



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

**Académie de Nancy-Metz
Université Nancy 1 Henri Poincaré
Faculté d'Odontologie**

**Ecole doctorale EMMA
- physique chimie de la matière et des matériaux -
Laboratoire de physique des matériaux – Ecole des Mines de Nancy**

**THESE
Pour le
DOCTORAT DE L'UNIVERSITE**

**ETUDE DES ENDOMMAGEMENTS INTERFACIAUX DE RESTAURATIONS
DENTAIRES POLYMERISEES**

**par
Eric MORTIER
Né le 23 mai 1971 à Strasbourg (67)**

Thèse dirigée par le Pr. Abdesselam DAHOUN

Présentée et soutenue publiquement le 13 mars 2009

JURY

**M. le Pr. Jean-Marc HAUDIN (président)
M. le Pr. Abdesselam DAHOUN
M. le Pr. Etienne DEVEAUX
Mme le Pr. Catherine STRAZIELLE**

RAPPORTEURS

**Mme le Pr. Geneviève GREGOIRE
M. le Pr. Etienne DEVEAUX**

Remerciements

à M. le Professeur Marc Panighi,

Il est, dit-on, dans une vie d'écolier ou d'étudiant, un enseignant qui marque de façon indélébile : vous êtes celui-là. En me guidant sans relâche depuis tant d'années, vous m'avez tiré vers le haut.

à l'équipe du Laboratoire de Physique des Matériaux de l'Ecole des Mines de Nancy,

Abdesselam Dahoun, Jean-Marie Hiver, Pascal Martin, Petra de Ronseray, Xavier Devaux, Olivier Godard, Sylvie Migot et Sylvianne *Nounou*,

pour votre accueil chaleureux, votre disponibilité, votre aide sans faille et votre sympathique soutien.

à David Gerdolle et Yorick Simon,

mes compagnons de travail, à qui je dois tant et plus.

Les travaux effectués pour ce travail se sont déroulés au :

Laboratoire de physique des matériaux UMR CNRS 7556
– Ecole des Mines de Nancy –
Parc de Saurupt - CS 14 234
54042 Nancy Cedex - France

Etude des endommagements interfaciaux de restaurations dentaires polymérisées

RESUME

L'étanchéité à l'interface, le retrait de polymérisation, le taux de conversion, la contrainte de polymérisation et l'influence du facteur C, l'absorption d'eau et la solubilité de trois résines composites de restauration photopolymérisables ont été évalués *in vitro*. Une résine condensable (Filtek P60), une résine fluide (Filtek Flow) et leur adhésif (Scotchbond 1) et un ormocer et son adhésif (Admira & Admira Bond) ont été utilisés, la polymérisation s'est faite à l'aide d'une lampe LED selon deux modes continus de 20s et 40s et selon un mode exponentiel de 20s. L'étanchéité a été évaluée selon la pénétration d'un colorant (ISO 11405) ainsi qu'en MEB, la technique de la déflexion de la lame de verre a été utilisée pour déterminer le retrait de polymérisation, la contrainte de polymérisation a été déterminée à l'aide d'une machine de traction, le taux de conversion a été mesuré en spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, l'absorption/ solubilité a été mesurée selon la méthode ISO 4049.

L'étanchéité est significativement supérieure pour tous les matériaux à l'interface amélaire par rapport à l'interface cémentaire. Les retraits de polymérisation sont significativement différents pour tous les matériaux. Le mode de polymérisation affecte significativement les cinétiques de contraction. Les taux de conversion et les contraintes de polymérisation sont significativement différents pour tous les matériaux sans influence du mode de polymérisation. La diminution du facteur C entraîne une diminution des contraintes et de leurs cinétiques. D'importantes différences d'absorption/ solubilité ont été mises en évidence entre les matériaux.

Interfacial damage study of dental polymers restorations

SUMMARY

Interface tightness, polymerization shrinkage, conversion rate, polymerization stress and corresponding C-factor, and water absorption/ solubility of three photo-polymerizable composite resins were evaluated *in vitro*. They included a condensable resin (Filtek P60), a fluid resin (Filtek Flow), both with their adhesive (Scotchbond 1), and an ormocer with its adhesive (Admira & Admira Bond). Polymerization was performed using a LED lamp in two continuous modes (20s and 40s), and in the exponential mode (20s). Tightness was evaluated using a dye penetration test (ISO 11405) and SEM analysis. The glass slide deflection technique was used to determine polymerization shrinkage. Polymerization stress was determined with a materials testing machine. Conversion rate was measured by Fourier Transform Infrared Spectroscopy, and absorption/ solubility was measured by the ISO 4049 test method.

All materials with enamel interfaces were significantly better for tightness than were cement interfaces. Polymerization shrinkage was significantly different for all materials. The polymerization mode had a significant impact on shrinkage kinetics. Conversion rates and polymerization stresses were significantly different for all materials but were not affected by the polymerization mode. The decrease in factor-C reduced stress and stress kinetics. The different materials showed marked differences in absorption/ solubility.

MOTS-CLEF MeSH

Matériaux dentaires (Dental materials)
Résines composites (Composite resins)
Percolation dentaire (Microleakage)

MOTS-CLEF RAMEAU

Matériaux dentaires (Dental materials)
Composites en odontostomatologie (Composites in dentistry)
Polymères en odontostomatologie (Polymers in dentistry)

Table des matières

Introduction : *page 10*

1. Problématique : *page 15*

2. Etude de l'étanchéité à l'interface tissus dentaires/matériau : *page 28*

2.1. Introduction: *page 29*

2.2. Matériaux, matériels et méthode : *page 30*

2.2.1. Etanchéité à l'interface tissus dentaires/matériau : étude de la pénétration de colorant en microscopie optique : *page 30*

2.2.2. Observation qualitative de l'interface dentine/matériau en microscopie électronique à balayage : *page 38*

2.3. Résultats : *page 40*

2.4. Discussion : *page 49*

3. Etude de la contraction de polymérisation, des contraintes de polymérisation et du taux de conversion des monomères : *page 54*

3.1. Introduction : *page 55*

3.2. Matériel et méthode : *page 57*

3.2.1. Mesure de la contraction de polymérisation : *page 57*

3.2.2. Mesure du taux de conversion : *page 58*

3.2.3. Mesure des contraintes de polymérisation : *page 59*

3.3. Résultats : *page 62*

3.4. Discussion : *page 73*

4. Etude de l'absorption d'eau et de la solubilité : *page 82*

4.1. Introduction : *page 83*

4.2. Matériel et méthode : *page 84*

4.3. Résultats : *page 89*

4.4. Discussion : *page 90*

Conclusion : *page 96*

Références : *page 100*

Annexe (éléments statistiques) : *page 117*

Liste des figures

- Figure 1 : organisation des différentes séquences d'expérimentation
- Figure 2 : schématisation des phénomènes secondaires au placement d'un matériau d'obturation à base de résine dans une cavité dentaire
- Figure 3 : cavité de classe V
- Figure 4 : fraises Komet® 801 023
- Figure 5 : cavité de classe V obturée
- Figure 6 : instruments non métalliques Optrasculp Vivadent® pour la mise en place des matériaux
- Figure 7 : matrices cervicales transparentes Hawe®
- Figure 8 : disques de polissage Sof-Lex XT® Pop On
- Figure 9 : cupules de polissage Enhance®
- Figure 10 : obturation des apex
- Figure 11 : échantillon recouvert de 2 couches de vernis préservant l'obturation et 1mm autour de l'obturation
- Figure 12 : immersion dans du bleu de méthylène à 1% durant 48h
- Figure 13 : scie Isomet Buehler®
- Figure 14 : disque diamanté Buehler®
- Figure 15 : schématisation de la coupe des échantillons
- Figure 16 : exemples de coupes observables en microscopie optique
- Figure 17 : schématisation de l'échelle de notation utilisée pour mesurer la pénétration de colorant
- Figure 18 : machine de polissage Struers®
- Figure 19 : microscope électronique à balayage environnemental (source photos FEI®)
- Figure 20 : microscope électronique à balayage environnemental (source photos FEI®)
- Figure 21 : échantillon de P60 (mode C40) ; pénétration du colorant à l'interface cémentaire et propagation dans la dentine
- Figure 22 : échantillon d'ADM (mode C40) ; pénétration du colorant à l'interface cémentaire et propagation dans la dentine
- Figure 23 : échantillon de P60 (mode E20) ; décohésion à l'interface amélaire, fracture au sein du matériau
- Figure 24 : échantillon d'ADM (mode E20) ; pénétration de colorant limitée à l'interface et dans une bulle accidentelle
- Figure 25 : échantillon de FLO (mode E20 ; absence de pénétration amélaire, pénétration cémentaire
- Figure 26 : échantillon de FLO (mode C40) ; décohésion du matériau aux interfaces amélaire et cémentaire ayant autorisé le passage de colorant

- Figure 27 : échantillon de P60 (mode C20) ; absence de pénétration de colorant
- Figure 28 : échantillon de FLO (mode C40) ; absence de pénétration de colorant
- Figure 29 : Admira 1000x absence de solution de continuité
- Figure 30 : Admira 3000x absence de solution de continuité
- Figure 31 : Admira 1000x fracture au sein dans la couche d'adhésif et du substrat dentinaire
- Figure 32 : Admira 3000x fracture au sein dans la couche d'adhésif
- Figure 33 : P60 1000x absence de solution de continuité
- Figure 34 : P60 3000x fracture au sein dans la couche d'adhésif
- Figure 35 : Filtek Flow 1000x absence de solution de continuité
- Figure 36 : Filtek Flow 3000x fracture au sein dans la couche d'adhésif
- Figure 37 : P60 3000x fracture au sein de la couche d'adhésif
- Figure 38 : P60 3000x, décohésion entre le matériau et son adhésif
- Figure 39 : représentation schématique de l'installation utilisée pour mesurer le retrait de polymérisation
- Figure 40 : représentation schématique de l'installation utilisée pour mesurer les contraintes de polymérisation
- Figure 41 : courbes de la contraction de polymérisation moyenne de adm selon le mode de photopolymérisation
- Figure 42 : courbes de la contraction de polymérisation moyenne de P60 selon le mode de photopolymérisation
- Figure 43 : courbes de la contraction de polymérisation moyenne de flo selon le mode de photopolymérisation
- Figure 44 : courbes de la contraction de polymérisation moyenne de adm, p60 et flo selon le mode de photopolymérisation
- Figure 45 : courbes des cinétiques de contraction moyennes de adm, p60 et flo selon le mode de photopolymérisation
- Figure 46 : zoom sur les 20 premières secondes des cinétiques de contraction moyennes de adm, p60 et flo selon le mode de photopolymérisation
- Figure 47 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm selon le mode de photopolymérisation
- Figure 48 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de P60 selon le mode de photopolymérisation
- Figure 49 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de flo selon le mode de photopolymérisation
- Figure 50 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm, p60 et flo selon le mode de photopolymérisation
- Figure 51 : courbes des moyennes des vitesses instantannées de développement des contraintes d'adm, p60 et flo

- Figure 52 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm, p60 et flo en échantillons de 2,32mm d'épaisseur selon le mode de photopolymérisation C20
- Figure 53: courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm, p60 et flo en échantillons de 1,16mm et de 2,32mm d'épaisseur selon le mode de photopolymérisation C20
- Figure 54 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm en échantillons de 1,16mm et de 2,32mm au cours des 20 premières secondes (mode C20)
- Figure 55 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de p60 en échantillons de 1,16mm et de 2,32mm au cours des 20 premières secondes (mode C20)
- Figure 56 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de flo en échantillons de 1,16mm et de 2,32mm au cours des 20 premières secondes (mode C20)
- Figure 57 : représentation schématique du matériel utilisé pour la réalisation des disques de matériaux
- Figure 58 : zones de polymérisation par face, mesures du diamètre du disque et localisations des mesures d'épaisseur
- Figure 59 : histogramme de l'absorption et de la solubilité de adm, p60 et flo en $\mu\text{g}.\text{mm}^{-3}$
- Figure 60 : histogramme de l'absorption et de la solubilité des adhésifs en $\mu\text{g}.\text{mm}^{-3}$

Liste des tableaux

- Tableau 1 : classification des résines composites
- Tableau 2 : différents niveaux d'essais biologiques des matériaux d'obturation utilisés en odontologie
- Tableau 3 : résultats de quelques études cliniques
- Tableau 4 : facteurs influençant la pérennité d'une obturation
- Tableau 5 : quelques études récentes sur l'étanchéité de divers matériaux de restauration coronaires
- Tableau 6 : matériaux utilisés
- Tableau 7 : adhésifs amélo-dentinaires employés
- Tableau 8 : étapes de mise en place des matériaux selon les instructions des fabricants
- Tableau 9 : étanchéité à l'interface amélaire
- Tableau 10 : étanchéité à l'interface cémentaire
- Tableau 11 : dépouillement des scores de la pénétration de colorant
- Tableau 12 : contractions de polymérisation moyennes (écart-type) enregistrées à 180s (vol%)
- Tableau13 : moyennes (écart-type) des cinétiques de contraction (vol%.s⁻¹)
- Tableau14 : moyennes (écart-type) des degrés de conversion (%)
- Tableau 15 : contraintes de polymérisation moyennes (écart-type) (MPa)
- Tableau 16 : contraintes de polymérisation moyennes (écart-type) enregistrées à 540s selon l'épaisseur de l'échantillon (MPa)
- Tableau 17 : absorption d'eau et solubilité moyennes en $\mu\text{g}.\text{mm}^{-3}$ ($\pm$ écart-type) des $\neq$ matériaux conservés dans l'eau distillée
- Tableau 18 : absorption d'eau et solubilité moyennes en $\mu\text{g}.\text{mm}^{-3}$ ($\pm$ écart-type) des $\neq$ adhésifs conservés dans l'eau distillée

Introduction

Introduction

Les notions de dentisterie esthétique et de dentisterie adhésive permettant l'économie tissulaire connaissent depuis plusieurs années un succès grandissant auprès des chirurgiens dentistes. Aussi, de nombreux laboratoires, devant l'attente des professionnels, intensifient leurs recherches afin d'aboutir au substitut «idéal» de l'amalgame dont le remplacement à relativement court terme semble irrémédiable, même s'il apparaît encore comme un matériau aux larges indications.

Les résines composites, les ciments verres ionomères, les ciments verres ionomères modifiés par adjonction de résine (CVIMAR), les composites modifiés par adjonction de verre ionomère (compomères) ou encore plus récemment des matériaux tels que les *ormocers* (acronyme de *organically modified ceramic*) ont considérablement élargi l'arsenal thérapeutique des praticiens en odontologie conservatrice au cours de ces dernières décennies.

La compétition que se livrent les laboratoires pour élaborer le produit d'obturation esthétique répondant le plus parfaitement aux exigences des professionnels et des patients engendre la mise sur le marché de très nombreux matériaux à base de résine différant par les modifications apportées à la matrice ou bien par le type, la taille et la proportion des charges utilisées. Il devient alors difficile pour les chirurgiens dentistes, entre la confidentialité qui entoure la fabrication et le flou des arguments commerciaux, de réellement connaître les caractéristiques de ces produits. Idéalement, un matériau de restauration coronaire doit répondre à un vaste cahier des charges qui regroupe des critères biologiques, chimiques, physiques et mécaniques afin d'assurer pérennité et innocuité des traitements. Autrement dit, deux notions fondamentales se dessinent derrière les qualités requises d'un biomatériau pour restauration utilisé en odontologie : la biocompatibilité (qualité de ce qui est accepté dans un environnement spécifique, sans effet contraire ou non désiré – selon la définition ISO 1942-1 : 1989) et la biofonctionnalité (qualité d'un biomatériau qui satisfait aux spécifications pour lesquelles il a été conçu – selon la définition ISO 1942-1 : 1989).

Un matériau dentaire devrait donc être inoffensif pour la pulpe et les tissus mous, ne pas libérer de substances toxiques susceptibles d'engendrer une réponse systémique par diffusion dans la circulation, être dépourvu d'agents de sensibilité pouvant provoquer une réponse allergique et ne pas avoir de potentiel cancérigène. Or, autant l'amalgame et l'or sont plutôt inertes, autant les matériaux à base de résine sont chimiquement actifs : c'est ce qui justifie la nécessité de l'évaluation biologique de ces produits qui se déroule selon trois niveaux hiérarchisés.

Les protocoles précis et reproductibles des essais initiaux apportent des résultats rapides et fiables au caractère prédictif, mais les réponses obtenues à court terme nécessitent une réévaluation sur le moyen et long terme. De plus, ces travaux qui se déroulent «en vase clos» tendent à aggraver les résultats par rapport à des conditions cliniques puisque tous les produits toxiques se trouvent accumulés. Les essais de second niveau, eux, s'ils présentent l'avantage d'être réalisés sur un organisme avec toutes ses réponses potentielles, posent néanmoins le problème de

la transposition du modèle animal à l'homme et de leurs coûts importants, mais elles apportent des informations fiables sur le moyen terme. Enfin, les tests de longue durée permettent de moduler et de compléter les réponses obtenues au cours des essais précédents, mais le type de dents utilisées (dents de sagesse ou prémolaires à extraire pour des raisons orthodontiques) ne reflète pas toujours exactement la réalité clinique. Par ailleurs, ces essais ne sont pas sans poser des problèmes d'éthique. Quoiqu'il en soit, la nécessité et l'intérêt des essais biologiques restent indiscutables. A l'issue de ces essais, s'ils se sont avérés positifs, un matériau de restauration dentaire peut être commercialisé.

Pourtant, en plus de la biocompatibilité, il est un autre pôle d'intérêt essentiel pour les praticiens : c'est la biofonctionnalité ; autrement dit, le comportement du matériau en fonction. Qu'en est-il de la longévité des obturations en bouche ? Résistent-elles aux phénomènes d'usure et de fatigue en conservant une morphologie adaptée ? Qu'advient-il de l'adaptation marginale ? L'état de surface se détériore-t-il ? La teinte du matériau est-elle stable dans le temps ? C'est l'ensemble de ces questions auquel les études cliniques tentent d'apporter des réponses par une surveillance et une évaluation régulière chez des patients porteurs d'obturations sur des périodes de temps variables. Les travaux de cette nature s'avèrent être parlants pour l'odontologiste et représentent une source d'informations importante notamment lorsqu'il s'agit d'être guidé dans le choix d'un matériau. Cela étant, les études de suivi clinique ne sont, elles non plus, pas exemptes de critiques en raison des biais relatifs qu'elles peuvent présenter.

Ce sont les raisons pour lesquelles, on peut penser qu'il existe une troisième voie d'étude des biomatériaux dentaires venant compléter les deux précédentes : il s'agit de l'étude *in vitro* de leurs caractéristiques physico-chimiques. Entreprendre des recherches selon ce versant permet de soulever différents problèmes intrinsèques aux produits à base de résine et d'apporter un autre éclairage sur leur comportement clinique.

En effet, les produits d'obturation esthétiques à base de résine, qu'il s'agisse de résine composite, de compomère ou de verre ionomère modifié à la résine, connaissent après leur mise en place et polymérisation des contractions variables en intensité inhérentes à leurs composants monomériques s'organisant en un réseau polymère. Le matériau étant collé aux tissus dentaires, la contraction de polymérisation va potentiellement être à l'origine de contraintes pouvant s'exprimer dans ledit matériau ou au niveau du substrat dentaire et engendrer des micro-défauts. Si les contraintes de contraction se révèlent être supérieures à la capacité d'adhésion de l'obturation, les contraintes liées à la variation volumétrique sont susceptibles de créer un hiatus pouvant alors engendrer une étanchéité imparfaite de l'interface matériau/dent potentiellement source de percolation bactérienne et donc de réaction pulpaire ou de carie secondaire. Par ailleurs, au cours de l'établissement du réseau moléculaire, la conversion des monomères en polymères n'est jamais complète, ce qui signifie que des espèces chimiques libres peuvent s'échapper et être actives localement allant ainsi à l'encontre éventuellement de la biocompatibilité du matériau. De plus, l'environnement aqueux dans lequel résident

les obturations peut être responsable de variations volumétriques allant dans le sens de l'expansion, du fait de leur capacité d'absorption, susceptibles elles aussi d'affecter la qualité de l'interface. Parallèlement à cela, le milieu hydrique environnant favorise aussi l'extraction de substances chimiques des matériaux du fait de leur solubilité relative et modifie dès lors leurs propriétés physiques.

Au vu de ces différents phénomènes, il apparaît comme particulièrement intéressant d'étudier *in vitro* la zone clef interface tissus dentaires/matériau, élément fondamental en termes de biocompatibilité et de biofonctionnalité. Puis, l'étude *in vitro* de différentes caractéristiques physico-chimiques susceptibles d'avoir une influence sur la qualité de cette interface et de tenter d'évaluer leurs impacts respectifs paraît dès lors attrayante si l'on désire aller plus avant dans la compréhension du comportement des biomatériaux de restauration utilisés en odontologie.

Après quelques rappels concernant les résines composites et un descriptif de la problématique, notre travail se propose donc de s'engager dans plusieurs axes de recherches *in vitro* : la visualisation de l'infiltration à l'interface, l'observation de l'interface en microscopie électronique à balayage (MEB), la mesure du retrait de polymérisation des matériaux, le taux de conversion des monomères de résine en polymères, la mesure des contraintes engendrées au cours de cette phase, l'influence du mode de photopolymérisation, l'influence du rapport surfaces collées/surfaces libres, l'absorption d'eau/solubilité des matériaux. Puis il s'agit alors de s'interroger sur la corrélation entre l'infiltration à l'interface et ces caractéristiques physico-chimiques et de tenter de faire apparaître les liens pouvant exister entre ces propriétés et la qualité clinique de l'obturation. Ces travaux sont menés tout en ayant présent à l'esprit qu'ils ne visent qu'à compléter, à éclairer différemment les informations offertes par les études biologiques et cliniques évoquées plus haut. En effet, les travaux *in vitro* ne peuvent prétendre à une transposition brute des résultats dans la compréhension de l'*in vivo*.

Pour mener notre étude, nous avons choisi trois matériaux à base de résine et leurs deux systèmes adhésifs associés : une résine micro-hybride de haute viscosité dite compactable contenant des charges minérales, une résine composite micro-hybride fluide dite *flow* contenant des charges minérales et une résine micro-hybride de viscosité moyenne contenant des charges organo-minérales dite *ormocer*.

La figure 1 résume nos différentes expérimentations.

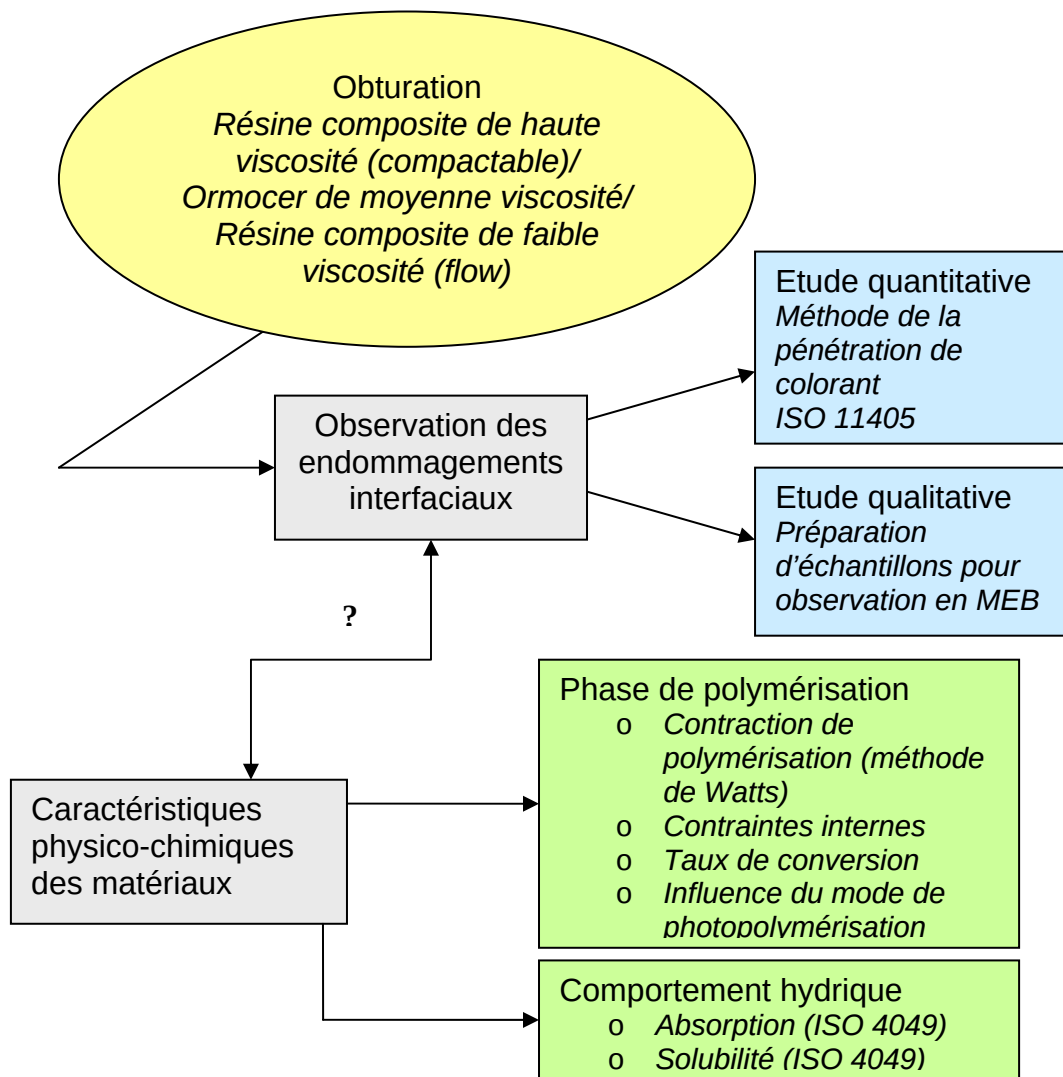


Figure 1 : organisation des différentes séquences d'expérimentation

1. Problématique

1. Problématique

En odontologie, et plus particulièrement en odontologie conservatrice, les matériaux polymères ont constitué une évolution marquante au cours de ces dernières décennies. Les résines composites notamment ont considérablement modifié les possibilités thérapeutiques des praticiens. Rapidement considérées, à tort ou à raison, comme de potentiels substituts aux obturations métalliques, leurs compositions ont évolué au fil du temps pour devenir des produits dont la relative facilité de manipulation peut masquer la réelle complexité en termes de composition chimique. Si l'on parle de matériau composite, c'est parce que les propriétés de l'ensemble sont supérieures à celles de chacun des constituants isolés. Les résines composites sont des matériaux hétérogènes avec une matrice organique appelée phase dispersante constituée de divers monomères, des charges minérales ou organo-minérales ou même strictement organiques constituant la phase dispersée et une phase de couplage (silane) associant les deux précédentes. Des photo-amorceurs, des photo-initiateurs, des inhibiteurs de prise et des pigments viennent compliquer la composition de ces résines photopolymérisables. La matrice résineuse est généralement composée de bisphénol A glycidyl méthacrylate (Bis-GMA) mis au point par Bowen en 1962. Les diméthacrylates d'uréthane (UDMA) ont fait leur apparition en 1974. Plus récemment, des dérivés du Bis-GMA comme le *ethoxylated* bisphénol A diméthacrylate (Bis-EMA) ont été mis au point. Afin d'abaisser la viscosité élevée de ces molécules de haut poids, des diluants comme le triéthylène glycol diméthacrylate sont adjoints à la matrice. La phase dispersée est constituée de charges le plus souvent minérales variant d'un produit à l'autre mais fréquemment à base de silice ou de quartz ou encore de zirconium. Certains fabricants proposent des charges composées d'un noyau en silice inorganique greffé de groupements multifonctionnels de méthacrylate : on parle alors d'*ormocers*. La cohésion entre la phase organique et la phase minérale est assurée au cours d'un processus de silanisation des charges à l'aide de molécules bi-fonctionnelles dont les plus fréquemment rencontrées sont le méthacryloxypropyl-triméthoxy-silane (MPMA) ou l'acryloxypropyl-triméthoxy-silane (APM). Plusieurs classifications des résines composites ont été proposées (Bayne et coll., 1994), la plus communément acceptée est fondée sur la taille des charges ; nous la rappelons dans le tableau 1. En variant le type et le taux de charges ainsi que la nature et la proportion des différents monomères, on peut obtenir des résines composites de viscosités variables : on distingue en général les résines fluides ou *flow*, les résines de viscosité moyenne et les résines de viscosité élevée ou compactable.

tableau 1 : classification des résines composites (d'après Raskin et coll., 2005)		
type	historique	charges
macrochargé	apparition dans les années 1960, aujourd'hui obsolète	≈ 1 à 40µm
microchargé	apparition dans les années 1970, aujourd'hui obsolète apparition de la photopolymérisation	≈ 0,04 µm puis ≈ 0,04 µm dans des charges prépolymérisées de 10 à 50µm
microchargé renforcé	apparition dans les années 1990 afin de concurrencer les micro-hybrides	idem avec un taux de charge plus élevé
hybride	apparition dans les années 1980	≈ 0,5 à 30 µm
microhybride	apparition dans les années 1990 apparition des fluides en 1996 apparition des compactables en 1997 apparition des <i>ormocers</i> en 1998	≈ 0,1 à 10 µm moyenne < 1µm
nanochargé	apparition dans les années 2000	nanocharges 2 à 70 nm moyenne < 0,4µm

Au vu de la complexité chimique des résines composites, il apparaît comme une impérieuse nécessité de mesurer leur aptitude en termes de biocompatibilité et de biofonctionnalité. Différents types d'études offrent un intérêt afin d'évaluer si un biomatériau pour restauration utilisé en odontologie répond aux divers critères biologiques, chimiques, physiques et mécaniques constituant un cahier des charges complexe.

En premier lieu, la nature même des matériaux à base de résine leur confère un caractère chimiquement actif : dès lors, une évaluation biologique de ces produits est requise et c'est ce que se proposent d'apprécier les différents niveaux d'essais brièvement décrits dans le tableau 2.

tableau 2 : différents niveaux d'essais biologiques des matériaux d'obturation utilisés en odontologie		
niveau d'essais biologiques	type d'essais	méthode
essais initiaux (animaux et culture cellulaire)	essai de toxicité générale à court terme : voie orale	sur rats, par aiguille intra-gastrique ou sonde stomacale pendant 7J.
	essai de toxicité générale aiguë	sur rats par voie intra-veineuse
	essai d'hémolyse	in vitro pouvoir d'hémolyse des produits sur sang de lapin
	essai de mutagenèse d'Ames	contrôle d'apparition de mutations sur Salmonella
	essai de mutation dominante létale	sur souris
	essai de cytotoxicité	in vitro sur lignées L929 ou Hela méthode par libération du chrome
	essai de cytotoxicité	méthode du filtre moléculaire
	essai de cytotoxicité ou de cytocompatibilité	sous surimposition de gélose
essais de deuxième niveau (animaux)	essai d'implantation sous cutanée	sur cobayes durant 2 ou 12 semaines
	essai d'implantation endo-osseuse	produits dans des tubes Téflon placés dans la mandibule 4 et 12 semaines
	essai de sensibilisation ou d'allergénicité	injection ou application locale sur surface dorsale rasée
	essai d'irritation de la muqueuse buccale	produit en contact 5 mn ou durant 14J
essais de longue durée ou d'usage tests pré- cliniques (animaux et hommes)	essai sur la pulpe et la dentine	sur singes ou humains, 10 cavités dentaires, évaluation histologique après 3 à 5J/21 à 30J/80 à 100J. témoin positif : silicates ; témoin négatif : ZOE ou CaOH
	essai de coiffage pulpaire et de pulpotomie	exposition de la pulpe sur singes ou humains, 10 dents témoins et 10 expérimentales pour 3 à 5J/85 à 95J, 20 témoins et 20 expérimentales pour 350 à 370J

Nous avons rappelé plus haut en introduction à la fois les intérêts mais aussi les limites de ces études.

Devant le nombre sans cesse en augmentation des matériaux à base de résine faisant leur apparition et devant les relativement maigres informations délivrées par les fabricants concernant les compositions des produits, des investigations plus poussées sont requises afin de compléter avantageusement les essais biologiques. Les travaux de suivi clinique tentent de répondre aux questions soulevées en termes de pérennité de l'obturation et d'intégrité de l'organe dentaire. Dans le tableau 3, nous rapportons quelques études publiées dans ce sens.

tableau 3 : résultats de quelques études cliniques				
année de publication	1^{er} auteur	durée de l'étude	type de matériau	remarques
1990	Smales	3 ans	composite	293 restaurations de classe I : 2% d'échec annuel
1990	Welbury	5 ans	composite	150 restaurations + sealants : 1,1% d'échec annuel
1991	Barnes	5 & 8 ans	composite	33 restaurations de classe I & II : respect. 2 & 2,9% d'échec annuel
1992	Freilich	3 ans	composite	105 restaurations de classe I & II : 0,3% d'échec annuel
1993	Mjor	5 ans	composite	91 restaurations de classe II : 3% d'échec annuel
1994	El Mowafi	5 ans	composite	191 restaurations de classe I & II : 2,1% d'échec annuel
1995	Wassell	3 ans	composite	71 restaurations de classe I & II : 1,3% d'échec annuel
1996	Vandijken	3 ans	composite vs compomère vs CVIMAR	152 restaurations de classe III, à 3 ans 2 restaurations remplacées. Comportement clinique significativement supérieur pour les composites et compomères
1997a	Abdalla	2 ans	CVIMAR vs compomère	60 restaurations CVIMAR et 60 compomère : pas de $\neq$ significative entre les produits sauf stabilité teinte
1997b	Abdalla	2 ans	CVIMAR vs compomère	60 restaurations CVIMAR et 20 compomère : pas de $\neq$ significative entre les produits sauf stabilité teinte
1997	Geurtsen	4 ans	composite	109 restaurations de classe I & 1109 de classe II : 3,3% d'échec annuel
1997	Millar	8 ans	composite	44 restaurations (25 classe III, 3 classe IV, 16 classe V) : à 8 ans 73% de résultats satisfaisants. Coloration du joint et état de surface sont les inconvénients majeurs
1998	Burrow	1 an	CVIMAR	100 restaurations de classe V : 2% d'échec
1998	Collins	8 ans	amalgame vs composite	213 restaurations de classe I ou II, échec clinique entre 2 et 3 fois supérieur pour les restaurations composite (caries secondaires et fracture du matériau)

1998	Helbig	5 ans	composite	27 restaurations de classe I & II : 2,2% d'échec annuel
1998	Mair	10 ans	composite	56 restaurations de classe II : 0,7% d'échec annuel
1998	Mertz-Fairhurst	10 ans	composite	85 restaurations de classe I : 2% d'échec annuel
1998	Nordbo	7 ans	composite	51 restaurations de classe II : selon produit entre 1,7 et 5,9% d'échec annuel
1999a	Brackett	1 an	compomère vs CVIMAR	34 restaurations de classe V : résultats cliniques significativement supérieurs pour le CVIMAR
1999b	Brackett	2 ans	CVIMAR	34 restaurations de classe V : 2 cas de récidive carieuse, 85% de résultats satisfaisants cliniquement
1999	Cehreli	3 ans	compomère	116 restaurations de classe I peu invasives : 3,4% de caries secondaires à 3 ans, usure occlusale marquée
1999	Espelid	3 ans	CVIMAR	47 restaurations de classe II chez enfants : 1 échec sur 36 mois
1999	Lundin	5 & 10 ans	composite	137 restaurations de classe I (45) ou de classe II (92) : à 5 ans 90% de succès clinique et 79% à 10 ans
1999	Marks	3 ans	compomère	30 restaurations de classe II : à 3 ans, 1 remplacement ; teinte altérée
1999	Papagian-Noulis	2 ans	compomère	68 restaurations de classe II en denture temporaire : à 2 ans 6% de récidive cariieuse, 3% de matériau fracturé, 6% de points de contact défectueux
1999	Raskin	10 ans	composite	100 restaurations de classe I & II : 4 à 5% d'échec annuel
1999	Van Dijken	3 ans	sandwich composite/ CVIMAR	274 restaurations étendues de classe II : 5% à 3 ans cliniquement inacceptables, 1 seule reprise carieuse
1999	Wilder	17 ans	composite	85 restaurations de classe I & II : 1,4% d'échec annuel
2000	Attin	2 ans	composite vs compomère	En denture temporaire 96 restaurations composite de classe II et 94 classe II compomère : succès clinique à 89,7% pour le composite et 89,2% pour le compomère
2000	Browning	2 ans	composite	60 restaurations de classe V, 2 produits différents sans différence clinique significative
2000	Folwaczny	2 ans	composite vs CVIMAR vs compo- mère	36 restaurations composite, 79 compomère, 82 CVIMAR résultats cliniques significativement supérieurs pour restaurations composite
2000	Luo	1 an	compomère	50 restaurations de classe II, 41 de classe I : 4,9% de fracture du matériau à 1 an pour les classes II

2000	Manhart	3 ans	composite	43 restaurations de classe I & II : 4,3% d'échec annuel
2000	Tyas	3 ans	compomère	41 obtus. (35 classe V et 5 de classe III) : 3% d'échec au niveau cervical
2001	Brackett	2 ans	compomère vs CVIMAR	68 restaurations de classe V : significativement meilleurs résultats cliniques pour le CVIMAR
2001	Demirci	1 an	compo-mère	62 restaurations de classe III : 1,6% d'échec à 1 an
2001	Turkun	34 mois	composite	88 restaurations de classe I, 32 classe II. Evaluation clinique comparée à évaluation indirecte sur empreintes polyvinyle siloxane : résultats divergents. Pas de ≠ clinique entre les différents composites suivis
2002	Manhart	2 ans	composite vs <i>ormocer</i>	111 restaurations de classe I & II : 74,6% de succès clinique pour l' <i>ormocer</i> , 95,4% pour le composite
2002	Wucher	3 ans	composite vs compomère	40 restaurations de classe II : 100% de succès clinique
2002	Van Dijken	3 ans	composite	65 restaurations de classe I & II : 8,7% d'échec annuel, 74% de succès clinique à 3ans
2003	Ernst	2 ans	composite vs composite et flow	116 restaurations de classe II : 2,7% d'échec annuel et 94,6% de succès clinique pour le composite, 3,6% d'échec annuel et 92,8% de succès clinique pour le composite avec base flow
2003	Lindberg	3 ans	sandwich composite compomère vs composite	146 restaurations de classe II : 97,3% de succès clinique pour la technique sandwich, 95,9% de succès clinique pour le composite
2003	Lopes	2 ans	composite vs <i>ormocer</i>	36 restaurations composite avec 100% de succès clinique, 38 restaurations <i>ormocer</i> avec 94,7% de succès et 2,7% d'échec annuel
2003	Turkun	2 ans	composite	50 restaurations de classe I et II : 96% de succès clinique, 2% d'échec annuel
2004	Kinomoto	2 ans	composite	26 restaurations tunnel avec 96% de succès clinique (4% de fracture), 24 cavités de classe II avec 100% de succès clinique à 2 ans
2005	Horsted- Bindslev	79 mois	composite	84 restaurations de classe II : 91% de succès clinique à 2 ans, 76% à 4 ans
2007	Opdam	10 ans	composite vs amalgame	2867 restaurations de classe I & II : pour le composite 91,7% de succès clinique à 5 ans et 82,2% à 10 ans, 89,6% à 5 ans et 79,2% à 10 ans pour l'amalgame

2007	Celik	2 ans	composite flow vs CVIMAR	172 restaurations de classe V : perte de l'obturation CVIMAR significativement plus élevée
2007	Levin		amalgame vs composite	557 restaurations de classe II à l'amalgame et 93 composites : observations sur bite-wings : taux d'échec de l'amalgame 12%, 44% pour les composites
2008	Demirci	2 ans	CVIMAR, composite et ≠ systèmes adhésifs	96 restaurations de classe III : pas de ≠ entre les matériaux, 96,4% de succès clinique

Mjör (1997) rapporte une longévité moyenne de 6 ans pour 537 obturations avec différents matériaux à base de résine placées en technique directe par des omnipraticiens suédois. Les raisons de remplacement de l'obturation sont la récurrence carieuse (38% des cas), la fracture du matériau (16% des cas), la fracture de l'organe dentaire (13% des cas), une teinte inadéquate (12% des cas), une morphologie usée inadaptée (9% des cas), un joint marginal défectueux (4% des cas). Barnes et coll. (1991) et Helbig et coll. (1998) après 5 ans rapportent que les raisons principales de remplacement des obturations sont la récurrence carieuse et l'usure importante. Raskin et coll. (1999) incriminent la morphologie défectueuse et la perte des points de contact proximaux. Manhart et coll. (2004) rapportent que les restaurations à l'aide de composites sur les prémolaires présentent un taux de succès clinique supérieur à celui des restaurations sur molaires. Mjör (1992) évalue la longévité moyenne d'une obturation à l'aide d'un matériau à base de résine composite à 7 ans pour les cavités de classe I et à 4 ans pour les classes II. Qvist et coll. (1990) avancent 3 ans de longévité moyenne, cavités de classe I et II confondues. Smales et coll. (1990) décrivent entre 93,9 et 100% de réussite clinique à 3 ans selon le matériau employé. Opdam et coll. (2007) évaluent à 82,2% le succès à 10 d'obturations de classe I et II à l'aide de résines composites.

Manhart et coll. (2004) dans leur revue de littérature soulignent l'importance du facteur «opérateur» dans la réussite clinique d'une obturation tandis qu'Opdam et coll. (2007) ne notent pas de différence en fonction de l'opérateur dans leur étude.

Si ces études apportent indéniablement des informations intéressantes et utiles, il convient de rester critique à leur lecture. Que penser devant des résultats parfois contradictoires entre les suivis cliniques ? Hickel et coll. (2000) soulignent l'impossibilité de comparer les travaux entre eux. De nombreux facteurs résumés dans le tableau 4 sont en effet à prendre en compte.

tableau 4: facteurs influençant la pérennité d'une obturation		
facteurs liés au patient	facteurs liés au praticien	facteurs liés au matériau
habitudes alimentaires	indication valable	propriétés différentes entre les diverses familles de matériaux
habitudes préventives	expérience du matériau	propriétés diverses au sein d'une même famille de matériaux
atmosphère orale (salive, taux de streptocoques mutans et de lactobacilles, habitudes nocives, bruxisme)	technique de préparation de la cavité	difficulté de manipulation, «sensibilité technique» du matériau
âge dentaire, état de la dent (dentine sclérotique, traitement endodontique)	manipulation et application du matériau (protection contre contamination salivaire, type de polymérisation, finition)	
type de dents (molaires vs prémolaires/incisives vs canines)	réglage correct de l'occlusion	
volume et type de cavité		
coopération durant le traitement		
coopération dans le suivi		

Par ailleurs, la durée du suivi est un facteur important : une étude de moins de 3 ans semble insuffisante (Abdalla et coll., 1997 ; Hickel et coll., 2000). Mc Coy et coll. (1998) ont montré que les résultats obtenus au bout de 2 ans ne sont pas prédictifs des résultats de la troisième année de suivi. A contrario des travaux sur 8 ou 10 ans portent sur des matériaux qui ne sont, au moment de la publication des résultats, généralement plus disponibles commercialement. Enfin, les items de jugement les plus fréquemment rencontrés sont les critères USPHS (mimétisme de la teinte, coloration du joint marginal, récurrence carieuse, perte de substance/usure, intégrité de la zone marginale, état de surface) de Cvar et Ryge (1971) : mis au point pour une évaluation directe (inspection visuelle et à la sonde), ils permettent l'attribution d'une note (alpha, bravo ou charlie, parfois delta) répondant à des définitions précises. On peut cependant penser que la vérification visuelle et instrumentale n'est pas toujours suffisante notamment pour juger des éventuelles caries secondaires. De plus l'évaluation laisse toujours une place certaine à la subjectivité de l'opérateur. C'est l'ensemble de ces raisons qui fait dire à certains auteurs (Stanford, 1988 ; Tyas, 2000) que les études cliniques ne sont souvent pas le reflet exact de la situation tandis que d'autres pensent que, quoiqu'il en soit, elles sont la preuve ultime de l'efficacité ou non d'un produit d'obturation (Duke, 1992 ; Van Meerbeek et coll., 1994).

Manhart et coll. (2004) précisent qu'il faut apprendre à distinguer les raisons qui ont engendré un échec précoce de la restauration de celles qui sont responsables d'un échec après plusieurs années.

Ainsi entre les travaux d'évaluation biologique des produits dentaires répondant au cadre normatif et les études de suivi clinique à court, moyen ou long terme - sources essentielles d'informations -, il persiste une autre voie dans la possibilité de mieux connaître et comprendre les biomatériaux utilisés en odontologie : il s'agit d'aborder *in vitro* leurs propriétés physico-chimiques et de tenter de les corréler avec l'étude de la zone clé qu'est l'interface tissus dentaires/matériau.

