

**Biomatériaux,
Innovations,
Recherches,
Développement**



**Rapport relatif à l'adhérence à la dentine de deux systèmes
adhésifs auto-mordancants Prima Quick (G6
expérimental) et Prima 1 (G7 expérimental) pour la société
B.J.M.**

**Professeur Michel Degrange
Docteur Wladimir Aranda**

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

Rapport relatif à l'adhérence à la dentine de deux systèmes adhésifs auto-mordançants Prima Quick (G6 expérimental) et Prima 1 (G7 expérimental) pour la société B.J.M.

1- Objectifs et chronologie de l'étude

Il convient de rappeler la genèse de ce travail. Dans le cadre de l'évaluation des biomatériaux et systèmes de la gamme B.J.M. brand, nous avons évalué l'adhérence à la dentine de l'adhésif PRIMA QUICK SELF-ETCHING qui est un SAM2 (système auto-mordançant en 2 étapes) . Nos résultats avaient été décevants à la fois en termes de moyenne d'adhérence et en termes de manipulation. L'adhérence précoce en cisaillement se situait à 9,8 MPa (écart type 3 MPa) et il était difficile d'obtenir une couche homogène lors de l'application (voir rapport de juillet 2004). Nous avons suggéré alors quelques modifications de composition. Dans ce but, une réunion de travail a été organisée le 28 septembre 2004 au siège de B.J.M. avec Barry Zalsman de B.J.M. Laboratories.

Au cours de cette réunion, nous avons eu un échange riche et très ouvert sur les modifications à apporter tant au primaire qu'à la résine (bonding resin). On retrouvera en annexe la copie d'un courriel reçu de B Zalsman en février 2005 qui annonce les changements apportés à la composition des produit sur nos recommandations. Cette nouvelle version du SAM 2 se nommait Prima Quick (G6 expérimental). Ce message nous annonçait, par ailleurs, l'envoi d'un adhésif auto-mordançant expérimental de type SAM1 (dit « all-in-one ou tout en un seul temps) nommé Prima 1(G7 expérimental). Son évolution récente nous sera confiée en novembre 2005, lors du Congrès de l'ADF sous le nom de code Prima 1(expérimental). Les expérimentations concernant l'adhésif Prima Quick (expérimental) ont eu lieu en Mars 2005 et les résultats ont été discutés avec B Zalsman lors de l'IDS, et transmis en parallèle à l'époque à B.J.M. par courriel . Une réunion plus spécifique de discussion concernant ces données et les modifications que nous pensions souhaitable, non sur le produit mais sur son mode d'emploi ont fait l'objet d'une partie de la réunion organisée à la Faculté de Chirurgie Dentaire paris 5, le 20 mai 2005.

Les buts de l'ensemble de cette démarche étaient :

- 1- D'optimiser la composition et les conditions de mise en œuvre du SAM 2 Prima Quick (G6 expérimental).**
- 2- D'évaluer le SAM 1 Prima 1(G7 expérimental) et son évolution.**

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

D'autres approches complémentaires devraient s'avérer nécessaires à l'avenir pour confirmer les performances des 2 systèmes, comme l'adhérence à l'émail, l'adhérence à la dentine et à l'émail après vieillissement simulé (pour apprécier la durabilité), l'étanchéité qu'ils procurent aux interfaces collées (test de résistance à la pénétration de traceurs ou « microleakage test », observation de la qualité des joints en microscopie électronique à balayage.

2- Matériel et méthodes

Préparation des échantillons

Pour les 2 études, 80 troisièmes molaires humaines indemnes de carie et de restauration ont été utilisées. Elles ont été réparties par tirage au sort dans 8 lots de 10 échantillons. Les dents ont été conservées dans une solution de Chloramine T à 1 % à 4°C pendant moins de trois mois après extraction. Les échantillons ont été enrobés dans une résine acrylique (Plexcil, Escil, Chassieu, France) à l'aide de moules cylindriques. Les échantillons enrobés ont ensuite été polis perpendiculairement à leur grand axe à l'aide de disques SiC de grain décroissant (# 80 à # 800) sous irrigation constante (figure 1).

