

UNIVERSITE DE NANTES

UNITE DE FORMATION ET DE RECHERCHE D'ODONTOLOGIE

Année : 2018

N° 3454

# **LA ZIRCONNE : SCHELLEMENT, SCHELLEMENT ADHESIF OU COLLAGE ?**

THESE POUR LE DIPLOME D'ETAT DE  
DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE

*Présentée*

*Et soutenue publiquement par*

**TAILLIEZ Emilie**

Née le 12/10/1992

*Le 30/01/18 devant le jury ci-dessous*

*Président* : M. Le Professeur Yves AMOURIQ

*Assesseur* : Mme Le Docteur Fabienne WOJTIUK

*Directeur de thèse* : Mme Le Docteur Fabienne JORDANA

*Codirecteur de thèse* : M. Le Docteur François BODIC

<b>UNIVERSITE DE NANTES</b>	
<b>Président</b>	Pr LABOUX Olivier
<b>FACULTE DE CHIRURGIE DENTAIRE</b>	
<b>Doyen</b>	Pr GIUMELLI Bernard
<b>Assesseurs</b>	Dr RENAUDIN Stéphane Pr SOUEIDAN Assem Pr WEISS Pierre
<b>Professeurs des Universités Praticiens hospitaliers des C.S.E.R.D</b>	
Monsieur AMOURIQ Yves Monsieur GIUMELLI Bernard Monsieur LE GUEHENNEC Laurent Monsieur LESCLOUS Philippe	Madame LICHT Brigitte Madame PEREZ Fabienne Monsieur SOUEIDAN Assem Monsieur WEISS Pierre
<b>Professeurs des Universités</b>	
Monsieur BOULER Jean-Michel	
<b>Professeurs Emérites</b>	
Monsieur BOHNE Wolf	Monsieur JEAN alain
<b>Praticiens hospitaliers</b>	
Madame DUPAS Cécile (Praticien Hospitalier) Madame LEROUXEL Emmanuelle (Praticien Hospitalier)	Madame HYON Isabelle (Praticien Hospitalier Contractuel) Madame GOEMAERE GALIERE Hélène (Praticien Attaché)
<b>Maîtres de Conférences Praticiens hospitaliers des C.S.E.R.D</b>	<b>Assistants Hospitaliers Universitaires des C.S.E.R.D</b>
Monsieur AMADOR DEL VALLE Gilles Madame ARMENGOL Valérie Monsieur BADRAN Zahi Madame BLERY Pauline Monsieur BODIC François Madame DAJEAN-TRUTAUD Sylvie Madame ENKEL Bénédicte Monsieur GAUDIN Alexis Monsieur HOORNAERT Alain Madame HOUCHMAND-CUNY Madline Madame JORDANA Fabienne Monsieur KIMAKHE Saïd Monsieur LE BARS Pierre Madame LOPEZ-CAZAUX Serena Monsieur NIVET Marc-Henri Madame RENARD Emmanuelle Monsieur RENAUDIN Stéphane Madame ROY Elisabeth Monsieur STRUILLOU Xavier Monsieur VERNER Christian	Monsieur ABBAS Amine Monsieur AUBEUX Davy Madame BARON Charlotte Madame BERNARD Cécile Monsieur BOUCHET Xavier Madame BRAY Estelle Madame CLOITRE Alexandra Madame GOUGEON Béatrice Monsieur LE LAUSQUE Julie Madame LEMOINE Sarah Monsieur LOCHON Damien Madame MAIRE-FROMENT Claire-Hélène Madame MERCUSOT Marie-Caroline Monsieur NEMIROVSKY Hervé Monsieur OUVRARD Pierre Monsieur SARKISSIAN Louis-Emmanuel Madame WOJTIUK Fabienne
<b>Maître de Conférences</b>	
Madame VINATIER Claire	
<b>Enseignants Associés</b>	
Monsieur KOUADIO Ayepa (Assistant associé) Madame LOLAH Aoula (MC Associé)	Madame MERAMETDJIAN Laure (MC Associé) Madame RAKIC Mia (PU Associé)

Mise à jour le 06/01/18

**Par délibération, en date du 6 décembre 1972, le Conseil de la  
Faculté de Chirurgie Dentaire a arrêté que les opinions émises  
dans les dissertations qui lui seront présentées doivent être  
considérées comme propres à leurs auteurs et qu'il n'entend leur  
donner aucune approbation, ni improbation.**

## **REMERCIEMENTS**

**A Monsieur le Professeur Yves AMOURIQ,**

Professeur des Universités

Praticien Hospitalier des Centres de Soins d'Enseignement et de Recherche Dentaires

Docteur de l'Université de Nantes

Habilité à Diriger des Recherches

Département de Prothèses

Chef de Service d'Odontologie Restauratrice et Chirurgicale

-NANTES-

Pour m'avoir fait l'honneur d'accepter la présidence de cette thèse.

Merci pour votre disponibilité et votre sympathie dans les dernières étapes de ma thèse.

Veillez recevoir l'expression de mes sincères remerciements et de mon plus profond respect.