La volonté d'obtenir une interface de qualité, autrement dit la plus étanche possible, objectif primordial d'une obturation dentaire coronaire, engendre nombre de recherches et de publications. Cette problématique est aujourd'hui encore hautement d'actualité : de nombreux auteurs cherchent à évaluer *in vitro* sous différentes conditions la capacité de différents matériaux et de leurs adhésifs à assurer avec les tissus dentaires un joint efficace. Nous rapportons dans le tableau 5 quelques études récentes s'étant appliquées à investiguer cette question.

tableau 5 : quelques études récentes sur l'étanchéité de divers matériaux de restauration coronaires		
année de publication	1^{er} auteur	résumé du protocole
2006	Yamazaki	cavités de cl. II sur 60 molaires, évaluation à l'aide d'un score de 0 à 4 de la pénétration de bleu de méthylène à 1% après 24h. d'immersion, évaluation de l'influence du mécano-cyclage et de l'obturation incrémentielle/apposition unique
2006	Amarante de Camargo	40 cavités de cl. II, comparaison du colorant bleu de méthylène à 0,5%/traceur nitrate d'argent, comparaison de la méthode des scores/spectrophotométrie
2007	Attar	cavités de cl. V sur 63 prémolaires en vestibulaire et en lingual, évaluation par 2 examinateurs après thermocyclage de la pénétration de fuchsine à 0,5% après 24h. d'immersion à l'interface d'obturations en résine fluide photopolymérisées à l'aide d'une LED ou d'une lampe halogène
2007	Ergucu	cavités de cl. V en vestibulaire et en lingual de 25 prémolaires réalisées à l'aide d'un instrument rotatif à haute vitesse ou à l'aide d'un laser Er, Cr : YSGG, évaluation à l'aide d'un score de l'influence du système adhésif utilisé et de l'influence de l'instrument de préparation
2007	Owens	cavités de cl. V en vestibulaire et en lingual sur 60 molaires, évaluation après thermocyclage de la pénétration de bleu de méthylène à 1% après 24h. d'immersion à l'aide d'un score de 0 à 3, comparaison d'échantillons obturés à l'aide d'une seule résine mais de 4 systèmes adhésifs différents ou en l'absence d'adhésif
2007	Deliperi	cavités de cl. V réalisées en vestibulaire et en lingual de 30 prémolaires ou molaires, évaluation, après 90j d'immersion dans de l'eau distillée et thermocyclage, de la pénétration de bleu de méthylène à 0,5% après 24h d'immersion à l'aide d'un score de 0 à 3 ; comparaison de différents systèmes adhésifs utilisés avec une seule résine de restauration

2007	Korkmaz	80 cavités de cl. II, après 24h. d'immersion dans de l'eau distillée et thermocyclage, évaluation de la pénétration de fuchsine à 0,5% après 24h. , comparaison d'échantillons obturées à l'aide de 8 résines composites différentes et de leurs systèmes adhésifs respectifs
2007	Nalcai	120 cavités de cl. V sur 60 molaires réalisées en vestibulaire et en lingual, évaluation après thermocyclage ou non de la pénétration de fuchsine à 0,5% après 24h. à l'aide d'un score allant de 0 à 3, comparaison d'échantillons obturés à l'aide d'une résine de moyenne viscosité et d'une résine fluide photopolymérisées à l'aide d'une LED selon différents modes d'insolation, évaluation de l'influence du thermocyclage
2007	Duarte	cavités de cl. V réalisées en vestibulaire et en lingual de 30 molaires, après thermocyclage, évaluation de la pénétration de nitrate d'argent après 24h. d'immersion suivies d'un séjour de 8h. dans un bain de révélation à l'aide d'un score allant de 0 à 4, comparaison entre des échantillons obturés selon une méthode incrémentielle horizontale/incrémentielle oblique/en une apposition
2007	Rosales-Leal	cavités de cl. V réalisées sur 70 molaires, évaluation de la pénétration de fuchsine sur des échantillons thermocyclés ou non, comparaison d'échantillons obturés avec des systèmes adhésifs mordantage/rinçage ou auto-mordançants
2008	Attar	200 cavités de cl. V réalisées à l'aide d'un instrument rotatif diamanté ou d'un laser Er : Yag, évaluation après thermocyclage de la pénétration de fuchsine à 0,5% d'échantillons obturés à l'aide d'une résine composite associée à 2 systèmes adhésifs différents
2008	Ozel	cavités mésio-occluso-distales sur 40 molaires, après thermocyclage, évaluation de la pénétration de fuchsine à 0,5% sur des échantillons obturés à l'aide de 3 résines nanochargés et d'une résine microhybride associées à leur systèmes adhésifs respectifs, évaluation de l'influence de la position de la marge de la cavité par rapport à la jonction email/cément
2008	Giachetti	cavités de cl. V réalisées en vestibulaire et en lingual de 50 dents bicuspides, après thermocyclage, évaluation de la pénétration de bleu de méthylène à 2% à l'aide d'un score, obturations réalisées à l'aide de deux systèmes adhésifs et une technique sandwich résine fluide/résine de viscosité moyenne par deux groupes d'opérateurs, évaluation de l'influence de l'opérateur
2008	Yacizi	cavités de cl. V réalisées en vestibulaire et en lingual de 40 prémolaires, après thermocyclage, évaluation de la pénétration de colorant sur des obturations réalisées à l'aide de 2 résines fluides différentes, étude de l'influence du type halogène/LED et du mode de photopolymérisation LED continu/LED pulsé/LED intensité variable
2009	Tielemans	6 cavités cylindriques par dent réalisés sur 32 dents, évaluation après thermocyclage et immersion dans une solution de bleu de méthylène à 2% de la pénétration de colorant (ratio pénétration sur longueur totale de l'interface), évaluation de l'influence du type de photopolymérisation halogène/LED/laser argon ion sur des obturations réalisées à l'aide d'une résine et d'un système adhésif associé

Il s'agit devant le constat de l'imperfection en termes d'étanchéité des obturations coronaires à l'aide de restaurations polymérisées à base de résine de s'interroger sur les mécanismes impliqués. Du fait de la contraction de polymérisation liée à l'établissement de liaisons covalentes entre les monomères après leur mise en place et polymérisation (Rees et Jacobsen, 1989 ; Watts et Cash, 1991 ; Attin et coll., 1995 ; Davidson et Feilzer, 1997 ; Yap et coll. ; 2000), la variation volumétrique engendrée crée potentiellement un hiatus lui-même alors susceptible d'engendrer une étanchéité imparfaite de l'interface produit/dent potentiellement source de percolation bactérienne et donc de réaction pulpaire ou de carie secondaire (Brannström et Nyborg, 1972 ; Bergenholtz et coll., 1982 ; Cox et coll., 1982b ; Brackett et coll., 1998). Par ailleurs la conversion des monomères en polymères n'étant jamais totale, il persiste des monomères disponibles pouvant s'échapper du matériau et être actifs localement au niveau de l'organe dentaire ou à distance véhiculées par la salive (Oysaed et coll., 1988 ; Plant et coll., 1991 ; Ferracane, 1994 ; Geurtsen, 1998a ; Geurtsen et coll., 1998b ; Hamid et coll., 1998 ; Becher et coll., 2006 ; Knezevic et coll. 2008). A cela, il faut ajouter que l'environnement aqueux dans lequel évoluent les obturations est également responsable de variations volumétriques allant dans le sens de l'expansion susceptible de compenser en théorie la contraction de polymérisation (Attin et coll., 1995 ; Feilzer et coll., 1995b) ; mais il favorise l'extraction de substances chimiques et modifie les propriétés physiques du matériau (Cattani-Lorente et coll., 1999). La figure 2 schématise l'ensemble des phénomènes décrits ci-dessus.

En menant parallèlement d'une part l'observation de la région interfaciale, d'autre part l'étude de différents événements apparaissant au cours de la phase de polymérisation et enfin l'évaluation du comportement en milieu hydrique de différents matériaux d'obturation coronaires à base de résine, notre travail se propose de participer à la compréhension des phénomènes concourant à la dégradation de la région clé en termes de pérennité des restaurations et de l'intégrité des tissus environnants.

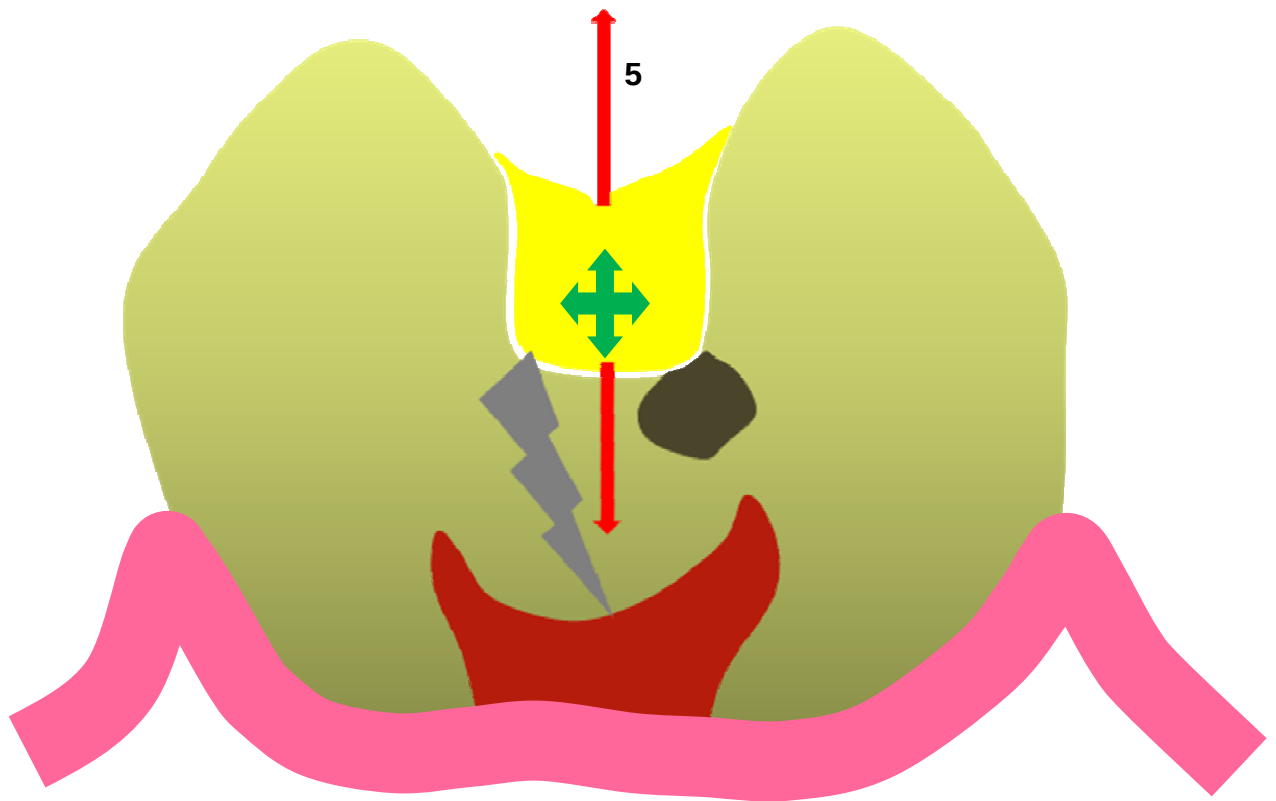


Figure 2 : schématisation des phénomènes potentiels secondaires au placement d'un matériau d'obturation à base de résine dans une cavité dentaire :

1. hiatus interfacial résultant de la contraction de prise autorisant la percolation bactérienne
2. sensibilités post-opératoires
3. carie secondaire
4. libération d'espèces chimiques à distance par voie salivaire
5. libération d'espèces chimiques en direction pulpaire
6. expansion liée à l'absorption hydrique

2. Etude de l'étanchéité à l'interface tissus dentaires/matériau

2. Etude de l'étanchéité à l'interface tissus dentaires/matériau

2.1. Introduction

La micro-infiltration à l'interface est définie comme le passage de bactéries, de fluides, de molécules ou d'ions entre les parois d'une cavité et son obturation (Kidd, 1976). C'est l'un des facteurs majeurs influençant la longévité des restaurations coronaires. Un déficit d'étanchéité à l'interface peut engendrer une discoloration du joint, précipiter la fracture de la région marginale, provoquer des sensibilités post-opératoires, engendrer des caries secondaires et le développement de pathologies pulpaires (Going, 1972). Dès 1972, Brännström et Nyborg émettaient l'hypothèse de l'infiltration bactérienne à l'interface comme cause majeure d'irritation pulpaire, hypothèse par la suite largement reprise (Cox et coll., 1982a et 1988 ; Browne et coll., 1983 ; Brännström, 1986 ; Watts et Patterson, 1987). Même si certains auteurs indiquent que, contrairement à ce qu'affirmaient Brännström et Nyborg (1972), la présence de bactéries n'est pas nécessaire pour engendrer une réaction au niveau de la pulpe même à moyen terme (Goldberg et coll., 1994), il n'en reste pas moins vrai qu'elle en constitue l'un des facteurs principaux d'agression. Cox et coll. (1982b) démontrent que les éléments chimiques toxiques libérés par les matériaux sont significativement moins impliqués que les bactéries à l'interface dans lésions pulpaires. Cox et coll. (1992) rapportent même que la capacité de cicatrisation d'une pulpe exposée ne dépend pas de la médication utilisée mais de l'aptitude du matériau à prévenir l'infiltration bactérienne à l'interface. Camps et coll. (2000) montrent que la présence de bactéries sur les parois de la cavité est la cause essentielle d'inflammation pulpaire mais ils notent également quelques réactions sévères en l'absence totale de germes. Quoiqu'il en soit, la recherche de l'étanchéité à l'interface reste une priorité dans le souci d'assurer la pérennité d'une obturation. Mais l'étanchéité parfaite reste aujourd'hui encore une utopie (Hilton et Ferracane, 1999).

Il existe de nombreuses techniques pour visualiser la micro-infiltration à l'interface dent/obturation : l'utilisation de bactéries, d'air comprimé, de méthodes électrochimiques, de microscopie électronique à balayage, de marqueurs radioactifs a été répertoriée (Alani et Toh, 1997). Une des techniques les plus utilisées consiste à visualiser la pénétration d'un colorant entre les parois de la cavité et le matériau sur des cavités réalisées *in vitro*. C'est la technique que nous avons choisie pour évaluer l'étanchéité au niveau de l'émail et du ciment sur des cavités de classe V obturées à l'aide de trois résines composites selon le protocole défini par la norme ISO 11405.

Parallèlement à cette étude, nous avons également choisi d'observer l'interface dentine/obturation en microscopie électronique à balayage.

2.2. Matériaux, matériels et méthode

2.2.1. Etanchéité à l'interface tissus dentaires/matériau : étude de la pénétration de colorant en microscopie optique

- ❑ Quarante-cinq dents de sagesse mandibulaires saines extraites depuis moins de 6 mois, conservées 1 semaine dans de la chloramine T à 0,5% puis dans de l'eau distillée (Cooper-Rhône-Poulenc-Rohrer, France) à 4°C sont utilisées. Préalablement les tissus mous résiduels ont été supprimés au bistouri et les dents nettoyées à l'aide d'une brossette et d'une pâte prophylactique. Une semaine avant leur utilisation, les dents sont conservées à température ambiante.
- ❑ Les dents sont réparties en trois groupes de 15 dents par tirage au sort.
- ❑ Quatre-vingt dix cavités sont taillées dans les 45 dents (une linguale et une vestibulaire par dent) à l'aide d'un contre-angle double bague rouge équipé de fraises Komet® 801 023 grain 90µm sous spray d'eau. Les fraises sont changées toutes les 10 cavités. Les cavités réalisées mesurent 4,6 mm de large, 2,3 mm de haut et 1,8 mm de profondeur, elles sont à joints vifs, le bord occlusal est situé dans l'émail et le bord cervical sous la jonction amélo-cémentaire (cf. figures 3 et 4).
- ❑ Les cavités sont obturées à l'aide des 3 matériaux et adhésifs différents sélectionnés décrits dans les tableaux 6 et 7 en respectant les instructions des fabricants indiquées dans le tableau 8 (cf. figures 5, 6 et 7).
- ❑ Pour chaque matériau, une lampe Elipar Freelight 2® 3M Espe est utilisée selon trois modes différents : un mode continu de 20 secondes (C20), un mode continu de 40 secondes (C40) et un mode exponentiel de 20 secondes (E20) (correspondant à une montée en puissance exponentielle de 5 secondes jusqu'à la puissance maximale suivie de 15 secondes en puissance maximale)
- ❑ Après obturation, les dents sont conservées 24 heures dans l'eau distillée à température ambiante, puis polies sous spray à l'aide de disques abrasifs Sof-Lex® XT Pop On 2382 C (3M) changés toutes les 5 cavités et de cupules à finir Enhance® (Caulk Division, Dentsply Int. USA) changées toutes les 10 cavités (cf. figures 8 et 9).
- ❑ Les dents sont ensuite séchées délicatement avec du papier absorbant. Les apex sont obturés avec une résine composite (Clearfill® photo-antérieur de chez Kuraray Co. Ltd. Japon, lot 0008) photopolymérisée 40 secondes (cf. figure 10).
- ❑ Une couche de colle cyanocrylate (Loctite® superglu 3) est déposée au pinceau sur les apex obturés.
- ❑ Les dents sont alors recouvertes de 2 couches successives de vernis à ongle (Jet Set® de L'Oréal, France) sur toute leur surface afin d'assurer l'étanchéité sauf au niveau de l'obturation plus un millimètre tout autour (cf. figure 11).
- ❑ Deux échantillons témoins sont réalisés : un témoin négatif consistant en une dent obturée intégralement recouverte de deux couches de vernis et un témoin positif consistant en une dent taillée non obturée non recouverte de vernis.

- ❑ Les dents sont alors immergées 48 heures dans du bleu de méthylène à 1% et stockées à température ambiante (cf. figure 12).
- ❑ Après 48h, les dents sont rincées à l'eau distillée et séchées à l'aide de papier absorbant.
- ❑ Les dents sont ensuite sectionnées d'abord selon leur dimension mésio-distale afin de séparer la face linguale de la face vestibulaire avec une scie Isomet® Precision Saw (Buehler, Lake Bluff, USA) munie d'un disque diamanté Diamond Wafering Blade «low concentration» (Buehler) de 500 µm d'épaisseur à 3000 tours par minute sous une pression de 100 grammes (cf. figures 13 et 14).
- ❑ Les hémidents obtenues sont alors coupées avec la même instrumentation dans le sens vestibulo-lingual de 1,2mm en 1,2mm afin d'obtenir deux coupes de 700 µm exploitables (cf. figure 15).
- ❑ Il en résulte donc 10 coupes par matériau et par mode d'insolation observables du côté mésial et du côté distal, soit 120 échantillons par matériau à observer (cf. figure 16).
- ❑ Chaque coupe sur chacune de ses faces est observée sous une loupe binoculaire (Olympus® S2H) à un grossissement X10. La pénétration du colorant est alors évaluée et notée selon les critères suivants (cf. figure 17) :
 0. pas de pénétration de colorant
 1. pénétration limitée à la partie amélaire de l'obturation pour l'observation de l'interface occlusale, et limitée au premier tiers de l'hémipérimètre interfacial au niveau cervical de l'obturation
 2. pénétration du colorant jusqu'à 2/3 de la distance surface-centre de la cavité
 3. pénétration du colorant au-delà des 2/3 de la distance surface-centre de la cavité
- ❑ C'est un total de 720 observations qui est analysé statistiquement (analyse de variance à quatre facteurs suivie de tests de comparaison multiple et de tests de comparaison multiple deux à deux stratifiés)

tableau 6 : matériaux utilisés *, **					
type de matériau	nom commercial	laboratoire	adhésif associé	composition	lots
ormocer	Admira®	Voco™ (Cuxhaven Allemagne)	Admira Bond®	monomères : Bis-GMA, di-UDMA, TEGDMA charges (78% du poids, 56% du volume) : verre Ba-Al-B-silicate pour 90% (environ 0,7µm), SiO ₂ pour 10% structure organo-inorganique avec une charpente SiO ₂ et des monomères greffés	711968
résine composite conden- sable	FiltekP60®	3M ESPE™ (St Paul. MI. USA)	Scotchbond 1®	monomères : UDMA, TEGDMA, Bis-EMA charges (81% du poids, 61% du volume) : ZrSiO ₄ (particules de 0,01 à 3,5µm)	9AN
résine composite fluide	Filtek Flow®	3M ESPE™ (St Paul. MI. USA)	Scotchbond 1®	monomères : Bis-GMA, TEGDMA charges (47% du voume) : ZrSiO ₄ (particules de 0,01 à 6,0µm, en moyenne 1,5µm)	5GM 5GR
Bis-GMA= diméthacrylate glycidique de bisphénol A ; UDMA= uréthane diméthacrylate ; TEGDMA= triéthylène glycol diméthacrylate ; Bis-EMA= polyéthylène glycol diéther diméthacrylate de bisphénol A					

* les compositions sont issues des documentations techniques internes des laboratoires.

** les matériaux utilisés sont tous de teintes A3

tableau 7 : adhésifs amélo-dentaires employés*					
nom commercial de l'adhésif	laboratoire	matériau d'obturation associé	agent de mordantage associé	composition	lots
Admira bond®	Voco™ (Cuxhaven Allemagne)	Admira®	acide phosphorique 35% (3M Etchant, lot 8LB)	ormocers, bis-GMA, HEMA, acides organiques, acétone	03653 490052
Scotchbond 1®	3M ESPE™ (St Paul. MI. USA)	Filtek P60® Filtek Flow®	acide phosphorique 35% (3M Etchant, lot 8LB)	copolymères d'acide polyacrylique et polyitaconique, HEMA, Bis-GMA, diméthacrylates, eau, éthanol, système photoinitiateur	0EE
Bis-GMA= diméthacrylate glycidique de bisphénol A ; HEMA= 2-hydroxy-éthylméthacrylate					

* les compositions sont issues des documentations techniques internes des laboratoires.

tableau 8 : étapes de mise en place des matériaux selon les instructions des fabricants

Admira/Admira bond	• mordantage de l'émail 30 s. et de la dentine 15 s. (cavité préalablement séchée) • rinçage à l'eau durant 20 s. • 3 s. de séchage à la seringue à air laissant la dentine humide • application d'une couche d'Admira Bond avec un pinceau jetable sur l'émail et la dentine, action durant 30 s. • facilitation de la diffusion du produit avec un léger jet d'air • photopolymérisation (1) durant 20 s. • obturation de la cavité (2) • photopolymérisation (1)
Filtek P60/ Scotchbond 1	• mordantage de l'émail 30 s. et de la dentine 15 s. (cavité préalablement séchée) • rinçage à l'eau durant 20 s. • 3 s. de séchage à la seringue à air laissant la dentine humide • application de 2 couches de Scotchbond 1 à l'aide d'un applicateur en imprégnant avec soin la cavité pendant 10 s. pour aider à la pénétration du produit. • évaporation des excédents avec 2 secondes d'un souffle d'air • photopolymérisation (1) durant 10 s. • obturation de la cavité (2) • photopolymérisation (1)
Filtek Flow/ Scotchbond 1	• mordantage de l'émail 30 s. et de la dentine 15 s. (cavité préalablement séchée) • rinçage à l'eau durant 20 s. • 3 s. de séchage à la seringue à air laissant la dentine humide • application de 2 couches de Scotchbond 1 à l'aide d'un applicateur en imprégnant avec soin la cavité pendant 10 s. pour aider à la pénétration du produit. • évaporation des excédents avec 2 secondes d'un souffle d'air • photopolymérisation (1) durant 10 s. • obturation de la cavité (2) (3) • photopolymérisation (1)
(1) la photopolymérisation est réalisée avec une lampe Elipar Freelight 2® 3M Espe (2) les matériaux sont placés dans les cavités à l'aide d'instruments non métalliques Optrasculpt® de Vivadent, Schaan, Liechtenstein (cf. figure 6). Les cavités ont toutes été obturées en une couche à l'aide de matrices Hawe Transparent Cervical Matrices® de Hawe Neos Dental, Bioggio, Italie (cf. figure 7). (3) le matériau est injecté dans la cavité à l'aide des embouts seringue fournis par les fabricants	



Figure 3 : cavité de classe V

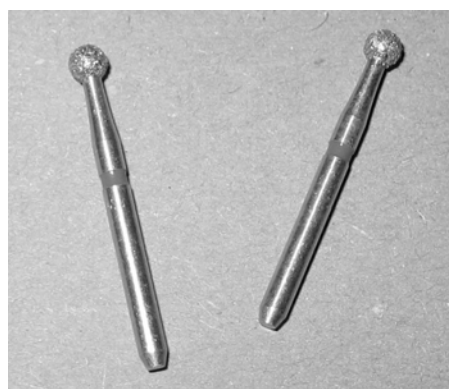


Figure 4 : fraises Komet® 801 023



Figure 5 : cavité de classe V obturée



Figure 6 : instruments non métalliques Optrasculpt Vivadent® pour la mise en place des matériaux

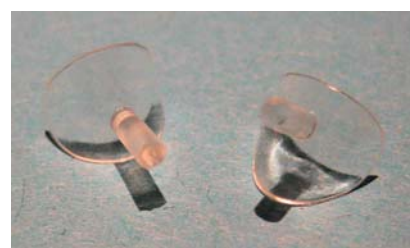


Figure 7 : matrices cervicales transparentes Hawe®



Figure 8 : disques de polissage Sof-Lex XT® Pop On



Figure 9 : cupules de polissage Enhance®



Figure 10 : obturation des apex



Figure 11 : échantillon recouvert de 2 couches de vernis préservant l'obturation et 1mm autour de l'obturation

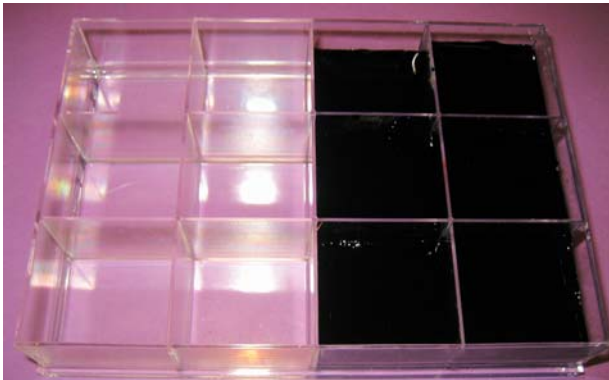


Figure 12 : immersion dans du bleu de méthylène à 1% durant 48h



Figure 13 : scie Isomet Buehler®



Figure 14 : disque diamanté Buehler®

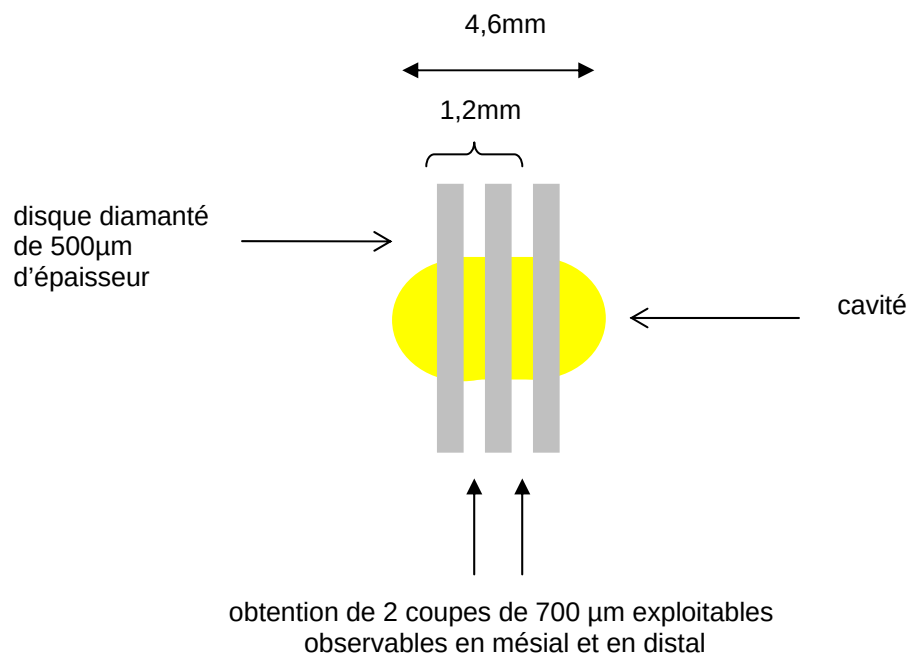


Figure 15 : schématisation de la coupe des échantillons



Figure 16 : exemples de coupes observables en microscopie optique

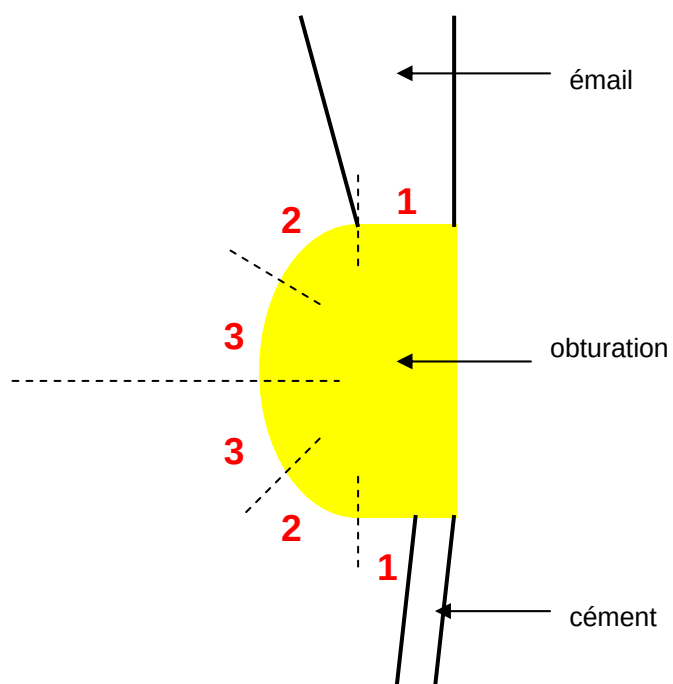


Figure 17 : schématisation de l'échelle de notation utilisée pour mesurer la pénétration de colorant

2.2.2. Observation qualitative de l'interface dentine/matériau en microscopie électronique à balayage

- ❑ Neuf dents de sagesse mandibulaires saines extraites depuis moins de 6 mois, conservées 1 semaine dans de la chloramine T à 0,5% puis dans de l'eau distillée (Cooper-Rhône-Poulenc-Rohrer, France) à 4°C sont utilisées. Préalablement les tissus mous résiduels ont été supprimés au bistouri et les dents nettoyées à l'aide d'une brosse et d'une pâte prophylactique. 3 groupes de 3 dents sont constitués par tirage au sort. Une semaine avant leur utilisation, les dents sont conservées à température ambiante.
- ❑ Les faces vestibulaires des dents, afin d'obtenir des surfaces planes et reproductibles, sont polies sous eau courante avec du papier abrasif de 15 µm (P1200 ISO 6344) à l'aide d'une machine de polissage (Labo-Pol-4®, Struers, Ballerup, Danemark) (cf. figure 18). Au moins 16 mm² de dentine sont exposés.
- ❑ Un contrôle au microscope permet de s'assurer que l'émail est bien supprimé et qu'il n'y a pas d'exposition pulpaire.
- ❑ La surface dentinaire doit rester constamment humide, dès la fin du polissage les dents sont replacées dans l'eau distillée à température ambiante.
- ❑ Les dents sont conservées 24 heures dans l'eau.
- ❑ Dans la zone des 16 mm² de dentine, les cavités sont réalisées à l'aide d'un contre angle réducteur à 4000 tours par minute à l'aide d'une fraise carbure de tungstène non surtaillée (Komet® H1S 023). Les cavités mesurent environ 4,6mm x 2,3mm x 1,4mm et ont un angle cavo-superficiel vif de 90°.
- ❑ Un contrôle au microscope permet de s'assurer que la cavité est bien exclusivement intradentinaire.
- ❑ Les dents sont obturées selon les instructions des fabricants à l'aide des 3 différents matériaux (cf. tableaux 6, 7 & 8) et photopolymérisés selon durant 40 secondes à l'aide d'une lampe Elipar Freelight 2® 3M Espe.
- ❑ Les dents sont conservées 24 heures dans de l'eau distillée à température ambiante puis les obturations sont polies sous spray à l'aide de disques abrasifs Sof-Lex® XT Pop On 2382 C (3M) changés toutes les 4 cavités et de cupules à finir Enhance® (Caulk Division, Dentsply Int. USA) changées au bout de 10 cavités.
- ❑ Les échantillons sont alors conservés 48 heures dans de l'eau distillée à température ambiante.
- ❑ Un dixième de millimètre de dentine et de surface de l'obturation sont éliminés avec un papier abrasif de 8 µm (P2500 ISO 6344). Les dents sont rincées sous l'eau courante.
- ❑ Les dents sont délicatement séchées à l'aide de papier absorbant juste avant observation à l'aide d'un microscope électronique à balayage environnemental Quanta Feg 600® (FEI, Eindhoven, Hollande) (cf. figures 19 et 20).



Figure 18 : machine de polissage Struers®



Figures 19 et 20 : microscope électronique à balayage environnemental (source photos FEI®)

2.3. Résultats

La pénétration de colorant est nulle pour l'échantillon témoin négatif tandis que le bleu de méthylène a pénétré entièrement la dentine de l'échantillon témoin positif. Les tableaux 9 à 11 rapportent les résultats de l'étude de l'étanchéité à l'interface au niveau amélaire et cémentaire. Sur l'ensemble des résultats, l'analyse de variance à quatre facteurs (quatre sources de variations possibles pour le score à savoir le matériau, le mode de photopolymérisation, la face vestibulaire ou linguale et l'interface amélaire ou cémentaire) montre que seul le facteur face vestibulaire ou linguale ne fait pas varier significativement le score ($p=0,45$). Sur l'ensemble des résultats, le mode de photopolymérisation n'a pas la même influence sur le score selon le matériau ($p<0,0001$). Les tests t de comparaison multiple indiquent pour chacun des matériaux et chacun des modes de photopolymérisation une pénétration cémentaire significativement supérieure à la pénétration amélaire. Les tests t de comparaison multiple deux à deux stratifiés par matériau ne montrent pas d'influence du mode de photopolymérisation sur le score de pénétration au niveau amélaire pour l'Admira et le Filtek Flow ($p<0,05$), en revanche pour le Filtek P60 si la pénétration de colorant au niveau amélaire n'est pas significativement différente entre les modes C20 et C40 ($p=1,0000$), le mode E20 montre une pénétration plus importante qu'en mode C20 ($p=0,0005$) et qu'en mode C40 ($p=0,0002$). Au niveau cémentaire, les résultats apparaissent plus hétérogènes avec pour l'Admira une différence significative de pénétration de colorant entre les modes E20 et C20 ($p=0,0117$) et pour le Filtek P60 une différence significative entre les modes C20 et C40 ($p=0,0493$) et entre les modes E20 et C20 ($p=0,0053$).

tableau 9 : étanchéité à l'interface amélaire							
photopolymérisation	score	Admira/Admira bond		Filtek P60/ Scotchbond 1		Filtek Flow/ Scotchbond 1	
		<i>face vestibulaire</i>	<i>face linguale</i>	<i>face vestibulaire</i>	<i>face linguale</i>	<i>face vestibulaire</i>	<i>face linguale</i>
C20	0	n=9	n=5	n=11	n=18	n=17	n=18
	1	n=10	n=13	n=6	n= 2	n=2	n=2
	2	n=1	n=2	n=2	n=0	n=1	n=0
	3	n=0	n=0	n=1	n=0	n=0	n=0
C40	0	n=5	n=5	n=14	n=12	n=15	n=17
	1	n=15	n=13	n=6	n=8	n=5	n=2
	2	n=0	n=2	n=0	n=0	n=0	n=1
	3	n=0	n=0	n=0	n=0	n=0	n=0
E20	0	n=5	n=0	n=4	n=5	n=20	n=18
	1	n=12	n=11	n=14	n=12	n=0	n=2
	2	n=3	n=9	n=2	n=3	n=0	n=0
	3	n=0	n=0	n=0	n=0	n=0	n=0

tableau 10 : étanchéité à l'interface cémentaire							
photopolymérisation	score	Admira/Admira bond		Filtek P60/ Scotchbond 1		Filtek Flow/ Scotchbond 1	
		<i>face vestibulaire</i>	<i>face linguale</i>	<i>face vestibulaire</i>	<i>face linguale</i>	<i>face vestibulaire</i>	<i>face linguale</i>
C20	0	n= 0	n=2	n=2	n=1	n=0	n=0
	1	n=8	n=2	n=4	n= 6	n=0	n=0
	2	n=1	n=2	n=3	n=2	n=2	n=4
	3	n=11	n=14	n=11	n=11	n=18	n=16
C40	0	n=1	n=0	n=1	n=0	n=0	n=3
	1	n=3	n=3	n=1	n=4	n=1	n=3
	2	n=3	n=2	n=2	n=3	n=0	n=3
	3	n=13	n=15	n=16	n=13	n=19	n=11
E20	0	n=0	n=0	n=1	n=0	n=0	n=2
	1	n=0	n=0	n=2	n=2	n=2	n=0
	2	n=1	n=7	n=1	n=0	n=7	n=0
	3	n=19	n=13	n=16	n=18	n=11	n=18

tableau 11 : dépouillement des scores de la pénétration de colorant						
photo-polymérisation	matériau	interface	face	médiane	% de score 0	% de score 3
C20	Admira/Admira bond	amélaire	vestibulaire	1	45	0
			linguale	1	25	0
		cémentaire	vestibulaire	3	0	55
			linguale	3	10	70
	Filtek P60/ Scotchbond 1	amélaire	vestibulaire	0	55	5
			linguale	0	90	0
		cémentaire	vestibulaire	3	10	55
			linguale	3	5	55
	Filtek Flow/ Scotchbond 1	amélaire	vestibulaire	0	85	0
			linguale	0	85	0
		cémentaire	vestibulaire	3	0	90
			linguale	3	0	80
C40	Admira/Admira bond	amélaire	vestibulaire	1	25	0
			linguale	1	25	0
		cémentaire	vestibulaire	3	5	65
			linguale	3	0	75
	Filtek P60/ Scotchbond 1	amélaire	vestibulaire	0	70	0
			linguale	0	60	0
		cémentaire	vestibulaire	3	5	80
			linguale	3	0	65
	Filtek Flow/ Scotchbond 1	amélaire	vestibulaire	0	75	0
			linguale	0	85	0
		cémentaire	vestibulaire	3	0	95
			linguale	3	15	55
E20	Admira/Admira bond	amélaire	vestibulaire	1	25	0
			linguale	1	40	0
		cémentaire	vestibulaire	3	0	100
			linguale	3	0	65
	Filtek P60/ Scotchbond 1	amélaire	vestibulaire	1	20	0
			linguale	1	25	0
		cémentaire	vestibulaire	3	5	80
			linguale	3	0	90
	Filtek Flow/ Scotchbond 1	amélaire	vestibulaire	0	100	0
			linguale	0	90	0
		cémentaire	vestibulaire	3	0	55
			linguale	3	10	90

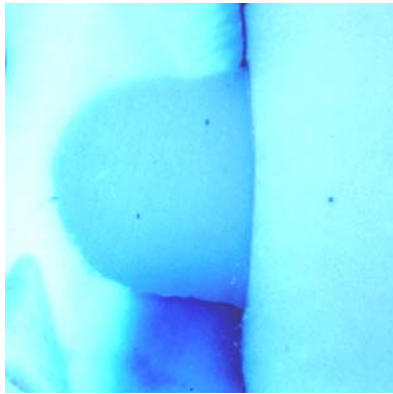


Figure 21 : échantillon de P60 (mode C40) ; pénétration du colorant à l'interface cémentaire et propagation dans la dentine

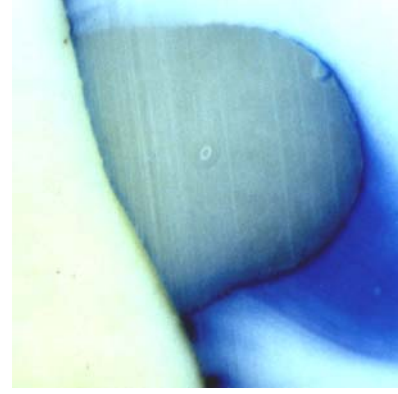


Figure 22 : échantillon d'ADM (mode C40) ; pénétration du colorant à l'interface cémentaire et propagation dans la dentine

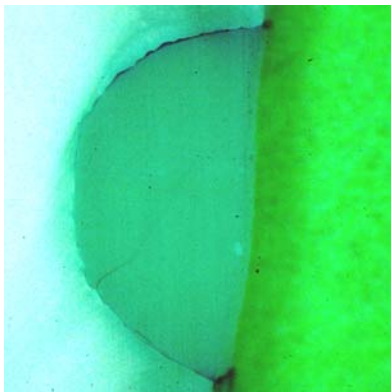


Figure 23 : échantillon de P60 (mode E20) ; décohésion à l'interface amélaire, fracture au sein du matériau

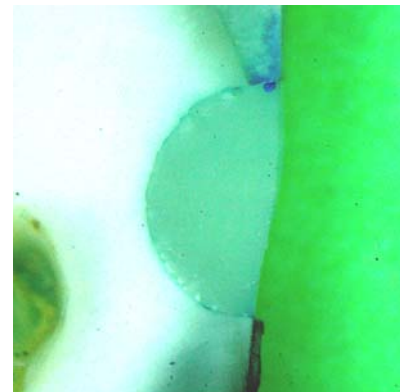


Figure 24 : échantillon d'ADM (mode E20) ; pénétration de colorant limitée à l'interface et dans une bulle accidentelle

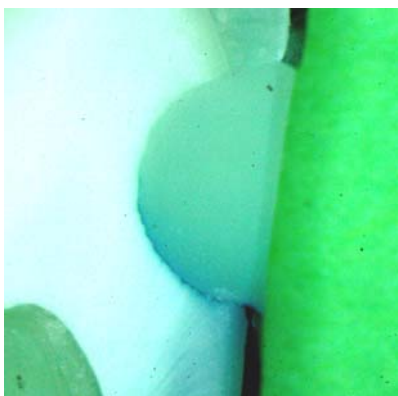


Figure 25 : échantillon de FLO (mode E20 ; absence de pénétration amélaire, pénétration cémentaire

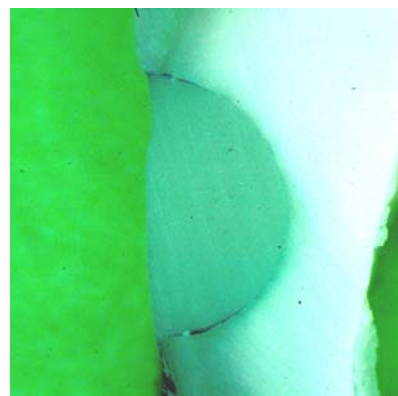


Figure 26 : échantillon de FLO (mode C40) ; décohésion du matériau aux interfaces amélaire et cémentaire ayant autorisé le passage de colorant

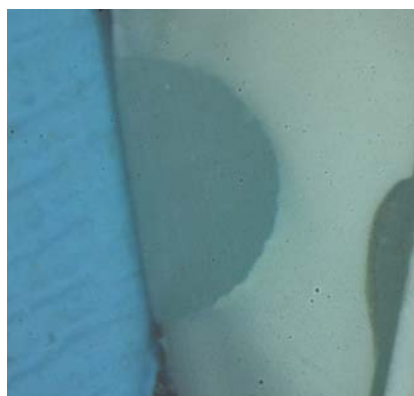


Figure 27 : échantillon de P60 (mode C20) ; absence de pénétration de colorant



Figure 28 : échantillon de FLO (mode C40) ; absence de pénétration de colorant

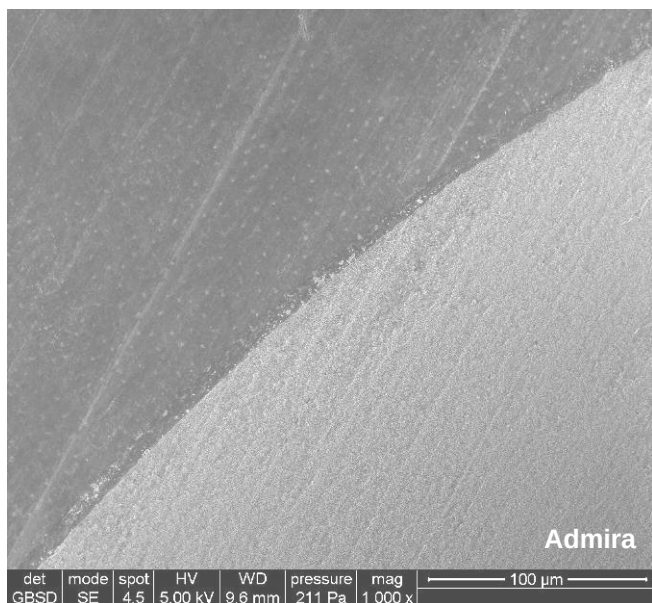


Figure 29 : Admira 1000x
absence de solution de continuité

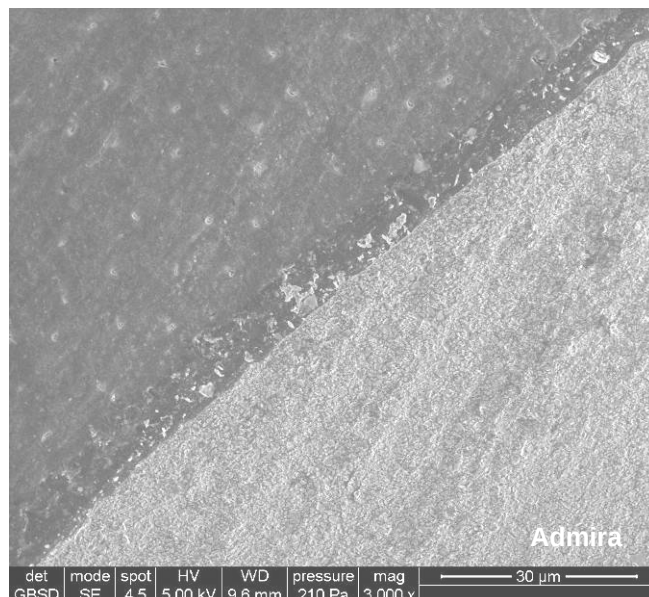


Figure 30 : Admira 3000x
absence de solution de continuité

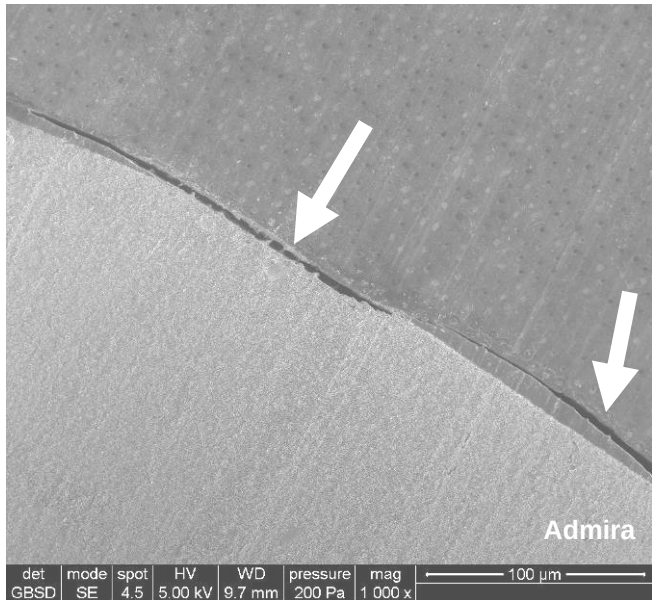


Figure 31 : Admira 1000x
fracture au sein dans la couche d'adhésif
et du substrat dentinaire