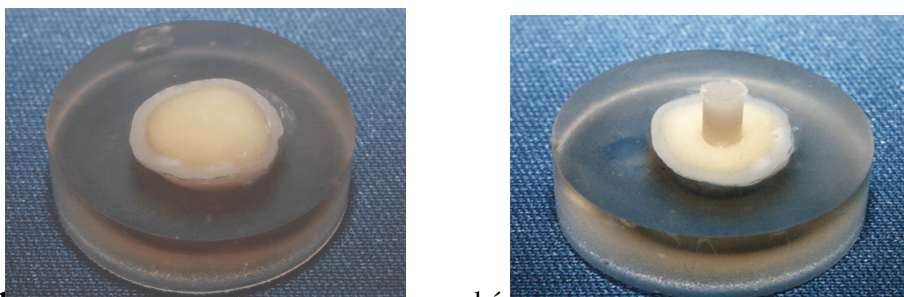


Figure 1. Echantillon de dentine coronaire enrobé et poli avant collage (à gauche). L'échantillon après application de l'adhésif et du composite avant essai (à droite)

Pour chaque échantillon, l'application des systèmes adhésifs testés a été réalisé selon les modes opératoires décrits au paragraphe suivant.

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

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



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

Après collage du plot de composite, les échantillons de tous les lots sauf un ont été stockés dans l'eau distillée à température ambiante. Les éprouvettes d'un lot (Prima Quick expérimental G6 PD37) ont été situées dans de l'eau à 37°C avant essai. Les échantillons ont été testés entre 10 et 20 minutes suivant le collage. C'est **un test d'adhérence précoce** (Early Bond Strength Test). Ces éprouvettes sont alors placées à l'intérieur d'un dispositif de cisaillement constitué par un porte-échantillon et une guillotine coulissant sans frottement (figure 3). Le test de cisaillement est conduit dans une machine de traction universelle (LRX, Lloyd Instruments, England) avec une vitesse de déplacement de 5 mm /min.



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

Lots expérimentaux correspondant à l'évaluation du SAM 2 Prima Quick (G6 expérimental)

Lot Prima Quick Self-etching.

Les références des lots testés sont les suivantes :

Prima Quick Primer : lot : 4101PQP 06/2006

Prima Quick Bond lot: 4102PQBCH 06/2006

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

Conditions de mise en oeuvre

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

Lot G6

Les références des lots testés sont les suivantes :

G6 Prima QuickvPrimer lot: AV170205R&D 02/2007

G6 Prima Quick Bond lot: AV170205R&D 02/2007

Conditions de mise en oeuvre

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

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

Lot G6 Prima Quick PDTA

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

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

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

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

Lot G6 Prima Quick PDT37

Les produits testés sont les mêmes que ceux des lots Prima Quick et G6 Prima Quick PDTA.

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

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

Lot G6 Prima Quick SP

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

Le protocole est identique à celui du lot G6 Prima Quick PDTA, mais le primaire et l'adhésif ont été simplement appliqués sans aucune pression. Le manipulateur a également séché les différentes couches déposées, assez violemment comme cela est indiqué dans le mode d'emploi. Ce lot a été réalisé pour contrôler 2 paramètres indiquant l'éventuelle sensibilité du produit lors de mise en œuvre : la pression lors de l'application et les modes de séchage.

Lot G6 Prima Quick PO

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

- 1 Application d'une quantité suffisante de «G6 Primer » sur la surface de dentine préalablement séchée en frottant le produit pendant 10 secondes avec une micro-brosse. Laisser agir pendant 5 sec.
- 2 Séchage de cette première couche avec un jet d'air de puissance progressive pendant 5 secondes (la pression d'air maximale n'est appliquée que quand la couche est figée ; ce séchage permet l'élimination la plus complète possible des solvants et de l'eau)..
- 3 Application du Bond en quantité suffisante
- 4 Répartir la résine soigneusement avec un léger jet d'air comprimé pendant 5 secondes. Dès que la couche est figée sécher plus fortement 5 secondes supplémentaires. La surface de dentine, doit être brillante et uniforme à ce stade.
- 5- Photo polymériser pendant 20 sec.

Lots expérimentaux correspondant à l'évaluation du SAM 1 G7 Prima 1

Lot G7 Prima 1(aussi nommé SEA-7 dans le mode d'emploi)

Lot AU170205 R&D

Test réalisé le 4-04-2006 avec le mode d'emploi fourni par B.J.M.

- 1- Appliquer successivement 2 couches d'adhésif sur la dentine sèche ou légèrement humide (blott-dried) ; laisser agir pendant 10 sec.

- 2- Sécher avec un jet d'air (aucune indication précise n'est donnée sur le mode ni le temps de séchage)
- 3- Appliquer une seconde couche
- 4- Re-sécher avec un jet d'air (aucune indication précise n'est donnée sur le mode ni le temps du second séchage)
- 5 Photo polymériser pendant 20 sec.
- 6 Ré-appliquer une nouvelle couche ; re sécher ; ne pas polymériser.
- 7 Appliquer la première couche de composite et polymériser.

