>®</sup> CAD) et cuisson (four progamat P300, Ivoclar Vivadent<sup>®</sup>).



Annexe 4 : Protocole illustré de préparation des dents.

	<p>-Polissage au papier de verre 800µm. (simulation fraise « bague rouge »)</p>
	<p>-Mordançage de la dentine à l'acide ortho-phosphorique pendant 15sec. -Rinçage spray eau pendant 15sec.</p>
	<p>-Séchage spray air doux quelques secondes.</p>
	<p>-Application active de l'adhésif universel (Adhese® Universal, VivaPen®) pendant 20sec. -Séchage spray air doux quelques secondes.</p>
	<p>-Photo-polymérisation 10sec.</p>

Annexe 5 : Protocole illustré de préparation de la céramique (IPS e.max<sup>®</sup> CAD).

	<p>-Polissage au papier de verre 800µm.</p> <p>-Sablage de la céramique à l'oxyde d'alumine 50µm.</p>
	<p>➤ <b>Pour 10 échantillons (Nommés MP : Monobond<sup>®</sup> Plus) :</b></p> <p>-Mordançage de la céramique à l'acide fluorhydrique 9% pendant 20sec.</p> <p>-Rinçage à spray eau pendant 1min</p> <p>-Séchage spray air</p>



-Application du silane « Monobond<sup>®</sup> Plus », laisser agir 60sec puis élimination des excès à l'aide d'un spray d'air.



➤ **Pour les 10 autres échantillons (Nommés MBEP : Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime) :**

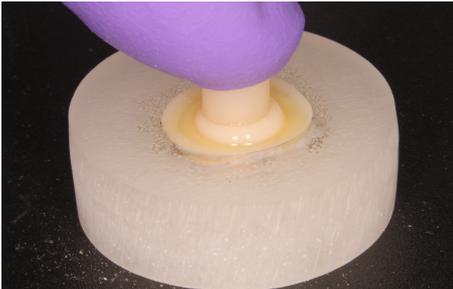
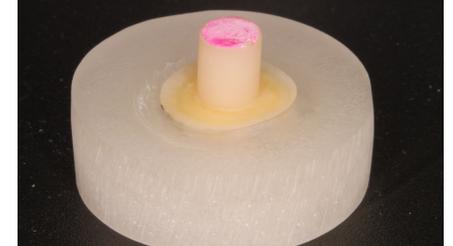
-Application du silane « Monobond<sup>®</sup> Etch and Prime » :

- Active : agitation 20sec à l'aide d'une microbrush
- Passive : laisser agir 40sec

-Rinçage

-Séchage spray air 10sec.

Annexe 6 : Protocole illustré de collage céramique-dentine.

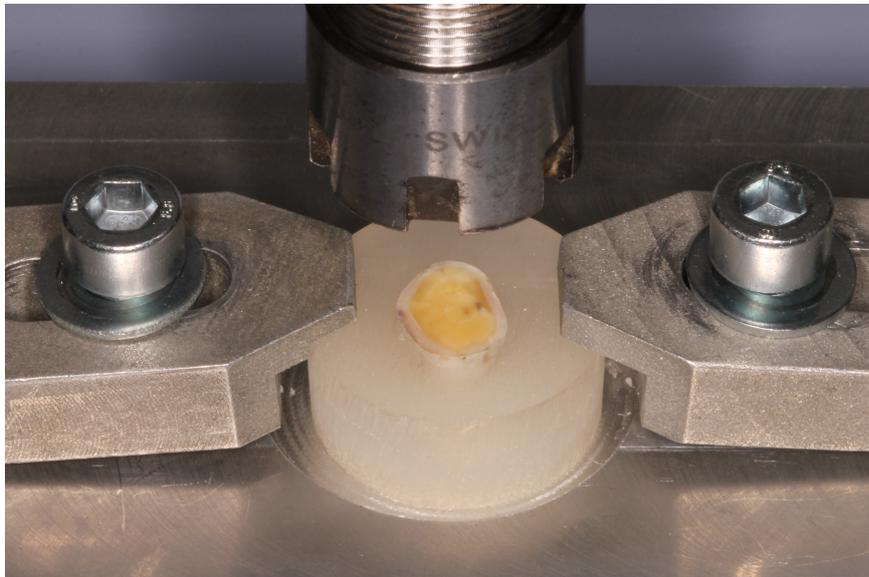
	<p>-Application du Variolink® Esthetic DC (Dual Cure) teinte « Warm »</p>
	<p>-mise en place de la céramique sur la dent</p>
	<p>-retrait des excès de colle à l'aide d'une microbrush.</p>
	<p>-mise en place d'un gel de glycérine (= Liquid strip)</p>
	<p>-photo-polymérisation 20sec</p>
	<p>-Echantillon prêt pour le test de résistance</p>