Figure 32 : Admira 3000x
fracture au sein de la couche d'adhésif

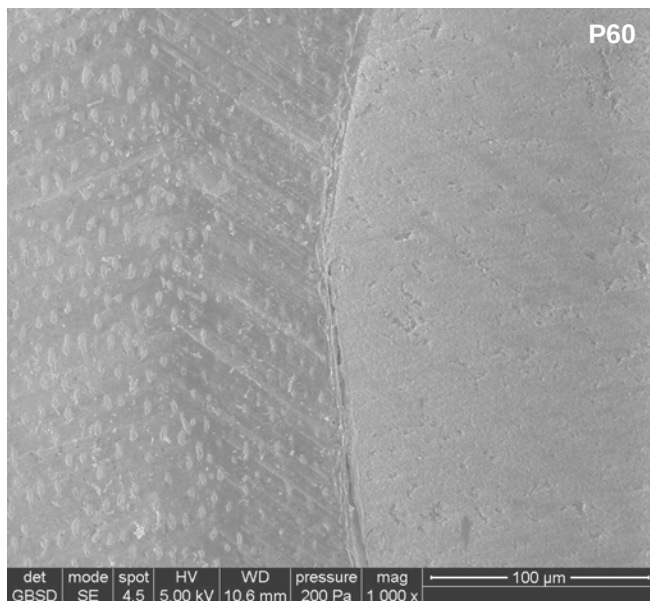


Figure 33 : P60 1000x
absence de solution de continuité
d'adhésif

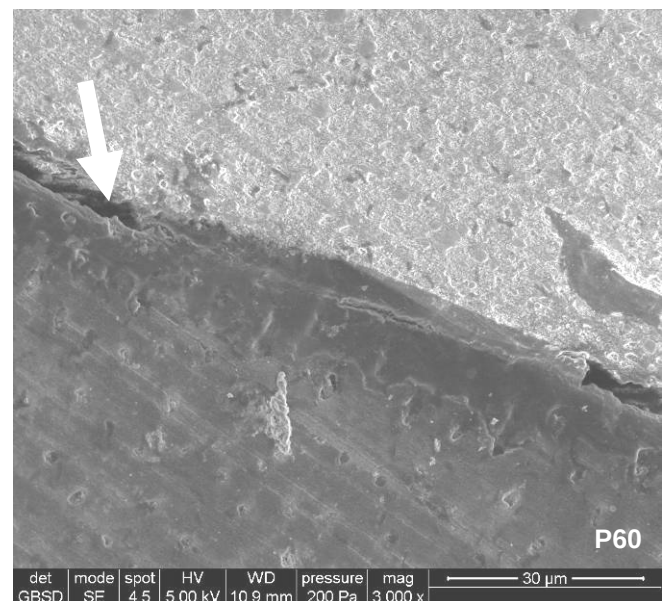


Figure 34 : P60 3000x
fracture au sein de la couche

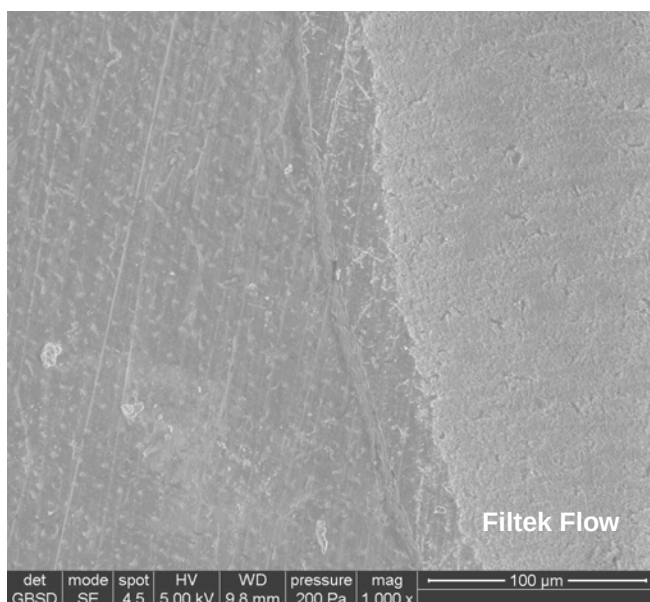


Figure 35 : Filtek Flow 1000x
absence de solution de continuité

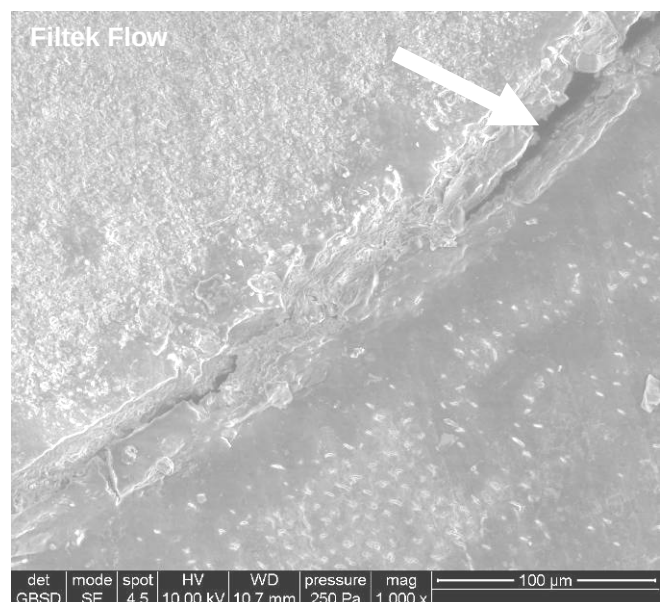


Figure 36 : Filtek Flow 3000x
fracture au sein de la couche d'adhésif

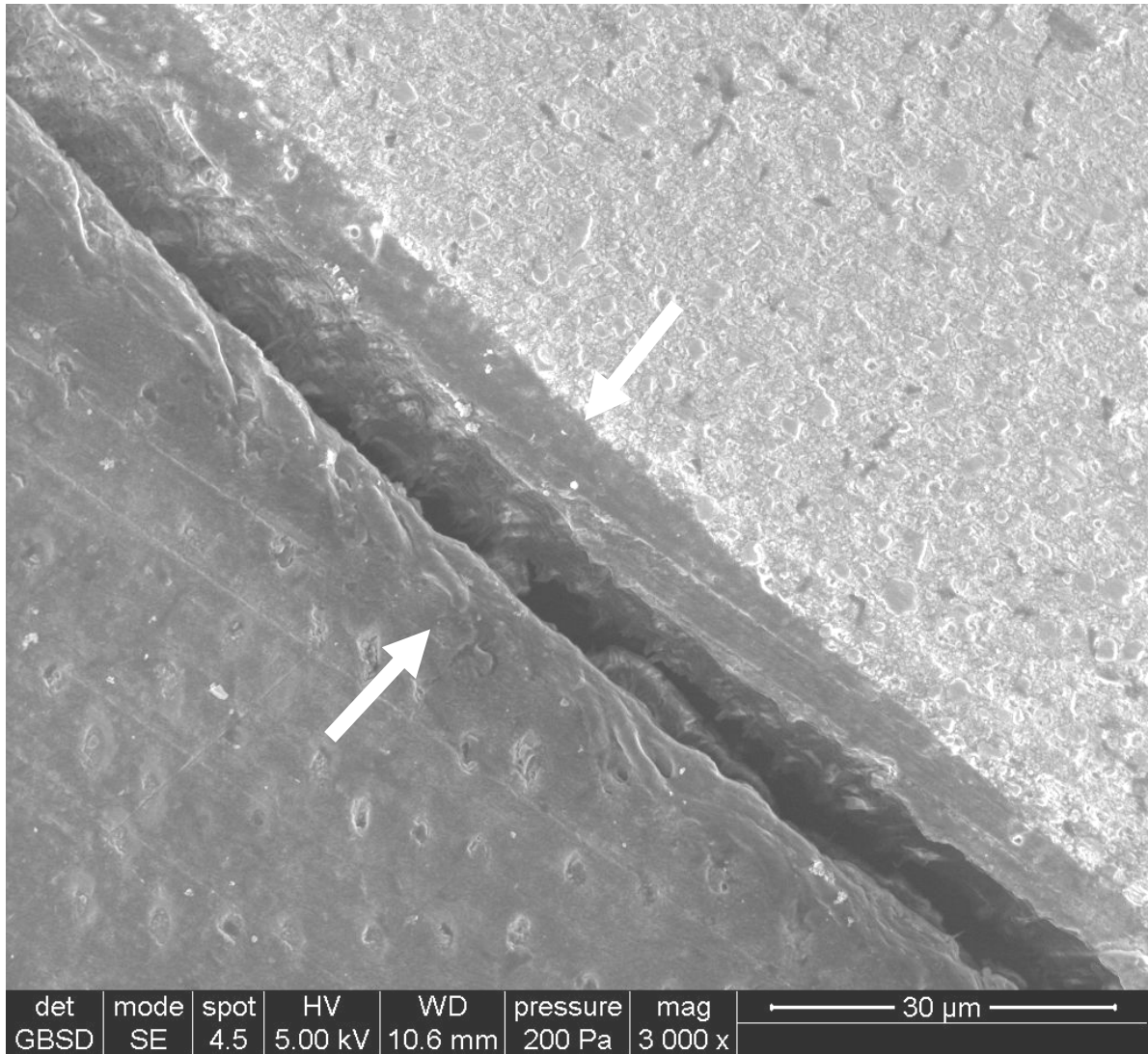


Figure 37 : P60 3000x, fracture au sein de la couche d'adhésif

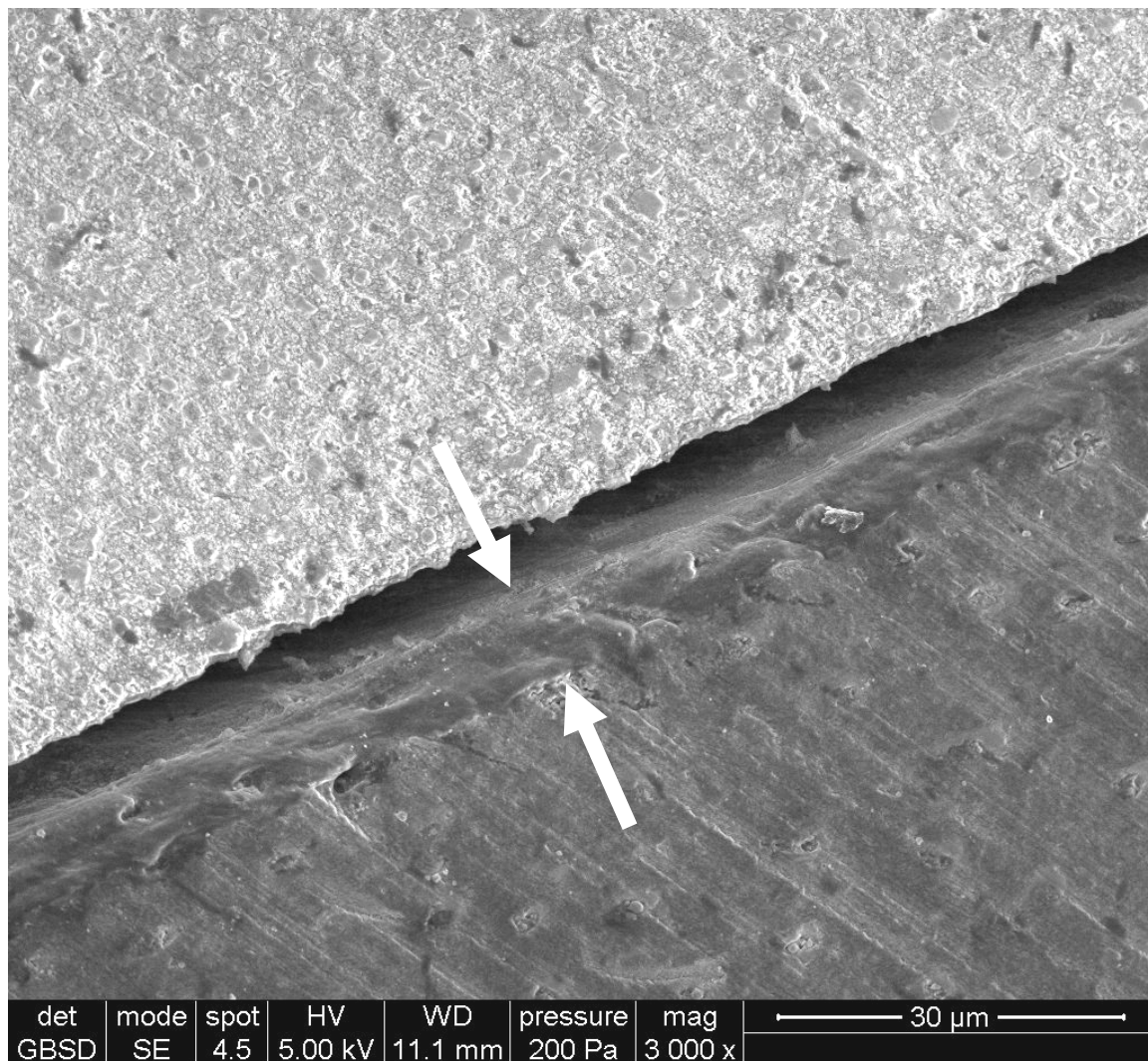


Figure 38 : P60 3000x, décohésion entre le matériau et son adhésif

2.4. Discussion

Le succès clinique d'une obturation ne peut être apprécié qu'au travers d'une multitude de paramètres. La qualité de l'interface dent/matériau est l'un des facteurs majeurs influençant tant la pérennité de l'obturation que la préservation de l'intégrité des différentes structures de l'organe dentaire. Les matériaux à base de résine par opposition à l'amalgame d'argent nécessitent une préparation de surface des tissus dentaires pour assurer leur maintien dans la cavité. L'attache micro-mécanique amélaire après dissolution de la zone inter-prismatique (Gorracci et Mori, 1998), l'obtention au niveau dentinaire d'une couche hybride résultant de l'entrelacement des polymères de collagène et des polymères de la résine adhésive ainsi que les brides résineuses pénétrant les canalicules dentinaires (Van Meerbeek et coll., 1999) sont les principes de l'adhésion des composites après traitement acide total et application d'un mélange primaire/adhésif.

L'observation quantitative et qualitative *in vitro* de la zone interfaciale apparaît comme une démarche séduisante afin de juger de la capacité d'un matériau à répondre au cahier des charges requis en termes d'étanchéité. Les tests de pénétration de colorant et l'observation en microscopie électronique à balayage sont des outils fréquemment décrits et validés à cet effet.

Un élément marquant à la lecture des tableaux 9 et 10 et à l'observation des figures 21 à 28 est la relative hétérogénéité des valeurs. A l'inverse, le calcul de la médiane (tableau 11) écrase les résultats puisqu'elle n'est pas liée à la valeur numérique des observations mais à la position de ces valeurs. Dès lors, il convient donc de rester prudent dans la volonté d'analyse quantitative des résultats : l'extrapolation et les conclusions à tirer d'une telle expérimentation nous semblent plus acceptables en termes qualitatifs. La non-reproductibilité du substrat amélaire et dentinaire est très vraisemblablement une cause de l'hétérogénéité des mesures. Le caractère anisotrope de l'émail et de la dentine ne peut en effet être occulté. Les tailles de classe V à joint vif exposent les prismes d'émail selon leur grand axe engendrant un mordantage de moindre efficacité par rapport à une exposition des prismes selon leur section perpendiculaire (Prati et coll., 2000) et donc en conséquence un scellement marginal de moindre qualité. L'axe de coupe des prismes non exactement identique au sein d'une même cavité ou entre cavités peut expliquer des différences d'étanchéité du joint. Au niveau dentinaire, la microstructure hautement orientée liée à l'organisation radiale des canalicules est à l'origine de couches hybrides de qualité variable et de brides résineuses plus ou moins nombreuses et donc de capacité d'adhésion différente selon les dents et selon les régions de la cavité au sein d'une même dent (Yoshiyama et coll., 1996 ; Watanabe et coll., 1996 ; Santini et coll., 2000 ; Meiers et coll., 2001). Les différences de profondeur de la taille intra-ou inter-cavitaires par rapport à la pulpe sont aussi à prendre en compte puisque la densité et le diamètre tubulaire augmentent avec la proximité pulpaire. Nos mesures effectuées sur des coupes multiples, chacune étant considérée comme un échantillon afin de ne pas perdre d'informations (Déjou et coll., 1996), sont certainement à l'origine de la relative hétérogénéité des valeurs. Certains

auteurs ont en effet démontré l'insuffisance des travaux ne prenant en compte qu'une coupe au centre de la cavité au vu du caractère tridimensionnel de la pénétration de colorant (Gale et coll., 1994). Si la réalisation de plusieurs coupes par obturation s'avère donc nécessaire, elle engendre une plus grande dispersion des résultats. Les variations de l'axe des cavités par rapport au grand axe de la dent pourraient aussi être incriminées, mais ce paramètre est discutable puisqu'on ne relève pas de différence significative entre les mesures vestibulaires et buccales prises dans leur ensemble.

Il est en revanche une différence qui est remarquable : la pénétration de colorant est significativement supérieure à l'interface cémentaire par rapport à l'interface amélaire. Nos résultats rejoignent en cela ceux de plusieurs études (Cortes et coll., 1998 ; Campanella et Meiers, 1999 ; Wilder et coll., 2000 ; Beznos 2001 ; Meiers et coll., 2001, Korkmaz et coll., 2007 ; Ozel et coll., 2008 ; Ramos Lloret et coll., 2008, Heintze et coll., 2008). Juste en arrière du ciment, une dentine pauvre en tubulis et peu perméable aux adhésifs résineux même après mordantage en est sans doute l'explication (Cagidiaco et coll., 1997). Dans les cavités de classe V, la dentine présente de plus des canalicules plutôt parallèles à la paroi de la cavité ne favorisant pas la qualité de l'adhésion (Prati et coll., 2000). Des travaux ont montré que peu de brides résineuses se créent dans la dentine périphérique à proximité des zones les plus externes de la restauration (Prati et coll., 1998). Au niveau du ciment en lui-même, il semblerait cependant qu'une couche hybride soit susceptible de se former du type de celle retrouvée sur la dentine périphérique (Tay et coll., 1994a et b). Il est à ce titre intéressant également de noter que le mode de photopolymérisation entraîne dès lors des scores de pénétration plus hétérogènes au niveau de cette interface cémentaire où le collage est intrinsèquement de moins bonne facture alors qu'au niveau amélaire on ne note pas de différence significative de pénétration pour l'Admira et le Filtek Flow et que seul le mode E20 entraîne une différence pour le Filtek P60.

L'observation de nos images obtenues en MEB révèle régulièrement une fracture interfaciale se situant au sein de la couche adhésive (cf. figures 32, 34, 36 et 37). D'autres auteurs ont également fait ce constat (Goracci et coll., 1995) minimisant son importance en concluant que la couche hybride malgré cette fissure continue à jouer son rôle de joint hermétique. Mais c'est ne pas tenir compte de la possibilité d'un déficit d'étanchéité lié à la non-imprégnation totale de la dentine déminéralisée libérant des nano-espaces autour des fibrilles de collagènes au cœur de la couche hybride (Sano et coll., 1995, Li et coll., 2000, Awliya et El-Sahn 2008). Ces espaces pourraient autoriser des infiltrations («*nanoleakage*») de bactéries ou de fluides oraux hydrolysant soit la résine adhésive soit le collagène dans la couche hybride et mettant en péril l'adhésion de l'ensemble (Eick et coll., 1997). A ce titre, l'observation de nos coupes en microscopie optique montre bien dans de nombreux cas, au-delà d'une pénétration de colorant interfaciale (figure 2.17.) une large pénétration au-delà de l'interface dans la dentine en direction de la pulpe laissant envisager des défaillances de la couche hybride (cf. figures 21 et 22)

Notre protocole d'étude soumet l'ensemble de nos matériaux à des conditions expérimentales ayant tendance vraisemblablement à majorer la pénétration. L'absence de biseau ou de congé est l'un de ces paramètres défavorables. En effet, un biseau permet d'exposer les prismes d'émail selon une direction plus perpendiculaire à leur grand axe, d'augmenter la surface de collage amélaire, de diminuer les micro-craquelures de l'émail et enfin d'exposer une moindre épaisseur d'adhésif en bouche et en conséquence de diminuer la pénétration potentielle à l'interface (Dietrich et coll., 2000) ; pourtant une étude récente indique l'absence d'influence de la présence ou non d'un biseau sur la pénétration de colorant dans des cavités de classe V (Bagheri et Ghavamnasiri, 2008). Pour notre part, la difficulté de la reproductibilité du biseau d'une cavité à l'autre, pouvant prononcer plus encore l'hétérogénéité des résultats, nous a fait préférer une taille à joint vif.

De plus, la cavité de classe V engendre un facteur C élevé, c'est à dire un rapport surface collée (cinq parois)/surface libre (une paroi) important. Cette configuration favorise l'expression des contraintes internes dont le joint marginal peut souffrir (cf. figures 23 et 26) (Asmussen et Munksgaard, 1988 ; Meiers et coll., 2001 ; Moreira da Silva et coll., 2007). Mais les cavités de classe V sont fréquemment utilisées dans les études in vitro retrouvées dans la littérature, permettant ainsi, dans une certaine mesure, la comparaison de résultats. Par ailleurs, toujours dans un souci de minimisation de l'hétérogénéité entre les échantillons, nos cavités ont toutes été obturées en un seul apport de matériau. On pense de cette technique qu'elle entraîne des retraits de polymérisation plus importants que ceux engendrés par une technique d'apports multiples en couches successivement photopolymérisées (Tjan et coll., 1992 ; Yamazaki et coll., 2006 ; Idriss et coll. 2007) plus favorable à un scellement marginal de qualité. Cependant une étude récente n'indique pas de différence de pénétration d'un traceur (solution de nitrate d'argent) entre des échantillons obturés de façon incrémentielle et des échantillons obturés en une seule apposition (Duarte et coll., 2007).

A l'inverse, nos échantillons ayant été conservés 24 heures après obturation et avant polissage dans de l'eau distillée, on peut penser que l'expansion hygroscopique du fait de la capacité d'absorption d'eau des matériaux a éventuellement minoré les résultats de pénétration dans la mesure où cette variation dimensionnelle est potentiellement à l'origine d'une diminution du hiatus interfacial.

Nos échantillons n'ont pas été soumis à des processus de vieillissement artificiel à type de thermocyclage. Certains auteurs (Sidhu et Henderson, 1992 ; Prati et coll., 1995 ; Doerr et coll., 1996 ; Rosales-Leal, 2007) n'ont trouvé aucune différence de pénétration de colorant sur des échantillons thermocyclés ou non thermocyclés, certains ont trouvé une différence mais seulement sous certaines conditions de photopolymérisation (Nalcai et Ulusoy, 2007). D'autres suggèrent, afin de simuler plus justement les conditions orales, de soumettre les dents obturées à un thermocyclage associé à une contrainte mécanique (Mandras et coll., 1991 ; Cardoso et coll., 2002) tout en ayant conscience que l'intensité de ladite contrainte est susceptible d'influencer les résultats (Arisu et coll., 2008).

Récemment, dans la littérature, les méthodes d'évaluation de l'étanchéité interfaciale et particulièrement les tests de pénétration de colorant ont fait l'objet de critiques dans la littérature quant à leur capacité prédictive du comportement clinique des matériaux (Amarante de Camargo et coll., 2006 ; Heintze, 2007 ; Ernst et coll., 2008). L'utilisation de fuchsine (Hosoya et coll., 2004 ; Peutzfeld et coll., 2002) ou de nitrate d'argent (Cardoso et coll., 2002 ; Peris et coll. 2003) est parfois préférée à l'utilisation du bleu de méthylène fréquemment décrite (Deliperi et coll., 2004 ; Loguercio et coll., 2004 ; Gallato et coll., 2005). Il semblerait que l'emploi de différents colorants puisse engendrer des différences d'interprétation des résultats (Charlton et Moore, 1992). La concentration des colorants fait aussi l'objet de discussions ; le temps d'immersion des échantillons dans la solution est encore débattue (Hilton, 1998 ; Ernst et coll. 2008). Il apparaît donc au vu de la littérature et de notre expérimentation la grande difficulté à pouvoir tirer des conclusions quantitatives suite aux résultats obtenus d'un test de pénétration de colorant. Du point de vue qualitatif, en revanche, ces tests apportent indéniablement des informations : l'étanchéité à l'interface est difficile à obtenir même dans des conditions *in vitro* a priori plus favorables que dans des conditions cliniques, et ce, particulièrement à l'interface cémentaire.

L'observation en microscopie optique même qualitativement parlant présente néanmoins des limites du fait du faible grossissement maximal que l'on peut obtenir et de la faible profondeur de champ. La microscopie électronique à balayage environnementale paraît à ce titre plus satisfaisante. De plus, elle permet de s'affranchir des étapes d'empreintes, de répliques et de métallisation des échantillons pouvant dégrader l'interface et qui sont nécessaires en microscopie électronique à balayage classique (Cowan et coll., 1996 ; Idriss et coll., 2007). Elle permet, ainsi que nous l'avons déjà signalé, la visualisation de fractures interfaciales au sein même de la couche adhésive, de zones de décohésion du matériau et de son adhésif, de fractures du substrat dentinaire mais aussi de zones sans solution de continuité ce qui laisse présager de la complexité et de la multitude de facteurs engagés dans l'obtention d'une interface de qualité (cf. figures 29 à 38). Cela étant, le protocole utilisé ici en MEB environnementale ne permet qu'une vue partielle des résultats : en effet rien ne permet d'indiquer que l'interface observée est représentative des phénomènes ayant pu se produire dans une zone plus profonde de la cavité. Par ailleurs, le collage a été réalisé dans une cavité strictement dentinaire : on peut penser que l'absence d'émail n'est pas pour promouvoir la qualité dudit collage, les forces cohésives de l'adhésion à l'émail ayant *de facto* été supprimées. Pour autant, l'observation en MEB d'une interface dentine/matériau apparaît délicate à partir d'une obturation réalisée dans une cavité amélo-dentinaire : la nécessité d'entreprendre alors des coupes pour ladite observation est potentiellement à l'origine de dégradations de l'interface et donc de constats éventuellement erronés.

La recherche de la meilleure étanchéité à l'interface est un objectif majeur en vue de la réussite clinique d'une restauration. Les études *in vitro*, si elles ne peuvent prétendre apporter des réponses indiscutables quant à l'efficacité *in vivo* des

matériaux, permettent d'objectiver clairement le problème. Cependant la seule visualisation de la pénétration de colorant et l'observation de l'interface en MEB a ses limites : la micro-infiltration entre les tissus dentaires et l'obturation est la conséquence de nombreux paramètres tant biologiques que physiques et physico-chimiques. Nous nous proposons d'en étudier plusieurs dans la suite de notre travail : le retrait de polymérisation, les contraintes développées au cours de la polymérisation, l'influence du facteur C sur ces contraintes, la potentielle influence du mode de photopolymérisation sur la contraction et les contraintes ainsi que le comportement en milieu aqueux en termes de capacité d'absorption et de solubilité des trois matériaux préalablement décrits.

3. Etude de la contraction de polymérisation, des contraintes de polymérisation et du taux de conversion des monomères

3. Etude de la contraction de polymérisation, des contraintes de polymérisation et du taux de conversion des monomères

3.1. Introduction

Idéalement, pour obturer une cavité dentaire de façon étanche, aucune variation dimensionnelle ne devrait se produire à l'interface organe dentaire/matériau. Une adaptation parfaite devrait être obtenue à l'issue de la prise du produit et se maintenir dans le temps une fois en fonction. Malheureusement, quelque soit le matériau de restauration à base de résine, on n'observe pas ce comportement idéal. Dès le début de la manipulation de ces matériaux, leur stabilité dimensionnelle est compromise par la réaction de polymérisation de la phase matricielle. En effet, la conversion des monomères en un réseau de polymères se fait au détriment du volume, les liaisons de Van der Waals étant remplacées par des liaisons covalentes plus courtes entre les molécules (Rees et Jacobsen, 1989 ; Watts et Cash, 1991 ; Attin et coll., 1995 ; Davidson et Feilzer, 1997 ; Yap et coll. ; 2000b). Autant un fort taux de conversion est un élément favorable en termes de qualité mécanique du matériau, autant il engendre un retrait de prise plus important (Venhoven et coll., 1996). Le retrait de polymérisation total peut être divisé en deux parties, avant et après le point gel (Bausch et coll., 1982). Avant le point gel, les monomères sont encore solubles, c'est à dire encore dissociables, et la possibilité de relaxation visco-élastique dissipe la contrainte dans la structure (Davidson et coll., 1984). La polymérisation après le point gel est à l'origine d'une contrainte interne au matériau et sur les parois de la cavité qui ne peut plus être dissipée du fait de la rigidité du réseau de polymères. La contrainte interne maximale apparaît durant la phase initiale de la polymérisation après le point gel et diminue ensuite avec le temps (Feilzer et coll., 1990a ; Alster et coll., 1997). L'ensemble de ces phénomènes dans le volume confiné d'une cavité dentaire joue un rôle essentiel dans l'adaptation marginale finale : si le stress interne est supérieur à la capacité d'adhésion des matériaux/adhésifs employés, il en résulte une solution de continuité à l'interface voire une fracture du substrat et/ou du matériau lui-même (Davidson et coll., 1984), potentiellement à l'origine de percolation bactérienne ou de fluides oraux. Aussi le rapport surface collée/surface non collée (facteur C) joue-t-il un rôle prépondérant dans les conséquences engendrées par la contraction et ce, indépendamment du volume du matériau (Feilzer et coll., 1987).

Diminuer ces contractions et contraintes de polymérisation reste donc un défi afin de préserver la zone clé obturation/dent. Deux grandes voies s'ouvrent pour aller dans ce sens : la formulation de nouveaux composites d'une part (Ferracane, 2000, Condon et coll., 2002 ; Ge et coll., 2005 ; Chen et coll. 2006 ; Dewaele et coll., 2006) et la modification de la mise en œuvre des matériaux existants d'autre part. A ce dernier titre, l'influence du mode de photopolymérisation paraît intéressante à contrôler. Associer un taux de conversion élevé des monomères en polymères pour des raisons mécaniques et de biocompatibilité à une rétraction de prise limitée serait idéal. Mais ces deux paramètres sont étroitement liés puisque la contraction de

polymérisation est fonction de la conversion des doubles liaisons acryliques en liaisons covalentes. Les variations de contraction de polymérisation en fonction du mode de photopolymérisation d'une résine composite donnée peuvent donc être considérées comme des variations de conversion (Venhoven et coll., 1996 ; Davidson-Kaban et coll., 1997 ; Silikas et coll., 2000 ; Asmussen et coll., 2001). Cela étant, différentes études indiquent qu'en diminuant la densité d'énergie lumineuse (définie comme étant l'intensité lumineuse multipliée par la durée d'insolation) (Althoff et coll., 2000), on peut obtenir une conversion et une contraction identiques à celle obtenue avec une densité lumineuse plus importante (Davidson-Kaban et coll., 1997 ; Watts et coll., 1999 ; Silikas et coll., 2000, Asmussen et coll., 2001 ; Yap et coll., 2001). En fonction des modes de photopolymérisation, des variations de la cinétique de formation du réseau tridimensionnel permettent d'influer la conversion et la contraction d'un matériau composite à base de résine (Rueggeberg et coll., 1999 ; Dennisson et coll., 2000, Althoff et coll., 2000). Différentes sources d'énergie lumineuse peuvent être employées à des fins de photopolymérisation. Les lampes LED connaissent depuis quelques années un développement important. La partie la plus importante d'une LED est la puce semi-conductrice localisée au centre de l'ampoule : c'est la composition chimique du semi-conducteur qui détermine la couleur de la lumière émise (Craford et coll. 2001 ; Soh et coll., 2003). Émettant une lumière monochromatique, presque toute la puissance dégagée par une LED peut être transformée en radiations lumineuses dans la forme désirée. Il est alors possible de cibler les radiations sur le spectre d'absorption de la camphoroquinone, ce qui minimise la production de chaleur et ne nécessite pas d'utilisation de filtres comme sur une lampe halogène.

Une autre approche visant à préserver la zone interfaciale a été développée : afin de diminuer les contraintes de polymérisation, l'utilisation de résines composites plus faiblement chargées et moins visqueuses dites «flow» comme substitut dentinaire ont été indiquées. Ainsi cette couche intermédiaire entre la résine adhésive et la résine composite de restauration du fait de ses propriétés élastique serait capable d'absorber en partie la contrainte engendrée par la contraction de polymérisation (Condon et coll., 2000 ; Montes et coll., 2001).

De nombreuses méthodes ont été décrites pour mesurer le retrait de polymérisation. Bowen en 1963 rapporte l'utilisation d'un dilatomètre à mercure, De Gee et coll. en 1981 améliorent le procédé pour l'adapter aux matériaux photopolymérisables. Brandyopadhyay en 1982, Goldman en 1983 et Rees et Jacobsen en 1989 utilisent des dilatomètres à eau. Watts et coll. en 2000 proposent une application du principe d'Archimède pour mesurer les variations dimensionnelles de plusieurs matériaux après leur prise dans différentes conditions. Récemment, nous avons décrit une méthode originale vidéo-métrique (Simon et coll., 2008). Dans notre travail nous utilisons la technique dite de la déflexion d'une lame de verre décrite par Watts et Cash en 1991 qui consiste en la mesure du déplacement d'un capteur au cours de la polymérisation d'un disque de matériau. Cette technique permet la visualisation de la cinétique du retrait de prise que nous mesurons en fonction du mode de photopolymérisation (C20, C40 et E20) pour les trois matériaux décrits dans le

chapitre précédent (Admira, Filtek P60 et Filtek Flow). Parallèlement, les taux de conversion de différents matériaux en fonction du mode d'insolation sont évalués. Les contraintes développées au cours de la polymérisation ainsi que l'influence du facteur C sur lesdites contraintes sont également mesurées.

3.2. Matériel et méthode

3.2.1. Mesure de la contraction de polymérisation

- ❑ les manipulations sont réalisées sous lumière inactinique.
- ❑ Un disque de matériau non polymérisé de 7mm de diamètre est placé dans un anneau de bronze de 1,16mm de hauteur et de 15mm de diamètre.
- ❑ L'anneau est positionné sur une plaque de verre maintenue elle-même sur une plaque en laiton fenêtrée (fenêtre de 10mm de diamètre) pour positionner une lampe à polymériser. La plaque de verre recevant le matériau est micro-sablée de façon à ce que ce dernier adhère au verre.
- ❑ Sur l'anneau de bronze et au contact de la surface du disque de matériau est placée une lame de verre de 0,1mm d'épaisseur (lame élastique dont la résistance à la flexion est négligeable) qui reçoit une sonde (Linear Vertical Displacement Transducer LVDT GTX 2500, RDP Electronics®, GB) reliée à un conditionneur générant un courant continu (Transducer-Conditionner OD 5, Solartron Metrology®). Le déplacement de la sonde engendre une différence de potentiel (ddp) au niveau du conditionneur. Le signal est alors envoyé à un convertisseur analogique/numérique (High Resolution Data Logger ADC-16®, Pico Technology Ltd.) qui le transforme de façon à ce qu'il soit lisible par le logiciel d'acquisition (Bioman®, université de Manchester, GB).
- ❑ Pour que cette ddp soit convertie en μm , une étape de calibrage initial est nécessaire à l'aide d'un micromètre qui fait bouger la sonde de 40 μm en 40 μm toutes les 20 secondes durant 400 secondes. Ainsi la constante C peut être déterminée. On peut donc ensuite écrire : $U \text{ (mV)} \times C = d \text{ (}\mu\text{m)}$.
- ❑ La photopolymérisation du matériau est effectuée à l'aide d'une lampe LED 3M Espe Elipar Freelight 2® selon les trois modes C20, C40 et E20 déjà décrits.
- ❑ Le déplacement de la sonde centrée sur le disque lié à la déflexion de la lame de verre et équivalent au retrait de polymérisation est enregistré durant 180 secondes.
- ❑ La formule de conversion du déplacement de la sonde en pourcentage de retrait de polymérisation à un temps t est : $[(U_{\text{initiale}} \times C) - (U_t \times C)] \times (100/h)$, h étant la hauteur du disque de matériau en μm , U la ddp en mV et C la constante de calibrage.
- ❑ Les cinétiques de contraction sont calculées mathématiquement à partir des données obtenues pour les périodes 0 à 3s, 3 à 10s, 10 à 20s, 20 à 40s et 40 à 60s.
- ❑ Trois disques de chaque matériau (Admira, Filtek P60 et Filtek Flow) sont ainsi testés.
- ❑ Les résultats sont analysés statistiquement à l'aide de tests ANOVA suivis de tests post-hoc de Student-Newman-Keuls

La figure 39 schématise l'installation utilisée.

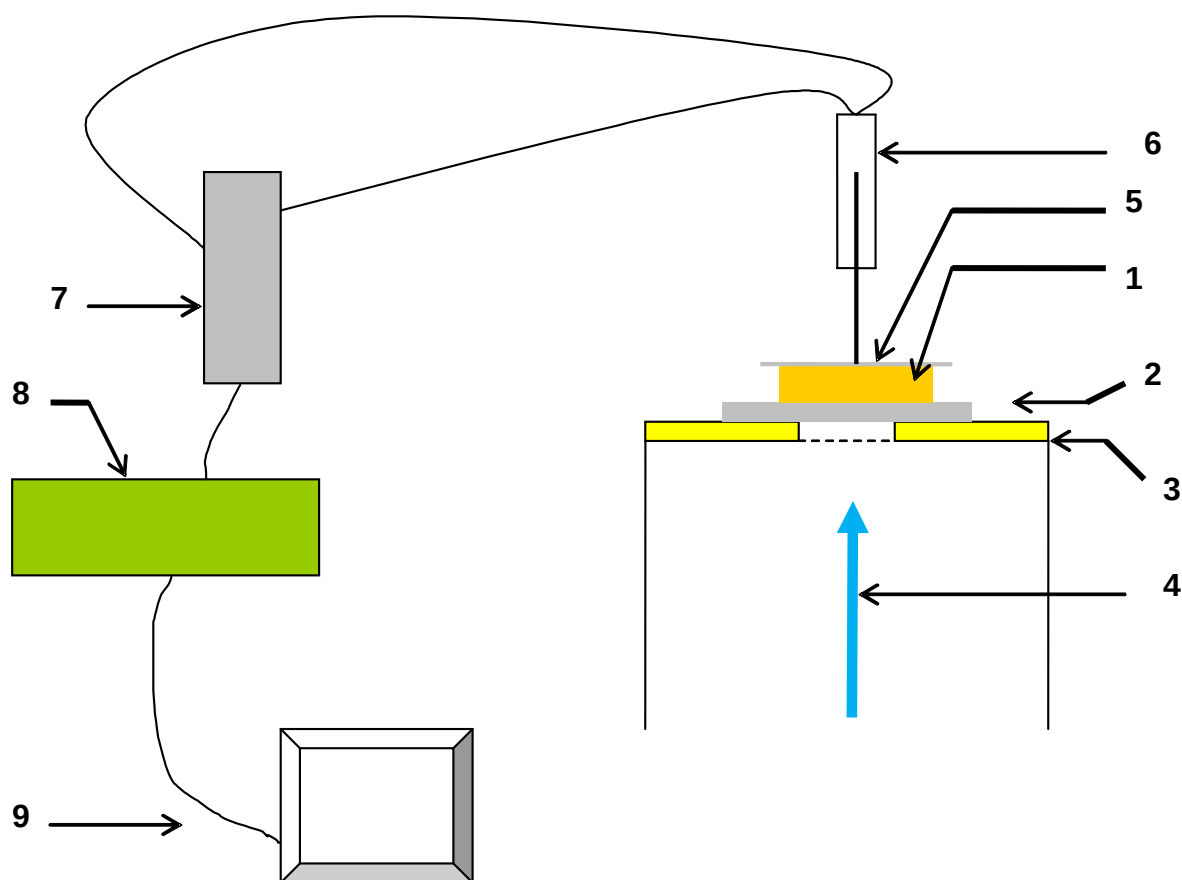


Figure 39 : représentation schématique de l'installation utilisée pour mesurer le retrait de polymérisation avec l'anneau de bronze dans lequel est placé le disque de matériau (1), la plaque de verre support (2) positionnée la plaque de laiton fenêtrée (3) pour laisser le passage au rayon lumineux (4), le matériau est au contact d'une lame de verre de 0,1mm (5) sur laquelle est centrée le capteur de déplacement (6) relié au conditionneur (7) envoyant le signal au convertisseur (8) traité par informatique (9).

3.2.2. Mesure du taux de conversion

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est la méthode éprouvée (Rueggeberg et coll., 1990 ; Imazato et coll., 1995 ; Sakaguchi et coll., 1998 ; Silikas et coll. 2000) utilisée ici pour mesurer le degré de conversion (DC) des matériaux testés.

- ❑ Trois échantillons de résine composite polymérisés ont été réalisés selon la même méthode et les mêmes modes de photopolymérisation que ceux décrits précédemment.
- ❑ Deux milligrammes de chacun des matériaux ont été prélevés au cœur de l'échantillon immédiatement après polymérisation à l'aide d'un scalpel puis ont été mélangés à du KBr (Spectra-Tech Inc., CT 06484, USA).
- ❑ Des pastilles ont été réalisées à l'aide d'une presse (Specac 13mm evacuable pellet die®, Specac Inc., Smyrna, GA, USA.) et d'inserts en papier de diamètre interne de 10mm (Spectra-Tech Paper inserts Spectra-Tech Inc., CT 06484, USA.).
- ❑ Une technique identique a été employée pour réaliser 3 pastilles de matériau non polymérisé.
- ❑ Les spectres FTIR des échantillons polymérisés et non polymérisés sont enregistrés en mode transmission à l'aide d'un spectromètre Nicolet Protégé 460® (Nicolet Inc., Madison, WI, USA). Un total de 32 scans à une résolution de 4cm^{-1} est mesuré.
- ❑ Les taux de conversion sont calculés en faisant le rapport des ratios des pics d'absorption des C=C aliphatiques sur pics d'absorption des liaisons carbone-carbone des cycles aromatiques des échantillons polymérisés (P) et non polymérisés (NP) à l'aide de la formule suivante : $DC\% = (1 - P/NP) \times 100$. Pour tous les matériaux, les pics aliphatiques à 1638 cm^{-1} et aromatiques à 1608 cm^{-1} de vecteur d'onde sont utilisés.
- ❑ Trois échantillons par matériau et par mode de polymérisation sont ainsi testés.
- ❑ Les résultats sont analysés statistiquement à l'aide de tests ANOVA suivis de tests post-hoc de Student-Newman-Keuls.

3.3.3. Mesure des contraintes de polymérisation

- ❑ Les mesures des contraintes de contraction sont réalisées à l'aide d'une machine de traction MTS® 4/ML (n° série 29690210) équipée d'une cellule de force 100N (capacité de mesure de 0,001N à 100N).
- ❑ L'expérimentation se déroule dans une pièce éclairée d'une lumière inactinique.
- ❑ Des cylindres de PMMA de 50mm de long et de 7mm de diamètre (Loraplast®, Essey lès Nancy, France) ont été fabriqués.
- ❑ Chaque extrémité des cylindres de PMMA recevant le matériau est préalablement conditionné : après un léger polissage avec du papier abrasif de $15\mu\text{m}$ (P1200 ISO 6344), les surfaces sont nettoyées à l'alcool à 70° puis séchées à l'aide de papier absorbant.
- ❑ Les cylindres de PMMA sont ensuite positionnés dans les mors de la machine de traction.
- ❑ Une couche d'adhésif correspondant au matériau testé (Admira bond lot n° 490052 et Scotchbond 1 lot n° 0EE) est déposée au pinceau sur chacune des extrémités puis photopolymérisée à l'aide d'une lampe LED 3M Espe Elipar Freelight 2® durant 20 secondes.

- ❑ Un échantillon de matériau de 7mm de diamètre et de 1,2mm d'épaisseur réalisé à l'aide d'un moule en Téflon (Loraplast®, Essey lès Nancy, France) est positionné sur le cylindre de PMMA inférieur.
- ❑ Le bras supérieur de la machine de traction est abaissé jusqu'à ce que le cylindre supérieur de PMMA vienne au contact du matériau et former un échantillon de 1,16mm d'épaisseur.
- ❑ Les excédents de matériaux ayant fusés sont délicatement supprimés à l'aide d'une lame de bistouri.
- ❑ Le matériau est alors photopolymérisé à l'aide d'une lampe LED 3M Espe Elipar Freelight 2®.
- ❑ Les forces engendrés par la contrainte de polymérisation sont enregistrées par une cellule de force 100N et communiquées à un ordinateur équipé du logiciel Testwork 4® de chez MTS® pour Windows®.
- ❑ La précision de la mesure de force est de classe 0,5 conforme aux normes ISO 7500/1 ($\pm 0,5\%$ de la valeur lue).
- ❑ Cinq échantillons des trois matériaux (Admira, Filtek P60 et Filtek Flow) sont ainsi testés selon les trois modes de polymérisation déjà décrits (C20, C40 et E20)
- ❑ Les résultats sont statistiquement analysés à l'aide de tests de Kruskal-Wallis suivis de tests t de comparaison multiple ajustés par Bonferroni.
- ❑ Un protocole identique est employé pour mesurer les contraintes de polymérisation en faisant varier le facteur C. Pour diminuer de moitié le facteur C, l'épaisseur de l'échantillon est doublée, passant de 1,16mm à 2,32mm. Cinq échantillons des trois matériaux (Admira, Filtek P60 et Filtek Flow) sont ainsi testés selon le mode de polymérisation C20. Les résultats sont statistiquement analysés à l'aide de tests de Kruskal-Wallis suivis de tests t de comparaison multiple ajustés par Bonferroni.

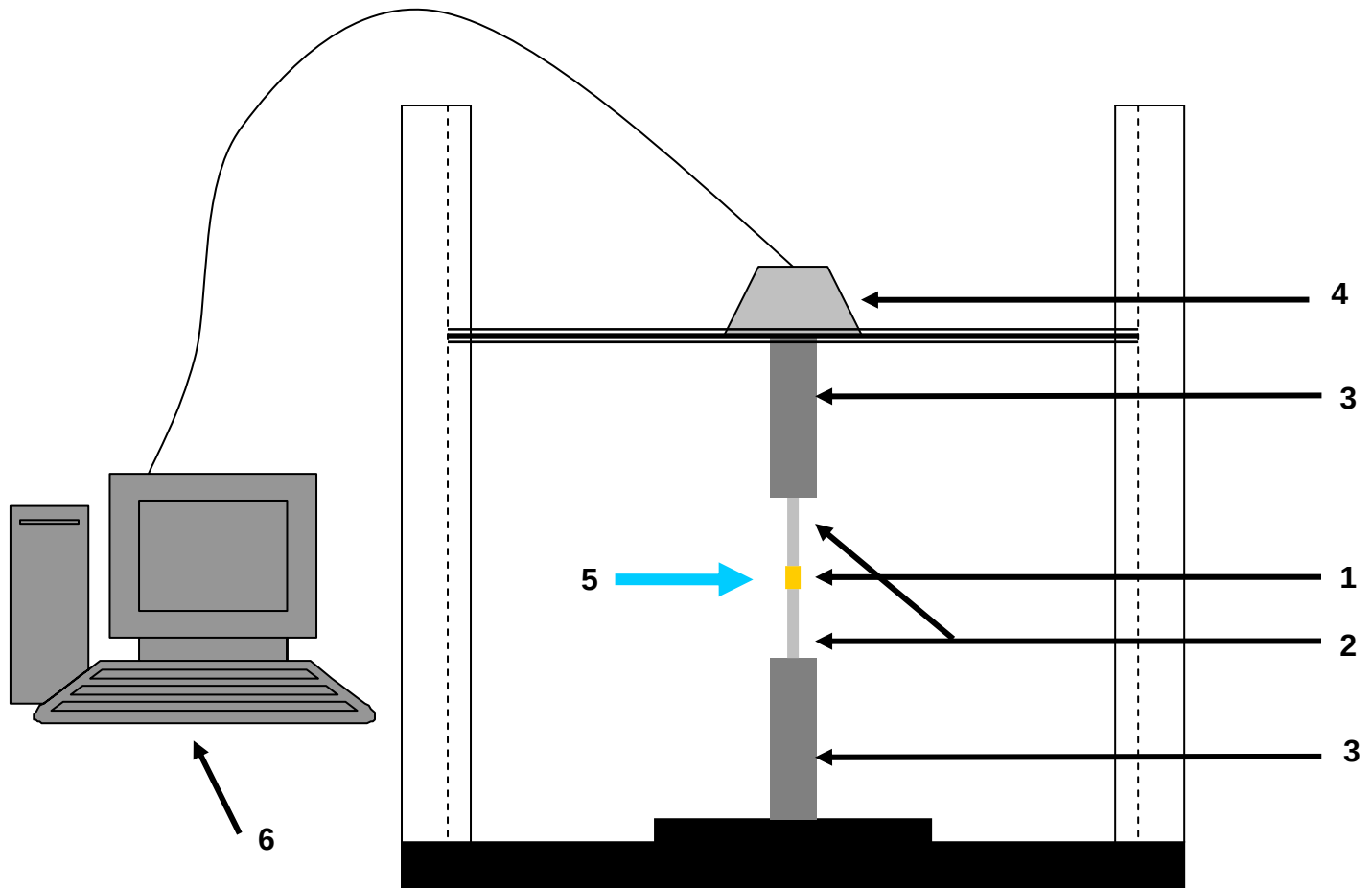


Figure 40 schématisant l'installation utilisée : l'échantillon de matériau (1) est positionné entre les deux cylindres de PMMA (2) préalablement conditionnés et maintenus dans les mors (3) de la machine ; la cellule de force (4) enregistre les contraintes engendrés par la photopolymérisation (5). Les informations transmises sont gérées informatiquement (6).