Lot S5

Lot #221105R&D

La composition de l'adhésif G7 Prima 1 a évolué. Il contient, des esters méthacryliques uréthane, d'autres esters méthacryliques multi fonctionnels, de l'HEMA et du 4 META qui sont les monomères ou oligomères constituant la matrice. Il contient de l'éthanol et de l'acétone comme solvant. Il renferme des charges de silice de taille nanométrique, des initiateurs de polymérisation et des conservateurs. La formule donnée par le fabricant ne mentionne pas la présence d'eau qui est toutefois nécessaire pour lui conférer un caractère acide.

Le mode d'emploi a été simplifié par rapport à la version antérieure :

- 1- Agiter le flacon.
- 2- Prélever quelques gouttes d'adhésif et refermer le flacon immédiatement.
- 3- Appliquer 3 couches successives
- 4- Attendre 30 secondes.
- 5- Sécher d'abord progressivement jusqu'à ce que la couche soit figée puis, à ce stade, plus vigoureusement. L'aspect de la surface doit apparaître brillante.
- 6- Polymériser 20 secondes.

Analyse statistique des résultats

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

Pour l'étude du SAM 1 (G7 Prima 1 et S5 Prima 1), un simple test T de Student a été utilisé pour révéler une éventuelle différence significative au seuil de 5% également.

3- Résultats

Résultats relatifs à l'adhésif G6 Prima Quick

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

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

Lot	Nombre	Moyenne MPa	Dév. Std. MPa	coef Var %
DBQSE	10	9,11 d	1,4	15,5
G6 Prima Quick	10	14,76 c	3,2	21,4
G6 Prima Quick SP	10	14,94 c	1,3	9,0
G6 Prima Quick PDT37°	10	20,40 a	1,3	6,6
G6 Prima Quick PDTA	10	17,76 b	0,8	4,6
G6 Prima Quick PO	10	19,40 ab	2,6	13,4

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

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

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

	DBQSE	G6	G6SP	G6PDT37°	G6PDTA	G6PO
DBQSE		<,0001	<,0001	<,0001	<,0001	<,0001

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

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

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

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

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

Résultats relatifs à l'adhésif G7 Prima 1

Le tableau 3 montre les valeurs moyennes d'adhérence, écarts types et coefficients de variation de la première version du G7 Prima 1 et de la dernière version nommée S5 Prima 1.

adhésif	nombre	Moyenne (MPa)	Dév Std (MPa)	Coef. Var. (%)
S5 Prima 1	10	16,02	1,8	11,4
G7 Prima 1	10	4,85	3,0	61,4

Tableau 3 : Valeurs moyennes d'adhérence, écarts types et coefficients de variation des lots S5 Prima 1 et G7 Prima 1

Le test de Student montre une différence hautement significative entre les 2 lots ($p < 0,0001$ avec une valeur de $T = 10,11$)

L'écart très important relevé dans les coefficients de variation montre l'amélioration de la fiabilité d'emploi du S5 Prima 1. Rappelons que ce coefficient de variation illustre la dispersion des valeurs autour de la moyenne. Un coefficient faible correspond dans ce cas à un adhésif qui procure des performances reproductibles.

4- Conclusions et synthèse

- Les modifications de composition suggérées au fabricant permettent une amélioration de 50 à presque 100 % des performances d'adhérence à la dentine, ce qui est considérable.
- L'application du G6 Prima Quick est plus conviviale. Les couches appliquées, comparées à celles du Prima Quick SE, présentent une meilleure homogénéité. Cet aspect après séchage et avant polymérisation, est un contrôle utile pour l'opérateur.
- Le mode d'emploi optimisé que nous proposons procure les meilleures valeurs d'adhérence à température constante. Ce protocole est par ailleurs plus simple (nombre de séquences) et plus rapide (temps global) de mise en œuvre.
- L'augmentation très significative des valeurs du S5 Prima 1 par rapport au G7 Prima 1 prouve que la chimie du futur adhésif SAM 1 a été considérablement améliorée. Les valeurs de S5 Prima 1 se situent à un niveau convenable dans la fourchette de l'ensemble des valeurs enregistrées au laboratoire pour les adhésifs SAM 1 du marché dentaire déjà commercialisés dans des conditions expérimentales identiques.