## Annexe 7 : Mécanisme mis en place pour les tests de traction.

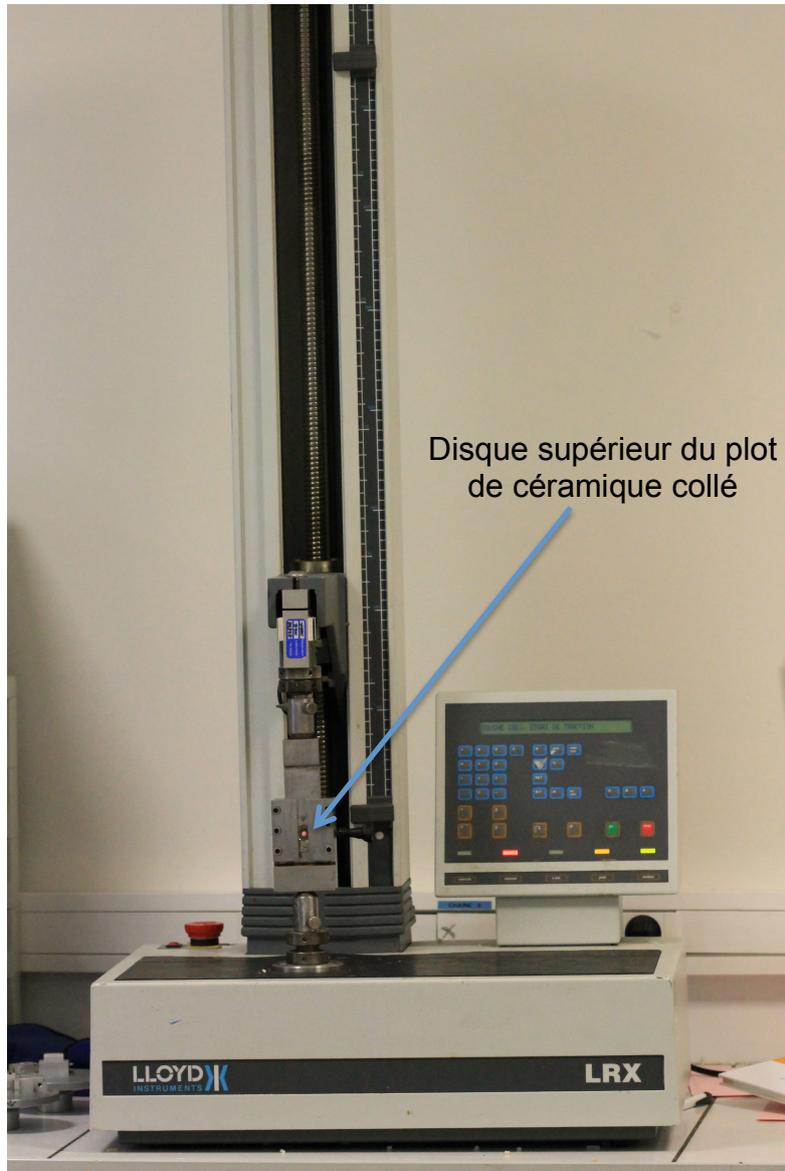
Pince « étau » bloquant le plot de céramique :



Stabilisation de la partie « dent » de l'échantillon pour les tests de traction :



Annexe 8 : Machine de test au cisaillement (universelle LRX<sup>®</sup> de Lloyd Instruments)



**Domaines** : PROTHESE FIXEE

**Mots clés Rameau**: Biomatériaux ; Prothèses dentaires partielles fixes ; Restaurations dentaires ; Silane ; Matériaux céramiques dentaires ; Collages en odontostomatologie ; Etudes comparatives ; Cisaillement (mécanique) ; Adhésifs dentaires

**Mots clés FMeSH** : Biomimétique ; Prothèse partielle fixe ; Prothèses dentaires ; Céramiques ; Collage dentaire ; Etude comparative ; Résistance au cisaillement ; Résistance à la traction ; Adhésifs

**Mots clés libres** : Reconstitutions en céramique ; silane auto-mordançant ; protocoles de collage ; adhésion

**Résumé de la thèse :**

La dentisterie contemporaine laisse une part importante à la dentisterie adhésive. Le respect strict des protocoles de collage permet alors une véritable cohésion entre l'élément prothétique et la dent. L'utilisation du silane comme agent de liaison à la céramique est essentielle.

Les objectifs de ce mémoire de thèse sont, après avoir rappeler le protocole du collage des reconstitutions en céramique, de définir le silane et son intérêt, et enfin d'exposer les résultats d'une étude comparative de deux protocoles de collage contemporains. Après la mise sur le marché de silane « auto-mordançant », cette étude apporte des éléments de réponse tant à son efficacité par rapport au silane traditionnel qu'à son principe d'action.

**JURY :**

**Président** : Professeur Pascal BEHIN

**Asseseurs** : Docteur Philippe ROCHER

Docteur Philippe BOITELLE

Docteur William PACQUET