3.3. Résultats

Les résultats des mesures de la contraction de polymérisation selon le mode de photopolymérisation sont indiqués dans le tableau 12. Les courbes de la contraction de l'Admira sont représentées figure 41, celles du Filtek P60 et du Filtek Flow respectivement figures 42 et 43. Toutes les courbes ont été réunies figure 44.

Le tableau 13 indique les valeurs de la cinétique de contraction pour chacun des matériaux selon le mode de photopolymérisation pour les périodes 0-3s, 3-10s, 10-20s, 20-40s et 40-60s. Les courbes représentant la cinétique de contraction sont réunies figure 45. Un zoom sur la cinétique de polymérisation des 20 premières secondes est présenté figure 46.

Les valeurs des taux de conversion pour chacun des matériaux selon le mode de photopolymérisation sont rapportées dans le tableau 14.

Les résultats ont été analysés statistiquement à l'aide de tests ANOVA suivis de tests post-hoc de Student-Newman-Keuls.

Les résultats des mesures de la contrainte de polymérisation selon le mode de photopolymérisation sont indiqués dans le tableau 15. Les courbes des contraintes de l'Admira sont représentées figure 47, celles du Filtek P60 et du Filtek Flow respectivement figures 48 et 49. Toutes les courbes des mesures de contrainte ont été réunies figure 50, les courbes des moyennes des vitesses de développement des contraintes sont présentées figure 51. Les résultats ont été analysés statistiquement à l'aide de tests de Kruskal-Wallis suivis de tests t de comparaison multiple ajustés par Bonferroni.

Les résultats des mesures de la contrainte de photopolymérisation selon le mode C20 en faisant varier l'épaisseur de l'échantillon afin d'évaluer l'influence du facteur C sont indiqués dans le tableau 16 ; les courbes des contraintes de photopolymérisation des échantillons de 2,32mm d'épaisseur sont présentées figure 52 et les courbes des contraintes de photopolymérisation des échantillons de 1,16mm et de 2,32mm sont réunies figure 53. Le détail des contraintes développées au cours des 20 premières secondes (soit la durée de la photopolymérisation en mode C20) est présenté pour chacun des matériaux figures 54 à 56. Les résultats ont été analysés statistiquement à l'aide de tests de Kruskal-Wallis suivis de tests t de comparaison multiple ajustés par Bonferroni.

Sur l'ensemble des résultats, l'analyse de variance à deux facteurs (matériau et mode de photopolymérisation) indique une différence significative de contraction finale selon le matériau ($p < 0,0001$) et selon le mode de photopolymérisation ($p < 0,0001$). L'analyse SNK montre que le Filtek Flow a une contraction de polymérisation significativement supérieure à celle des autres matériaux et que le Filtek P60 a une contraction de polymérisation significativement inférieure à celle des autres matériaux. Le mode E20 engendre une contraction de polymérisation significativement supérieure pour tous les matériaux par rapport aux modes C20 et C40. Les modes C20 et C40 n'engendrent pas de différence significative de contraction quelque soit le matériau. L'analyse de variance à trois facteurs (matériau, mode de photopolymérisation et temps) montre que les cinétiques de contractions

sont significativement différentes pour chacun des matériaux ($p < 0,001$). Les cinétiques de contractions sont significativement différentes pour les périodes 0-3s, 3-10s et 10-20s ($p < 0,0001$) ; les périodes 20-40s et 40-60s ne sont pas significativement différentes. L'analyse de variance à deux facteurs (matériau et mode de photopolymérisation) stratifiée sur le temps montre que la cinétique de contraction est significativement plus lente en mode E20 pour la période 0-3s ($p < 0,05$) pour tous les matériaux ; la cinétique de contraction est significativement plus élevée au cours des périodes 3-10s et 10-20s ($p < 0,05$) pour tous les matériaux ; la cinétique de contraction est identique pour tous les matériaux quelque soit le mode de photopolymérisation à partir de la 20^{ème} seconde. Dans l'ensemble, les matériaux présentent des taux de conversion statistiquement significativement différents ($p = 0,0271$). Le Filtek P60 présente un taux de conversion significativement inférieur au Filtek Flow mais non significativement différent de celui de l'Admira. Le Filtek Flow a un taux de conversion significativement supérieur à celui du P60 mais non significativement différent de celui de l'Admira. Dans leur ensemble, les contraintes de polymérisation enregistrées à 180s et à 540s sont significativement différentes ($p < 0,0001$). Les contraintes de polymérisation enregistrées pour le Filtek Flow sont significativement supérieures à celles de l'Admira et du Filtek P60 ($p < 0,0001$). Le Filtek P60 présente les valeurs de contraintes significativement les plus faibles ($p < 0,0001$). Le mode de photopolymérisation n'engendre pas de différence significative de contrainte au cours de la photopolymérisation. L'épaisseur de l'échantillon influence les résultats : en doublant l'épaisseur du disque de matériau (2,32mm), donc en diminuant le facteur C de moitié, les contraintes diminuent de façon significative ($p < 0,0001$). Les contraintes de polymérisation du Filtek P60 dans cette configuration sont significativement inférieures à celles du Filtek Flow et de l'Admira qui eux ne présentent entre eux pas de différence significative ($p = 0,7340$) même si le Filtek Flow reste le matériau qui présente les contraintes de polymérisation les plus importantes. La diminution du facteur C entraîne un ralentissement significatif de la cinétique des contraintes ; la vitesse de développement des contraintes est deux fois plus faible dans cette configuration pour le P60 et l'ADM, et 3,4 fois plus faible pour le FLO.

tableau 12 : contractions de polymérisation moyennes (écart-type) enregistrées à 180s (vol%)		
matériau	photopolymérisation	contraction moyenne (%vol.) (écart-type)
Admira	C20	2,62 (0,04) ^a
	C40	2,56 (0,05) ^a
	E20	2,77 (0,03) ^b
Filtek P60	C20	1,73 (0,03) ^c
	C40	1,77 (0,03) ^c
	E20	2,00 (0,01) ^d
Filtek Flow	C20	3,89 (0,03) ^e
	C40	3,90 (0,02) ^e
	E20	3,98 (0,05) ^f
les résultats avec le même exposant ne sont pas statistiquement différents		

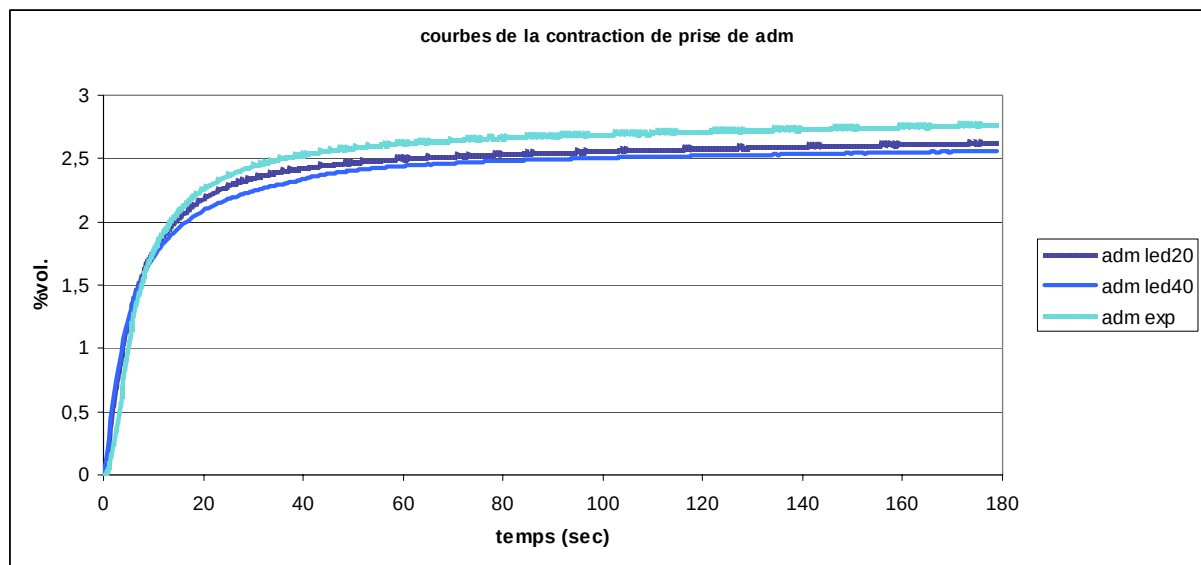


Figure 41 : courbes de la contraction de polymérisation moyenne de adm selon le mode de photopolymérisation

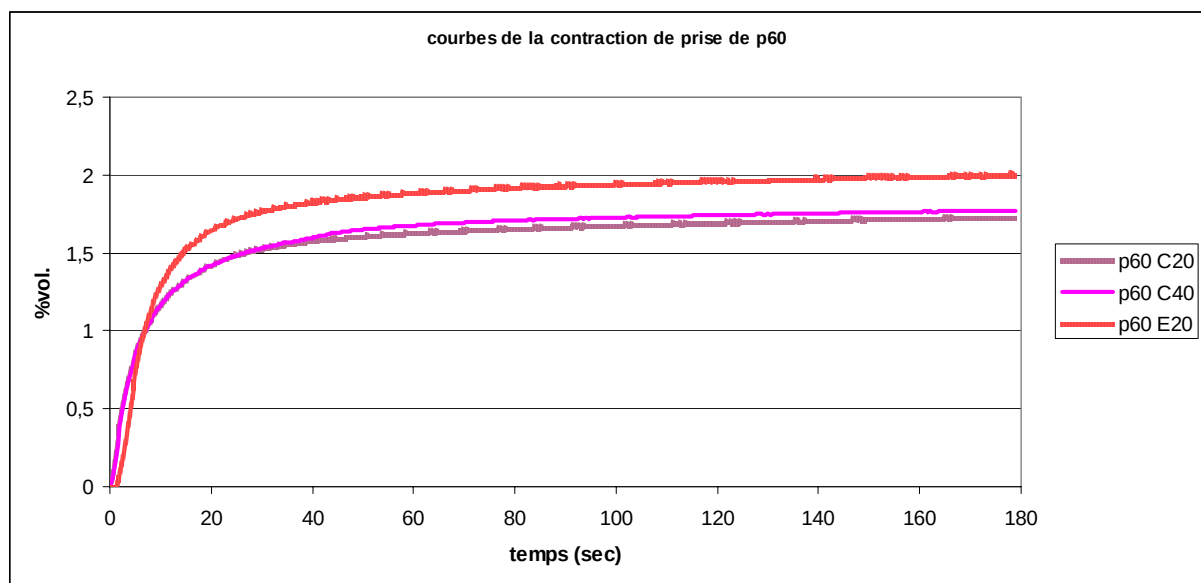


Figure 42 : courbes de la contraction de polymérisation moyenne de p60 selon le mode de photopolymérisation

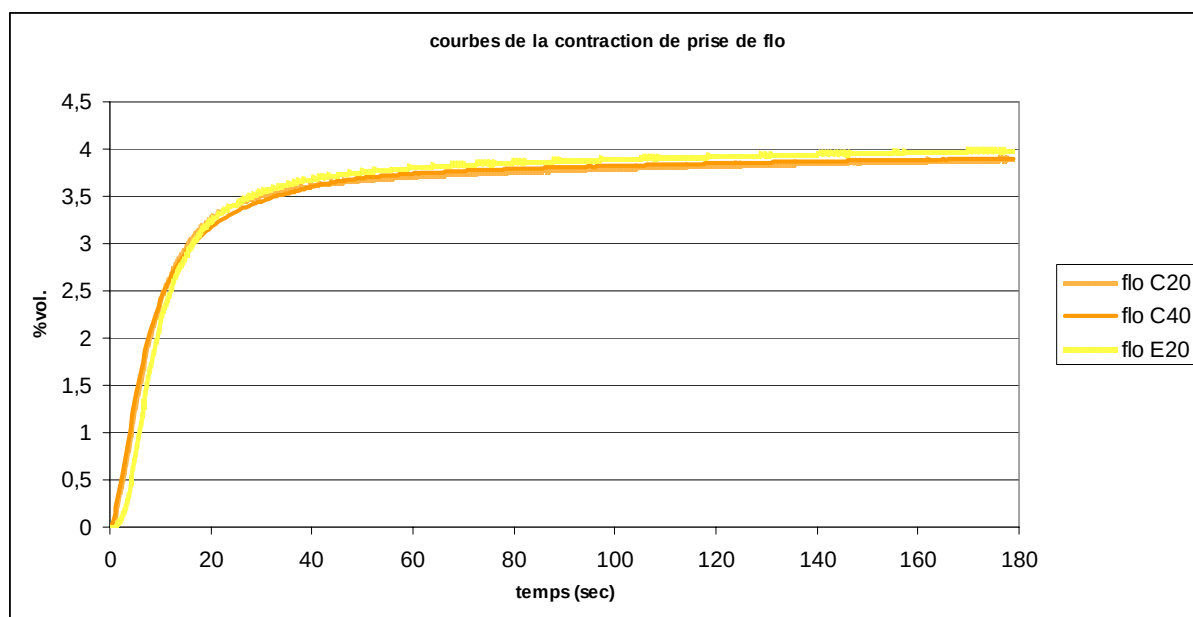


Figure 43 : courbes de la contraction de polymérisation moyenne de flo selon le mode de photopolymérisation

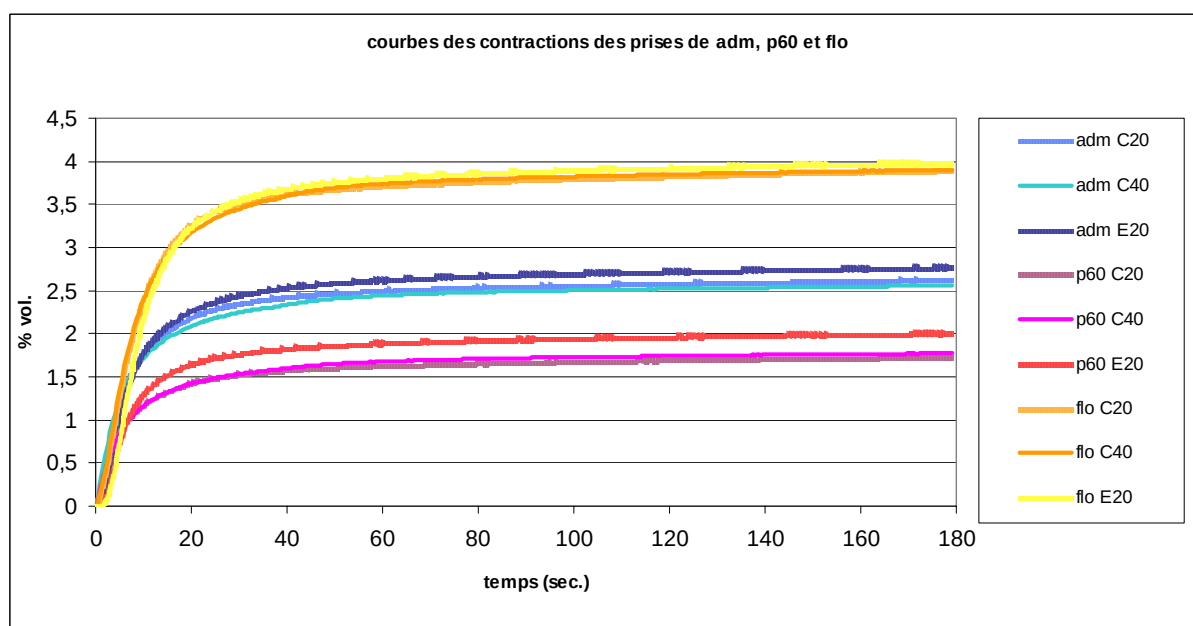


Figure 44 : courbes de la contraction de polymérisation moyenne de adm, p60 et flo selon le mode de photopolymérisation

tableau 13 : moyennes (écart-type) des cinétiques de contraction ($\text{vol}\%.\text{s}^{-1}$)						
matériaux	photopolymérisation	cinétique de polymérisation pour les périodes :				
		0-3s	3-10s	10-20s	20-40s	40-60s
Admira	C20	0,281 (0,021)	0,131 (0,001)	0,041 (0,001)	0,011 ($4,10^{-4}$)	0,004 ($1,10^{-4}$)
	C40	0,294 (0,012)	0,118 (0,002)	0,036 (0,001)	0,012 ($1,10^{-4}$)	0,005 ($1,10^{-4}$)
	E20	0,167 (0,009)	0,182 (0,007)	0,048 (0,003)	0,013 (0,002)	0,004 ($6,10^{-4}$)
Filtek P60	C20	0,210 (0,003)	0,077 (0,002)	0,025 (0,001)	0,007 ($3,10^{-4}$)	0,003 ($2,10^{-4}$)
	C40	0,202 (0,02)	0,081 (0,008)	0,025 (0,001)	0,008 ($5,10^{-4}$)	0,004 ($2,10^{-4}$)
	E20	0,094 (0,02)	0,142 (0,001)	0,034 (0,004)	0,009 (0,001)	0,003 ($2,10^{-4}$)
Filtek Flow	C20	0,228 (0,016)	0,251 (0,003)	0,084 (0,001)	0,017 (0,001)	0,005 ($1,10^{-4}$)
	C40	0,249 (0,025)	0,241 (0,008)	0,075 (0,003)	0,020 (0,001)	0,007 ($3,10^{-4}$)
	E20	0,067 (0,026)	0,294 (0,007)	0,103 (0,006)	0,021 (0,002)	0,006 ($3,10^{-4}$)

les cinétiques de contractions sont significativement différentes pour chacun des matériaux ($p < 0,001$)
les cinétiques de contractions sont significativement différentes pour les périodes 0-3s, 3-10s et 10-20s ($p < 0,05$) ; les périodes 20-40s et 40-60s ne sont pas significativement différentes
la cinétique de contraction est significativement plus lente en mode E20 pour la période 0-3s ($p < 0,05$) pour tous les matériaux ; la cinétique de contraction est significativement plus élevée au cours des périodes 3-10s et 10-20s ($p < 0,05$) pour tous les matériaux ; la cinétique de contraction est identique pour tous les matériaux quelque soit le mode de photopolymérisation à partir de la 20^{ème} seconde

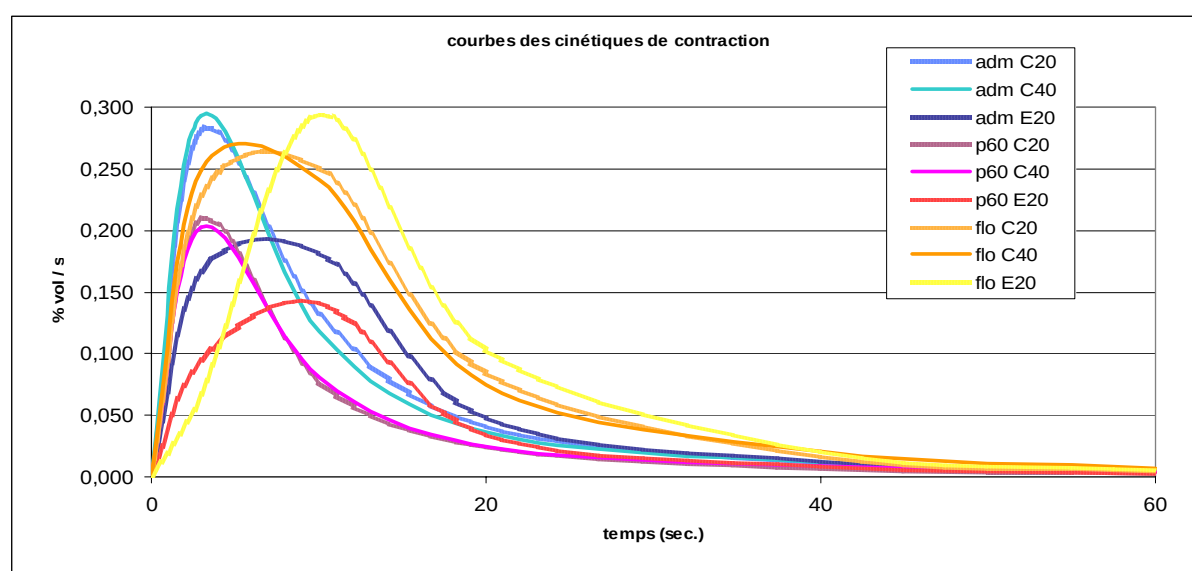


Figure 45 : courbes des cinétiques de contraction moyennes de adm, p60 et flo selon le mode de photopolymérisation

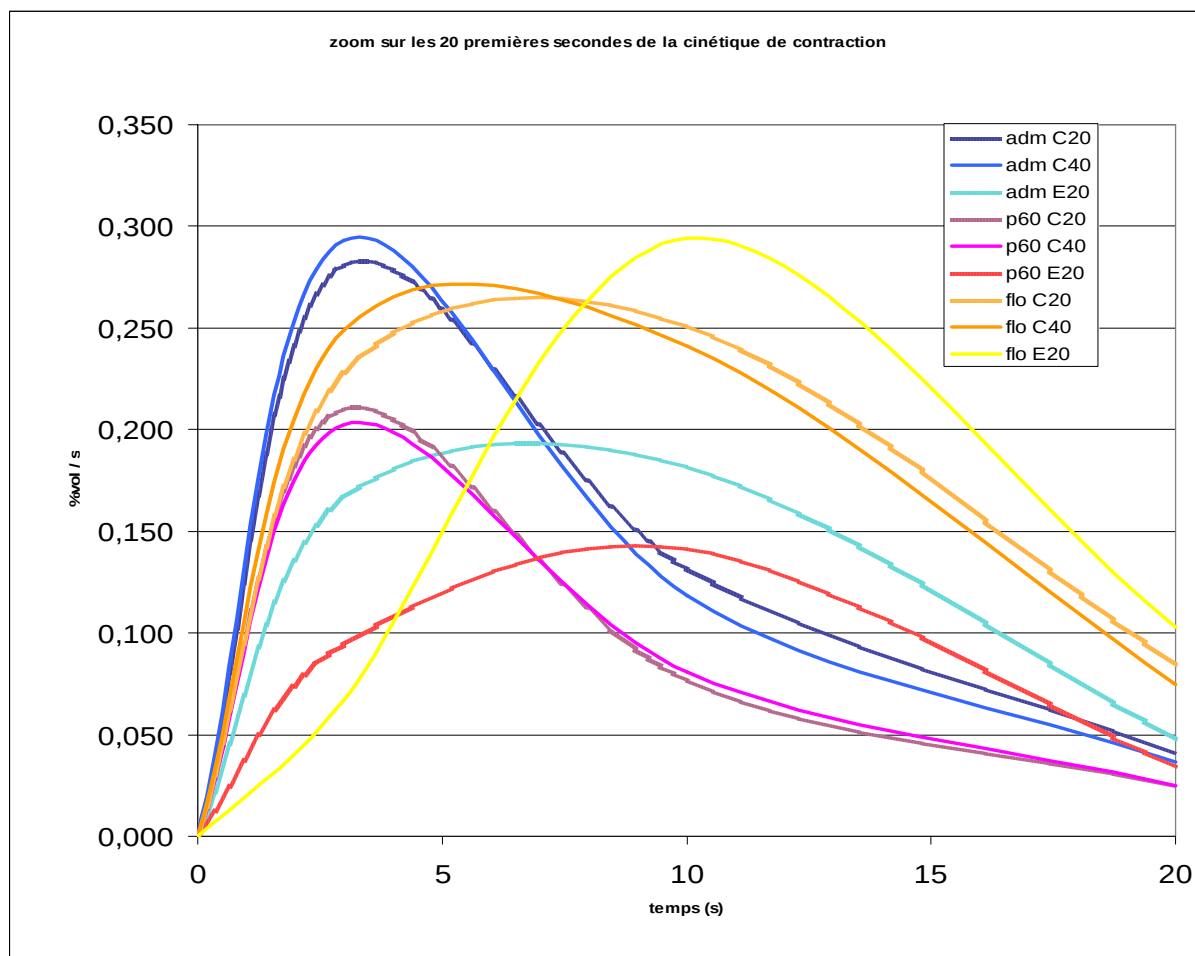


Figure 46 : zoom sur les 20 premières secondes des cinétiques de contraction moyennes de adm, p60 et flo selon le mode de photopolymérisation

tableau 14 : moyennes (écart-type) des degrés de conversion (%)		
matériau	photopolymérisation	degré de conversion (écart-type)
Admira	C20	57,3 (5,0) ^{a, b}
	C40	57,5 (5,4) ^{a, b}
	E20	58,3 (3,7) ^{a, b}
Filtek P60	C20	54,9 (4,6) ^b
	C40	54,7 (3,8) ^b
	E20	57,0 (4,0) ^b
Filtek Flow	C20	60,3 (3,6) ^a
	C40	60,7 (3,5) ^a
	E20	61,1 (3,1) ^a
les résultats avec le même exposant ne sont pas statistiquement différents		

tableau 15 : contraintes de polymérisation moyennes (écart-type) (MPa)			
matériau	photo-polymérisation	contrainte moyenne (MPa) (écart-type) à 180s	contrainte moyenne (MPa) (écart-type) à 540s
Admira	C20	0,84 (0,09) ^a	1,02 (0,08) ^a
	C40	0,92 (0,05) ^a	1,09 (0,10) ^a
	E20	0,80 (0,07) ^a	1,00 (0,11) ^a
Filtek P60	C20	0,65 (0,05) ^b	0,84 (0,10) ^b
	C40	0,62 (0,04) ^b	0,77 (0,06) ^b
	E20	0,64 (0,01) ^b	0,78 (0,05) ^b
Filtek Flow	C20	1,11 (0,16) ^c	1,31 (0,13) ^c
	C40	1,20 (0,15) ^c	1,40 (0,16) ^c
	E20	1,20 (0,14) ^c	1,36 (0,16) ^c
dans chaque colonne les résultats avec le même exposant ne sont pas statistiquement différents			

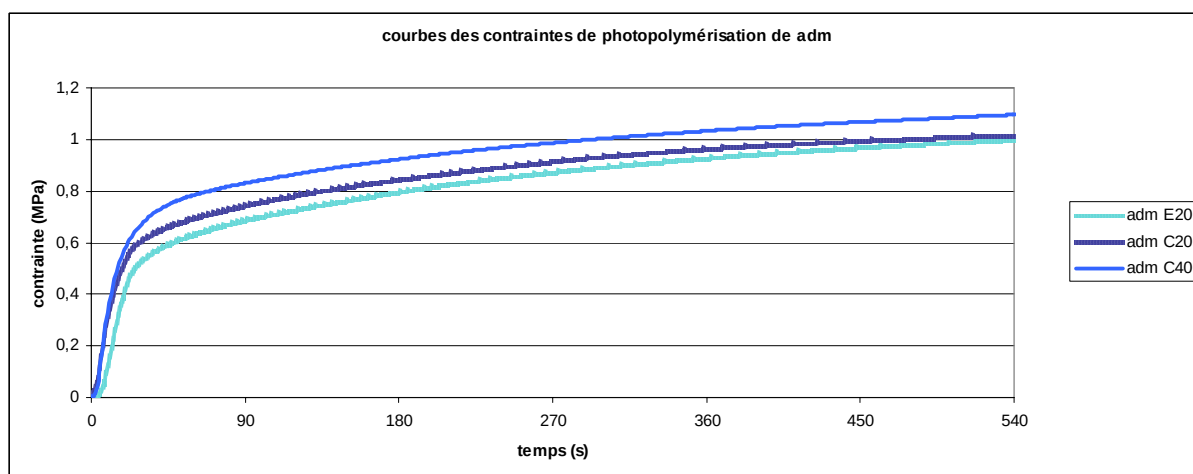


Figure 47 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm selon le mode de photopolymérisation

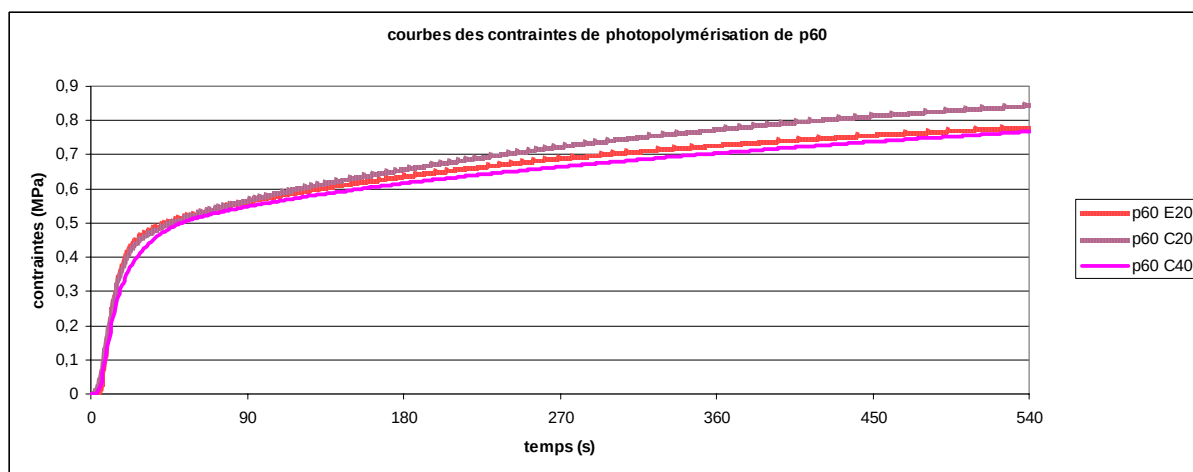


Figure 48 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de p60 selon le mode de photopolymérisation

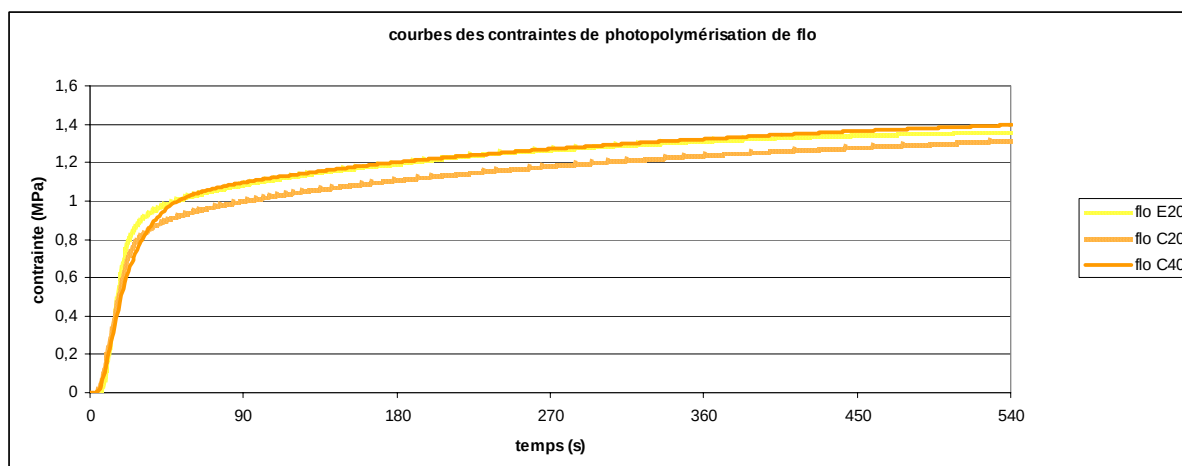


Figure 49 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de flo selon le mode de photopolymérisation

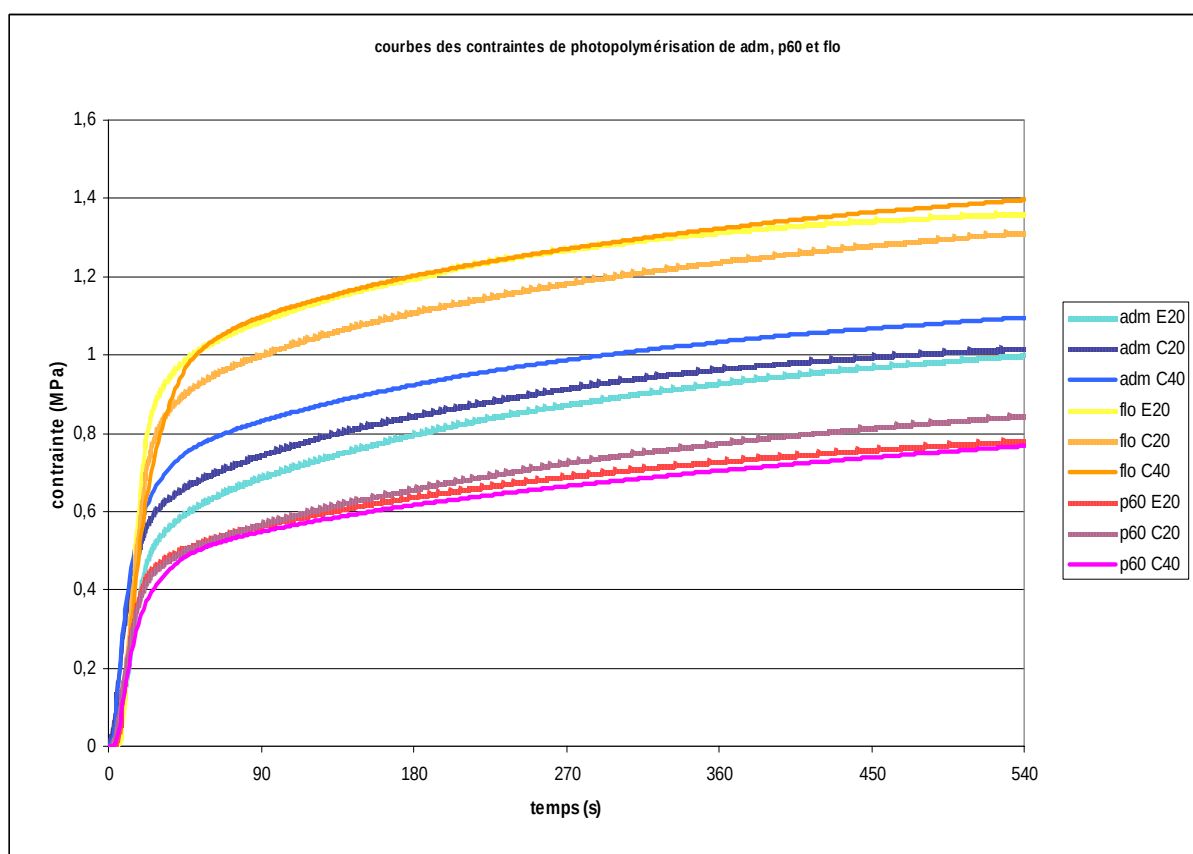


Figure 50 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm, p60 et flo selon le mode de photopolymérisation

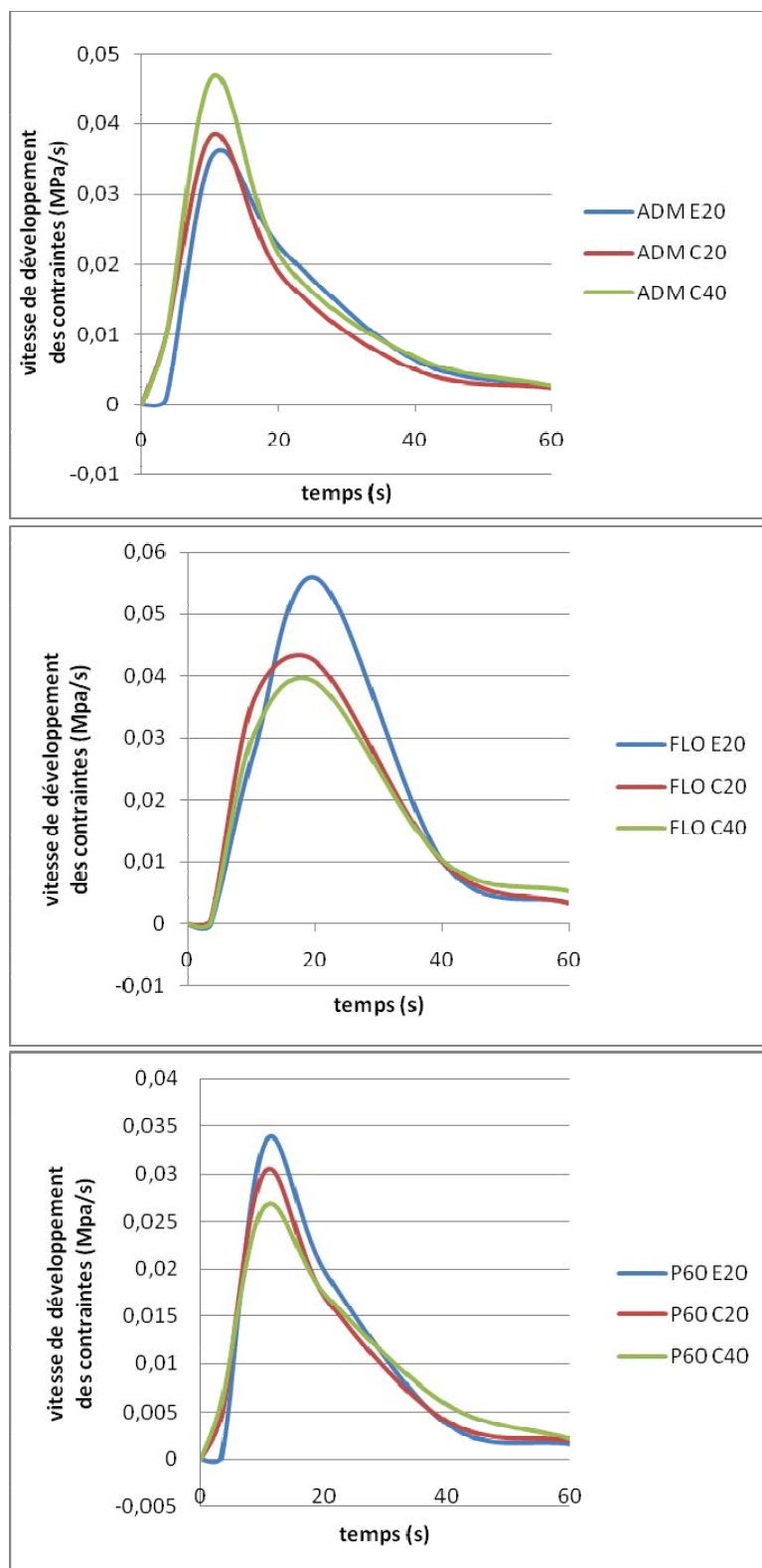


Figure 51 : courbes des moyennes des vitesses instantannées de développement des contraintes d'adm, p60 et flo

tableau 16 : contraintes de polymérisation moyennes (écart-type) enregistrées à 540s selon l'épaisseur de l'échantillon (MPa)			
matériau	photo- polymérisation	contrainte moyenne (MPa) (écart-type)	
		échantillon 1,16mm	échantillon 2,32mm
Admira	C20	1,02 (0,08) ^a	0,57 (0,02) ^a
Filtek P60		0,84 (0,10) ^b	0,47 (0,04) ^b
Filtek Flow		1,31 (0,13) ^c	0,60 (0,05) ^a
dans chaque colonne les résultats avec le même exposant ne sont pas statistiquement différents			

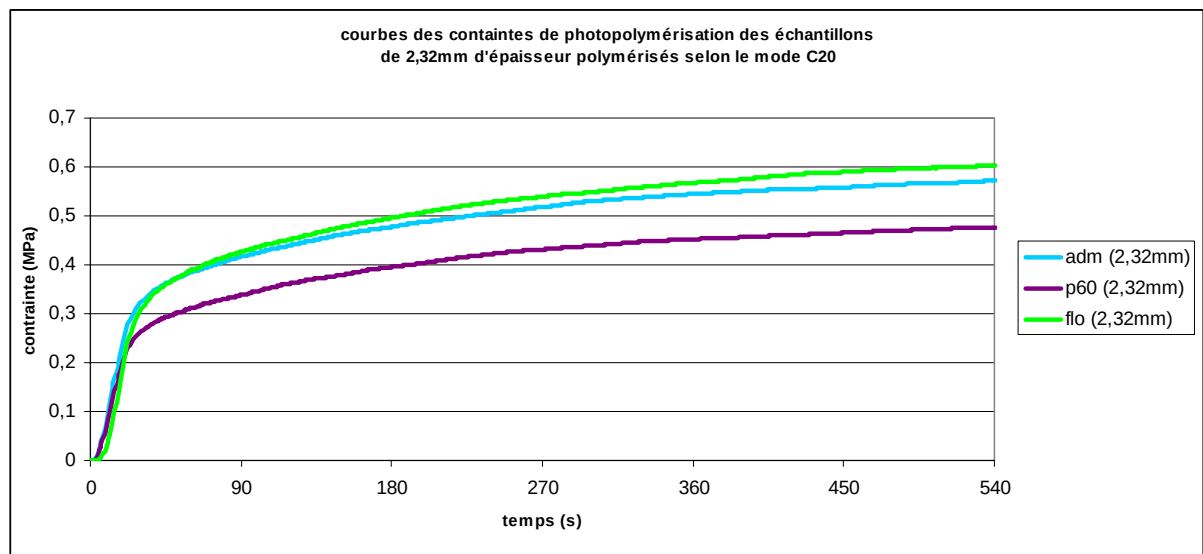


Figure 52 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm, p60 et flo en échantillons de 2,32mm d'épaisseur selon le mode de photopolymérisation C20

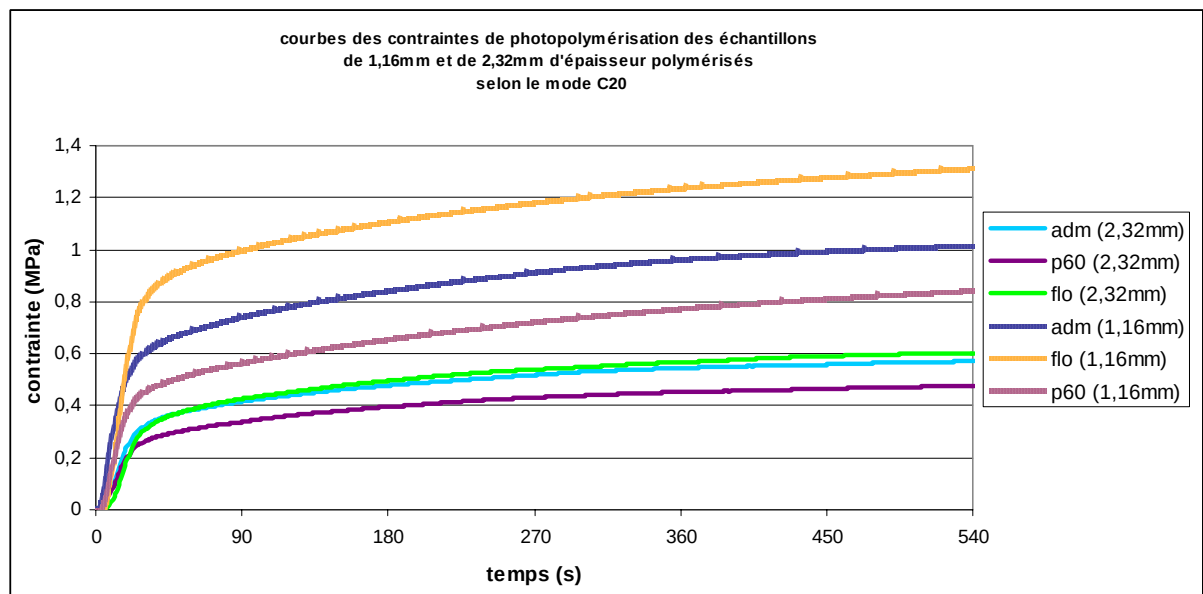


Figure 53 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm, p60 et flo en échantillons de 1,16mm et de 2,32mm d'épaisseur selon le mode de photopolymérisation C20

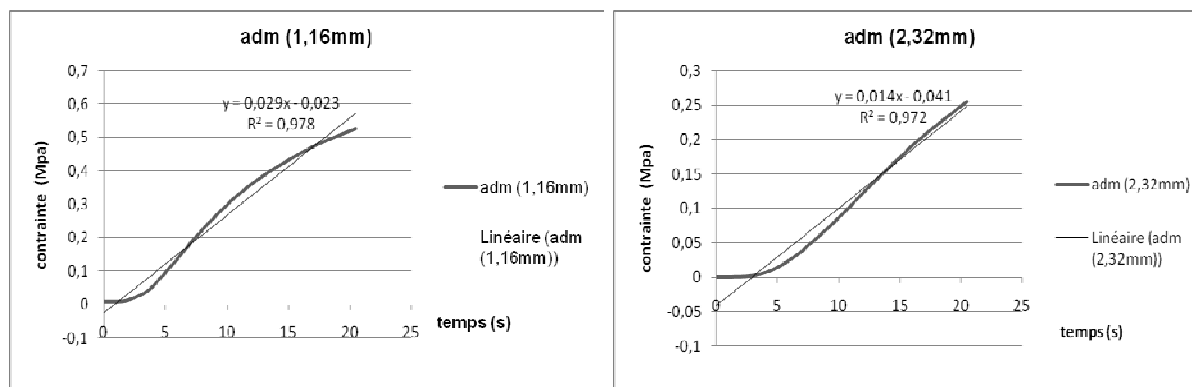


Figure 54 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de adm en échantillons de 1,16mm et de 2,32mm au cours des 20 premières secondes (mode C20)

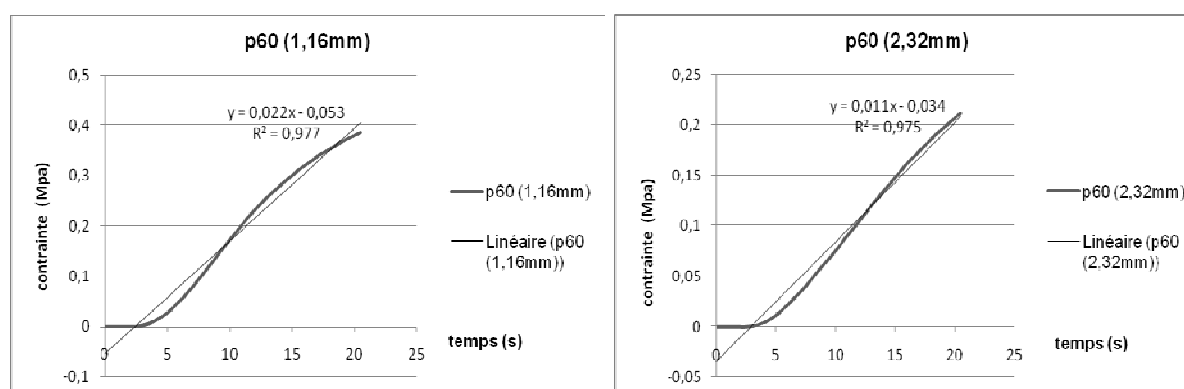


Figure 55 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de p60 en échantillons de 1,16mm et de 2,32mm au cours des 20 premières secondes (mode C20)

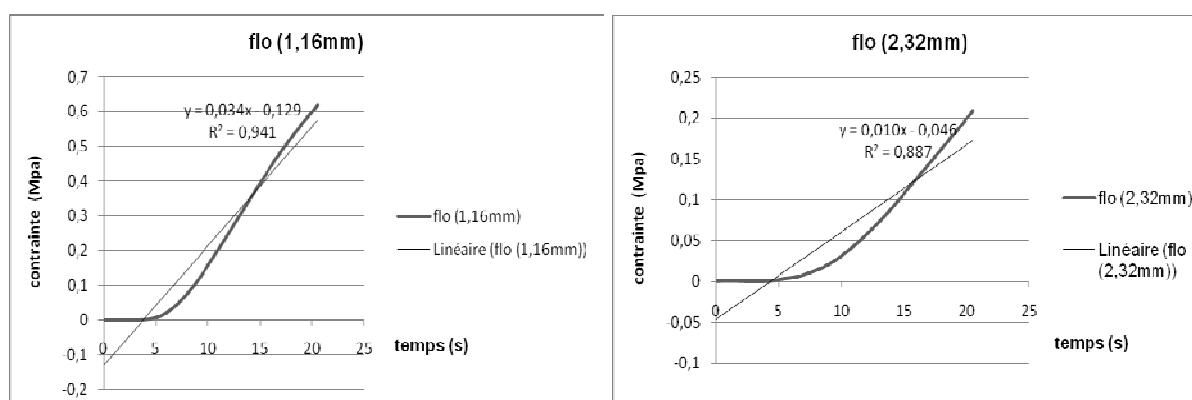


Figure 56 : courbes des contraintes de photopolymérisation moyennes de flo en échantillons de 1,16mm et de 2,32mm au cours des 20 premières secondes (mode C20)

3.4. Discussion

Le retrait de polymérisation est engendré par la formation de liaisons covalentes plus courtes au cours de la prise des matériaux que les liaisons de Van der Waals préexistantes entre les monomères : en effet les distances intermoléculaires entre les molécules de monomères sont de l'ordre de 3 à 4Å, après la polymérisation la distance intermoléculaire est de l'ordre de 1,5Å (Peutzfeld, 1997). Phénomène à l'origine d'un stress favorisant la décohésion matériau/tissus dentaires, la diminution de ce retrait reste actuellement un challenge (Braga et coll., 2005). La contraction de polymérisation est un processus complexe mettant en jeu de nombreux facteurs interdépendants : la nature des monomères initiaux, le nombre de liaisons covalentes formées (Ferracane, 1995), le taux, la taille et le type de charges (Feilzer et coll., 1988), la présence d'agents de couplage (Condon et Ferracane, 2002), la concentration de photo-initiateurs (Venhoven et coll., 1996), l'énergie lumineuse fournie (Althoff et Hartung, 2000 ; Santos et coll., 2006).

Selon les conditions d'étude et les techniques de manipulation employées, les résultats des mesures du retrait volumétrique de polymérisation des matériaux d'obturation coronaires varient entre 1 et 6% (Davidson et Feilzer, 1997 ; Labella et coll., 1999 ; Kleverlaan et Feilzer, 2005 ; Ferracane, 2008). La méthode décrite par Watts et Cash (1991) utilisée ici repose sur la géométrie de l'échantillon testé. La forme en disque permet une direction de retrait de polymérisation guidée par la configuration de l'échantillon plutôt que par la direction du rayon lumineux (Watts et Al Hindi, 1999). Le retrait de polymérisation selon la direction radiale est négligeable tandis que le retrait maximal se fait selon la direction axiale. En conséquence, les mesures enregistrées sont assimilables à des mesures de retrait volumétrique (Davidson et Feilzer, 1997 ; Watts et Al Hindi, 1999). Cette technique ne mesure que le retrait de polymérisation après le point gel. Par ailleurs, l'épaisseur réduite de l'échantillon permet un taux de conversion équivalent entre sa face supérieure et sa face inférieure.

Dans notre étude, les valeurs de retrait de polymérisation des différents matériaux s'inscrivent dans une fourchette de résultats (entre 1,73 et 3,98%, cf. tableau 12) habituellement trouvées dans la littérature (Davidson et Feilzer, 1997 ; Kleverlaan et Feilzer, 2005 ; Gerdolle et coll., 2008). Le P60 présente le retrait final le plus faible (cf. figures 42 et 44). Un premier paramètre intervenant dans ce résultat est sa composition matricielle : en effet le Bis-EMA présent est un monomère dérivé du Bis-GMA dont certains groupes hydroxyles ont été substitués (Sankarapandian, et coll., 1997) ; de plus le P60 contient de l'UDMA à plus faible viscosité intrinsèque que le Bis-GMA mais de haut poids moléculaire (Watts et Al Hindi, 1999). La présence de ces deux types de monomères combinés participe au plus faible retrait de P60 (Peutzfeld, 1997 ; Obici et coll., 2002). La mise en place rapide d'un réseau polymère rigide du fait de ces molécules de haut poids entravant la mobilité moléculaire en est la raison. De même, la composition matricielle de FLO explique en partie également son plus fort retrait (cf. figures 43 et 44). La dilution des monomères à haute viscosité de Bis-GMA par du TEGDMA de plus faible viscosité et

de faible poids moléculaire aboutit à une augmentation du retrait. En effet, la taille réduite des monomères de TEGDMA favorise la mobilité moléculaire, facilitant ainsi la formation d'un plus grand nombre de liaisons covalentes. Cette dilution s'avère cependant indispensable car, seuls, les monomères de Bis-GMA du fait de la faible mobilité du système ne sont capables que d'une faible mise en place de liaisons C-C (Lovell et coll., 1999a ; Lovell et coll., 1999b, Mendes et coll., 2005). Les résultats de la contraction d'ADM et sa matrice à base de Bis-GMA, di-UDMA et TEGDMA sont en adéquation avec les explications ci-dessus (cf. figures 41 et 44).

Le taux et le type de charges présents dans les matériaux jouent également un rôle important. Il existe en effet une relation directe entre taux de charge et retrait de polymérisation. A volume de composite équivalent, plus faible est le volume de charges, plus important est le volume de matrice ; comme les charges minérales sont des solides ne se contractant pas, c'est la résine du fait de la conversion des monomères et de la déformation physique due à sa transition de gel à solide qui se contracte (Aw et Nicholls, 2001). Ainsi FLO et son taux de charges de 47% en volume connaît une rétraction plus importante que P60 et ses 61% de charges en volume. Au-delà du taux de charges, la taille des charges importe aussi. Une petite particule présente un ratio surface/volume plus élevé qu'une grande particule. En conséquence, pour un volume de charges et un volume de matrice donné, plus les particules sont de taille importante, plus de résine est nécessaire pour les entourer et plus le volume de résine entre les particules sera élevé ; avec de petites charges, la distance et la masse de résine inter particules se trouvent réduites. De cette moindre masse découlent moins de liaisons et des formations de chaînes plus courtes générant moins de contractions (Feilzer et coll., 1988 ; Aw et Nicholls, 2001). De plus, des particules de grosse taille permettraient un meilleur passage du rayon lumineux au travers du matériau et de fait, une meilleure polymérisation et une contraction plus élevée (Li et coll., 1985). Ces phénomènes participent à l'explication d'une rétraction de prise plus importante de FLO avec sa distribution de charges allant jusqu'à 6µm par opposition au P60 et ses charges les plus grandes de 3,5µm. ADM appartient lui à la famille des *ormocers* (*organically modified ceramic*) et répond à une composition complexe. ADM peut être décrit comme étant constitué d'une charpente inorganique SiO₂ recroquevillée en pelote sur laquelle sont greffées par l'intermédiaire d'éléments de connexion organo-minéraux des unités organiques polymérisables avec des charges minérales d'un diamètre moyen de 0,7µm intégrées dans cette structure tridimensionnelle. Les charges représentant 56% du volume, le réseau tridimensionnel préétabli et le haut poids moléculaire des *ormocers* peuvent sans doute expliquer le comportement médian de l'ADM par rapport à FLO et P60.

Tous les matériaux ont été polymérisés à l'aide d'une lampe à technologie de LED dont le spectre d'émission étroit centré sur la camphoroquinone, la quasi absence de chaleur produite, la durée de vie quasi illimitée des ampoules, la faible consommation électrique et la capacité à polymériser de façon efficiente telle une lampe halogène en ont favorisé le développement et l'utilisation depuis quelques années (Soh et coll., 2003 ; Soh et coll., 2004 ; Tarle et coll., 2002 ; Tarle et coll.,

2006). Dans notre travail, la lampe Elipar Freelight 2 a une puissance de 1000 mw.cm⁻². On constate pour tous les matériaux polymérisés selon les modes C20 et C40 une cinétique de retrait et une contraction finale similaires (cf. tableau 13). L'apport de 20 secondes d'illumination supplémentaire ne modifie pas le comportement des matériaux, ce que rapporte également une étude récente (Yap et Soh, 2005). On peut sans doute expliquer ce phénomène par la formation rapide d'un réseau polymère rigide n'autorisant plus, du fait de la difficulté des molécules à se mouvoir, la mise place de nouvelles liaisons ; on constate en effet l'absence de différence de taux de conversion pour tous les matériaux polymérisés selon le mode C20 et C40 (cf. tableau 14). La relation entre degré de conversion et énergie lumineuse totale apparaît donc comme n'étant pas linéaire, ce qui est en accord avec d'autres travaux (Davidson-Kaban et coll., 1997 ; Sakaguchi et Berge, 1998). L'utilisation de hautes intensités lumineuses a été motivée afin d'obtenir des restaurations aux propriétés mécaniques optimales, mais l'effet potentiellement néfaste en terme de biocompatibilité par la libération d'espèces non polymérisées (monomères résiduels n'ayant pu se lier du fait de la rapidité de la mise en place du réseau polymère) (Gagliani et coll., 2002) ainsi qu'en terme de contrainte de contraction et donc de possibles décohésions matériau/tissus dentaires en sont des limites (Unterbrink et Muessner, 1995 ; Koran et Kürschner, 1998 ; Orefice et coll., 2003). C'est la raison pour laquelle des photopolymérisations «soft-start» ont été imaginées. Dans notre travail, on constate l'influence du mode d'illumination sur le comportement des matériaux (cf. figures 45 et 46 et tableau 13) et plus particulièrement sur la cinétique de polymérisation, ce que rapportent également de récentes études (Tarle et coll., 2006 ; D'Alpino et coll., 2007). La montée en puissance exponentielle de l'intensité lumineuse ralentit la vitesse initiale de contraction (période 0-3s) de presque moitié pour ADM, de plus de moitié pour P60 et de presque 75% pour FLO. En revanche pour la période 3-10s, en mode E20, la vitesse de polymérisation subit une accélération marquée alors qu'elle décroît pour les modes continus. Puis à partir de la 20^{ème} seconde d'illumination, pour chacun des matériaux, les vitesses diminuent pour être très proches quelque soit le mode. Ceci peut tout d'abord être expliqué par le fait qu'une plus faible intensité lumineuse initiale (0-3s) autorise une mobilité moléculaire initiale plus étalée dans le temps, donc une formation plus lente du réseau polymère, ce qui engendre des conditions favorables au placement des molécules dans les chaînes de polymères en formation. Elle influence même la configuration spatiale du réseau : une faible intensité lumineuse n'active que peu de photo-initiateurs n'engendrant que peu de centres de croissance. En conséquence, la propagation de la polymérisation se fait essentiellement par addition d'une molécule de monomère après l'autre, résultant en un polymère relativement linéaire (Asmussen et Peutzfeld, 2001). La période 3-10s en mode E20 est une phase d'accélération durant laquelle le taux de polymérisation augmente même si le nombre de monomères réactifs diminue. Cette phase est commune aux méthacrylates multifonctionnels du fait du déroulement de la réaction dans un environnement hautement restreint (Lovell et coll., 1999a). Dans notre étude, le mode E20 assurant une réaction initiale plus lente, on assiste donc en quelque

sorte à un rattrapage de la polymérisation. Ensuite, pour tous les matériaux et quelque soit le mode, on assiste à une décélération progressive due à la difficulté croissante qu'ont les chaînes à se former puisque la rigidité du système va en augmentant avec le temps. Cette décélération n'est donc pas liée en soi au nombre de monomères encore disponibles, mais à l'incapacité de la réaction radicalaire à se propager. C'est pourquoi FLO avec sa composition matricielle et son plus faible taux de charges lui conférant une plus grande capacité de fluage connaît une phase de décélération moins marquée et plus longue.

On constate également que la contraction finale mesurée et le taux de conversion sont légèrement plus importants pour tous les matériaux en mode E20, ainsi qu'il a été déjà récemment rapporté (Yap et Soh, 2005). Ceci va dans le sens d'une relation non linéaire entre dose d'irradiation et polymérisation. Si de multiples et complexes facteurs interviennent comme nous l'avons décrit, il est également important de considérer l'effet d'une haute énergie lumineuse sur les photo-initiateurs. En effet, les photo-initiateurs activés entraînent la réaction de polymérisation, mais ils peuvent également stopper la réaction en se recombinant entre eux ou avec une terminaison activée d'une chaîne de polymère : c'est le phénomène de désactivation (Althoff et Hartung, 2000). Une haute intensité lumineuse a tendance à promouvoir ce mécanisme.

La volonté d'un matériau correctement polymérisé dans un temps clinique court, avec peu de monomères résiduels et présentant une faible contraction de polymérisation tient actuellement du compromis. Afin d'aider le clinicien dans ces choix, différents paramètres sont à considérer mais le taux de contraction final n'est pas un critère de choix d'un matériau en soi. En effet, il paraît important d'observer une conséquence de la contraction de polymérisation : la contrainte de polymérisation. La transformation des monomères en un réseau polymère s'accompagne de changements physiques significatifs. Lorsque démarre la photopolymérisation, le photo-sensibilisateur (la camphoroquinone) et le photo-amorceur (di-méthyl-amino-éthyl-méthacrylate, DMAEMA) forment des complexes générant des radicaux libres. Ces radicaux libres initient l'ouverture des doubles liaisons des radicaux méthacrylates et permettent ainsi l'élongation de deux chaînes polymères (Stansbury, 2000 ; Watts, 2005). Tandis que la croissance des chaînes se poursuit, interagissant entre elles et formant un enchevêtrement, la viscosité du milieu augmente. Il en résulte une perte de la possibilité de mobilité des chaînes conférant une certaine rigidité au réseau. (Dauvillers et coll., 2000 ; Sakaguchi et Ferracane, 2001). C'est à ce stade dit «post-gel» que la résine composite peut être considérée comme un solide élastique. Dès lors, tout changement dimensionnel lié à la contraction due à la polymérisation est à l'origine de contraintes. La contraction de polymérisation et l'augmentation du module d'élasticité sont à l'origine d'un stress interne. Par ailleurs, d'autres facteurs viennent se surajouter. Ainsi les liens se formant entre les monomères et les charges s'opposent également à la mobilité moléculaire et sont aussi à l'origine de contraintes internes. De même, le différentiel de coefficient d'expansion thermique entre charges et monomères engendre des contraintes au moment de la réaction exothermique de prise et du fait de l'apport de

chaleur de la lampe (minimisé ici en employant une lampe LED (Söderholm, 1984). La résine composite étant collée aux tissus dentaires, il apparaît que ces contraintes, ne pouvant se dissiper entièrement du fait de la nature solide du matériau, peuvent être à l'origine d'une décohésion.

La méthode la plus fréquemment rencontrée et validée dans la littérature pour mesurer les contraintes développées au cours de la polymérisation est l'utilisation d'une machine de traction associée à une cellule de force (Bowen, 1967 ; Feilzer et coll., 1987 ; Bouschlicher et coll., 1997). D'autres techniques telles que la photo-élasticité ou la méthode des éléments finis ont été également rapportées (Kinomoto et Torii, 1998 ; Ausiello et coll., 2002 ; Ernst et coll., 2004). Les valeurs de mesure de contraintes retrouvées dans la littérature s'inscrivent dans une fourchette allant de moins de 1 MPa à plus de 15 MPa (Ferracane, 2008). Cette fourchette large s'explique par les différences de matériel et de conditions expérimentales employées, entravant certes les analyses inter-études mais autorisant les comparaisons entre les matériaux intra-étude. Le facteur vraisemblablement le plus important à l'origine de ces différences entre les expérimentations est la variation de la compliance du système utilisé (Musanje et coll., 2005). La compliance peut être définie comme étant la variation dimensionnelle d'un élément par unité de force appliquée, on peut autrement dire que la compliance est l'inverse de la rigidité. En effet, dans les valeurs mesurées, en plus des forces engendrées directement par le composite se rétractant, interviennent la déformation du système de mesure, la nature et la géométrie des éléments de fixation de l'échantillon et le collage du matériau aux éléments de fixation. Un autre élément important est l'inclusion ou non d'un système de feedback qui permet de compenser la variation dimensionnelle de l'échantillon au cours de contraction, diminuant ainsi la compliance inhérente aux structures de soutien (Alster et coll., 1997b ; Laughlin et coll., 2002 ; Witzel et coll., 2007 ; Lee et coll., 2007 ; Goncalves et coll., 2007). Dès lors, il y a une difficulté inhérente à comparer des valeurs obtenues dans des configurations expérimentales différentes. Ainsi, dans notre travail, l'utilisation de cylindres de PMMA et non d'acier ou de verre, le collage du matériau à l'aide de son adhésif sur lesdits cylindres et l'absence de système de feedback tendent à minorer en valeur absolue les valeurs mesurées.

Dans notre étude, le P60 est le matériau qui engendre le moins de contraintes, tandis que le FLO est celui qui en engendre le plus, et ce, quelque soit le mode de photopolymérisation (cf. tableau 15). C'est ici à nouveau du fait de la composition des matériaux que l'on peut expliquer ce résultat. En accord avec nos résultats, des études ont montré qu'une concentration importante de TEGDMA favorise l'apparition de contraintes du fait d'une contraction de polymérisation et d'un taux de conversion majorés d'une part par la densité de doubles liaisons plus importante de ces monomères diluants et d'autre part par la mobilité également plus importante de ces molécules (Feilzer et Dauvilliers, 2003 ; Dewaele et coll., 2006 ; Goncalves et coll., 2008). Il est intéressant de constater que la réduction de la viscosité et de la rigidité résultant de l'inclusion importante de diluant ne soit pas capable de compenser l'effet de l'augmentation de la contraction sur le développement de la contrainte (Dauvilliers et coll., 2003). Cette donnée suggère que le taux de conversion et sa résultante,

c'est-à-dire la contraction de polymérisation, sont les facteurs les plus importants dans le développement de stress de contraction dans les résines composites (Braga et coll., 2005) ; nos résultats allant dans ce sens. Cela étant, on aurait pu penser que le FLO, moins chargé et moins visqueux que P60 et ADM, autorise une certaine dissipation des contraintes au cours de la polymérisation du fait d'un module d'élasticité plus faible. En réalité, différentes études ont montré que pour des résines condensables ou de viscosité moyenne, les contraintes de polymérisation sont étroitement liées au taux de charge et non à la composition matricielle (Condon et Ferracane, 2000 ; Chen et coll. 2001 ; Calheiros et coll., 2004). Cela suggère que dans une fourchette assez restreinte de valeurs de contraction de polymérisation, les caractéristiques visco-élastiques du matériau sont des facteurs prépondérants dans l'apparition de contraintes. En revanche, les contraintes produites par des composites présentant de faibles taux de charge, donc une viscosité plus faible et par voie de conséquence une moindre rigidité, ne sont pas plus faibles que celles engendrées par des matériaux hautement chargés et plus rigides (Braga et coll., 2003). Ceci tend à montrer que dans des fourchettes de valeurs de contraction plus importantes, la contraction volumétrique de prise prévaut sur les propriétés visco-élastiques dans le développement de contraintes. Une étude très récente conclut de façon similaire : l'utilisation de résines fluides à des fins de diminution des contraintes de polymérisations n'aboutit pas au résultat escompté (Cadenaro et coll., 2009). On constate donc que le taux de conversion, la contraction de polymérisation et le module d'élasticité sont tous trois des facteurs hautement significatifs affectant l'apparition de contraintes mais qu'il est extrêmement difficile de distinguer l'influence exacte de chacun des facteurs tant ils interagissent.

Il est également intéressant de constater que le mode de photopolymérisation dans notre étude n'affecte pas le développement de contraintes. S'il était attendu que les modes C20 et C40 n'engendrent pas de différence entre eux, on aurait pu penser à un effet du mode E20. Deux études récentes décrivant l'influence de différents modes et types d'insolation obtient des résultats allant dans le même sens que les nôtres (Kang et coll., 2007 ; Cunha et coll., 2008). Il apparaît lorsqu'on observe les figures 50 et 51, que le mode exponentiel de la lampe permet une modification de la cinétique d'apparition des contraintes sans pouvoir pour autant influencer durablement sur le développement desdites contraintes. L'observation des différentes courbes indique ce que l'on constate pour la contraction de polymérisation : le «bénéfice acquis» initialement dans les premières secondes par une intensité lumineuse plus faible pour le P60 et le FLO est perdu relativement rapidement et l'on constate un «rattrapage» dans l'apparition de contraintes jusqu'à la vingtième seconde, puis celles-ci se développent de façon similaire. En revanche, on ne note guère ces différences pour ADM, si ce n'est un décalage dans le temps de l'apparition des contraintes. C'est sans doute le profil d'insolation et sa montée en puissance rapide (5s de montée en puissance exponentielle puis 15s de puissance maximale) qui limite les chances de relaxation moléculaire et n'autorise pas de diminution des contraintes (Lim et coll., 2002 ; Pfeifer et coll., 2006). Il semblerait que le temps requis pour obtenir une polymérisation permettant une relaxation moléculaire

effective soit difficilement compatible avec les pratiques cliniques (Ferracane, 2008). Seule une étude clinique a été menée afin d'évaluer l'effet d'une photopolymérisation standard *versus* une photopolymérisation «soft-start» sur des restaurations composites de classe V : aucune différence n'a pu être mise en évidence par les auteurs (Brackett et coll., 2002). Il apparaît difficile de recommander aux cliniciens d'utiliser telle ou telle technique d'insolation au vu de la multitude de facteurs intervenant et de la difficile prédictibilité du résultat obtenu selon les matériaux utilisés bien qu'intellectuellement le ralentissement de la polymérisation semble être une voie intéressante afin de diminuer les contraintes de polymérisation.

En plus des paramètres précédemment décrits influençant l'apparition de contraintes, il est un facteur important à prendre également en considération : il s'agit du facteur de configuration de la cavité appelé aussi facteur C (Feilzer et coll., 1987). En effet, selon la forme clinique de la cavité, la résine composite de restauration présente un rapport surface collée aux tissus dentaires/surface libre (c'est ce rapport qui est appelé facteur C) extrêmement variable. Il apparaît dans différentes études qu'un facteur de configuration de la cavité élevé tend à favoriser des contraintes plus élevées que dans une situation avec un facteur C plus faible. En effet lorsque la surface libre est réduite, la contraction de polymérisation perpendiculaire au grand axe de l'échantillon est contrariée du fait de son adhésion au substrat et une plus grande proportion de la contraction volumétrique s'exprime selon le grand axe de l'échantillon, augmentant ainsi les contraintes (Feilzer et coll., 1989 ; Feilzer et coll., 1990c ; Alster et coll., 1997 ; Laughlin et coll., 2002). Dans notre étude, nous avons fait varier le facteur de configuration du simple au double en insolant l'échantillon selon le mode C20. Le facteur C étant calculé en divisant le diamètre de l'échantillon par deux fois sa hauteur (facteur C = $d/2h$), on obtient un facteur C de 3 pour les échantillons de 1,16mm d'épaisseur [$7/(2 \times 1,16)$] et de 1,5 pour ceux de 2,32mm [$7/(2 \times 2,32)$]. Pour tous les matériaux on constate une baisse significative des contraintes en diminuant le facteur C (cf. tableau 16 et figures 52 et 53). Ce résultat est explicable du fait qu'une plus grande surface libre de résine est susceptible d'autoriser une dissipation des contraintes puisqu'elle n'est pas collée. La diminution obtenue de la valeur maximale des contraintes est de 44% pour l'ADM et le P60 et de 54% pour le FLO. Les matériaux ne réagissent donc pas de la même façon à la diminution du facteur de configuration, il semblerait que FLO du fait de sa nature plus fluide bénéficie du fait de l'augmentation de la surface libre d'une plus grande capacité à dissiper les contraintes que des matériaux plus visqueux. C'est ce principe qui a mené au concept clinique de substitut dentinaire en résine fluide (Unterbrink et Liebenberg, 1999). Pourtant à ce sujet, les avis dans la littérature divergent (Ferracane, 2008). Certaines résines fluides sont effectivement capables de favoriser la relaxation des contraintes et leur utilisation en couche épaisse sous le matériau de restauration va dans le sens d'une diminution du stress de contraction ; mais cette capacité est directement liée aux propriétés visco-élastiques du matériau et seules des résines avec un faible module d'élasticité pourraient engendrer cet effet (Leevailoj et coll., 2001 ; Cho et coll., 2002 ; Braga et coll., 2003 ; Miguez et coll., 2004 ; Cunha et coll., 2006). Les différences de module d'élasticité des résines

commerciallement appelées fluides sont extrêmement importantes (Labella et coll., 1999), si bien que l'on ne peut ériger leur utilisation en tant que substitut dentinaire à des fins de réduction des contraintes comme principe clinique absolu (Braga et coll., 2005, Stavridakis et coll., 2005 ; Ferracane, 2008).

Il ressort de nos résultats une autre donnée intéressante à souligner. On constate que la diminution du facteur C, en plus d'engendrer une diminution des contraintes développées, entraîne également une diminution de la cinétique d'apparition des contraintes. L'observation des données présentées figures 53 à 56 indique que pour tous les matériaux, la contrainte maximale est plus faible et atteinte plus tardivement dans le cas du facteur C égal à 1,5. Nos résultats concordent en ce point avec une étude récente (Cunha et coll., 2008). Cette diminution et ce décalage dans le temps peuvent sans doute être expliqués par la géométrie de l'échantillon présentant une surface libre plus importante qui permet effectivement une relative dissipation des contraintes mais seulement lorsque celle-ci est encore physiquement possible, c'est-à-dire au début de la polymérisation tandis que le polymère n'est pas encore trop dense ni trop rigide ; or, en augmentant l'épaisseur de l'échantillon, on augmente la masse de résine à polymériser et de fait les chaînes de polymères mettent plus de temps à se mettre en place. Pour autant, Watts et Satterwaithe, dans une récente étude de 2008, apportent une donnée intéressante : à facteur C égal, deux échantillons différents en diamètre et en épaisseur n'engendrent pas les mêmes contraintes. Les échantillons à épaisseur constante et de diamètre variable ont des valeurs de contrainte plus élevées à facteur C équivalent que les échantillons correspondants de diamètre constant mais d'épaisseur variable. Ainsi l'effet du facteur de configuration de la cavité, s'il est effectivement avéré, semble dépendre d'une relation plus complexe qu'un simple ratio surface collée/surface libre. Autrement dit, la relation entre les dimensions de l'échantillon et le développement de contrainte est fonction non seulement du facteur C mais aussi de la géométrie de l'échantillon engendrant le facteur C.

Il apparaît à la lecture de nos résultats et de la littérature récente que la contraction de polymérisation et la contrainte de contraction sont des phénomènes extrêmement complexes dont différents aspects restent encore pour l'instant peu clairs. L'utilisation de résines à base de Bis-GMA, avec la volonté de majorer le taux de conversion et le module d'élasticité pour des raisons mécaniques tout en ayant une contraction de polymérisation et des contraintes de contraction faibles semble relever du paradoxe. La contraction de polymérisation est actuellement inévitable et le praticien doit «s'accommoder» des contraintes délétères en découlant. Différentes techniques de mise en place clinique des matériaux ont été proposées afin d'en minorer les effets, mais il semble difficile d'ériger ces techniques en principes absolus applicables en toutes situations. Ainsi diminuer la vitesse de polymérisation en modifiant le mode d'insolation ne mène pas *de facto* à une diminution des contraintes de contraction. L'utilisation de résines fluides peu chargées n'est pas non plus la solution certaine pour favoriser la dissipation des contraintes au vu de l'hétérogénéité de composition des matériaux disponibles

commerciallement. L'apposition incrémentielle au cours de l'obturation de la cavité, si elle paraît communément admise, est pourtant directement liée à un paramètre incomplètement maîtrisé, à savoir le facteur C : ici encore, sous un terme générique d'apposition incrémentielle, se cachent divers effets dont tous ne semblent pas forcément favorables en termes de diminution des contraintes. A l'inverse, aucune preuve clinique absolue ne permet d'affirmer que la contraction de polymérisation et ses contraintes mènent à l'échec de l'obturation.

4. Etude de l'absorption d'eau et de la solubilité

4. Etude de l'absorption d'eau et de la solubilité

4.1. Introduction

Les matériaux d'obturation placés dans la cavité orale sont au contact de la salive, fluide riche en espèces organiques et inorganiques côtoyant une flore bactérienne complexe. Dans de nombreuses situations, ils jouxtent le sillon gingivo-dentaire et sont en contact avec le fluide sulculaire. Leur comportement en termes d'absorption d'eau et de solubilité revêt donc une grande importance du point de vue clinique.

La capacité d'un matériau à absorber de l'eau résulte en une expansion volumétrique allant potentiellement dans le sens de la compensation de la contraction initiale de prise et donc de l'augmentation de l'étanchéité à l'interface (Feilzer et coll., 1990b ; Kanchanasavita et coll., 1997 ; Huang et coll., 2002). Toutefois, une expansion trop importante dépassant en valeur absolue la variation dimensionnelle engendrée par le retrait de polymérisation peut aboutir à une contrainte d'expansion nuisible au matériau et aux tissus dentaires adjacents (Feilzer et coll., 1995b). Parallèlement l'absorption d'eau affecte les propriétés mécaniques du matériau en diminuant notamment sa résistance à l'usure, à la flexion et son module d'élasticité (Oysaed et Ruyter, 1986a ; Ferracane et coll., 1987 ; Cattani-Lorente et coll., 1999 ; Ortengren et coll., 2000) pouvant entraver ainsi la qualité du joint marginal.

Par ailleurs, comme nous l'avons déjà évoqué plus avant, la conversion des monomères en réseau de polymères n'est jamais totale. Cela sous-entend que des espèces chimiques sont susceptibles d'être libérées par le matériau dans son environnement soulevant le problème de la biocompatibilité des produits d'obturation dentaires (Oysaed et coll., 1988 ; Ferracane, 1994 ; Geurtsen, 1998 ; Hamid et coll., 1998 ; Geurtsen et coll., 1998 ; Polydorou et coll., 2007). Des monomères résiduels (Tanaka et coll., 1991 ; Palmer et coll., 1999 ; Ortengren et coll., 2000 ; Sideriou et coll., 2003), des charges (Soderholm, 1990), des activateurs et des inhibiteurs de polymérisation (Rathburn et coll., 1991) ou encore des produits de dégradation tel que du formaldéhyde (Oysaed et coll., 1988) ou de l'acide méthacrylique (Munksgaard et Freund, 1990) ont été identifiés comme pouvant filtrer à partir de matériaux à base de résine. Ces divers composants sont potentiellement agressifs pour les tissus environnants : leur cytotoxicité sur des fibroblastes (Geurtsen, 1998 ; Moharamzade et coll., 2007) ou sur des odontoblastes (Mac Dougall, 1997) ainsi que leurs effets allergènes, mutagènes ou génotoxiques ont été rapportés dans la littérature (Stanley, 1992 ; Katsuno et coll., 1995 ; Heil et coll., 1996 ; Soderholm et coll., 1999 ; Darmani et coll., 2006 ; Samuelsen, 2008 ; Knezevic et coll., 2008).

Ainsi l'exposition des matériaux d'obturations aux fluides oraux n'influence pas seulement leurs qualités mécaniques et la qualité de l'interface, mais elle favorise également la libération de nombreuses espèces chimiques aux possibles effets nocifs.

Dans les études menées pour évaluer l'absorption/solubilité (Oysaed et Ruyter, 1986b ; Feilzer et coll., 1990b ; Feilzer et coll., 1995b ; Kanchanasavita et coll., 1997 ; Yap et Lee, 1997 ; Iwami et coll., 1998 ; Martin et Jedynakiewicz, 1998 ; Quackenbush et coll., 1998 ; Small et coll., 1998 ; Akashi et coll., 1999 ; Cattani-Lorente et coll., 1999 ; Ortengren et coll., 2000, Janda et coll., 2007, Zhang et coll., 2008 ; Archegas et coll. 2008), seuls sont testés des matériaux d'obturations coronaires. Les études s'intéressant à l'absorption/solubilité des adhésifs employés concomitamment sont rares (Burrow et coll., 1999 ; Mortier et coll., 2004 ; Malacarne et coll., 2006 ; Fabre et coll., 2006 ; Reis et coll., 2007). Pourtant il est important de noter que ces adhésifs sont également, certes par une faible surface, exposés en bouche. De plus, ils sont au contact de fluides sur toute la surface de la cavité au niveau dentinaire : en conséquence, leur capacité à absorber de l'eau et/ou à se solubiliser est un facteur non négligeable dans la qualité du joint marginal. Par ailleurs, constitués entre autre de monomères de résine, ils peuvent atteindre la pulpe en passant par les tubulis dentinaires (Tay et coll., 1994b, Hebling et coll., 1999, Cetinguc et coll., 2007) et y exercer un effet délétère (Schweickl et Schmaltz, 1994 ; Schweickl et Schmaltz, 1997). Certains travaux rapportent que les monomères peuvent être à l'origine d'une diminution du potentiel immunitaire pulpaire (Jontell et coll., 1995) et que devant l'inaptitude des cellules multinucléées et des macrophages à les digérer, une inflammation chronique peut s'installer (Gwinnett et Tay, 1998).

L'absorption d'eau et la solubilité sont donc deux facteurs importants influençant la capacité du couple matériau/adhésif à assurer sa fonction sans effet indésirable.

Notre étude a pour objectif d'évaluer ces deux paramètres par mesure des différentiels de masse après un séjour dans l'eau pour les trois matériaux d'obturation et leurs adhésifs décrits au cours des expérimentations précédentes.

4.2. Matériel et méthode

La méthode décrite ici suit les recommandations de la norme ISO 4049 (07/2000).

□ Le matériel utilisé est :

- Un moule en poly-tétra-fluoro-éthylène (PTFE) dont les dimensions internes sont de 15 ± 1 mm de diamètre et $1 \pm 0,1$ mm d'épaisseur (fabriqué sur mesure par Loraplast®, Essey lès Nancy, France)
- Une plaque en polyméthacrylate (Plexiglas®) d'environ 0,5 mm d'épaisseur
- Deux plaques métalliques de dimension supérieure à celle du moule
- Un serre-joint
- Une lampe à photopolymériser (lampe 3M Curing Light XL 3000® munie d'un testeur d'intensité)
- Une étuve à $37 \pm 1^\circ\text{C}$, une étuve à $23 \pm 1^\circ\text{C}$ (Firlabo®, France)
- Du gel de silice (granulés de 2 à 5 mm avec indicateur de saturation, Silicagel®, Prolabo, Rhône Poulenc, France) conservé dans un four à 150°C

- Une balance électronique d'une précision au 10^{ème} de milligramme (Denver Instrument M-120®, Denver Instr. Co., USA)
 - Un pied à coulisse électronique précis au 100^{ème} de millimètre (Mitutoyo® 500-181U, Japon)
 - De l'eau distillée (Cooper-Rhône-Poulenc-Rohrer, France)
 - Les trois matériaux d'obturation précédemment décrits dans le chapitre 2. : Admira (lot 711968), Filtek P60 (lot 9AN) et Filtek Flow (lot 5GM)
- Cinq disques de chaque matériau sont confectionnés selon le protocole suivant : (cf. figure 4.1)
- Le moule est rempli de matériau légèrement en excès
 - La plaque de polyméthacrylate est positionnée sur le moule au contact du matériau
 - Une plaque métallique est placée sur la plaque de polyméthacrylate, l'autre sous la face inférieure du moule
 - L'ensemble est serré à l'aide du serre- joint afin de faire fuser l'excédent
 - Les plaques métalliques sont ôtées, une première polymérisation de 40 secondes est effectuée au centre du disque
 - La plaque de polyméthacrylate est enlevée, une polymérisation de 160 secondes en 8 points différents (soit 8 x 20 secondes) est effectuée (cf. figure 4.2)
 - Le disque de matériau est démoulé, la face non exposée à l'irradiation lumineuse est polymérisée selon le même protocole.
 - Les excédents de matériaux sont supprimés délicatement à l'aide d'une lame n°15 puis les bords du disque sont légèrement polis à la main avec un papier abrasif d'une granulométrie de 15µm (P1200 ISO 6344).
 - Les disques sont mesurés avec le pied à coulisse électronique ; le diamètre estimé est la moyenne de deux diamètres mesurés en deux directions différentes (midi/6 heures et 9 heures/3 heures) (cf. figure 4.2) : aucun disque ne mesure moins de 14,8 mm de diamètre.
- Les disques sont soumis à une dessiccation afin de déterminer leur masse **M1** selon le protocole suivant :
- Les disques sont placés dans un dessiccateur accompagnés de gel de silice préalablement sorti du four
 - Le tout est stocké dans une étuve à $37 \pm 1^\circ\text{C}$.
 - Tous les 7 jours, les disques sont pesés : pour cela ils sont préalablement sortis de l'étuve et placés dans un second dessiccateur avec des grains de silice dans une étuve à $23 \pm 1^\circ\text{C}$ deux heures avant la pesée.
 - Cette procédure est menée tous les 7 jours jusqu'à ce que la masse demeure constante d'une semaine sur l'autre à $\pm 1\mu\text{g}$ près.
 - Au 35^{ème} jour de dessiccation (5 semaines), la masse demeurant constante est notée **M1**
 - Les disques sont mesurés avec le pied à coulisse électronique ; le diamètre estimé est la moyenne de deux diamètres mesurés en deux directions différentes (midi/6 heures et 9 heures/3heures) ; l'épaisseur estimée est la moyenne de 5

mesures en cinq points différents (au centre du disque, à midi, à 3, 6 et 9 heures) (cf. figure 4.2). Le volume **V** en mm³ de chaque disque est déterminé.

❑ Les disques sont placés dans l'eau distillée 168 heures (1 semaine) afin de déterminer leur masse **M2** selon le protocole suivant :

- Les disques sont immergés dans l'eau distillée
- A 168 heures, les disques sont sortis de l'eau distillée, rincés brièvement à l'eau, légèrement tamponnés avec du papier absorbant et agités 15 secondes dans l'air
- Les disques sont alors immédiatement pesés : la masse **M2** est déterminée

❑ Les disques sont à nouveau soumis à dessiccation selon le même protocole que celui utilisé pour déterminer M1. Au bout de 35 jours, la masse constante **M3** est relevée.

❑ L'absorption d'eau est calculée pour chacun des disques en µg.mm⁻³ avec la formule :

$$\text{absorption} = (\mathbf{M2-M3})/\mathbf{V}$$

❑ La solubilité de chaque disque est calculée en µg.mm⁻³ avec la formule :

$$\text{solubilité} = (\mathbf{M1-M3})/\mathbf{V}$$

❑ Le pourcentage de gain de masse lié à l'absorption est calculé ainsi :

$$(\mathbf{M2-M3})/\mathbf{M2}$$

❑ Le pourcentage de perte de masse liée à la solubilité est calculé ainsi :

$$(\mathbf{M1-M3})/\mathbf{M1}$$

❑ Les résultats sont analysés statistiquement à l'aide du test non paramétrique de Kruskal-Wallis suivi de tests *t* de comparaison multiple ajustés par Bonferroni.

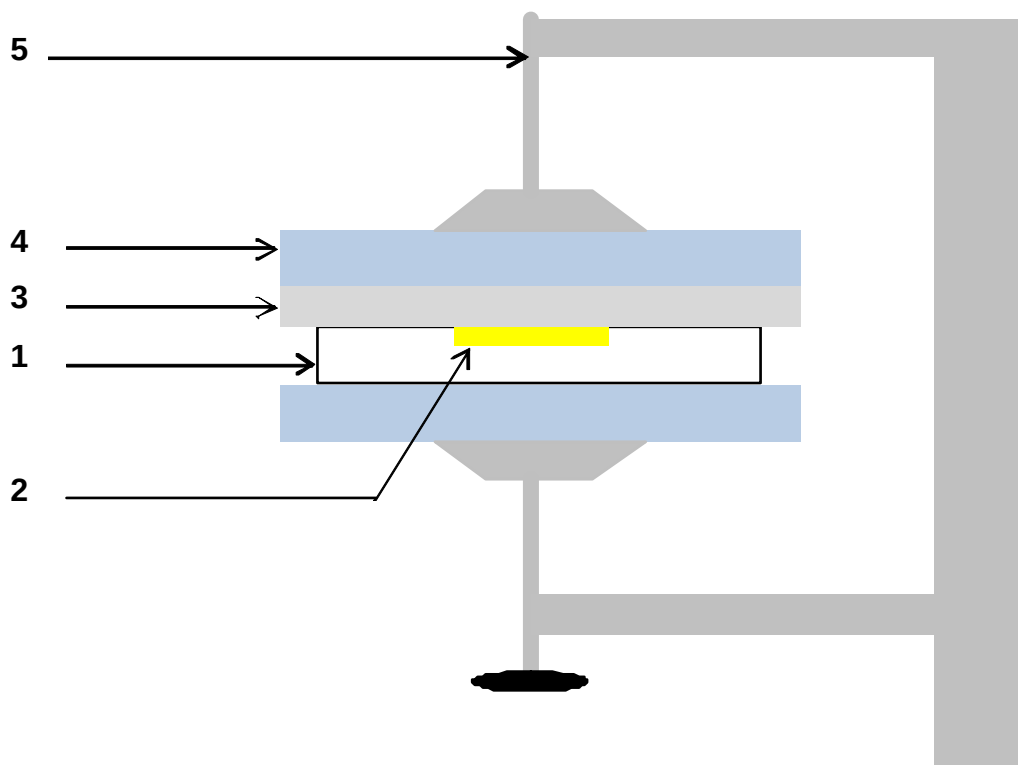


Figure 57 : représentation schématique du matériel utilisé pour la réalisation des disques de matériaux (2) à l'aide du moule en PTFE (1) surmonté d'une plaque en polyméthacrylate (3) et entouré de deux plaques métalliques (4), le tout serré grâce à un serre- joint (5) permettant de faire fondre l'excédent de matériau.

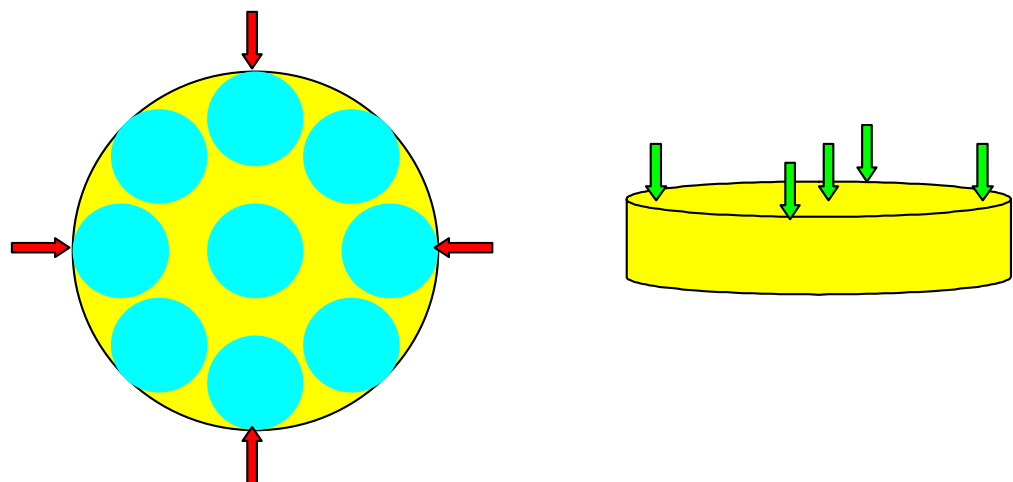


Figure 58 : en bleu sont indiqués les 9 zones de polymérisation par face, les flèches rouges montrent les 2 mesures du diamètre du disque et les flèches vertes les 5 localisations des mesures d'épaisseur.

Pour étudier l'absorption d'eau et la solubilité des adhésifs, nous nous sommes appuyés sur les recommandations de la norme ISO 4049 consacrée aux matériaux d'obturation. La difficulté de manipulation des adhésifs vient de leur nature liquide. Les 2 produits décrits dans la partie 2 sont évalués : Admira bond (lot n°03653) et Scotchbond 1 (lot n°0EE).

❑ 5 disques de chaque adhésif sont réalisés selon le protocole suivant :

- Le moule est rempli avec l'adhésif à l'aide d'un compte-gouttes. Pour chacun des disques de même produit un nombre identique de gouttes est consommé.

- Du fait de la nature liquide des adhésifs, la plaque de polyméthacrylate ne peut être placée sur le moule les faisant s'échapper par capillarité. En conséquence une première photopolymérisation a lieu immédiatement durant 40 secondes au centre du disque.

- Une lame de verre est ensuite placée sur le matériau et la photopolymérisation est conduite comme décrit précédemment en 8 points différents durant un total de 160 secondes (soit 8 x 20 secondes). La lame de verre a pour objectif d'empêcher le disque de se recroqueviller sur lui-même au cours de l'irradiation lumineuse.

- Le disque est démoulé, la lame de verre est appliquée sur la face non encore exposée et la photopolymérisation est à nouveau effectuée selon la même procédure.

❑ Une première étape de pré-dessiccation est menée comme décrit plus haut afin de déterminer la masse constante **M1** et le volume **V** est mesuré de façon identique.

❑ **M2** et **M3** ont été déterminées en respectant les étapes et les techniques du protocole décrit ci-avant.

❑ L'absorption d'eau et la solubilité sont calculées avec les mêmes formules :

$$\text{absorption} = (\mathbf{M2-M3})/\mathbf{V} \text{ et solubilité} = (\mathbf{M1-M3})/\mathbf{V}$$

Le pourcentage de gain de masse lié à l'absorption est calculé ainsi :

$$(\mathbf{M2-M3})/\mathbf{M2}$$

Le pourcentage de perte de masse liée à la solubilité est calculé ainsi :

$$(\mathbf{M1-M3})/\mathbf{M1}$$

❑ Les résultats sont analysés statistiquement à l'aide du test non paramétrique de Kruskal-Wallis suivi du test T multiple de comparaison ajusté par Bonferroni.

4.3. Résultats

Dans les tableaux 17 et 18 ainsi que dans les figures 59 et 60 sont récapitulées les valeurs moyennes ($\pm$ écart-type) de l'absorption et de la solubilité des différents matériaux.

Le test non paramétrique de Kruskal-Wallis indique des résultats pour les matériaux significativement différents dans leur ensemble ($p < 0,0001$). Le test T multiple de comparaison ajusté par Bonferroni indique que le Filtek P60 absorbe significativement moins d'eau que l'Admira ($p < 0,0001$) et le Filtek Flow ($p < 0,0001$) ; concernant la solubilité, le Filtek Flow se solubilise significativement plus que les deux autres matériaux.

Le test non paramétrique de Kruskal-Wallis indique des résultats pour les adhésifs significativement différents dans leur ensemble : le Scotchbond 1 absorbe et se solubilise significativement plus que l'Admira Bond ($p < 0,0001$).

tableau 17 : absorption d'eau et solubilité moyennes en $\mu\text{g}.\text{mm}^{-3}$ ($\pm$ écart-type) des $\neq$ matériaux conservés dans l'eau distillée (n = 5)				
matériau	absorption	pourcentage de gain de masse lié à l'absorption	solubilité	pourcentage de perte de masse liée à la solubilité
Admira	$22,7 \pm 0,3^a$	1,19	$3,8 \pm 0,7^a$	0,19
Filtek P60	$17 \pm 0,8^b$	0,82	$2,7 \pm 0,6^a$	0,13
Filtek Flow	$22,3 \pm 0,4^a$	1,25	$7,1 \pm 1,2^b$	0,40
dans chaque colonne les résultats avec le même exposant ne sont pas statistiquement différents				

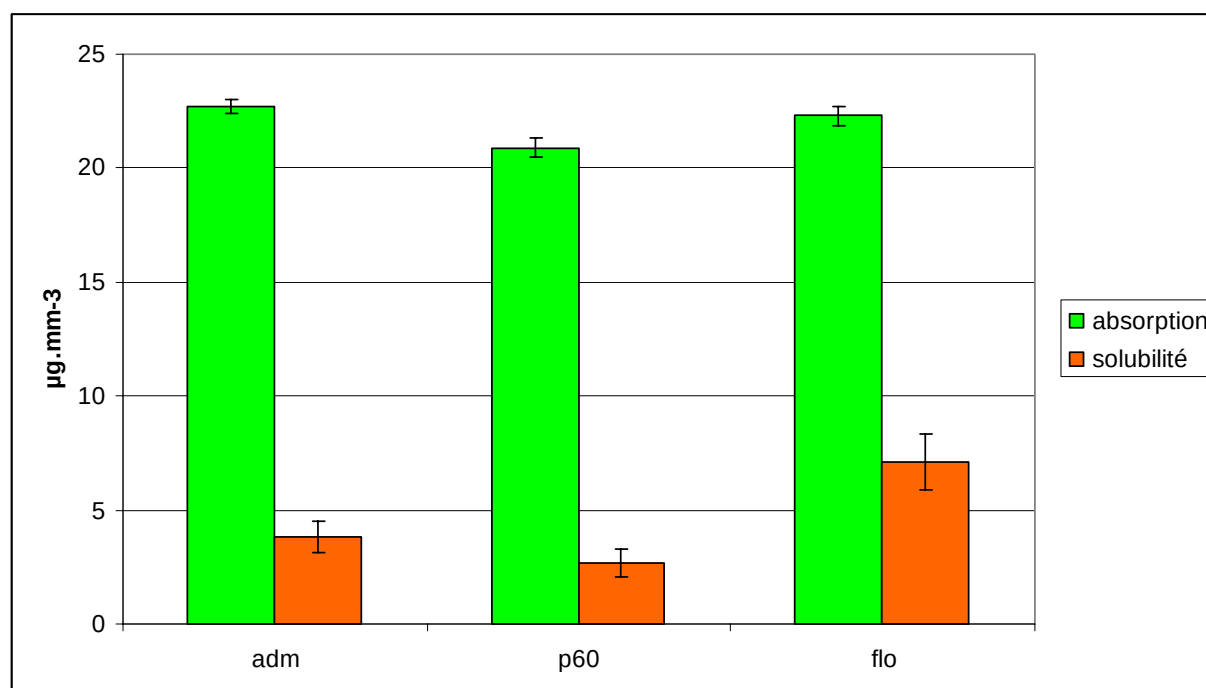


Figure 59 : histogramme de l'absorption et de la solubilité de adm, p60 et flo en $\mu\text{g}.\text{mm}^{-3}$

tableau 18 : absorption d'eau et solubilité moyennes en $\mu\text{g}.\text{mm}^{-3}$ ($\pm$ écart-type) des $\neq$ adhésifs conservés dans l'eau distillée (n = 5)				
matériau	absorption	pourcentage de gain de masse lié à l'absorption	solubilité	pourcentage de perte de masse liée à la solubilité
Admira bond	$106,2 \pm 15,2^a$	11,86	$82,2 \pm 20,8^a$	9,41
Scotchbond 1	$355,4 \pm 29,7^b$	22,86	$133,6 \pm 12,6^b$	10,02
dans chaque colonne les résultats avec le même exposant ne sont pas statistiquement différents				

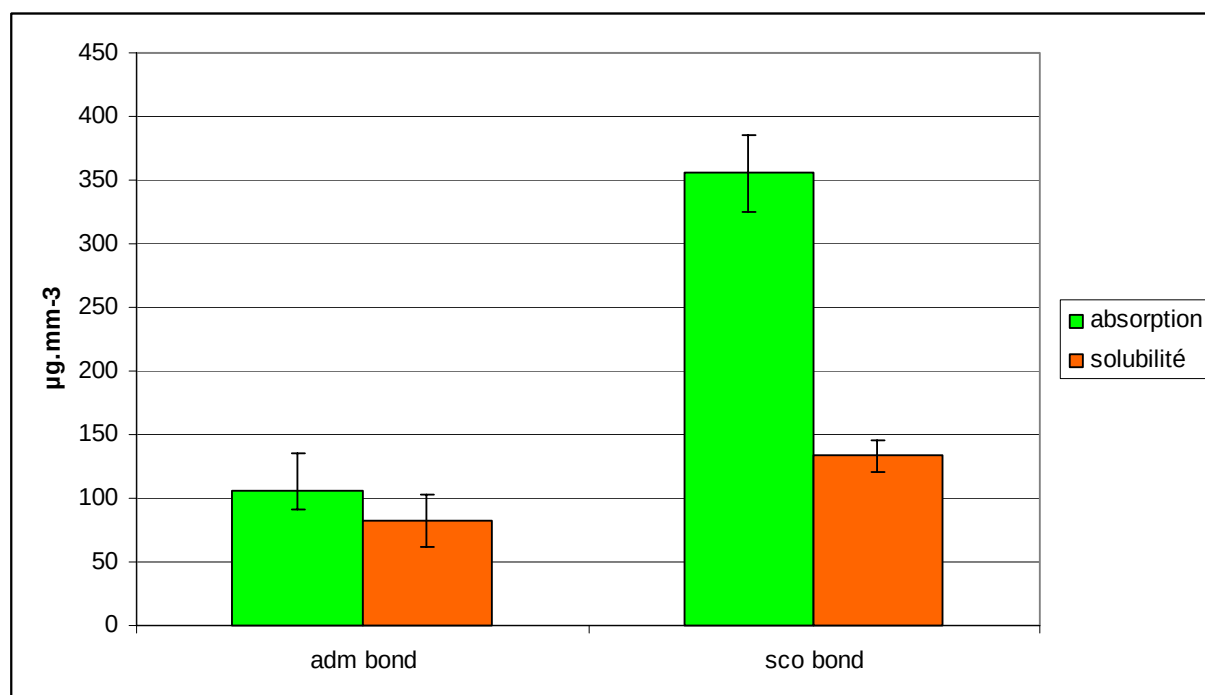


Figure 60 : histogramme de l'absorption et de la solubilité des adhésifs en $\mu\text{g}.\text{mm}^{-3}$

4.4. Discussion

L'absorption d'eau et la solubilité sont des caractéristiques des matériaux d'obturation à usage dentaire que l'on ne peut négliger. La solubilité intervient dans la dégradation des restaurations et dans leur biocompatibilité du fait de la libération de différentes espèces chimiques. L'absorption d'eau engendre des variations dimensionnelles et des colorations internes. Aussi ces propriétés sont-elles intéressantes à quantifier puisqu'elles participent pleinement à l'évaluation de l'aptitude clinique du matériau.

Avec un rayon d'environ 0,158nm, les molécules d'eau sont capables de diffuser au travers des polymères du fait de leur taille inférieure à la distance existant entre les chaînes desdits polymères de la matrice résineuse (Tamai et coll., 1995). Du point de vue moléculaire, les mécanismes de diffusion sont une migration par étapes des atomes de site en site (Callister, 1994). En réalité, deux approches sont mentionnées dans la littérature pour expliquer la diffusion d'eau dans un réseau de

polymères. Dans la théorie du volume disponible (*free volumetric theory*), la concentration d'eau à l'équilibre est liée aux micro-vides ou à d'autres défauts morphologiques dans lesquels l'eau diffuse sans aucun lien chimique avec la structure du matériau. Une autre théorie (*interaction theory*) propose d'expliquer la diffusion d'eau par la formation de proche en proche de liaisons entre les molécules d'eau et des groupements polaires des chaînes de polymères, principalement celles pouvant former des liaisons hydrogènes et en particulier les groupements hydroxyles. Les deux théories sont actuellement acceptées (Bellenger et coll., 1989), les deux mécanismes pouvant se produire simultanément. Toutefois, les polymères absorbent l'eau à des degrés divers selon leurs microstructures et leurs particularités moléculaires (Venz et coll., 1991) : ainsi la polarité de la structure moléculaire, la présence de groupements hydroxyles disponibles, la longueur et la structure tridimensionnelle des chaînes de la matrice, la présence d'espèces chimiques résiduelles hydrophiles ou encore la taille, le volume et le type de charges incorporées dans la matrice sont susceptibles d'influencer la capacité d'absorption des matériaux (Marcovich et coll., 1999).

Dans notre étude, l'Admira et le Filtek Flow sont les matériaux qui ont les capacités d'absorption les plus importantes. Sans doute leurs plus faibles taux de charge (47% vol. pour le Filtek Flow et 56% vol. pour l'Admira) par opposition au Filtek P60 (61% vol.) en est-elle une des explications : à volume équivalent, moins un matériau est chargé, plus grand est son volume matriciel et plus il peut absorber (Oysaed et coll., 1986b). Il est de plus à noter que la nature et la qualité, ici inconnues, des liens entre charges et matrices importent également : en effet une éventuelle adhésion limitée entre ces éléments peut déterminer des voies de pénétration capillaires acheminant et logeant l'eau (Kalachandra, 1989 ; Oysaed et coll., 1986b) influençant ainsi la capacité d'absorption. Ainsi, Venz et Dickens, en 1991, décrivent une absorption d'eau plus importante rapportée à un volume matriciel équivalent pour des résines expérimentales à base de Bis-GMA et TEGDMA chargées que pour les mêmes résines expérimentales non chargées. En éliminant le facteur «composition de la matrice», ces auteurs démontrent que la seule présence de charges peut déterminer des voies de pénétration dans les matériaux. L'intrusion d'eau est alors susceptible d'engendrer une hydrolyse du silane, une décohésion charges/matrice et d'aggraver le phénomène en promouvant des microfissures (Santos et coll., 2002). En effet, les charges minérales, pour être incorporées dans le réseau polymère et ne pas se comporter comme des défauts ou des concentrateurs de contrainte, sont rendues organophiles au cours d'une intervention appelée ensimage grâce à l'utilisation d'un agent de couplage bi-fonctionnel présentant un pôle organophile et un pôle minéralophile. Les organo-silanes comme le méthacryloxypropyl-triméthoxy-silane, l'octyltriméthoxy-silane ou l'acryloxypropyl-triméthoxy-silane sont généralement utilisés à cet effet. Ainsi, à une extrémité, un atome de silice est lié à trois groupements hydroxyles qui interagissent avec les fonctions OH libres de la surface de la charge ; à l'autre extrémité un groupement méthacrylate réagit avec la résine matricielle pendant la polymérisation.

Deux études récentes montrent que le silane est, en milieu hydrique, secondairement susceptible d'être hydrolysé, majorant ainsi la capacité à loger de l'eau dans le matériau du fait de la décohésion en résultant entre éléments minéraux et composés organiques (Monticelli et coll., 2006 ; Karabela et Sidériou, 2008).

Mais sans doute la nature des monomères constitutants est-elle ici le facteur prédominant. Le Filtek P60 présente l'absorption significativement la plus faible. Le P60 est le seul des trois matériaux à contenir du Bis-EMA (Mozner et coll, 2001). Or, le Bis-EMA est décrit comme une molécule dont plusieurs groupements hydroxyles ont été substitués lui conférant un caractère plus hydrophobe et réduisant ainsi sa capacité d'absorption (Yap et coll., 2000a). A l'inverse le Bis-GMA retrouvé dans le Filtek Flow et l'Admira présente deux groupements hydroxyles par molécule qui peuvent engendrer des liaisons hydrogènes pour se lier à l'eau. Il semble donc bien ici que la structure physique et chimique du réseau polymère joue un rôle majeur : la capacité d'absorption plus importante du Bis-GMA est liée à son caractère plus hydrophile, les groupements hydroxyles formant des liaisons hydrogènes avec l'eau plus fortes que les groupements éthers du Bis-EMA (Sideriou et coll., 2003). L'énergie cohésive des groupements OH est de 2980 J/cm^3 tandis qu'elle n'est que de 881 J/cm^3 pour les groupements éthers (Van Krevelen, 1990).

Par ailleurs, le TEGDMA présent dans les trois matériaux est une molécule aliphatique de bas poids moléculaire. Le réseau polymère engendré par les molécules de TEGDMA est plus dense que celui engendré par le Bis-GMA : il a été montré que les réseaux plus denses sont aussi de structure plus hétérogène (Rey et coll, 2002) et que cette hétérogénéité tend à augmenter la capacité d'absorption du fait des microporosités existant entre les grappes (*clusters*) de polymères. Il apparaît dès lors que la proportion des différents monomères constitutants est une donnée essentielle pour expliquer la capacité d'absorption d'un matériau. Plus un matériau contient de TEGDMA plus il va pouvoir absorber de l'eau. Ceci va dans le sens de l'absorption plus importante du Filtek Flow par rapport au Filtek P60, le premier étant plus riche en TEGDMA afin d'en diminuer la viscosité.

L'Admira est le seul des trois matériaux à contenir de l'UDMA. En théorie, ce monomère avec des groupements uréthanes moins hydrophiles que les groupements hydroxyles (Sidériou et coll., 2003) aurait pu montrer une capacité d'absorption moindre de celle du Filtek Flow ; mais, vraisemblablement, sa composition complexe à base de Bis-GMA, de TEGDMA et d'UDMA ainsi que sa structure spatiale tridimensionnelle complexe à base d'*ormocers* est-elle une des explications à sa capacité d'absorption.

Certains travaux indiquent aussi l'influence de bulles accidentellement incluses dans l'obturation comme libérant un volume potentiel d'absorption (Oysaed et Ruyter, 1986b). Ce à quoi s'oppose une étude (Alster et coll., 1992) précisant qu'une bulle dans un matériau encapsule de l'air sous pression ne permettant pas l'infiltration de fluides.

Il est important de souligner que nos mesures ont été effectuées après immersion dans de l'eau distillée. En théorie, l'on peut donc penser que nos valeurs d'absorption sont majorées du fait d'une pression osmotique plus forte par rapport à

divers fluides biologiques (Kanchanasavita et coll., 1997 ; Yap et Lee, 1997 ; Cattani-Lorente et coll., 1999).

La solubilité des différents matériaux est mesurée après l'absorption d'eau, après une seconde dessiccation. On comprend aisément cette nécessité expérimentale ayant pour objectif la détermination de l'absorption «vraie» d'une part et de la solubilité «vraie» d'autre part, mais elle ne doit pas laisser penser que ces deux phénomènes ne peuvent avoir lieu concomitamment.

Comme nous l'avons déjà évoqué, certaines études ne montrent aucune corrélation apparente entre absorption et solubilité (Yap et Lee, 1997) tandis que d'autres auteurs pensent que le matériau, une fois placé dans l'eau, libère des charges et des composés solubles formant des «micro-vides» permettant la diffusion rapide de l'eau au travers de sa structure (Akashi et coll., 1999).

La solubilité d'une résine composite est en grande partie due à la libération de monomères résiduels non polymérisés. Ici encore donc, à volume équivalent, moins un matériau est chargé, plus la matrice résineuse est importante et peut potentiellement libérer des monomères non convertis. Ainsi le Filtek Flow dans notre étude présente effectivement une solubilité significativement supérieure à celle des autres matériaux. Mais cela signifie aussi qu'un autre facteur de la solubilité d'une résine composite est le taux de conversion des monomères : un taux plus faible favorise la solubilité (Pearson et Longman, 1989 ; Yap et Lee, 1997). Pourtant, dans notre chapitre 3, le Filtek Flow montre, certes avec d'autres types et modes de photopolymérisation, un taux de conversion supérieur aux autres matériaux. C'est donc que d'autres paramètres entrent en ligne de compte et notamment la composition en monomères. Plusieurs études indiquent que plus un matériau est riche en TEGDMA, plus il est potentiellement soluble (Braden et coll., 1981 ; Inoue et coll., 1982 ; Tanaka et coll., 1991 ; Geurtsen, 1998 ; Vaubert et coll., 1999 ; Ortengren et coll., 2001) : ceci va dans le sens de nos résultats et tend à expliquer la solubilité plus importante du Filtek Flow. Ceci pourrait être expliqué par la plus petite taille du monomère de TEGDMA, plus mobile et donc plus facilement libéré qu'un monomère de poids moléculaire plus important (Gedde, 1995).

La présence de bulles dans le matériau pourrait également jouer un rôle : en effet, une bulle dans le matériau emprisonne de l'oxygène qui inhibe la polymérisation diminuant ainsi le taux de conversion et favoriserait la solubilité (Oysaed et Ruyter, 1986b). Aussi la facilité de manipulation du matériau et la possibilité de son insertion en minimisant l'inclusion de bulles paraissent importantes. La nature compactable du P60 va dans ce sens tandis qu'à l'inverse l'insertion à la seringue dans les cavités des résines fluides du type du Filtek Flow peut majorer l'inclusion accidentelle de bulles.

Le taux de charges, nous l'avons vu, mais aussi leurs natures et leurs liens avec la matrice jouent un rôle important dans la solubilité. Le P60 et le Filtek Flow ne contiennent que des charges $ZrSiO_4$ tandis que l'Admira contient essentiellement des charges de verre Ba-Al-B-F-silicate dont on sait qu'elles sont susceptibles de se solubiliser plus (Soderholm, 1990). Les éléments comme le baryum ajoutés pour augmenter la radio-opacité du matériau se solubilisent également aisément

(Oysaed et Ruyter, 1986b). Cela étant, si le réseau de polymères entourant les charges joue efficacement son rôle protecteur, la solubilité théorique de ces éléments ne se traduit pas par une perte de masse du matériau (Oysaed et Ruyter, 1986b). Ainsi, la structure tridimensionnelle complexe pré-établie des *ormocers* assure sans doute ce rôle protecteur vis à vis des charges ou des monomères résiduels, expliquant en partie la relativement faible solubilité de l'Admira.

Il est important de préciser ici quelques points concernant notre protocole. Certains auteurs (Nicholson et Mac Kenzie, 1999 ; Knobloch et coll., 2000) préconisent l'utilisation d'acide lactique à 0,01M afin d'approcher plus exactement les conditions cliniques et de tirer des expérimentations des informations plus significatives. Aussi notre travail dans l'eau distillée a très vraisemblablement entraîné des valeurs de solubilité plus faibles que celles retrouvées en milieu acide. Par ailleurs, l'eau n'ayant pas été renouvelée durant les 168h, la solubilité pourrait se trouver minorée, le milieu se trouvant saturé. La norme ISO 4049 préconise 10 ml d'eau au moins par échantillons, mais nos disques de matériaux disposant de 40 ml par pièce, nous pouvons donc penser que l'absence de renouvellement de l'eau est facteur négligeable. En revanche, il paraît plus probable que le temps de polymérisation des disques (400 secondes), ayant optimisé le taux de conversion des monomères, tende à diminuer les valeurs de la solubilité (Rueggeberg et Craig, 1988 ; Ferracane, 1994 ; Yap et Lee, 1997).

Nous avons également au cours de cette expérimentation évalué l'absorption d'eau et la solubilité des adhésifs amélo-dentaires utilisés en association avec les matériaux d'obturation. En effet, la détermination de la capacité d'absorption et de solubilisation des produits de restauration avec à l'esprit une volonté d'éclairage sur leur comportement clinique perd une part de son intérêt si l'on ne considère pas le couple matériau/adhésif. Les adhésifs amélo-dentaires sont constitués de monomères résineux, contiennent peu ou pas de charges, le tout se trouvant dans un solvant (cf. tableau 7). Pour surpasser le problème de l'hydrophobie des résines incompatible avec la dentine intrinsèquement humide, soit des monomères résineux modifiés de façon à être amphiphiles, soit des monomères hydrophiles de type HEMA ont été ajoutés. Du fait de ces modifications, les adhésifs sont aptes à absorber des quantités importantes d'eau. Les hydrogels souvent constitués de copolymères d'HEMA sont connus comme pouvant absorber jusqu'à 80% de leur masse en eau (Pedley et coll., 1980). Dans notre étude, on note effectivement de très hautes valeurs d'absorption d'eau, de presque 12% jusqu'à plus de 22% des masses. Les deux produits contenant de l'HEMA, c'est vraisemblablement la différence de proportion entre les monomères hydrophiles et les monomères hydrophobes qui explique la fourchette des valeurs relevées. Le Scotchbond 1 qui présente la valeur d'absorption la plus élevée est le seul à contenir de l'eau parmi ses solvants, signant sans doute un caractère hydrophile global plus affirmé. Par ailleurs, l'Admira bond comporte des solvants de type acétone et le Scotchbond 1 de l'éthanol, qui, éliminés par la dessiccation initiale, engendrent vraisemblablement la libération de volumes disponibles pour l'absorption d'eau distillée.

La solubilité mesurée est également très importante pour les deux adhésifs. La composition du mélange initial est sans doute de nature à ne pas favoriser une structure polymère aboutie, laissant de nombreux monomères non convertis potentiellement solubles. L'Admira Bond se solubilise néanmoins significativement moins que le Scotchbond 1. Ici encore la structure tridimensionnelle organo-minérale complexe des *ormocers* contribue vraisemblablement à ce résultat.

Il est remarquable de noter que les valeurs de la solubilité n'atteignent pas les valeurs de l'absorption d'eau. Autrement dit, l'expansion hygroscopique engendrée n'est pas potentiellement compensée par une perte de volume liée à la solubilisation. Cette absorption et cette solubilité massive des matériaux adhésifs nous apparaît fondamentale à souligner, alors qu'elles sont fort peu décrites dans la littérature, parce qu'elles sont délétères et participent à l'endommagement de la zone clef qu'est l'interface tissus dentaires/matériaux d'obturation ainsi qu'à la libération d'espèces potentiellement toxiques localement ou généralement.

Les différentes mesures issues de nos protocoles expérimentaux tendent donc à indiquer que les matériaux de restauration à base de résine n'ont pas le même comportement en fonction de leur composition vis à vis de l'eau et que les mécanismes impliqués sont extrêmement complexes du fait justement de la composition hétérogène des produits. Par ailleurs, la seule prise en compte du matériau sans son adhésif lorsque celui-ci est effectivement requis pour une utilisation correcte, prive les résultats d'une part essentielle en vue de la compréhension des phénomènes ayant lieu à l'interface tissus dentaires/obturation ; les valeurs très importantes tant d'absorption que de solubilité des adhésifs de notre étude en attestent.

Si notre travail est source d'informations intéressantes, apportant un éclairage à la problématique et permettant de soulever des hypothèses, l'extrapolation directe des données in vitro au comportement clinique n'est pas envisageable : de trop nombreux paramètres entrent en jeu pour pouvoir employer de tels raccourcis.

Conclusion

Conclusion

Notre étude aborde *in vitro* certaines propriétés physico-chimiques de différents biomatériaux de restauration utilisés en odontologie, avec pour objectif de participer à l'établissement du faisceau d'informations nécessaires pour tenter d'appréhender leur capacité à remplir leur fonction sans effet indésirable.

L'étude de l'étanchéité à l'interface et la visualisation d'un déficit de ladite étanchéité permet l'objectivation des lacunes des matériaux à base de résine à satisfaire totalement leur cahier des charges. L'infiltration bactérienne en résultant est le facteur prépondérant d'une éventuelle carie secondaire, de l'irritation pulpaire potentielle et donc du défaut de pérennité de l'obturation et de la mise en péril de la santé de l'organe dentaire. Cette observation de l'interface s'avère être tout à fait intéressante qualitativement tandis que les méthodologies à visée quantitative semblent plus faibles en terme de prédictibilité du comportement des matériaux. Il apparaît relativement clair que le principe de prise des matériaux à base de résine va à l'encontre d'un scellement marginal de qualité, cette prise s'accompagnant d'une contraction de polymérisation qui engendre des contraintes dans le matériau et à l'interface matériau/tissus dentaires. Ces contraintes sont à l'origine d'un stress potentiellement délétère tant pour le matériau que pour l'intégrité marginale si elles dépassent la capacité adhésive de la restauration. On constate que de nombreux facteurs influencent ces contractions et contraintes tels que la composition matricielle des résines, c'est-à-dire les monomères constitutifs, les proportions des différents monomères, le taux et le type de charges, le taux de conversion et la géométrie de la cavité. Afin de lutter contre ces contractions et contraintes nocives, différentes propositions de mise en place du matériau ont été développées telles que l'utilisation de modes de photopolymérisation faisant varier durée et intensité d'insolation, l'apposition incrémentielle de matériau ou encore l'utilisation de matériaux moins visqueux en tant que substituts dentinaires. Dans notre travail comme à la lecture de la littérature, on s'aperçoit néanmoins que devant la multitude de facteurs et de paramètres engagés et la méconnaissance de leurs imbrications, devant la complexité chimique et la relative hétérogénéité des différents matériaux, il est extrêmement difficile d'ériger des règles absolues et des principes cliniques répondant de façon certaine aux inconvénients inhérents à la prise des matériaux à base de résine. Par ailleurs, on ne peut occulter que les produits de restauration sont destinés à remplir leur fonction en milieu aqueux. Ici encore, type et proportion des monomères, type et taux de charges apparaissent comme des facteurs déterminants pour la pérennité des obturations mais dont les importances relatives sont extrêmement difficiles à démêler. De plus, les variations dimensionnelles engendrées par l'absorption d'eau, qui en théorie pourraient compenser le retrait de prise, sont un phénomène lent s'étalant dans le temps et ne pouvant donc répondre de façon satisfaisante en terme de cinétique aux contractions et contraintes apparaissant au cours de la photopolymérisation (Yap et coll., 2000b). Par ailleurs, ni le retrait ni l'absorption d'eau ne se font de manière homogène dans tout le volume du matériau selon la configuration de la cavité : la compensation

volumétrique par l'expansion hydrique n'est donc pas superposable en localisation à la contraction (Feilzer et coll., 1990b ; Rüttermann et coll., 2007). Une absorption trop importante du matériau pourrait même aboutir au final à un stress d'expansion par surcompensation du retrait (Feilzer et coll., 1995b). Il faut ajouter à cela la propension des adhésifs à absorber massivement de l'eau : le différentiel d'absorption entre le matériau et son adhésif est potentiellement à l'origine de contraintes altérant la qualité du joint marginal et donc la pérennité de l'obturation (Burrow et coll., 1999). Enfin, associée à l'absorption, la solubilité rapide et importante des adhésifs ne fait qu'aggraver la détérioration du joint marginal.

Notre travail présente l'intérêt de grouper en une seule étude différentes expérimentations et de mettre ainsi en parallèle toutes ces notions, ce que l'on ne trouve guère dans la littérature. Il permet donc de considérer de façon synthétique l'influence de nombreux paramètres. Bien évidemment, au vu de l'ensemble de facteurs dont la multiplicité et l'interdépendance entre en ligne de compte dans ce cumul de variations dimensionnelles différentes en temps, en intensité et en direction, la corrélation simple entre retrait de polymérisation, taux de conversion, contraintes, absorption, solubilité et étanchéité à l'interface relève de l'impossible. Pour autant, notre travail trouve pleinement sa place parmi les études *in vitro* à orientation biologique ou physico-chimique ou purement physique, les études *in vivo* chez l'animal ou chez l'homme et les enquêtes de suivis cliniques et contribue à la compréhension des problèmes posés par l'utilisation de matériaux polymérisables en odontologie.

Il appelle également certaines remarques et perspectives à venir :

- Les protocoles existants afin de déterminer l'infiltration à l'interface ne semblent actuellement pas pleinement satisfaisants ; sans doute l'utilisation de la microscopie électronique à balayage environnementale couplée à l'analyse d'image pourraient-elles offrir des moyens intéressants à développer si l'on désire une plus grande fiabilité et reproductibilité des résultats à visée quantitative. La comparaison par analyse d'image et le calcul du ratio des interfaces sans solution de continuité et des zones présentant un hiatus pourraient permettre l'obtention de données plus objectives. Pour autant, il n'en reste pas moins vrai que la zone observée reste une zone limitée à deux dimensions non représentative des endommagements potentiels situés dans une autre partie de l'interface. Dès lors, il paraît aussi intéressant de pouvoir observer la région interfaciale en trois dimensions. A ce titre, l'acquisition très récente au laboratoire d'un appareil permettant la réalisation de tomographies 3D à haute résolution (Nanotom®, Phoenix/X-Ray, Limonest, France) nous ouvre vraisemblablement des perspectives d'investigation plus pointues.
- L'acquisition récente au laboratoire d'une machine de traction miniaturisée que l'on peut mettre en place dans le microscope à balayage environnemental peut également nous permettre d'affiner nos recherches et de visualiser certains comportements des matériaux à une échelle autorisant une meilleure compréhension.

- La déformulation permet également de pénétrer plus avant dans la compréhension des mécanismes de la polymérisation et du rôle de chacun des différents constituants dans l'apparition de la contraction et des contraintes de polymérisation. A ce titre, notre collaboration avec différents laboratoires au cours de ce travail (notamment Voco®, Cuxhaven, Allemagne) et l'intérêt qu'ils nous ont signifié nous offre la possibilité de s'engager dans cette voie en nous fournissant des composites expérimentaux sur mesure. Cela étant, la déformulation ne permettant pas l'obtention de données directement exploitables à visée clinique, l'étude de matériaux commerciaux doit en parallèle continuer à être menée. C'est alors la confrontation des différents résultats qui peut fournir des informations utiles tant fondamentalement que cliniquement.
- Devant le retrait de polymérisation pour l'instant inéluctable des matériaux d'obturation à base de résine, il est un autre domaine d'investigation particulièrement intéressant : en effet, l'importance de la zone clef qu'est l'interface tissus dentaires/matériau en terme de biocompatibilité prend une nouvelle dimension si l'on s'attache à déterminer les éventuelles propriétés bactériostatiques ou bactéricides des adhésifs et des produits de restauration (Imazoto et coll., 1998 ; Imazoto et coll., 1999). A l'inverse, au-delà de la percolation résultant du hiatus interfacial, on sait de certains monomères, tels que l'EGDMA ou le TEGDMA, qu'ils favorisent la prolifération de certaines bactéries impliquées dans l'apparition de la carie dentaire telles que les streptocoques sobrinus et mutans ou encore les lactobacilles acidophiles (Hansel et coll., 1998 ; Geurtsen et coll. 1998). Avec le concours d'un laboratoire de microbiologie et du laboratoire Biomérieux® (Lyon, France), nous mettons actuellement au point un protocole pour une étude à venir visant à déterminer le comportement de différentes bactéries cariogènes en présence de divers matériaux commerciaux à base de résine. L'inclusion de molécules antiseptiques dans les matériaux ou la formulation de monomères eux-mêmes antiseptiques paraît également une voie intéressante à explorer : dès lors, un travail multidisciplinaire associant polyméristes, biologistes et odontologistes s'avère nécessaire.
- La multidisciplinarité s'impose aussi pour envisager des collaborations avec des chimistes et des polyméristes afin d'explorer les voies de la formulation de monomères répondant plus exactement au complexe cahier des charges qui leur est demandé notamment avec pour objectif de diminuer ou de supprimer la contraction de prise. Notre savoir-faire et les compétences acquises au cours de nos travaux nous laissent entrevoir la possibilité de s'associer à d'autres laboratoires de recherche afin de participer de façon active à de tels projets.

Références

Références

1. ABDALLA AI, ALHADAINY HA, GARCIA-GODOY F. Clinical evaluation of glass-ionomer and copomers in Class V carious lesions. *Am J Dent*, 10: 18- 20, 1997
2. ABDALLA AI, ALHADAINY HA. 2-year clinical evaluation of Class I posterior composites. *Am J Dent*, 9: 150- 2, 1996
3. ABDALLA AI, ALHADAINY HA. Clinical evaluation of hybrid ionomer restoratives in Class V abrasion lesions : two-year results. *Quintessence Int*, 28: 255-8, 1997
4. AKASHI A, MATSUYA Y, UNEMORI M, AKAMINE A. The relationship between absorption characteristics and the mechanical strength of resin modified glass ionomer cements in long term water storage. *Biomaterials*, 20: 1573- 8, 1999
5. AL- EHAIDEB AA, MOHAMMED H. Microleakage of «one bottle» dentin adhesives. *Oper Dent*, 26: 172- 5, 2001
6. ALANI AH, TOH CG. Detection of microleakage around dental restorations : a review. *Oper Dent*, 22: 173- 85, 1997
7. ALSTER D, FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Polymerization contraction stress in thin resin composite layers as a function of layer thickness. *Dent Mater*, 13: 146- 50, 1997
8. ALSTER D, VENHOVEN BA, FEILZER AJ, DAVIDSON CL. Influence of compliance of the substrate materials on polymerization contraction stress in thin resin composite layers. *Biomaterials*, 18: 337- 41, 1997b
9. ALTHOFF O, HARTUNG M. Advances in light curing. *Am J Dent*, 13: 77D- 81D, 2000
10. AMARANTE DE CAMARGO DA, SINHORETI MA, CORRER-SOBRINHO L, DE SOUZA NETO MD, CONSANI S. Influence of the methodology and evaluation criteria on determining microleakage in dentin-restorative interfaces. *Clin Oral Invest*, 10: 317- 23, 2006
11. ARCHEGAS LR, CALDAS DB, RACHED RN, VIEIRA S, SOUZ EM. Sorption and solubility of composites cured with quartz tungsten halogen and light emitting diode light-curing units. *J Contemp Dent Pract*, 9: 73-80, 2008
12. ARISU HD, UCTASLI MB, ELIGUZELOGLU E, OZCAN S, OMURLU H. The effect of occlusal loading on the microleakage of Class V restorations. *Oper Dent*, 135-41, 2008
13. ASMUSSEN E, MUNKSGAARD EC. Bonding of restorations resins to dentin : status of dentin adhesive and impact on cavity design and filling techniques. *Int Dent J*, 38: 97- 104, 1988
14. ASMUSSEN E, PEUTZFELDT A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. *J Dent Res*, 80: 1570- 73, 2001
15. ATTAR N, KORKMAZ Y. Effect of two light-emitting diod (LED) and one halogen curing light on the microleakage of Class V flowable composite restorations. *J Contemp Dent Pract*, 8: 80-8, 2007
16. ATTAR N, KORKMAZ Y, OZEL E, BICER CO, FIRATLI E. Microleakage of Class V cavities with different adhesive systems prepared by a diamond instrument and different parameters of Er:YAG laser irradiation. *Photomed Laser Surg*, 26: 585- 91, 2008
17. ATTIN T, BUCHALLA W, KIELBASSAAM, HELLWIG E. Curing shrinkage and volumetric changes of resin-modified glass ionomer restorative materials. *Dent Mater*, 11: 359- 62, 1995
18. ATTIN T, OPATOWSKI A, MEYER C, ZINGG-MEYER B, SCHULTE MONTING J. Class II restorations with a polyacid-modified composite resin in primary molars placed in a dental practice: results of a two-year clinical evaluation. *Operative Dentistry*, 25: 259-64, 2000
19. AUSIELLO P, APICELLA A, DAVIDSON CL. Effect of adhesive layer properties on stress distribution in composite restoration – a 3D finite element analysis. *Dent Mater*, 18: 295-303
20. AW TC, NICHOLLS JI. Polymerization shrinkage of densely-filled resin composites. *Oper Dent*, 26: 498-504, 2001
21. AWLIYA WY, EL-SAHN AM. Leakage pathway of Class V cavities restored with different flowable resin composite restorations. *Oper Dent*, 33: 31-6, 2008

22. BAGHERI M, GHAVAMNASIRI M. Effect of cavosurface margin configuration of Class V cavity preparations on microleakage of composite resin restorations. *J Contemp Dent Pract*, 9: 122-9, 2008
23. BAGIS YH, RUEGGERBERG FA. Mass loss in urethane/TEGDMA- and Bis-GMA/TEGDMA- based resin composites during post-cure heating. *Dent Mater*, 13: 377- 80, 1997
24. BARNES DM, BLANK LW, GINGELL JC, GILNER PP. A clinical evaluation of a resin-modified glass- ionomer restorative material. *J Am Dent Assoc*, 126: 1245-53, 1995
25. BARNES DM, BLANK LW, THOMPSON VP. A 5-year and 8-year clinical evaluation of a posterior composite. *Quintessence Int*, 22: 143-51, 1991
26. BAUSCH JR, DE LANGE C, DAVIDSON CL, PETERS A, DE GEE AJ. Clinical significance of polymerization shrinkage of composite resins. *J Dent Prosthet*, 48: 59-67, 1982
27. BAYNE S, HEYMANN H, SWIFT E. Update on dental composite restorations. *J Am Dent Assoc*, 125: 687-701, 1994
28. BECHER R, KOPPERUD HM, AL RH, SAMUELSEN JT, MORISBAK E, DAHLMAN HJ et al. Pattern of cell death after in vitro exposure to GDMA, TEGDMA, HEMA and two compomer extracts. *Dent Mater*, 22: 630-40, 2006
29. BELLENGER V, VERDU J. MOREL E. Structure-properties relationship for densely cross-linked epoxy-amine systems based on epoxide or amine mixtures. *J Mater Sci*, 24: 63-8, 1989
30. BENDERLI Y, YÜCEL T. The effect of surface treatment on the bond strength of resin composite to dentin. *Operative Dentistry*, 24: 96-102, 1999
31. BERGENHOLTZ G, COX CF, LOESCHE WJ, SYED SA. Bacterial leakage around dental restorations: its effect on the dental pulp. *J Oral Pathol*, 11: 439-50, 1982
32. BEZNOS C. Microleakage at the different cervical margin of composite Class II cavities with different restorative techniques. *Oper Dent*, 26: 60- , 2001
33. BOUILLAGET S, WATAHA JC, VIRGILLITO M, GONZALEZ L, RAKICH DR, MEYER JM. Effect of sub- lethal concentrations of HEMA (hydroxyethylmethacrylate) on THP-1 human monocyte-macrophages, in vitro. *Dent Mater*, 16: 213-7, 2000
34. BOUSCHLICHER MR, VARGAS MA, DENEHY GE. Effect of desiccation on microleakage of five Class V restorative materials. *Operative Dentistry*, 21: 90-5, 1996
35. BOUSCHLICHER MR, VARGAS MA, BOYER DB. Effect of composite type, light intensity, configuration factor and laser polymerization on polymerization contraction forces. *Am J Dent*, 10: 88-96, 1997
36. BOWEN RL. Dental filling material comprising vinyl silane-treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl acrylate. US Patent, 3, 066, 112, 1962
37. BOWEN RL. Properties of a silica reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc*, 66: 57-64, 1963
38. BOWEN RL. Adhesive bonding of various materials to hard tissues. VI. Forces developing in direct-filling materials during hardening. *J Am Dent Assoc*, 74: 439-45, 1967
39. BRACKETT WW, BROWNING WD, ROSS JA, BRACKETT MG. Two-year clinical performance of a polyacid-modified resin composite and a resin- modified glass-ionomer restorative material. *Oper Dent*, 1: 12-6, 2001
40. BRACKETT WW, BROWNING WD, ROSS JA, GREGORY PN, OWENS BM. 1-year clinical evaluation of Compoglass and Fuji II LC in cervical erosion/abfractions lesions. *Am J Dent*, 3: 119-22, 1999
41. BRACKET WW, COVEY DA, St GERMAIN HA Jr. One-year clinical performance of a self-etching adhesive in Class V resin composites cured by two methods. *Oper Dent*, 27: 218-22, 2002
42. BRACKETT WW, GILPATRICK RO, BROWNING WD, GREGORY PN. Two-year clinical performance of a resin-modified glass-ionomer material. *Oper Dent*, 1: 9-13, 1999
43. BRACKETT WW, GUNNIN TD, GILPATRICK RO, BROWNING WD. Microleakage of Class V compomer and light cured glass ionomer restorations. *J Prosthet Dent*, 79: 261- 3, 1998
44. BRADEN M, PEARSON GJ. Analysis of aqueous extracts from filled resins. *J Dent Res*, 9: 141, 1981

45. BRAGA RR, HILTON TJ, FERRACANE JL. Contraction stress of flowable composite materials and their efficacy as stress-relieving layers. *J Am Dent Assoc*, 134: 721-8, 2003
46. BRAGA RR, BALLESTER RY, FERRACANE JL. Factors involved in the development of polymerization stress in resin-composites: a systematic review. *Dent Mater*, 21: 962-70, 2005
47. BRANDYOPADHYAY S. A study of the volumetric setting shrinkage of some dental materials. *J Biomed Mater Res*, 16: 135-44, 1982
48. BRANNSTROM M, NYBORG H. Pulp reaction to composite resin restorations. *J Prosthet Dent*, 27: 181-9, 1972
49. BROWNING WD, BRACKETT WW, GILPATRICK RO. Two-year clinical comparison of a microfilled and a hybrid resin- based composite in non- carious Class V lesions. *Oper Dent*, 1: 46- 50, 2000
50. BUONOCORE MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling to enamel surfaces. *J Dent Res*, 34: 849-53, 1955
51. BURROW MF, TYAS MJ. Clinical evaluation of a resin-modified glass-ionomer adhesive system. *Oper Dent*, 23: 290-3, 1998
52. CADANERO M, MARCHESI G, ANTONIOLLI F, DAVIDSON C, DE STEFANO DORIGO E, BRESCHI L. Flowability of composites is no guarantee for contraction stress reduction. *Dent Mater*, Jan 9. [Epub ahead of print], 2009
53. CAGIDIACCO MC, FERRARI M, VICHI A, DAVIDSON CL. Mapping of tubules and intertubules surface areas available for bonding in Class V and Class II preparations. *J Dent*, 25: 379-89, 1997.
54. CALHEIROS FC, SADEK FT, BRAGA RR, CARDOSO PEC. Polymerization contraction stress of low-shrinkage composites and its correlation with microleakage in Class V restorations. *J Dent*, 32: 407-12, 2004
55. CALLISTER WD. Material and science engineering: an introduction. 3rd ed., New York: John Wiley and Sons, 91, 1994
56. CAMPANELLA LC, MEIERS JC. Microleakage of composites and compomers in Class V restorations. *Am J Dent*, 12: 185-9, 1999
57. CAMPS J, DEJOU J, REMUSAT M, ABOUT I. Factors influencing pulpal response to cavity restorations. *Dent Mater*, 16: 432-40, 2000
58. CARDOSO PE, PLACIDO E, MOURA SK. Microleakage of four simplified adhesives systems under thermal and mechanical stresses. *Am J Dent*, 15: 164-8, 2002
59. CATTANI-LORENTE MA, DUPUIS V, PAYAN J, MOYA F, MEYER JM. Effect of water on the physical properties of resin-modified glass-ionomer cements. *Dent Mater*, 15: 71- 8, 1999
60. CAUGHMAN WF, CAUGHMAN GB, DOMINY WT, SCHUSTER GS. Glass ionomer and composite resin cements: effects on oral cells. *J Prosthet Dent*, 63: 513-21, 1990
61. CEHRELI ZC, ALTAY N. Three-year clinical evaluation of a polyacid-modified resin composite in minimally-invasive occlusal cavities. *J Dent*, 28: 117-22, 2000
62. CELIK C, OZGUNALTAY G, ATTAR N. Clinical evaluation of flowable resins in non-carious cervical lesions: two-year results. *Oper Dent*, 32: 313-21, 2007
63. CETINGUC A, OLMEZ S, VURAL N. HEMA diffusion from dentin bonding agents in young and old primary molars in vitro. *Dent Mater*, 23: 302-7, 2008
64. CHARLTON DG, MOORE BK. In vitro evaluation of two microleakage detection tests. *J Dent*, 20: 55-8, 1992
65. CHEN HY, MANHART J, HICKEL R, KUNZELMANN KH. Polymerization contraction stress in light-cured packable composite resins. *Dent Mater*, 17: 253-9, 2001
66. CHEN MH, CHEN CR, HSU SH, SUN SP, SU WF. Low shrinkage light curable nanocomposite for dental restorative material. *Dent Mater*, 22: 138-45, 2006
67. CHERSONI S, LORENZI R, FERRIERI P, PRATI C. Laboratory evaluation of compomers in Class V restorations. *Am J Dent*, 10: 147-51, 1997
68. CHO BH, DICKENS SH, BAE JH, CHANG CG, SON HH, UM CM. Effect of interfacial bond quality on the direction of polymerization shrinkage flow in resin composite restorations. *Oper Dent*: 27, 297- 304, 2002
69. CHO E, KOPEL H, WHITE SN. Moisture susceptibility of resin-modified glass ionomer materials. *Quintessence Int*, 26: 351-8, 1995
70. CHOI KK, CONDON JR, FERRACANE JL. The effect of adhesive thickness on polymerisation contraction stress of composite. *J Dent Res*, 79: 812-7, 2000

71. CHUANG SF, LIU JK, JIN YT. Microleakage and internal voids in Class II composite restorations with flowable composite linings. *Oper Dent*, 26: 193-200, 2001
72. COLLINS CJ, BRYANT RW, HODGE KLV. A clinical evaluation of posterior composite resin restorations : 8-year findings. *J Dent*, 26: 311-7, 1998
73. CONDON JR, FERRACANE JL. Reduction of composite contraction stress through non- bonded microfiller particles. *Dent Mater*, 14: 256-60, 1998
74. CONDON JR, FERRACANE JL. Assessing the effect of composite formulation on polymerization stress. *J Am Dent Assoc*, 131: 497-503, 2000
75. CONDON JR, FERRACANE JL. Reduced polymerization stress through non-bonded nano filler particles. *Biomaterials*, 23: 3807-15, 2002
76. CORTES O, GARCIA C, PEREZ L, PEREZ D. Marginal microleakage around enamel and cementum surfaces of two compomers. *J Clin Pediatr Dent*, 22: 307-15, 1998
77. COWAN AJ, WILSON NH, WILSON MA, WATTS DC. The application of ESEM in dental materials research. *J Dent*, 24: 375-77, 1996
78. COX CF, BERGENHOLTZ G, FITZGERALD M, HEYS DR, AVERY JK, BAKER JK. Capping of the dental pulp mechanically exposed to the oral micro flora; a 5-week observation of wound healing in the monkey. *J Oral Pathol*, 11: 327-39, 1982a
79. COX CF, KEALLCL, KEAL HJ, OSRO E, BERGENHOLTZG. Biocompatibility of surface sealed dental materials against exposed pulps. *J Prosthet Dent*, 57: 1-8, 1982b
80. COX CF, WHITE KC, RAMUS DL, FARMER JB, SNUGGS HM. Reparative dentine: factors affecting its deposition. *Quintessence Int*, 23: 257-70, 1992
81. COX CF, HAFEZ AA, AKIMOTO N, OTSUKI M, SUZUKI S, TARIM B. Biocompatibility of primer, adhesive and resin composite system on non exposed pulps of non human primate teeth. *Am J Dent*, 10: S55-S63, 1998
82. CRAFTORD MG, HOLONIAK N, KISH FA. In pursuit of the ultimate lamp. *Sci Amer*, 284: 62-7, 2001
83. CRIM GA. Marginal leakage of visible light- cured glass ionomer restorative materials. *J Prosthet Dent*, 69: 561-3, 1993
84. CUNHA LG, ALONSO RC, SOBRINHO LC, SINHORETI MA. Effect of resin liners and photoactivation method on the shrinkage stress of a resin composite. *J Esthet Restorative Dent*, 18: 29-36, 2006
85. CUNHA LG, ALONSO RCB, PFEIFER CSC, CORRER-SOBRINHO L, FERRACANE JL, SINHORETI MA. Contraction stress and physical properties development of a resin-based composite irradiated using modulated curing methods at two C-factor levels. *Dent Mater*, 24: 392-8, 2008
86. CVAR JF, RYGE G. Criteria for the clinical evaluation of dental restorative materials. USHPS Publication n° 790- 244, San Francisco USGPO, 1971
87. D'ALPINO PHP, SVIZERO NR, PEREIRA JC, RUEGGERBERG FA, CARVAHLO RM, PASHLEY DH. Influence of light curing sources on polymerization reaction kinetics of a restorative system. *Am J Dent*, 20: 46-52, 2007
88. DARMANI H, AL-HIYASAT AS. The effects of BIS-GMA and TEG-DMA on female mouse fertility. *Dent Mater*, 22: 353-8, 2006
89. DAUVILLIER BS, FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Visco-elastic parameters of dental restorative materials during setting. *J Dent Res*, 79: 818-23, 2000
90. DAUVILLERS BS, AARNST MP, FEILZER AJ. Modelling of visco-elastic behavior of dental light-activated resin composites during curing. *Dent Mater*, 19: 277-85, 2003
91. DAVIDSON CL, DE GEE AJ, FEILZER AJ. The competition between the composite – dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res*, 63: 1396-9, 1984
92. DAVIDSON CL, FEILZER AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer based restoratives. *J Dent*, 25: 435-40, 1997
93. DAVIDSON-KABAN SS, DAVIDSON CL, FEILZER AJ, DE GEE AJ, ERDILEK N. The effect of curing light variation on curing and wall-to-wall quality of two types and various shades of resin composites. *Dent Mater*, 13: 344-52, 1997
94. DE GEE AJ, FEILZER AJ, DAVIDSON CL. True linear polymerization shrinkage of unfilled resin and composites determined with a linometer. *Dent Mater*, 9: 11-14, 1993
95. DEJOU J, SINDRES V, CAMPS J. Influence of criteria on the results of in vitro evaluation of microleakage. *Dent Mater*, 12: 342-9, 1996

96. DELIPERI S, BARDWELL DN, PAPATHANASSIOU A, KASTALI S, GARCIA-GODOY F. Microleakage of microhybrid composite resin using three different adhesive placement techniques. *J Adhes Dent*, 6: 135-9, 2004
97. DELIPERI S, BARDWELL DN, WEGLEY C. Restoration interface microleakage using one total-etch and three self-etch adhesives. *Oper Dent*, 32: 179-84, 2007
98. DEMIRCI M, UCOK M. Clinical evaluation of a polyacid-modified resin composite in Class III cavities: one year results. *Oper Dent*, 26: 115-20, 2001
99. DEMIRCI M, YILDIZ E, UYSAL O. Comparative clinical evaluation of different treatment approaches using a microfilled resin composite and a compomer in Class III cavities: two-year results. *Oper Dent*, 33: 7- 14, 2008
100. DENNISON JB, YAMAN P, SEIR R, HAMILTON JC. Effect of variable light intensity on composite shrinkage. *J Prosthet Dent*, 84: 499- 505, 2000
101. DEWAELE M, TRUFFIER-BOUTRY D, DEVAUX J, LELOUP G. Volume contraction in photocured dental resins: the shrinkage- conversion relationship revisited. *Dent Mater*, 22: 359- 65, 2006
102. DIETRICH T, KRAEMER M, LÖSCHE GM, ROULET JF. Marginal integrity of large compomer Class II restorations with cervical margins in dentine. *Journal of Dentistry*, 28: 399-405, 2000
103. DIETSCHI D, SCAMPA U, CAMPANILE G, HOLZ J. Marginal adaptation and seal of direct and indirect Class II composite resin restorations : an *in vitro* evaluation. *Quintessence Int*, 26: 127-38, 1995
104. DOERR CL, HILTON TJ, HERMESCH CB. Effect of thermocycling on the microleakage of conventional and resin modified glass ionomers. *Am J Dent*, 9: 19-21, 1996
105. DONLY KJ, GRANDGENETT C. Dentin demineralization inhibition at restoration margins of Vitremer, Dyract and Compoglass. *Am J Dent*, 11: 245-8, 1998
106. DUARTE S Jr, DINELLI W, DA SILVA MH. Influence of composite insertion technique in preparations with a high C-factor. *Quintessence Int*, 38: 829-35, 2007
107. EICK JD, GWINETT AJ, PASHLEY DH, ROBINSON SH. Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med*, 8: 306-35, 1997
108. EKSTRAND J, BJÖRKMAN L, EDLUND C, SANDBORGH- ENGLUND G. Toxicological aspects on the release and systemic uptake of mercury from dental amalgam. *Eur J Oral Sci*, 106: 678-86, 1998
109. EL KALLA IH, GARCIA- GODROY. Mechanical properties of compomer restorative materials. *Operative Dentistry*, 24: 2-8, 1999
110. EL- KALLA IH. Marginal adaptation of compomers in Class I and V cavities in primary molars. *Am J Dent*, 12: 37-43, 1999
111. EL MOWAFY OM, LEWIS DW, BENMERGUI C. Meat- analysis on long-term clinical performance of posterior composite restorations. *J Dent*, 22: 33-43, 1994
112. ERDILEK N, OZATA F, SEPETCIOGLU F. Microleakage of glass ionomer cement composite resin glass ionomer resin cement. *J Clin Pediatr Dent*, 21: 311-4, 1997
113. ERGUCU Z, CELIK EU, TURKUN M. Microleakage study of different adhesive systems in Class V cavities prepared by Er, Cr:YSGG laser and bur preparation. *Gen Dent*, 55: 27-32, 2007
114. ERNST CP, MEYER GR, KLÖCKER K, WILLERSHAUSEN B. Determination of polymerisation shrinkage stress by means of a photoelastic investigation. *Dent Mater*, 20: 313-21, 2004
115. ERNST CP, GALLER P, WILLERSHAUSEN B, HALLER B. Marginal integrity of Class V restorations: SEM versus dye penetration. *Dent Mater*, 24: 319-27, 2008
116. ESPELID I, TVEIT AB, TORNES KH, ALVHEIM H. Clinical behaviour of glass-ionomer restorations in primary teeth. *J Dent*, 27: 437-42, 1999
117. EVANKUSKY JW, MEIERS JC. Microleakage of Copoglass- F and Dyract-AP compomers in Class V preparations after salivary contamination. *Pediatric Dentistry*, 22: 39-42, 2000
118. FABRE HS, FABRE S, CEFALY DF, DE OLIVEIRA CARRILHO MR, GARCIA FC, WANG L. Water sorption and solubility of dentin bonding agents light-cured with different light sources. *J Dent*, 35: 253-8, 2006
119. FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res*, 66: 1636-9, 1987
120. FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Curing contraction of composite and glass- ionomer cements. *J Prosthet Dent*, 59: 297-300, 1988

121. FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Increased wall-to-wall curing contraction in thin bonded layers. J Dent Res, 68: 48-50, 1989
122. FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Curing contraction of composite and glass- ionomer cements. J Prosthet Dent, 59: 297-300, 1990a
123. FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Relaxation of polymerisation contraction shear stress by hygroscopic expansion. J Dent Res, 69: 36-9, 1990b
124. FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations. Dent Mater, 6: 167-71, 1990c
125. FEILZER AJ, DOOREN LH, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration-cavity interface. Eur J Oral Sci, 103: 322-6, 1995a
126. FEILZER AJ, KAKABOURA AI, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. The influence on the development of setting shrinkage stress in traditional and resin-modified glass ionomer cements. Dent Mater, 11: 186-90, 1995b
127. FEILZER AJ, DAUVILLERS BS. Effect of TEGDMA/BisGMA ration on stress development and viscoelastic properties of experimental two-paste composites. J Dent Res, 82: 824-8, 2003
128. FELTON DA, COX CF, ODOM M, KANOY BE. Pulpal response to chemically cured and experimental light- cured glass ionomer cavity liners. J Prosthet dent, 65: 704-12, 1991
129. FERDIANAKIS K. Microleakage reduction from newer esthetic restorative materials in permanent molars. J Clin Pediatr Dent 23: 221-9, 1998
130. FERRACANE JL, ANTONIO RC, MATSUMOTO H. Variables affecting the fracture toughness of dental composites. J Dent Res, 66: 1140-1145, 1987
131. FERRACANE JL. Elution of leachables components from composites. J Oral Rehabil, 21: 441-52, 1994
132. FERRACANE JL. Current trends in dental composites-critical review. Oral Biol Med, 6: 302-318, 1995
133. FERRACANE JL, CHOI KK, CONDON JR. In vitro wear of packable dental composites. Compendium of Continuing Dental Education, 20: S60-S66, 1999
134. FERRACANE JL. Status of research on new fillers and new resins for dental composites. In : Advanced Adhesive Dentistry, 1st edition, Como, Italy, Tagami, Toledano, Prati editors: 3-29, 2000
135. FERRACANE JL. Placing dental composite – a stressful experience. Oper Dent, 33: 247-57, 2008
136. FOLWACZNY M, LOHER C, MEHL A, KUNZELMANN KH, HINKEL R. Tooth-colored filling materials for the restoration of cervical lesions: a 24-month follow-up study. Oper Dent, 25: 251-8, 2000
137. FRAKENBERGER R, KRAMER N, PETSCHLT A. Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. Oper Dent, 25: 324-330, 2000
138. FREILICH MA, GOLDBERG AJ, GILPATRICK RO. Direct and indirect evaluation of posterior composite restorations. Dent Mater, 8: 60-4, 1992
139. GAGLIANI M, FADINI L, RITZMAN JM. Depth of cure efficacy of high-power curing devices vs traditional halogen lamps. J Adhes Dent, 4: 41-7, 2002
140. GALE MS, DARWELL BW, CHEUNG GS. Three-dimensionnal reconstruction of microleakage pattern using a sequential grinding technique. J Dent, 22: 370-5, 1994
141. GALLATO A, ANGNES G, REIS A, LOGUERCIO AD. Long term monitoring of microleakage of different amalgams with different liners. J Prosthet Dent, 93: 571-6, 2005
142. GE J, TRUJILLO M, STANSBURY J. Synthesis and photopolymerization of low shrinkage methacrylate monomers containing bulky substituent groups. Dent Mater, 21: 1163-69, 2005
143. GEDDE U. Polymer Physics, pp55- 75, Chapman et Hall Ed., London, 1995
144. GERDOLLE DA, MORTIER E, DROZ D. Microleakage and polymerization shrinkage of various polymer restorative materials. J Dent Child, 75: 125-33, 2008
145. GERZINA TM, HUME WR. Effect of dentine on release of TEGDMA from resin composite *in vitro*. J Oral Rehabil, 21: 464-8, 1994
146. GEURTSSEN W, SCHOELER U. A 4- year retrospective clinical study of Class I and Class II composite restorations. J Dent, 25: 229-32, 1997

147. GEURTSSEN W, SPAHL W, LEYHAUSEN G. Residual monomer/additive release and variability in cytotoxicity of light- curing glass- ionomer cements and compomers. J Dent Res, 77: 2012-9, 1998
148. GEURTSSEN W. Substances released from dental resin composites and glass ionomer cements. Eur J Oral Sci, 106 : 687- 95, 1998
149. GIACHETTI L, SCAMINACI RUSSO D, BAMBI C, NIERI M, BERTINI F. Influence of operator skill on microleakage of total-etch and self-etch bonding systems. J Dent, 36: 49-53, 2008
150. GLADYS S, VAN MEERBECK B, LAMBRECHTS P, VANHERLE G. Marginal adaptation and retention of a glass-ionomer, resin- modified glass-ionomers and polyacid-modified resin composite in cervical Class V lesions. Dent Mater, 14: 294-306, 1998
151. GLASSPOOLE EA, ERICKSON RL, DAVIDSON CL. A fluoride- releasing composite for dental applications. Dent Mater, 17: 127-33, 2001
152. GOING RE. Microleakage around dental restorations: a summerarizing review. J Am Dent Assoc, 84: 1349-57, 1972
153. GOLDBERG M, LASFARGUES JJ, LEGRAND JM. Clinical testing of dental materials- histological considerations. J Dent (suppl.), 22: S25-S28, 1994
154. GOLDMAN M. Polymerization shrinkage of resin based restorative materials. Austr Dent J, 28: 156-61, 1983
155. GONCALVES F, PFEIFER CS, MEIRA JB, BALLESTER RY, LIMA RG, BRAGA RR. Polymerization stress of resin composite as a function of system compliance. Dental Mater, 24: 645- 52, 2007
156. GONCALVES F, PFEIFER CS, FERRACANE JL, BRAGA RR. Contraction stress determinants in dimethacrylate composites. J Dent Res, 87: 367-71, 2008
157. GORACCI G, MORI G, BAZZUCCHI M. Marginal seal and biocompatibility of a fourth-generation bonding agent. Dent Mater, 11: 343- , 1995
158. GORACCI G, MORI G. Les bases adhesives de la dentisterie adhesive esthétique. Real Clin, 9: 295- 312, 1998
159. GROSSMAN ES, WITCOMB MJ, JODAIKIN A. Elements in marginal seals at amalgam- tooth interfaces. J Dent Res, 65: 998- 1000, 1986
160. GUGGENBERGER R, WEINMANN W. Exploring beyond the methacrylates. Am J Dent, 13: 82D- 84D, 2000
161. GUIRGUIS R, LEE J, CONRY J. Microleakage evaluation of restorations prepared with air abrasion. Pediatr Dent, 21: 311-5, 1999
162. GWINNETT AJ, TAY FR. Early and intermediate time response of the dental pulp to an acid etch technique in vivo. Am J Dent, 11: S35-S44, 1998
163. HAKIMEH S, VAIDYANATHAN J, HOUPPT ML, VAIDYANATHAN TK, VON HAGEN S. Microleakage of compomer Class V restorations : effect of load cycling, thermal cycling and cavity shape differences. J Prosthet Dent, 83: 194-203, 2000
164. HALETT KB, GARCIA- GODOY F. Microleakage of resin-modified glass-ionomer cement restorations : an in vitro study. Dent Mater, 9: 306-11, 1993
165. HAMID A, OKAMOTO A, IWAKU M, HUME WR. Component release from lighth-activated glass ionomerand compomer cements. J Oral Rehabil, 25: 94-9, 1998
166. HANKS CT, STRAWN SE, WATAHA JC, CRAIG RG. Cytotoxic effects of resin components on cultured mammalian fibroblasts. J Dent Res, 70: 1450-5, 1999
167. HANSEL C, LEYHAUSEN G, MAI UEH, GEURTSSEN W. Effects of various resin composite (co) monomers and extracts on two caries-associated micro- organisms *in vitro*. J Dent Res, 1: 60-7, 1998
168. HEBLING J, GIRO EMA, COSTA CAS. Human pulp response after an adhesive system application in deep cavities. J Dent, 27: 557-64, 1999
169. HEIL J, REIFFERSCHIED G, WALDMANN P, LEYHAUSEN G, GEURTSSEN W. Genotoxicity of dental materials. Mutagenic Res Genetic Toxicol Testing, 368: 181-94, 1996
170. HEINTZE SD. Systematic reviews: I. The correlation between laboratory tests on marginal quality and bond strenght. II. The correlation between marginal quality and marginal outcome. J Adhes Dent, 9 (suppl.): 77-106, 2007
171. HEINTZE S, FORJANIC M, CAVALLERI A. Microleakage of Class II restorations with different tracers- -comparison with SEM quantitative analysis. J Adhes Dent, 10: 259-67, 2008

172. HELBIG EB, KLIMM W, HAUF E. Klinische Fünfsjahrsstudie zum feinputikelhybrid P50 in Kombination mit Scotchbond 2. *Acta Med Dent Helv*, 3: 171-7, 1998
173. HERRERA M, CASTILLO A, BRAVO M, LIEBANA J, CARRION P. Antibacterial activity of resin adhesives, glass ionomer and resin modified glass ionomer cements and a compomer in contact with dentin caries samples. *Operative Dentistry*, 25: 265-9, 2000
174. HICKEL R, MANHART J, GARCIA- GODOY F. Clinical results and new developments of direct posterior restorations. *Am J Dent*, 13: 41D- 54D, 2000
175. HILTON TJ. Can modern restoratives procedures and materials reliably seal cavities? In vitro investigations. *Transactions Academy of Dental Materials*, 12: 21-71, 1998
176. HILTON TJ, FERRACANE JL. Cavity preparation factors and microleakage of Class II composite restorations filled at intraoral temperatures. *Am J Dent*, 11: 123-30, 1999
177. HORSTED-BINDSLEV P, HEYDE-PETERSEN B, SIMONSEN P, BAELUM V. Tunnel or saucer-shaped restorations: a survival analysis. *Clin Oral Investig*, 9: 233-8, 2005
178. HOSOYA Y, GARCIA-GODOY F, SUMMITT JB. Microleakage and sealant penetration using a vibrating probe. *Am J Dent*, 17: 427-32, 2004
179. HUANG C, KEI LH, WEI SH, CHEUNG GS, TAY FR, PASHLEY DH. The influence of hygroscopic expansion on resin-based restorative materials on artificial gap reduction. *J. Adhes. Dent*, 4: 61-71, 2002
180. IDRIS S, ABDULJABBAR T, HABIB C, OMAR R. Factors associated with microleakage in Class II resin composite restorations. *Oper Dent*, 32: 60-6, 2007
181. IMAZATO S, TARUMI H, KOBAYASHI K, HIRAGURI H, ODA K, TSUCHITANI Y. Relationship between the degree of conversion and internal discoloration of light-activated composite. *Dent Mater J*, 14: 23-30, 1995
182. IMAZOTO S, EHARA A, TORII M, EBISU S. Antibacterial activity of dentin primer containing MDPB after curing. *J Dent*, 26: 267-71, 1998
183. IMAZOTO S, EBI N, TARUMI H, RUSSEL RRB, KANEKO T, EBISU S. Bactericidal activity and cytotoxicity of antibacterial monomer MDPB. *Biomaterials*, 20: 899-903, 1999
184. INOUE K, HAYASHI I. Residual monomer (Bis-GMA) of composite resins. *J Oral Rehabil*, 9: 493, 1982
185. IWAMI Y, YAMAMOTO H, SATO W, KAWAI K, TORII M, EBISU S. Weight change of various light- cured restorative materials after water immersion. *Operative Dentistry*, 23: 132-7, 1998
186. JANDA R, ROULET JF, LATTA M, RUTTERMANN S. Water sorption and solubility of contemporary resin-based filling materials. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 82: 545- 51, 2007
187. JONTELL M, HANKS CT, BRATEL J, BERGENHOLTZ G. Effects on unpolymerized resin components on the function of accessory cells derived from the rat incisor pulp. *J Dent Res*, 74: 1162- 7, 1995
188. KALACHANDRA S. Influence of the fillers on water sorption of composites. *Dent Mater*, 5: 283- 8, 1989
189. KANCHANAVASITA W, ANSTICE HM, PEARSON GJ. Water sorption characteristics of resin- modified glass- ionomer cements. *Biomaterials*, 18: 343-9, 1997
190. KANG YQ, ZHAO SL, LI F, FENG CZ. Influence of soft_start irradiation on polymerization shrinkage stress of universal hybrid composite resins. *Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi*, 42: 633-6, 2007 [article in Chinese]
191. KARABELA MM, SIDERIOU ID. Effect of the structure of silane coupling agent on sorption characteristics of solvents by dental resin-nanocomposites. *Dent Mater*, 24: 1631-9, 2008
192. KATSUNO K, MANABE A, IOH K, WAKUMOTO S, NAKAYAMA S, YOSHIDA T. A delayed hypersensitivity reaction to dentin primer in the guinea pig. *J Dent*, 23: 295-9, 1995
193. KAWAI K, TAKAOKA, T. Inhibition of bacterial and glucan adherence to various light-cured fluoride- releasing restorative materials. *J Dent*, 29: 119- 22, 2001
194. KELSEY WP, LATTA MA, SHADDY RS, STANISLAV CM. Physical properties of three packable resin composite restorative materials. *Operative Dentistry*, 24: 331-5, 1999
195. KIDD EAM. Microleakage : a review. *J Dent*, 4: 199-206, 1976
196. KIM YG, HIRAAO S, HIRASAWA T. Physical properties of resin-modified glass-ionomers. *Dent Mater J*, 17: 68-76, 1998

197. KINOMOTO Y, TORII M. Photoelastic analysis of polymerization contraction stresses in resin composite restorations. *J Dent*, 26: 165-71, 1998
198. KINOMOTO Y, INOUE Y, EBISU S. A two-year comparison of resin-based composite tunnel and Class II restorations in a randomized controlled trial. *Am Dent J*, 17: 253-6, 2004
199. KITASAKO Y, INOKOSHI S, FUJITANI M, OTSUKI M, TAGAMI J. Short-terms reaction of exposed monkey pulp beneath adhesive resins. *Oper Dent*, 23: 308-17, 1998
200. KITASAKO Y, NAKAJIMA M, PEREIRA PNR, OKUDA M, SONODA H, OTSUKI M, TAGAMI J. Monkey pulpal response and microtensile bond strength beneath a one-application resin bonding system in vivo. *J Dent*, 28: 193-8, 2000
201. KLEVERLAAN CJ, FEILZER AJ. Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. *Dent Mater*, 21: 1150-7, 2005
202. KNEZEVIC A, ZELJEZIC D, KOPJAR N, TARLE Z. Cytotoxicity of composite materials polymerized with LED curing units. *Oper Dent*, 33: 23-30, 2008
203. KODA T, TSUCHIYA H, YAMAUCHI M, OHTANI S, TAKAGI N, KAWANO J. Leachability of denture-base acrylic resins in artificial saliva. *Dent Mater*, 6: 13-6, 1990
204. KÖHLER B, RASMUSSEN, CG, ÖDMAN P. A 5 year clinical evaluation of Class II composite resin restorations. *J Dent* 28: 111-6, 2000
205. KORAN P, KÜRSCHNER R. Effect of sequential versus continuous irradiation of a light-cured resin composite on shrinkage, viscosity, adhesion and degree of polymerization. *Am J Dent*, 10: 17-22, 1998
206. KORKMAZ Y, OZEL E, ATTAR N. Effect of flowable composite lining on microleakage and internal voids in Class II composite restorations. *J Adhes Dent*, 9: 189-94, 2007
207. KUGEL G. Direct and indirect adhesive restorative materials: a review. *Am J Dent*, 13: 35D- 40D, 2000
208. LABELLA R, LAMBRECHTS P, VAN MEERBECK B, VAN HERLE G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater*, 15: 128-37, 1999
209. LAUGHLIN GA, WILLIAMS JL, EICK JD. The influence of system compliance and sample geometry on composite polymerization shrinkage stress. *J Biomed Mater Res (Appl Biomater)*, 63: 671-8, 2002
210. LEE SH, CHANG J, FERRACANE JL, LEE IB. Influence of instrument compliance and specimen thickness on the polymerization shrinkage stress measurement of light cured composites. *Dent Mater*, 23: 1093- 100, 2007
211. LEEVAILOJ C, COCHRAN MA, MATIS BA, MOORE BK, PLATT JA. Microleakage of posterior packable resin composites with and without flowable liners. *Oper Dent*, 26: 302- 7, 2001
212. LEVIN L, COVAL M, GEIGER SB. Cross-sectional radiographic survey of amalgam and resin-based composite posterior restorations. *Quintessence Int*, 38 : 511- 4, 2007
213. LI Y, SCHWARTZ ML, PHILLIPS RW, MOORE BK, ROBERTS TA. Effect of filler content and size on properties of composites. *Dent Mater*, 64: 1396-1401, 1985
214. LI H, BURROW MF, TYAS MJ. Nanoleakage patterns of four dentin bonding systems. *Dent Mater*, 16: 48- 56, 2000
215. LIM BS, FERRACANE JL, SAKAGUCHI RL, CONDON JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light activation. *Dent Mater*, 18: 436-44, 2002
216. LIN A, MC INTYRE NS, DAVIDSON RD. Studies on the adhesion of glass-ionomer cements to dentin. *J Dent Res*, 11: 1836- 41, 1992
217. LOGUERCIO AD, DE OLIVEIRA BAUER JR, REIS A, GRANDE RH. In vitro microleakage of packable composites in Class II restorations. *Quintessence Int*, 35: 29- 34, 2004
218. LOVELL LG, NEWMAN SM, BOWMAN CN. The effect of light intensity, temperature and co-monomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res*, 78: 1469-76, 1999a
219. LOVELL LG, STRANSBURY JW, SYRPES DC, BOWMAN CN. Effects of composition and reactivity on the reaction kinetics of dimethacrylate/dimethacrylate copolymerization. *Macromolecules*, 32: 3913-21, 1999b
220. LUNDIN SA, KOCH G. Class I and II posterior composite resin restorations after 5 and 10 years. *Swed Dent J*, 5- 6:165-71, 1999

221. LUO Y, LO EC, FANG DT, WEI SH. Clinical evaluation of polyacid-modified resin composite posterior restoration: one- year results. *Quintessence Int*, 9: 630-6, 2000
222. MAC COMB D, ERICSON D. Antimicrobial action of new, proprietary lining cements. *J Dent Res*, 5: 1025- 8,1987
223. MAC COY RB, ANDERSON MH, LEPE X, JOHNSON GH. Clinical succes of Class V composite resin restorations without mechanical retention. *J Am Dent Assoc*, 129: 593- 9, 1998
224. MAC DOUGALL M, SELDEN JK, NYDEGGER JR, CARNES DL. Immortalized mouse odontoblast cell line M06-G3application for in vitro biocompatibility testing. *Am J Dent*, 11: S11-S16, 1997
225. MANDRAS RS, RETIEF DH, RUSSEL CM. The effect of thermal and occlusal stresses of the microleakage of the Scotchbond 2 dentinal bonding system. *Dent Mater*, 7: 63-7, 1991
226. MANHART J, CHEN HY, MEHL A, WEBER K, HICKEL R. Marginal quality and microleakage of adhesive Class V restorations. *J Dent*, 29: 123-30, 2001
227. MANHART J, KUNZELMANN KH, CHEN HY, HICKEL R. Mechanical properties and wear behaviour of light- cured packable composite resins. *Dent Mater*, 16: 33-40, 2000
228. MANHART J, NEUERER P, SCHEIBENBOGEN- FUCHSBRUNNER A. 3-year clinical evaluation of direct and indirect composite restorations in posterior teeth. *J Prosthet Dent*, 84: 289-96, 2000
229. MANHART J, CHEN HY, HAMM G, HICKEL R. Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. *Oper Dent*, 29: 481-508, 2004
230. MAIR LH. Ten- year clinical assessment of three posterior resin composites and two amalgams. *Quintessence Int*, 29 : 483-90, 1998
231. MALACARNE J, CARVALHO RM, DE GOES MF, SVIZERO N, PASHLEY DH, TAY FR, YIU CK, CARRILHO MR. Water sorption/solubility of dental adhesives resins. *Dent Mater*, 22: 973-80, 2006
232. MARCOVICH NE, REBOREDO MM, ARANGUREN MI. Moisture diffusion in polyester-woodflour composites. *Polymer*, 40 : 7313-20, 1999
233. MARKS LA, WEERHEIJM KL, VAN AMERONGEN WE, GROEN HJ, MARTENS LC. Dyract versus Tytin Class II restorations in a primary molars: 36 months evaluation. *Caries Res*, 5: 387-92, 1999
234. MARTIN N, JEDYNAKIEWICZ N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials*, 19 : 77-83, 1998
235. MEIERS JC, KAZEMI R, MEIER CD. Microleakage of packable composite resins. *Oper Dent*, 26: 121-6, 2001
236. MENDES LC, TEDESCO AD, MIRANDA MS. Detremination of degree of conversion as function of depth of a photo-initiated dental restoration composite. *Polymer Testing*, 24: 418-22, 2005
237. MERTZ- FAIRHURST EJ, CURTIS J, ERGLE JW. Ultraconservative and cariostatic sealed restorations: results at year 10. *J Am Dent Assoc*, 129: 55-66, 1998
238. MIGUEZ PA, PEREIRA PN, FOXTON RM, WALTER R, NUNES MF, SWIFT Jr EJ. Effects of flowable resin on bond strength and gap formation in Class I restorations. *Dent Mater*, 19: 839-45, 2004
239. MILLAR BJ, ROBINSON PB, INGLIS AT. Clinical evaluation of an anterior hybrid composite resin over 8 years. *Br Dent J*, 1: 26-30, 1997
240. MJOR IA, JOKSTAD A. Five- year study of Class II restorations in permanent teeth using amalgam, glass polyalkenoate (ionomer) cement and resin-based composite materials. *J Dent*, 21: 338-43, 1993
241. MJÖR IA, NORDHAL I, TRONSTAD L. Glass ionomer cements and the dental pulp. *Endod Dent Traumatol*, 7: 59-64, 1991
242. MJOR IA. Problems and benefits associated with restorative materials: side-effects and long- term costs. *Adv Dent Res*, 6: 7-16, 1992
243. MJOR IA. The reasons for replacement and the age of failed restorations in general dental practice. *Acta Odontol Scand*, 55: 58-63, 1997
244. MOHARAMZADEH K, VAN NOORT R, BROOK IM, SCUTT AM. Cytotoxicity of resin monomers on human gingival fibroblasts and HaCaT keratinocytes. *Dent Mater*, 23: 40- 4, 2007

245. MONTES MA, DE GOES MF, DA CUNHA MR, SOARES AB. A morphological and tensile bond strength evaluation of unfilled adhesive with low-viscosity composites and filled adhesive in one and two coats. *J Dent*, 29: 435-41, 2001
246. MONTICELLI F, OSORIO R, TOLEDANO M, TAY FR, FERRARI M. In vitro hydrolytic degradation of composite quartz fiber-post bonds created by hydrophilic silane couplings. *Oper Dent*, 31: 728-33, 2006
247. MORABITO A, DEFABIANIS P. The marginal seal of various materials in primary molars. *J Clin Pediatr Dent*, 22: 51- 4, 1997
248. MOREIRA DA SILVA E, DOS SANTOS GO, GUIMARAES JGA, BARCELLOS AAL, SAMPAIO EM. The influence of C-factor, flexural modulus and viscous flow on the gap formation in resin composite restorations. *Oper Dent*, 32: 356-62, 2007
249. MORTIER E, GERDOLLE DA, JACQUOT B, PANIGHI MM. Importance of water sorption and solubility studies for couple bonding agent – resin-based filling material. *Oper Dent*, 29: 669-76, 2004
250. MOZNER N, ULRICH S. New developments of polymeric dental composites. *Prog Polym Sci*, 26: 535-76, 2001
251. MUSANJE L, SAKAGUCHI RL, FERRACANE JL, MURCHISON CF. Light-source, material and measuring-device effects on contraction stress in composites. *J Dent Res*, 84 (Speciel Issue A), Abstract #294, 2005
252. NALCAI A, ULUSOY N. Effect of thermocycling on microleakage of resin composites polymerized with LED curing techniques. *Quintessence Int*, 38: e433-9, 2007
253. NATHANSON D, LOCKHART P. Delayed extraoral hypersensitivity to dental composite material. *Oral Surg*, 47: 329-33, 1979
254. NEIVA IF, DE ANDREADA MAC, BARATIERI LN, MONTEIRO S, RITTER AV. An in vitro study of the effect of restorative technique on marginal leakage in posterior composites. *Oper Dent*, 23: 282-9, 1998
255. NICHOLSON JW, MC KENZIE MA. The properties of polymerizable luting cements. *J Oral Rehabil*, 26: 767-74, 1999
256. NORDBO H, LEIRSKAR J, VON DER FEHR FR. Schlüsselförmige Kavitätenpreparation für approximale Kompositrestaurationen im Seitenzahnbereich-Beobachtungen bis zu 10 Jahren. *Quintessenz*, 49: 773-9, 1998
257. OBICI AC, SINHORETI MAC, DE GOES MF, CONSANI S, SOBRINHO LC. Effect of the photo-activation method on polymerization shrinkage of restorative composites. *Oper Dent*, 27: 192-198, 2002
258. OPDAM NJM, BRONKHORST EM, ROETERS JM, LOOMANS BAC. A retrospective clinical study on longevity of posterior composite and amalgam restorations. *Dent Mater*, 23: 2-8, 2007
259. OREFICE RL, DISCACCIATI JAC, NEVES AD, Mansur HS, Jansen WC. In situ evaluation of the polymerization kinetics and corresponding evolution of the mechanical properties of dental composites. *Polymer testing*, 24: 418-22, 2003
260. ORTENGREN U, ELGH U, SPASENOSKA V, MILLEDING P, HAASUM J, KARLSSON S. Water sorption and flexural properties of a composite resin cement. *Int J Prosthodont*, 13: 141-7, 2000
261. ORTENGREN U, WELLENDORF H, KARLSSON S, RUYTER IE. Watersorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *J Oral Rehabil*, 28: 1106-15, 2001
262. OWENS BM, JOHNSON WW. Effect of single step adhesives on the marginal permeability of Class V resin composites. *Oper Dent*, 32: 67-72, 2007
263. OYSAED H, RUYTER IE, SJOVIK KLEVEN IJ. Release of formaldehyde from dental composites. *J Dent Res*, 10: 1289-94, 1988
264. OYSAED H, RUYTER IE. Composites for use in posterior teeth: mechanical properties tested under wet and dry conditions. *J Biomed Mater Res*, 20: 261-71, 1986a
265. OYSAED H, RUYTER IE. Water sorption and filler characteristics of composites for use in posterior teeth. *J Dent Res*, 65: 1315-8, 1986b
266. OZEL E, KORKMAZ Y, ATTAR N. Influence of location of the gingival margin on the microleakage and internal voids of nanocomposites. *J Contemp Dent Pract*, 9: 65-72, 2008
267. PALENIK CJ, BEHNEN MJ, SETCOS JC, MILLER CH. Inhibition of microbial adherence and growth by various glass ionomers in vitro. *Dent Mater*, 8: 16- 20, 1992

268. PALMER G, ANSTICE HM, PEARSON GJ. The effect of curing regime on the release of HEMA from resin- modified glass ionomer cements. *J Dent*, 27: 303-11, 1999
269. PAMEIJER CH, STANLEY HR. Pulp reaction to a dentin bonding agent. *Am J Dent*, 8: 140-4, 1995
270. PAPAGIANNOULIS L, KAKABOURA A, PANTALEON F, KAVVADIA K. Clinical evaluation of a polyacid- modified resin composite (compomer) in Class II restorations of primary teeth: a two- year follow- up study. *Pediatr Dent*, 4: 231-4, 1999
271. PERDIGAO J, FRAKENBERGER R, ROSA BT, BRESCHI L. New trends in dentin/ enamel adhesion. *Am Dent J*, 13: 25D- 30D, 2000
272. PERIS AR, DUARTE Jr S, DE ANDRADE MF. Evaluation of marginal microleakage in Class II cavities: effect of microhybrid, flowable and compactable resins. *Quintessence Int*, 34: 93-8, 2003
273. PEUTZFELD A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci*, 105, 97-116, 1997
274. PEUTZFELD A, ASMUSSEN E. Composite restorations: influence of flowable and self curing resin composite linings on microleakage in vitro. *Oper Dent*, 27: 569-75, 2002
275. PFEIFER CS, BRAGA RR, FERRACANE JL. Pulse-delay curing: influence of initial irradiance and delay time on shrinkage stress and microhardness of restorative composites. *Oper Dent*, 31: 610-5, 2006
276. PLANT CG, TOBIAS RS, RIPPIN JW, BROOKS JW, BROWNE RM. A study of the relationship among pulpal response, microbial microleakage and particle heterogeneity in a glass-ionomer-base material. *Dent Mater*, 7: 217-24, 1991
277. POLYDOROU O, TRITTLER R, HELLWIG E, KUMMERER K. Elution of monomers from two conventional dental composite materials. *Dent Mater*, 23: 1535-41, 2007
278. PRATI C, FAVA F, DI GIOIA D, SELIGHINI M, PASHLEY DH. Antibacterial effectiveness of dentin bonding systems. *Dent Mater*, 9: 338-43, 1993
279. PRATI C, TAO L, SIMPSON M, PASHLEY DH. Permeability and microleakage of Class II resin composite restorations. *J Dent*, 22: 49-56, 1995
280. PRATI C, CHERSONI S, MONGIORGI R, PASHLEY DH. Resin infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. *Oper Dent*, 23:185-94, 1998
281. PRATI C, PASHLEY DH, CHERSONI S, MONGIORGI R. Marginal hybrid layer in Class V restorations. *Oper Dent*, 25: 228-33, 2000
282. PUCKETT AD, FITCHIE JG, KARNS L, DELLINGER TM, INMAN CC. Microleakage of a compomer compared to conventional and hybrid ionomers. *Quintessence Int*, 32: 49-54, 2001
283. QUACKENBUSH BM, DONLY KJ, CROLL TP. Solubility of resin- modified glass ionomer cement. *J Dent Child*, 65: 310-2, 1998
284. QVIST V, QVIST J, MJOR IA. Placement and longevity of tooth- colored restorations in Denmark. *Acta Odontol Scand*, 48: 305-11, 1990
285. RAMOS LHORET P, LACALLE TURBINO M, KAWANO Y, SANCHEZ AGUILERA F, OSORIO R, TOLEDANO M. Flexural properties, microleakage, and degree of conversion of a resin polymerized with conventional light and argon laser. *Quintessence Int*, 39: 581-6, 2008
286. RASKIN A, MICHOTTE- THEALL B, VREVEN J. Clinical evaluation of a posterior composite. 10- year report. *J Dent*, 27: 13-9, 1999
287. RASKIN A, SALOMON JP, SABBAGH J. Les resins composites classification evolution. *Réal Clin*, 16 : 297-32, 2005
288. RATHBURN MA, CRAIG RG, HANKS CT, FILISKO FE. Cytotoxicity of a bis- GMA dental composite before and after leaching in organic solvents. *J Biomed Mater Res*, 25: 443-57, 1991
289. REES JS, JACOBSEN PH. The polymerization shrinkage of composite resins. *Dent Mater*, 5: 41-4, 1989
290. REICHL FX, WALTHER UI, DURNER J, KEHE K, HICKEL R, KUNZELMANN KH, SPAHL W, HUME WR, BENSCHOP H, FORTH W. Cytotoxicity of dental composite components and mercury compounds in lung cells. *Dent Mater*, 17: 95-101, 2001
291. REIS AF, GIANNINI M, PEREIRA PNR. Influence of water-storage time on the sorption and solubility behavior of current adhesives and primer/adhesives mixtures. *Oper Dent*, 32: 53-9, 2007
292. ROSALES-LEAL JI. Microleakage of Class V composite restorations placed with etch-and-rinse and self-etching adhesives before and after thermocycling. *J Adhes Dent*, 9 (S2): 255-259, 2007

293. RUEGGERBERG FA, HASHINGER DT, FAIRHURST CW. Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites. *Dent Mater*, 6: 241, 1990
294. RUEGGERBERG FA, CAUGHMAN WF, CHAN DCN. Novel approach to measure composite conversion kinetics during exposure with stepped or continuous light-curing. *J Esthet Dent*, 11: 197-205, 1999
295. RÜTTERMAN S, KRÜGER S, RAAB WH, JANDA R. Polymerization shrinkage and hygroscopic expansion of contemporary posterior resin-based filling materials-a comparative study. *J Dent*, 35: 806-13, 2007
296. ROULET JF, REICH T, BLUNCK U, NOACK M. Quantitative margin analysis in the scanning electron microscope. *Scanning Microscopy*, 3: 147-59, 1989
297. SAKAGUSHI RL, BERGE HX. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. *J Dent*, 26: 695-700, 1998
298. SAKAGUSHI RL, FERRACANE JL. Effect of light power density on development of elastic modulus of a model light activated composite during polymerization. *J Esthet Restorative Dent*, 13:121-30, 2001
299. SALAMA FS, RIAD MI, ABDEL MEGID FY. Microleakage and marginal gap formation of glass ionomer resin restorations. *J Clin Pediatr Dent*, 20: 31- 6, 1995
300. SAMUELSEN JT, HOLME JA, BECHER R, KARLSSON S, MORISBAK E, DAHL JE. HEMA reduces cell proliferation and induces apoptosis in vitro. *Dent Mater*, 24: 134-40, 2008
301. SANKARAPANDIAN M, SHOBA K, KALACHANDRA S, MC GRATH JE, TAYLOR DE. Characterisation of some aromatics diacrylates for dental composite applications. *J Mater Sci: Mater Med*, 8: 465-468, 1997
302. SANO H, TAKATSU T, CIUCCHI B, HORNER JA, MATTEWS WG, PASHLEY DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent*, 20: 18-25, 1995
303. SANTINI A, PLASSCHAERT AJM, MITCHELL S. Marginal leakage of filled dentin adhesives used with wet and dry bonding techniques. *Am Dent J*, 13: 93-7, 2000
304. SANTOS C, CLARKE RL, BRADEN M, GUITIAN F, DAVY KWM. Water sorption characteristics of dental composites incorporating hydroxyapatite filler. *Biomaterials*, 23: 1987-904, 2002
305. SANTOS AJS, SARMENTO CF, ABUABARA A, AGUIAR FHB, LOVADINO JR. Step-cure polymerization: effect of initial light intensity on resin/dentin bond strength in Class I cavities. *Oper Dent*, 31: 324-31, 2006
306. SCHEDULE AS, FRANZ A, RAUSCH-FAN X, SPITTLER A, LUCAS T, SAMORAPOOMPICHIT P, SPERR W, BOLTZ- NITULESCU G. Cytotoxic effects of dental composites, adhesives substances, compomers and cements. *Dent Mater*, 14: 429-40, 1998
307. SCHWEIKL H, SCHMALTZ G, BEY B. Mutagenicity of dentin bonding agents. *J Biomed Mater Res*, 28: 1061-7, 1994
308. SCHWEIKL H, SCHMALTZ G. Glutaraldehyde- containing dentin bonding agents are mutagens in mamalian cells in vitro. *J Biomed Mater Res*, 36: 284-8, 1997
309. SIDERIOU I, TSERKI V, PAPANASTASIOU G. Study of watersorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*, 24: 655-65, 2003
310. SIDHU SK, HENDERSON LJ. In vitro marginal leakage of cervical composite restorations lined with a light cured glass ionomer. *Oper Dent*, 17: 7-12, 1992
311. SIDHU KS. Marginal contraction gap formation of light- cured glass ionomers. *Am J Dent*, 7: 115-8, 1994
312. SIDHU SK, WATSON TF. Interfacial characteristics of resin- modifiedglass- ionomer materials: a study on fluid permeability using confocal fluorescence microscopy. *J Dent Res*, 9: 1749-59, 1998
313. SILIKAS N, ELIADES G, WATTS DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater*, 16: 292-6, 2000
314. SIMON Y, MORTIER E, DAHOUN A, GERDOLLE DA. Video-controlled characterization of polymerization shrinkage in light-cured dental composites. *Polymer Testing*, 27: 717- 21, 2008
315. SIX N, LASFARGUES JJ, GOLDBERG M. In vivo study of the pulp reaction to Fuji IX, a glass ionomer cement. *J Dent*, 28: 413-22, 2000

316. SMALES RJ, GERKE DC, WHITE IL. Clinical evaluation of occlusal glass ionomer, resin, and amalgam restorations. *J Dent*, 18: 243-9, 1990
317. SMALL IC, WATSON TF, CHADWICK AV, SIDHU SK. Water sorption in resin-modified glass- ionomer cements : an in vitro comparison with other materials. *Biomaterials*, 6: 545-50, 1998
318. SÖDERHOLM KJM. Filler leachability during water storage of six composite materials. *Scand J Dent Res*, 98: 82-7, 1990
319. SÖDERHOLM KJM. Influence of silane treatment and filler fraction on thermal expansion of composite resins. *J Dent Res*, 63: 1321-26, 1984
320. SOH MS, YAP AUJ, SLOW KS. Effectiveness of composite cure associated with different curing modes of LED lights. *Oper Dent*, 28: 371-7, 2003
321. SOH MS, YAP AUJ, YU T, SHEN ZX. Analysis of the degree of conversion of LED and halogen lights using micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent*, 29: 571-7, 2004
322. STANFORD JW. Future of materials and material research. *Adv Dent Res*, 2: 187-92, 1988
323. STANLEY HR. Local and systemic responses to dental composites and glass ionomers. *Adv Dent Res*, 6: 55-64, 1992
324. STANLEY HR. Pulpal responses to ionomer cements- biological characteristics. *J Am Dent Assoc*, 120: 25-9, 1990
325. STANSBURY JW. Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J Esthet Dent*, 12: 300-8, 2000
326. SVANBERG M, MJOR IA, ORSTAVIK D. Mutans streptococci in laque from margins of amalgam, composite and glass- ionomer restorations. *J Dent Res*, 69: 861-4, 1990
327. TAMAI Y, TANAKA H, NAKANISHI K. Molecular simulation of permeation of small penetrant through membranes. II. Solubilities. *Macromolecules*, 28: 2544-54, 1995
328. TANAKA K, TAIRA M, SHINTANI H, WASAKA K, YAMAKI M. Residual monomers (TEGDMA and Bis-GMA) of a set visible light cured dental composite resin then immersed in water. *J Oral Rehabil* 18: 53, 1991
329. TARIM B, HAFEZ AA, COX CF. pulpal response to a resin- modified glass-ionomer materials on a nonexposed and exposed monkey pulps. *Quintessence Int*, 29: 535-42, 1998
330. TARIM B, HAFEZ AA, SUZUKI SH, SUZUKI S, COX CF. Biocompatibility of compomer restorative systems on nonexposed dental pulps of primate teeth. *Oper Dent*, 22: 149- 58, 1997
331. TARLE Z, MENIGA A, KNEZEVIC A, SUTALO J, RISTIC M. Composite conversion and temperaturerise using a conventional, plasma arc and an experimental blue LED curing unit. *J Oral Rehabil*, 29: 662-7, 2002
332. TARLE Z, KNEZEVIC A, DEMOLI N, MENIGA A, SUTALO J, UNTERBRINK G, RISTIC M, PICHLER G. Comparison of composite curing parameters: effects of light source and curing mode on conversion, temperature rise and polymerization shrinkage. *Oper Dent*, 31: 219-26, 2006
333. TAY FR, GWINETT AJ, PANG KM, WEI SHI. Structural evidence of a seal tissue interface with a total etch wet bonding technique in vivo. *J Dent Res*, 73: 629-36, 1994a
334. TAY FR, PANG KM, GWINNETT AJ, WEI SHY. A SEM study of extent of resin penetration into human coronal dentin following a total etch technique, in vivo. *Cells & Materials*, 4: 317-29, 1994b
335. THONEMANN BM, FEDERLIN M, SCHMALZ G, HILLER KA. SEM analysis of marginal expansion and gap formation in Class II composite restorations. *Dent Mater*, 13: 192-7, 1997
336. TIELEMANS M, COMPERE P, GEERTS SO, LAMY M, LIMME M, DE MOOR RJ, DELME KI, BERTRAND MF, ROMPEN E, NAMMOUR S. *Lasers Med Sci*, 24: 1-5, 2009
337. TJAN AH, BERGH BH, LIDNER C. Effect of various incremental techniques on the marginal adaptation of Class II composite resin restorations. *J Prosthet Dent*, 67: 62-6, 1992
338. TOLEDANO M, OSORIO E, OSORIO R, GARCIA- GODOY F. Microleakage and SEM interfacial micromorphology of amalgam restorations using three adhesives system. *Journal of Dentistry*, 28: 423- 8, 2000

339. TOLEDANO M, OSORIO E, OSORIO R, GARCIA-GODOY F. Microleakage of Class V resin- modified glass ionomer and compomer restorations. *J Prosthet Dent*, 81: 610-5,1999
340. TUNG FF, ESTAFAN D, SCHERER W. Microleakage of a condensable resin composite: an in vitro investigation. *Quintessence Int*, 31: 430-4, 2000
341. TURKUN LS, AKTENER BO. Twenty- four- month clinical evaluation of different posterior composite resin materials. *J Am Dent Assoc*, 2: 196-203, 2001
342. TYAS MJ. Three year clinical evaluation of a polyacid- modified resin composite. *Oper Dent*, 3: 152- 4, 2000
343. TYAS MJ. Dental material science. The maintenance of standarts. *J Oral Rehabil*, 18: 105-10, 1992
344. UNO S, FINGER WJ. Function of the hybrid zone as a stress-absorbing layer in resin-dentin bonding. *Quintessence Int*, 26: 733-8, 1995
345. UNTERBRINK GL, MUESSNER R. Influence of light intensity on two restorative systems. *J Dent*, 23: 183-9,1995
346. UNTERBRINK GL, LIEBENBERG WH. Flowable resin composites as 'filled adhesives': literature review and clinical recommendations. *Quintessence Int*, 30 : 249-57, 1999
347. VAIKUNTAM J. Resin- modified glass ionomer cement (RM GICs): implications for use in pediatric dentistry. *J Dent Child*, 131-134, 1997
348. VALLITTU PK, MIETTINEN V, ALAKUIJALA P. Residual monomer content and its release into water from denture base materials. *Dent Mater*, 11: 338-42, 1995
349. VAN DIJKEN JW, KIERI C, CARLEN M. Longevity of extensive Class II open-sandwich restorations with a resin-modified glass-ionomer cement. *J Dent Res*, 7: 1319-25, 1999
350. VAN DIJKEN JW. 3-year clinical evaluation of a compomer, a resin-modified glass ionomer and a resin composite in Class III restorations. *Am J Dent*, 5: 195-8, 1996
351. VAN MEERBECK B, LAMBRECHTS P, VAN HERLE G. Facteurs cliniques influençant la réussite de l'adhésion à l'émail et à la dentine. *Réal Clin*, 10: 175-95, 1999
352. VAUBERT VM, MOON PC, LOVE BJ. Extractable free monomers from self-cured dental sealants resulting from dispensing errors. *J Biomed Mater Res App Biomat*, 48: 5-10, 1999
353. VENHOVEN BAM, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. *Biomaterials*, 2313-18, 1996
354. VENZ S, DICKENS B. NIR-spectroscopic investigation of water sorption characteristics of dental resins and composites. *J Biomed Mater Res*, 25: 1231-48, 1991
355. WASSEL RW, WALLS AWG, MAC CABE JF. Direct composite inlays versus conventionnal composite restorations : 3-year clinical results. *Br Dent J*, 179: 343-9, 1995
356. WATAHA JC, HANKS CT, STRAWN SE, FAT JC. Cytotoxicity of components of resins and other dental restorative materials. *J Oral Rehabil*, 21: 453-62, 1994
357. WATANABE LG, MARSHALL GW, MARSHALL SJ. Dentin shear strength: effect of tubule orientation and intratooth location. *Dent Mater*, 12: 199-15, 1996.
358. WATTS A, PATTERSON RC. Bacterial contamination as a factor influencing the toxicity of the materials to the exposed dental pulp. *Oral Med Oral Surg Oral Patho*, 64: 466-74, 1987
359. WATTS DC. Reaction kinetics and mechanics in photopolymerized networks. *Dent Mater*, 21: 27-35, 2005
360. WATTS DC, CASH AJ. Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light- cured materials: methods development. *Dent Mater*, 7: 281-7, 1991
361. WATTS DC, AL HINDI A. Intrinsic soft- start polymerisation shrinkage- kinetics in an acrylate- based resin- composite. *Dent Mater*, 15: 39-45, 1999
362. WATTS DC, KISUMBI BK, TOWORFE GK. Dimensional changes of resin/ionomer restoratives in aqueous and neutral media. *Dent Mater*, 16: 89-96, 2000
363. WATTS DC, MAROUF AS. Optimal specimen geometry in bonded-disk shrinkage-strain measurements on light- cured biomaterials. *Dent Mater*, 16: 447-51, 2000
364. WATTS DC, SATTERWAITHE JD. Axial shrinkage stress depends upon both C-factor and composite mass. *Dent Mater*, 24: 1-8, 2008

365. WELBURY RR, WALLS AW, MURRAY JJ. The management of occlusal caries in permanent in permanent molars. A 5-year clinical trial comparing a minimal composite with an amalgam restoration. *Br Dent J*, 169: 361-66, 1990
366. WILDER AD, MAY KN, BAYNE SC. Seventeen- year clinical study of ultraviolet-cured posterior composite Class I and II restorations. *J Esthet Dent*, 11: 135-42, 1999
367. WILDER Jr AD, SWIFT Jr EJ, MAY Jr KN, THOMSON JY, McDOUGAL RA. Effect of finishing technique on microleakage and surface texture of resin modified glass ionomer restorative materials. *Journal of Dentistry*, 28: 367-73, 2000
368. WITZEL MF, BALLESTER RY, MEIRA JB, LIMA RG, BRAGA RR. Composite shrinkage stress as a function of specimen dimensions and compliance of the testing system. *Dent Mater*, 23: 204-10, 2007
369. YAMAZAKI PC, BEDRAN-RUSSO AK, PEREIRA PN, WSIFT EJ Jr. Microleakage evaluation of a new low-shrinkage composite restorative material. *Oper Dent*, 31: 670-6, 2006
370. YAP A, LEE CM. Water sorption and solubility of resin- modified polyalkeonate cements. *J Oral Rehabil*, 24: 310-4, 1997
371. YAP AUJ. Effect of storage, thermal and load cycling on a new reinforced glass-ionomer cement. *J Oral Rehabil*, 25: 40-4, 1998
372. YAP AUJ, LEE HK, SABAPATHY R. Release of methacrylic acid from dental composites. *Dent Mater*, 16: 172-9, 2000a
373. YAP AUJ, WANG HB, SIOW KS, GAN LM. Polymerization shrinkage of visible- light-cured composites. *Oper Dent*, 25: 98-103, 2000b
374. YAP AUJ, NG SC, SIOW KS. Soft-start polymerization: influence of effectiveness of cure and post-gel shrinkage. *Oper Dent*, 26: 260-6, 2001
375. YIP HK, LAM WTC, SMALES RJ. Fluoride release, weight loss and erosive wear of modern aesthetic restoratives. *British Dent J*, 187: 265- 70, 1999
376. YIP HK, SMALES RJ. Fluoride release from a polyacid- modified resin composite and 3 resin-modified glass-ionomer materials. *Quintessence Int*, 31: 261-6, 2000
377. YOUNGSON CC, GREY NJA, GLYN JONES J, REDFERN E. *In vitro* microleakage associated with posterior composite restorations used with different base/bonding system combinations. *Dent Mater*, 7: 240-6, 1991
378. YOSHIYAMA M, SANO H, EBISU S, TAGAMI J, CIUCCHI B, CARVAHLO RM, JOHNSO MH, PASHLEY DH. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. *J Dent Res*, 75: 1404-13, 1996
379. ZHANG Y, XU J. Effect of immersion in various media on the sorption, solubility, elution of unreacted monomers, and flexural properties of two model dental composite compositions. *J Mater Sci Mater Med*, 6: 2477-83, 2008

Annexe : éléments statistiques

Éléments statistiques de l'étude de l'étanchéité à l'interface

The ANOVA Procedure

Informations sur le niveau de classe		
Classe	Niveaux	Valeurs
matériau	3	ADM FLO P60
mode	3	C20 C40 E20
face	2	L V
interface	2	cément émail

Number of Observations Read	720
Number of Observations Used	720

The ANOVA Procedure

Dependent Variable: Score_

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Model	14	809.319444	57.808532	121.06	<.0001
Error	705	336.658333	0.477530		
Corrected Total	719	1145.977778			

R-carré	Coeff Var	Racine MSE	Score_ Moyenne
0.706226	45.89901	0.691035	1.505556

Source	DF	Anova SS	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
matériau	2	7.0777778	3.5388889	7.41	0.0007
mode	2	6.8861111	3.4430556	7.21	0.0008
face	1	0.2722222	0.2722222	0.57	0.4505
interface	1	764.6722222	764.6722222	1601.31	<.0001
matériau*mode	4	12.3138889	3.0784722	6.45	<.0001
mode*interface	2	0.3527778	0.1763889	0.37	0.6913
matériau*interface	2	17.7444444	8.8722222	18.58	<.0001

The ANOVA Procedure

Tests t de Bonferroni (Dunn) pour Score_

Ce test contrôle le taux d'erreur par comparaison de type I, mais il a généralement un taux d'erreur de type II supérieur à REGWQ.

Alpha	0.05
Erreur Degrés de Liberté	705
Erreur du Carré Moyen	0.47753
Valeur critique de t	2.39971
Différence significative minimale	0.1514

Les moyennes avec la même lettre ne sont pas très différentes.				
Bon Groupement		Moyenne	Nb	matériau
	A	1.63333	240	ADM
	A			
B	A	1.49167	240	P60
B				
B		1.39167	240	FLO

The ANOVA Procedure

Tests t de Bonferroni (Dunn) pour Score_

The ANOVA Procedure

Tests t de Bonferroni (Dunn) pour Score_

Note: Ce test contrôle le taux d'erreur par comparaison de type I,
mais il a généralement un taux d'erreur de type II supérieur à REGWQ.

Alpha	0.05
Erreur Degrés de Liberté	705
Erreur du Carré Moyen	0.47753
Valeur critique de t	2.39971
Différence significative minimale	0.1514

Les moyennes avec la même lettre ne sont pas très différentes.				
Bon Groupement		Moyenne	Nb	mode
	A	1.63333	240	E20
	A			
B	A	1.48750	240	C40
B				
B		1.39583	240	C20

The ANOVA Procedure

Tests t de Bonferroni (Dunn) pour Score_

Note: Ce test contrôle le taux d'erreur par comparaison de type I,
mais il a généralement un taux d'erreur de type II supérieur à REGWQ.

Alpha	0.05
Erreur Degrés de Liberté	705
Erreur du Carré Moyen	0.47753
Valeur critique de t	1.96333
Différence significative minimale	0.1011

Les moyennes avec la même lettre ne sont pas très différentes.			
Bon Groupement	Moyenne	Nb	face
A	1.52500	360	V
A			
A	1.48611	360	L

The ANOVA Procedure

Tests t de Bonferroni (Dunn) pour Score_

Note: Ce test contrôle le taux d'erreur par comparaison de type I,
mais il a généralement un taux d'erreur de type II supérieur à REGWQ.

Alpha	0.05
Erreur Degrés de Liberté	705
Erreur du Carré Moyen	0.47753
Valeur critique de t	1.96333
Différence significative minimale	0.1011

Les moyennes avec la même lettre ne sont pas très différentes.			
Bon Groupement	Moyenne	Nb	interf ace
A	2.53611	360	cément
B	0.47500	360	email

The ANOVA Procedure

Niveau de matériau	Niveau de mode	Nb	Score_	
			Moyenne	Écart-type
ADM	C20	80	1.46250000	1.16861651
ADM	C40	80	1.65000000	1.10350420
ADM	E20	80	1.78750000	1.14398537
FLO	C20	80	1.50000000	1.41421356
FLO	C40	80	1.36250000	1.37098089
FLO	E20	80	1.31250000	1.40157010
P60	C20	80	1.22500000	1.22189933
P60	C40	80	1.45000000	1.29164795
P60	E20	80	1.80000000	1.12957929

Niveau de matériau	Niveau de interface	Nb	Score_	
			Moyenne	Écart-type
ADM	cément	120	2.52500000	0.81953563
ADM	émail	120	0.74166667	0.58691378
FLO	cément	120	2.64166667	0.76472474
FLO	émail	120	0.14166667	0.39526256
P60	cément	120	2.44166667	0.90559265
P60	émail	120	0.54166667	0.64685189

The Multtest Procedure

matériau=ADM interface=cément

Informations sur le modèle		Coefficients de contraste			
Test for continuous variables	Mean t-test	Contraste	mode		
Tails for continuous tests	Two-tailed		C20	C40	E20
Strata weights	None	C20 C40	1	-1	0
P-value adjustment	Bonferroni	C40 E20	0	1	-1
		E20 C20	1	0	-1

Tabulations de variable continue				
Variable	mode	NumObs	Moyenne	Écart-type
Score_	C20	40	2.2750	1.0124
Score_	C40	40	2.5000	0.8473
Score_	E20	40	2.8000	0.4051

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
Score_	C20 C40	0.2094	0.6283
Score_	C40 E20	0.0951	0.2853
Score_	E20 C20	0.0039	0.0117

The Multtest Procedure

matériau=ADM interface=email

Informations sur le modèle	
Test for continuous variables	Mean t-test
Tails for continuous tests	Two-tailed
Strata weights	None
P-value adjustment	Bonferroni

Coefficients de contraste			
Contraste	mode		
	C20	C40	E20
C20 C40	1	-1	0
C40 E20	0	1	-1
E20 C20	1	0	-1

Tabulations de variable continue				
Variable	mode	NumObs	Moyenne	Écart-type
Score_	C20	40	0.6500	0.6222
Score_	C40	40	0.8000	0.5164
Score_	E20	40	0.7750	0.6197

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
Score_	C20 C40	0.2564	0.7692
Score_	C40 E20	0.8496	1.0000
Score_	E20 C20	0.3438	1.0000

The Multtest Procedure

matériau=FLO interface=cément

Informations sur le modèle	
Test for continuous variables	Mean t-test
Tails for continuous tests	Two-tailed
Strata weights	None
P-value adjustment	Bonferroni

Coefficients de contraste			
Contraste	mode		
	C20	C40	E20
C20 C40	1	-1	0
C40 E20	0	1	-1
E20 C20	1	0	-1

Tabulations de variable continue				
Variable	mode	NumObs	Moyenne	Écart-type
Score_	C20	40	2.8500	0.3616
Score_	C40	40	2.5000	0.9608
Score_	E20	40	2.5750	0.8130

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
Score_	C20 C40	0.0406	0.1219
Score_	C40 E20	0.6581	1.0000
Score_	E20 C20	0.1065	0.3195

The Multtest Procedure

matériau=FLO interface=email

Informations sur le modèle	
Test for continuous variables	Mean t-test
Tails for continuous tests	Two-tailed
Strata weights	None
P-value adjustment	Bonferroni

Coefficients de contraste			
Contraste	mode		
	C20	C40	E20
C20 C40	1	-1	0
C40 E20	0	1	-1
E20 C20	1	0	-1

Tabulations de variable continue				
Variable	mode	NumObs	Moyenne	Écart-type
Score_	C20	40	0.1500	0.4267
Score_	C40	40	0.2250	0.4797
Score_	E20	40	0.0500	0.2207

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
Score_	C20 C40	0.3939	1.0000
Score_	C40 E20	0.0482	0.1445
Score_	E20 C20	0.2562	0.7686

The Multtest Procedure

matériau=P60 interface=cément

Informations sur le modèle		Coefficients de contraste			
Test for continuous variables	Mean t-test	Contraste	mode		
Tails for continuous tests	Two-tailed		C20	C40	E20
Strata weights	None	C20 C40	1	-1	0
P-value adjustment	Bonferroni	C40 E20	0	1	-1
		E20 C20	1	0	-1

Tabulations de variable continue				
Variable	mode	NumObs	Moyenne	Écart-type
Score_	C20	40	2.0750	1.0225
Score_	C40	40	2.5500	0.8149
Score_	E20	40	2.7000	0.7579

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
Score_	C20 C40	0.0164	0.0493
Score_	C40 E20	0.4436	1.0000
Score_	E20 C20	0.0018	0.0053

The Multtest Procedure

matériau=P60 interface=email

Informations sur le modèle		Coefficients de contraste			
Test for continuous variables	Mean t-test	mode			
Tails for continuous tests	Two-tailed	Contraste	C20	C40	E20
Strata weights	None	C20 C40	1	-1	0
P-value adjustment	Bonferroni	C40 E20	0	1	-1
		E20 C20	1	0	-1

Tabulations de variable continue				
Variable	mode	NumObs	Moyenne	Écart-type
Score_	C20	40	0.3750	0.7048
Score_	C40	40	0.3500	0.4830
Score_	E20	40	0.9000	0.5905

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
Score_	C20 C40	0.8524	1.0000
Score_	C40 E20	<.0001	0.0002
Score_	E20 C20	0.0002	0.0005

**Éléments statistiques de l'étude de
la contraction de polymérisation,
des contraintes de polymérisation et
du taux de conversion des
monomères**

Comparaison Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux et Photopolymérisation

The ANOVA Procedure

Class Level Information		
Class	Levels	Values
Matériaux	3	Adm Flo P60
Photopoly mérisation	3	C20 C40 E20

Number of observations	27
------------------------	----

Comparaison Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux et Photopolymérisation

The ANOVA Procedure

Dependent Variable: Contraction

Source		DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model		4	20.18612593	5.04653148	1856.12	<.0001
Error		22	0.05981481	0.00271886		
Corrected Total		26	20.24594074			
0.997046	1.861252	0.052143	2.801481			

Source	DF	Anova SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Matériaux	2	20.01720741	10.00860370	3681.18	<.0001
Photopoly mérisation	2	0.16891852	0.08445926	31.06	<.0001

Comparaison Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux et Photopolymérisation

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	0.002719

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0509764	0.0617472

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Matériaux
A	3.92444	9	Flo
B	2.64778	9	Adm
C	1.83222	9	P60

Comparaison Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux et Photopolymérisation

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	0.002719

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0509764	0.0617472

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Photopolymérisation
A	2.91333	9	E20
B	2.74667	9	C20
B			
B	2.74444	9	C40

Comparaison Conversion , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux et Photopolymérisation

The ANOVA Procedure

Class Level Information		
Class	Levels	Values
Matériaux	3	Adm Flo P60
Photopoly	3	C20 C40 E20
Number of observations		27

Comparaison Conversion , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux et Photopolymérisation

The ANOVA Procedure

Dependent Variable: Conversion

Source	DF	Sum of Squares
Model	4	130.0259259
Error	22	310.9103704
Corrected Total	26	440.9362963

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Conversion Mean
0.294886	6.484854	3.759294	57.97037

Source	DF	Anova SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Matériaux	2	120.6785185	60.3392593	4.27	0.0271
Photopoly mérisation	2	9.3474074	4.6737037	0.33	0.7219

Comparaison Conversion , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux et Photopolymérisation

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Conversion

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	14.13229

Number of Means	2	3
Critical Range	3.6752141	4.4517484

Means with the same letter are not significantly different.				
SNK Grouping		Mean	N	Matériaux
	A	60.689	9	Flo
	A			
B	A	57.689	9	Adm
B				
B		55.533	9	P60

Comparaison Conversion , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux et Photopolymérisation

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Conversion

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	14.13229

Number of Means	2	3
Critical Range	3.6752141	4.4517484

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Photopoly mérisatio n
A	58.800	9	E20
A			
A	57.611	9	C40
A			
A	57.500	9	C20

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 3 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation et Temps

The ANOVA Procedure

Class Level Information		
Class	Levels	Values
Matériaux	3	Adm Flo P60
Photopoly mérisation	3	C20 C40 E20
Temps	5	0-3s 10-20s 20-40s 3-10s 40-60s

Number of observations	135
------------------------	-----

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 3 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation et Temps

The ANOVA Procedure

Dependent Variable: Contraction

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	8	0.94178142	0.11772268	57.32	<.0001
Error	126	0.25877824	0.00205380		
Corrected Total	134	1.20055966			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Contraction Mean
0.784452	51.77760	0.045319	0.087526

Source	DF	Anova SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Matériaux	2	0.05583686	0.02791843	13.59	<.0001
Photopolymérisation	2	0.00480624	0.00240312	1.17	0.3137
Temps	4	0.88113833	0.22028458	107.26	<.0001

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 3 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation et Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	126
Error Mean Square	0.002054

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0189072	0.0226599

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Matériaux
A	0.111156	45	Flo
B	0.089911	45	Adm
C	0.061511	45	P60

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 3 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation et Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	126
Error Mean Square	0.002054

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0189072	0.0226599

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Photopolymérisation
A	0.091867	45	C40
A			
A	0.091622	45	C20
A			
A	0.079089	45	E20

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 3 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation et Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	126
Error Mean Square	0.002054

Number of Means	2	3	4	5
Critical Range	0.0244091	0.0292539	0.0321141	0.0341372

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Temps
A	0.19900	27	0-3s
B	0.16852	27	3-10s
C	0.05237	27	10-20s
D	0.01330	27	20-40s
D			
D	0.00444	27	40-60s

*Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
Stratifiée sur le Temps*

The ANOVA Procedure

Temps=0-3s

Class Level Information		
Class	Levels	Values
Matériaux	3	Adm Flo P60
Photopoly mérisation	3	C20 C40 E20

Number of observations	27
------------------------	----

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
 Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Dependent Variable: Contraction

Temps=0-3s

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	4	0.14163156	0.03540789	71.63	<.0001
Error	22	0.01087444	0.00049429		
Corrected Total	26	0.15250600			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Contraction Mean
0.928695	11.17221	0.022233	0.199000

Source	DF	Anova SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Matériaux	2	0.03222200	0.01611100	32.59	<.0001
Photopoly mérisation	2	0.10940956	0.05470478	110.67	<.0001

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=0-3s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	0.000494

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0217354	0.0263279

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Matériaux
A	0.24733	9	Adm
B	0.18100	9	Flo
B			
B	0.16867	9	P60

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
 Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=0-3s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	0.000494

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0217354	0.0263279

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Photopolymérisation
A	0.24822	9	C40
A			
A	0.23967	9	C20
B	0.10911	9	E20

*Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
Stratifiée sur le Temps*

The ANOVA Procedure

Temps=10-20s

Class Level Information		
Class	Levels	Values
Matériaux	3	Adm Flo P60
Photopoly mérisation	3	C20 C40 E20

Number of observations	27
------------------------	----

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Dependent Variable: Contraction

Temps=10-20s

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	4	0.01850770	0.00462693	198.58	<.0001
Error	22	0.00051259	0.00002330		
Corrected Total	26	0.01902030			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Contraction Mean
0.973050	9.216991	0.004827	0.052370

Source	DF	Anova SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Matériaux	2	0.01723830	0.00861915	369.93	<.0001
Photopoly mérisation	2	0.00126941	0.00063470	27.24	<.0001

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=10-20s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	0.000023

Number of Means	2	3
Critical Range	0.004719	0.0057161

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Matériaux
A	0.087222	9	Flo
B	0.041778	9	Adm
C	0.028111	9	P60

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=10-20s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	0.000023

Number of Means	2	3
Critical Range	0.004719	0.0057161

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Photopolymérisation
A	0.061667	9	E20
B	0.050111	9	C20
C	0.045333	9	C40

*Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
Stratifiée sur le Temps*

The ANOVA Procedure

Temps=20-40s

Class Level Information		
Class	Levels	Values
Matériaux	3	Adm Flo P60
Photopoly mérisation	3	C20 C40 E20

Number of observations	27
------------------------	----

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Dependent Variable: Contraction

Temps=20-40s

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	4	0.00063659	0.00015915	77.74	<.0001
Error	22	0.00004504	0.00000205		
Corrected Total	26	0.00068163			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Contraction Mean
0.933927	10.76076	0.001431	0.013296

Source	DF	Anova SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Matériaux	2	0.00060496	0.00030248	147.76	<.0001
Photopoly mérisation	2	0.00003163	0.00001581	7.73	0.0029

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=20-40s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	2.047E-6

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0013988	0.0016943

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Matériaux
A	0.0195556	9	Flo
B	0.0122222	9	Adm
C	0.0081111	9	P60

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
 Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=20-40s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	2.047E-6

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0013988	0.0016943

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Photopolymérisation
A	0.0142222	9	E20
A			
A	0.0138889	9	C40
B	0.0117778	9	C20

*Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
Stratifiée sur le Temps*

The ANOVA Procedure

Temps=3-10s

Class Level Information		
Class	Levels	Values
Matériaux	3	Adm Flo P60
Photopoly mérisation	3	C20 C40 E20

Number of observations	27
------------------------	----

*Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
Stratifiée sur le Temps*

The ANOVA Procedure

Dependent Variable: Contraction

Temps=3-10s

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	4	0.14623859	0.03655965	868.45	<.0001
Error	22	0.00092615	0.00004210		
Corrected Total	26	0.14716474			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Contraction Mean
0.993707	3.850182	0.006488	0.168519

Source	DF	Anova SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Matériaux	2	0.12709874	0.06354937	1509.57	<.0001
Photopoly mérisation	2	0.01913985	0.00956993	227.33	<.0001

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=3-10s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	0.000042

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0063432	0.0076834

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Matériaux
A	0.262111	9	Flo
B	0.143889	9	Adm
C	0.099556	9	P60

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=3-10s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	0.000042

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0063432	0.0076834

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Photopolymérisation
A	0.206000	9	E20
B	0.152889	9	C20
B			
B	0.146667	9	C40

*Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
Stratifiée sur le Temps*

The ANOVA Procedure

Temps=40-60s

Class Level Information		
Class	Levels	Values
Matériaux	3	Adm Flo P60
Photopoly mérisation	3	C20 C40 E20

Number of observations	27
------------------------	----

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Dependent Variable: Contraction

Temps=40-60s

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F
Model	4	0.00004578	0.00001144	87.15	<.0001
Error	22	0.00000289	0.00000013		
Corrected Total	26	0.00004867			

R-Square	Coeff Var	Root MSE	Contraction Mean
0.940639	8.153360	0.000362	0.004444

Source	DF	Anova SS	Mean Square	F Value	Pr > F
Matériaux	2	0.00003489	0.00001744	132.85	<.0001
Photopoly mérisation	2	0.00001089	0.00000544	41.46	<.0001

Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ; Stratifiée sur le Temps

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=40-60s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	1.313E-7

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0003543	0.0004291

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Matériaux
A	0.0058889	9	Flo
B	0.0043333	9	Adm
C	0.0031111	9	P60

**Comparaison Vitesse de Contraction , ANOVA à 2 Facteurs : Matériaux, Photopolymérisation ;
Stratifiée sur le Temps**

The ANOVA Procedure

Student-Newman-Keuls Test for Contraction

Temps=40-60s

NOTE: This test controls the Type I experimentwise error rate under the complete null hypothesis
 but not under partial null hypotheses.

Alpha	0.05
Error Degrees of Freedom	22
Error Mean Square	1.313E-7

Number of Means	2	3
Critical Range	0.0003543	0.0004291

Means with the same letter are not significantly different.			
SNK Grouping	Mean	N	Photopolymérisation
A	0.0052222	9	C40
B	0.0044444	9	E20
C	0.0036667	9	C20

The NPAR1WAY Procedure

temps=180

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable matériau		
matériau	Nb	Moyenne
ADM	15	0.855600
FLO	15	1.169133
P60	15	0.637000

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	2.146275	1.073137	108.2007	<.0001
Within	42	0.416557	0.009918		

The NPAR1WAY Procedure

temps=180

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable matériau					
matériau	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
ADM	15	345.0	345.0	41.533119	23.000000
FLO	15	568.0	345.0	41.533119	37.866667
P60	15	122.0	345.0	41.533119	8.133333

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	38.4379
DF	2
Pr > Chi-Square	<.0001

The NPAR1WAY Procedure

temps=540

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable matériau		
matériau	Nb	Moyenne
ADM	25	0.939960
FLO	25	1.197440
P60	25	0.742440

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	2.602793	1.301396	22.3360	<.0001
Within	72	4.195041	0.058264		
Les scores moyens ont été utilisés pour les liens.					

The NPAR1WAY Procedure

temps=540

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable matériau					
matériau	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
ADM	25	945.50	950.0	88.965526	37.820
FLO	25	1361.50	950.0	88.965526	54.460
P60	25	543.00	950.0	88.965526	21.720
Les scores moyens ont été utilisés pour les liens.					

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	28.2171
DF	2
Pr > Chi-Square	<.0001

The Multtest Procedure

temps=180

Informations sur le modèle	
Test for continuous variables	Mean t-test
Tails for continuous tests	Two-tailed
Strata weights	None
P-value adjustment	Bonferroni

Coefficients de contraste			
Contraste	matériau		
	ADM	FLO	P60
ADM P60	-1	0	1
P60 FLO	0	1	-1
ADM FLO	1	-1	0

Tabulations de variable continue				
Variable	matériau	NumObs	Moyenne	Écart-type
contrainte	ADM	15	0.8556	0.0861
contrainte	FLO	15	1.1691	0.1444
contrainte	P60	15	0.6370	0.0387

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
contrainte	ADM P60	<.0001	<.0001
contrainte	P60 FLO	<.0001	<.0001
contrainte	ADM FLO	<.0001	<.0001

The Multtest Procedure

temps=540

Informations sur le modèle		Coefficients de contraste			
Test for continuous variables	Mean t-test	Contraste	matériau		
Tails for continuous tests	Two-tailed		ADM	FLO	P60
Strata weights	None	ADM P60	-1	0	1
P-value adjustment	Bonferroni	P60 FLO	0	1	-1
		ADM FLO	1	-1	0

Tabulations de variable continue				
Variable	matériau	NumObs	Moyenne	Écart-type
contrainte	ADM	25	0.9400	0.2055
contrainte	FLO	25	1.1974	0.3288
contrainte	P60	25	0.7424	0.1565

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
contrainte	ADM P60	0.0050	0.0151
contrainte	P60 FLO	<.0001	<.0001
contrainte	ADM FLO	0.0003	0.0010

The NPAR1WAY Procedure

temps=180 matériau=ADM

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable mode		
mode	Nb	Moyenne
E20	5	0.79700
C20	5	0.84620
C40	5	0.92360

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	0.040732	0.020366	3.8825	0.0501
Within	12	0.062946	0.005245		

The NPAR1WAY Procedure

temps=180 matériau=ADM

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable mode					
mode	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
E20	5	24.0	40.0	8.164966	4.80
C20	5	39.0	40.0	8.164966	7.80
C40	5	57.0	40.0	8.164966	11.40

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	5.4600
DF	2
Pr > Chi-Square	0.0652

The NPAR1WAY Procedure

temps=180 matériau=FLO

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable mode		
mode	Nb	Moyenne
E20	5	1.19600
C20	5	1.10900
C40	5	1.20240

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	0.027223	0.013611	0.6171	0.5558
Within	12	0.264675	0.022056		

The NPAR1WAY Procedure

temps=180 matériau=FLO

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable mode					
mode	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
E20	5	44.0	40.0	8.164966	8.80
C20	5	30.0	40.0	8.164966	6.00
C40	5	46.0	40.0	8.164966	9.20

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	1.5200
DF	2
Pr > Chi-Square	0.4677

The NPAR1WAY Procedure

temps=180 matériau=P60

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable mode		
mode	Nb	Moyenne
E20	5	0.63740
C20	5	0.65700
C40	5	0.61660

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	0.004082	0.002041	1.4491	0.2731
Within	12	0.016900	0.001408		

The NPAR1WAY Procedure

temps=180 matériau=P60

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable mode					
mode	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
E20	5	43.0	40.0	8.164966	8.60
C20	5	50.0	40.0	8.164966	10.00
C40	5	27.0	40.0	8.164966	5.40

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	2.7800
DF	2
Pr > Chi-Square	0.2491

The NPAR1WAY Procedure

temps=540 matériau=ADM

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable mode		
mode	Nb	Moyenne
E20	5	0.99880
C20	5	1.01600
C40	5	1.09580

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	0.026788	0.013394	1.3856	0.2875
Within	12	0.115996	0.009666		

The NPAR1WAY Procedure

temps=540 matériau=ADM

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable mode					
mode	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
E20	5	31.0	40.0	8.164966	6.20
C20	5	36.0	40.0	8.164966	7.20
C40	5	53.0	40.0	8.164966	10.60

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	2.6600
DF	2
Pr > Chi-Square	0.2645

The NPAR1WAY Procedure

temps=540 matériau=FLO

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable mode		
mode	Nb	Moyenne
E20	5	1.36160
C20	5	1.31300
C40	5	1.39620

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	0.017469	0.008734	0.3652	0.7015
Within	12	0.287030	0.023919		

The NPAR1WAY Procedure

temps=540 matériau=FLO

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable mode					
mode	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
E20	5	41.0	40.0	8.164966	8.20
C20	5	33.0	40.0	8.164966	6.60
C40	5	46.0	40.0	8.164966	9.20

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	0.8600
DF	2
Pr > Chi-Square	0.6505

The NPAR1WAY Procedure

temps=540 matériau=P60

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable mode		
mode	Nb	Moyenne
E20	5	0.78060
C20	5	0.84460
C40	5	0.76720

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	0.017111	0.008555	1.5000	0.2621
Within	12	0.068443	0.005704		

The NPAR1WAY Procedure

temps=540 matériau=P60

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable mode					
mode	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
E20	5	38.0	40.0	8.164966	7.60
C20	5	50.0	40.0	8.164966	10.00
C40	5	32.0	40.0	8.164966	6.40

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	1.6800
DF	2
Pr > Chi-Square	0.4317

The NPAR1WAY Procedure

épaisseur=.

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable matériau		
matériau	Nb	Moyenne
ADM	30	0.946233
FLO	30	1.263033
P60	30	0.717233

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	4.507009	2.253504	118.5722	<.0001
Within	87	1.653464	0.019005		
Les scores moyens ont été utilisés pour les liens.					

The NPAR1WAY Procedure

épaisseur=.

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable matériau					
matériau	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
ADM	30	1347.00	1365.0	116.831772	44.900
FLO	30	2203.50	1365.0	116.831772	73.450
P60	30	544.50	1365.0	116.831772	18.150
Les scores moyens ont été utilisés pour les liens.					

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	67.2362
DF	2
Pr > Chi-Square	<.0001

The NPAR1WAY Procedure

épaisseur=1.16

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable matériau		
matériau	Nb	Moyenne
ADM	5	1.01600
FLO	5	1.31300
P60	5	0.84460

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	0.561643	0.280821	25.1228	<.0001
Within	12	0.134135	0.011178		

The NPAR1WAY Procedure

épaisseur=1.16

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable matériau					
matériau	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
ADM	5	38.0	40.0	8.164966	7.60
FLO	5	65.0	40.0	8.164966	13.00
P60	5	17.0	40.0	8.164966	3.40

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	11.5800
DF	2
Pr > Chi-Square	0.0031

The NPAR1WAY Procedure

épaisseur=2.32

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable matériau		
matériau	Nb	Moyenne
ADM	5	0.57320
FLO	5	0.60340
P60	5	0.47520

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	0.044919	0.022459	14.7413	0.0006
Within	12	0.018283	0.001524		
Les scores moyens ont été utilisés pour les liens.					

The NPAR1WAY Procedure

épaisseur=2.32

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable matériau					
matériau	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
ADM	5	47.50	40.0	8.157672	9.50
FLO	5	57.50	40.0	8.157672	11.50
P60	5	15.00	40.0	8.157672	3.00
Les scores moyens ont été utilisés pour les liens.					

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	9.8927
DF	2
Pr > Chi-Square	0.0071

The Multtest Procedure

épaisseur=1.16

Informations sur le modèle		Coefficients de contraste			
Test for continuous variables	Mean t-test	Contraste	matériau		
Tails for continuous tests	Two-tailed		ADM	FLO	P60
Strata weights	None	ADM P60	-1	0	1
P-value adjustment	Bonferroni	P60 FLO	0	1	-1
		ADM FLO	1	-1	0

Tabulations de variable continue				
Variable	matériau	NumObs	Moyenne	Écart-type
contrainte	ADM	5	1.0160	0.0801
contrainte	FLO	5	1.3130	0.1289
contrainte	P60	5	0.8446	0.1025

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
contrainte	ADM P60	0.0248	0.0745
contrainte	P60 FLO	<.0001	<.0001
contrainte	ADM FLO	0.0008	0.0024

The Multtest Procedure

épaisseur=2.32

Informations sur le modèle	
Test for continuous variables	Mean t-test
Tails for continuous tests	Two-tailed
Strata weights	None
P-value adjustment	Bonferroni

Coefficients de contraste			
Contraste	matériau		
	ADM	FLO	P60
ADM P60	-1	0	1
P60 FLO	0	1	-1
ADM FLO	1	-1	0

Tabulations de variable continue				
Variable	matériau	NumObs	Moyenne	Écart-type
contrainte	ADM	5	0.5732	0.0251
contrainte	FLO	5	0.6034	0.0504
contrainte	P60	5	0.4752	0.0374

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
contrainte	ADM P60	0.0019	0.0056
contrainte	P60 FLO	0.0002	0.0007
contrainte	ADM FLO	0.2447	0.7340

The NPAR1WAY Procedure

matériau=ADM

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable épaisseur		
épaisseur	Nb	Moyenne
1.16	5	1.01600
2.32	5	0.57320

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	1	0.490180	0.490180	139.2318	<.0001
Within	8	0.028165	0.003521		

The NPAR1WAY Procedure

matériau=ADM

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable épaisseur					
épaisseur	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
1.16	5	40.0	27.50	4.787136	8.0
2.32	5	15.0	27.50	4.787136	3.0

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	6.8182
DF	1
Pr > Chi-Square	0.0090

Wilcoxon Two-Sample Test	
Statistic	40.0000
Normal Approximation	
Z	2.5067
One-Sided Pr > Z	0.0061
Two-Sided Pr > Z	0.0122
t Approximation	
One-Sided Pr > Z	0.0167
Two-Sided Pr > Z	0.0335
Z includes a continuity correction of 0.5.	

The NPAR1WAY Procedure

matériau=FLO

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable épaisseur		
épaisseur	Nb	Moyenne
1.16	5	1.31300
2.32	5	0.60340

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	1	1.258830	1.258830	131.4307	<.0001
Within	8	0.076623	0.009578		

The NPAR1WAY Procedure

matériau=FLO

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable épaisseur					
épaisseur	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
1.16	5	40.0	27.50	4.787136	8.0
2.32	5	15.0	27.50	4.787136	3.0

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	6.8182
DF	1
Pr > Chi-Square	0.0090

Wilcoxon Two-Sample Test	
Statistic	40.0000
Normal Approximation	
Z	2.5067
One-Sided Pr > Z	0.0061
Two-Sided Pr > Z	0.0122
t Approximation	
One-Sided Pr > Z	0.0167
Two-Sided Pr > Z	0.0335
Z includes a continuity correction of 0.5.	

The NPAR1WAY Procedure

matériau=P60

Analyse de la variance pour la variable contrainte Classée par variable épaisseur		
épaisseur	Nb	Moyenne
1.16	5	0.84460
2.32	5	0.47520

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	1	0.341141	0.341141	57.2985	<.0001
Within	8	0.047630	0.005954		

The NPAR1WAY Procedure

matériau=P60

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable contrainte Classée par variable épaisseur					
épaisseur	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
1.16	5	40.0	27.50	4.787136	8.0
2.32	5	15.0	27.50	4.787136	3.0

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	6.8182
DF	1
Pr > Chi-Square	0.0090

Wilcoxon Two-Sample Test	
Statistic	40.0000
Normal Approximation	
Z	2.5067
One-Sided Pr > Z	0.0061
Two-Sided Pr > Z	0.0122
t Approximation	
One-Sided Pr > Z	0.0167
Two-Sided Pr > Z	0.0335
Z includes a continuity correction of 0.5.	

Éléments statistiques de l'étude de l'absorption d'eau et de la solubilité

The NPAR1WAY Procedure

Type=A

Analyse de la variance pour la variable absorption Classée par variable matériau		
matériau	Nb	Moyenne
ADM BOND	5	106.220
SCO BOND	5	355.360

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	1	155176.8490	155176.8490	278.7942	<.0001
Within	8	4452.8000	556.6000		

The NPAR1WAY Procedure

Type=A

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable absorption Classée par variable matériau					
matériau	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
ADM BOND	5	15.0	27.50	4.787136	3.0
SCO BOND	5	40.0	27.50	4.787136	8.0

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	6.8182
DF	1
Pr > Chi-Square	0.0090

Wilcoxon Two-Sample Test	
Statistic	15.0000
Normal Approximation	
Z	-2.5067
One-Sided Pr < Z	0.0061
Two-Sided Pr > Z	0.0122
t Approximation	
One-Sided Pr < Z	0.0167
Two-Sided Pr > Z	0.0335
Z includes a continuity correction of 0.5.	

The NPAR1WAY Procedure

Type=R

Analyse de la variance pour la variable absorption Classée par variable matériau		
matériau	Nb	Moyenne
ADM	5	22.7440
P6 0	5	16.9540
FLO	5	22.2780

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	103.477053	51.738527	173.7300	<.0001
Within	12	3.573720	0.297810		

The NPAR1WAY Procedure

Type=R

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable absorption Classée par variable matériau					
matériau	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
ADM	5	61.0	40.0	8.164966	12.20
P6 0	5	15.0	40.0	8.164966	3.00
FLO	5	44.0	40.0	8.164966	8.80

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	10.8200
DF	2
Pr > Chi-Square	0.0045

The Multtest Procedure

Informations sur le modèle	
Test for continuous variables	Mean t-test
Tails for continuous tests	Two-tailed
Strata weights	None
P-value adjustment	Bonferroni

Coefficients de contraste			
Contraste	matériau		
	ADM	FLO	P6 0
ADM P60	-1	0	1
P60 FLO	0	1	-1
ADM FLO	1	-1	0

Tabulations de variable continue				
Variable	matériau	NumObs	Moyenne	Écart-type
absorption	ADM	5	22.7440	0.3177
absorption	FLO	5	22.2780	0.4048
absorption	P6 0	5	16.9540	0.7929

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
absorption	ADM P60	<.0001	<.0001
absorption	P60 FLO	<.0001	<.0001
absorption	ADM FLO	0.2019	0.6056

The NPAR1WAY Procedure

Type=A

Analyse de la variance pour la variable solubilité Classée par variable matériau		
matériau	Nb	Moyenne
ADM BOND	5	82.200
SCO BOND	5	133.620

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	1	6610.0410	6610.04100	22.3181	0.0015
Within	8	2369.3880	296.17350		

The NPAR1WAY Procedure

Type=A

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable solubilité Classée par variable matériau					
matériau	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
ADM BOND	5	15.0	27.50	4.787136	3.0
SCO BOND	5	40.0	27.50	4.787136	8.0

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	6.8182
DF	1
Pr > Chi-Square	0.0090

Wilcoxon Two-Sample Test	
Statistic	15.0000
Normal Approximation	
Z	-2.5067
One-Sided Pr < Z	0.0061
Two-Sided Pr > Z	0.0122
t Approximation	
One-Sided Pr < Z	0.0167
Two-Sided Pr > Z	0.0335
Z includes a continuity correction of 0.5.	

The NPAR1WAY Procedure

Type=R

Analyse de la variance pour la variable solubilité Classée par variable matériau		
matériau	Nb	Moyenne
ADM	5	3.8180
P6 0	5	2.6880
FLO	5	7.1380

Source	DF	Somme des carrés	Carré moyen	Valeur F	Pr > F
Among	2	53.503000	26.751500	34.4527	<.0001
Within	12	9.317640	0.776470		

The NPAR1WAY Procedure

Type=R

Wilcoxon Scores (Rank Sums) pour la variable solubilité Classée par variable matériau					
matériau	Nb	Somme des scores	Attendue sous H0	Écart-type sous H0	Score moyen
ADM	5	38.0	40.0	8.164966	7.60
P6 0	5	17.0	40.0	8.164966	3.40
FLO	5	65.0	40.0	8.164966	13.00

Kruskal-Wallis Test	
Chi-Square	11.5800
DF	2
Pr > Chi-Square	0.0031

The Multtest Procedure

Informations sur le modèle	
Test for continuous variables	Mean t-test
Tails for continuous tests	Two-tailed
Strata weights	None
P-value adjustment	Bonferroni

Coefficients de contraste			
Contraste	matériau		
	ADM	FLO	P6 0
ADM P60	-1	0	1
P60 FLO	0	1	-1
ADM FLO	1	-1	0

Tabulations de variable continue				
Variable	matériau	NumObs	Moyenne	Écart-type
solubilité	ADM	5	3.8180	0.6635
solubilité	FLO	5	7.1380	1.2271
solubilité	P6 0	5	2.6880	0.6191

p-valeurs			
Variable	Contraste	Brut	Bonferroni
solubilité	ADM P60	0.0654	0.1962
solubilité	P60 FLO	<.0001	<.0001
solubilité	ADM FLO	<.0001	0.0002