**A Madame le Docteur Fabienne JORDANA,**

Maître de Conférences des Universités

Praticien Hospitalier des Centres de Soins d'Enseignement et de Recherche Dentaires

Docteur de l'Université de Bordeaux

Département des Sciences Anatomiques et Physiologiques, Occlusodontiques, Biomatériaux,  
Biophysique, Radiologie

-NANTES-

Merci de m'avoir fait l'honneur d'être ma directrice de thèse, et de m'avoir confié ce sujet que j'ai particulièrement aimé, car il correspond à l'image de la dentisterie moderne que j'aimerais pratiquer.

Merci de votre très grande disponibilité et de votre bienveillance à mon égard, ainsi que la précision de vos conseils durant tout ce travail.

Je garderai un excellent souvenir de ma rédaction de thèse avec vous, qui fut un réel plaisir.

Veillez recevoir l'expression de mon plus profond respect ainsi que ma très grande reconnaissance.

**A Monsieur le Docteur François BODIC,**

Maître de Conférences des Universités

Praticien Hospitalier des Centres de Soins d'Enseignement et de Recherche Dentaires

Docteur de l'Université de Nantes

Département de Prothèses

-NANTES-

Merci de m'avoir fait l'honneur de diriger avec le Docteur JORDANA ce travail de thèse. Merci pour vos conseils concernant le collage, aussi bien pendant mon année de thèse qu'en clinique durant mon année de T1.

Veillez recevoir l'expression de mes sincères remerciements et de mon plus profond respect.

**A Madame le Docteur Fabienne WOJTIUK,**

Assistante Hospitalier Universitaire des Centres de Soins d'Enseignement et de Recherche Dentaires

Docteur en Chirurgie Dentaire

Département de Prothèses

-NANTES-

Merci de m'avoir fait le plaisir de ta participation à ce jury de thèse, je crois qu'il s'agit de ta première soutenance en tant que membre du jury, et j'en suis honorée. Merci pour tes conseils et ta confiance pendant nos plans de traitement communs en clinique. Je garderai un bon souvenir du résultat de notre travail sur notre patiente à la bonne humeur inébranlable que tu sauras reconnaître.

Je te présente ici le témoignage de ma grande reconnaissance, de mon respect et de mon amitié.

# Table des matières

<b>1. Introduction</b>	<b>11</b>
<b>2. La zircone : une céramique sans phase vitreuse</b>	<b>12</b>
<b>2.1 Rappels sur les différentes céramiques</b>	<b>12</b>
2.1.1 Les vitrocéramiques	13
2.1.2 Les céramiques alumineuses infiltrées	13
2.1.3 Les céramiques denses ou polycristallines	13
<b>2.2 La zircone : une céramique cristalline sans silice</b>	<b>15</b>
2.2.1 La zircone : définition	15
2.2.2 Historique	15
2.2.3 Caractéristiques générales et microstructure	16
2.2.4 Les différents types de zircones utilisables pour des restaurations dentaires	17
2.2.4.1 La zircone stabilisée en phase tétragonale par de l'yttrium (3Y-TZP)	17
2.2.4.2 La zircone renforcée par infiltration d'alumine (ZTA)	17
2.2.4.3 La zircone partiellement stabilisée par de l'oxyde de magnésium (Mg-PSZ)	17
2.2.4.4 La zircone contenant du silicate de lithium (ZLS)	18
2.2.5 Production de la zircone	18
2.2.6 Aspects physico-chimiques de la zircone	18
2.2.7 Aspects optiques et esthétiques de la zircone	18
2.2.7.1 Couleur	18
2.2.7.2 Translucidité	19
2.2.7.3 Luminosité	19
2.2.8 Aspects biologiques de la zircone	19
2.2.8.1 Biocompatibilité de la zircone	19
2.2.8.2 Radioactivité de la zircone	19
<b>2.3 Indications et contre-indications de l'utilisation de la zircone comme matériau de restauration dentaire</b>	<b>20</b>
2.3.1 Indications de l'utilisation de la zircone	20
2.3.2 Contre-indications de l'utilisation de la zircone	20
<b>3. Scellement, scellement adhésif ou collage de la zircone ?</b>	<b>21</b>
<b>3.1 Résines de collage</b>	<b>21</b>
3.1.1 Rappels des notions d'adhésion et d'adhérence	22
3.1.1.1 Adhésion physique	22
3.1.1.2 Adhésion micromécanique	23
3.1.1.3 Adhésion chimique	23
3.1.2 Les prétraitements de surface de la zircone avant le collage	24
3.1.2.1 Prétraitement par revêtement micromécanique	25
3.1.2.1.1 La création d'une surface abrasive et le sablage	26
3.1.2.1.2 Le traitement thermique	28
3.1.2.1.3 Les micro-perles de verre fondu	28
3.1.2.1.4 Le mordantage par infiltration sélective ou SIE	29
3.1.2.1.5 Le mordantage à chaud	31
3.1.2.2 Prétraitement par un revêtement chimique (4)	31
3.1.2.2.1 Le silane et les céramiques contenant de la silice	31
3.1.2.2.2 Pour une adaptation à la zircone et aux céramiques ne contenant pas de silice	32

3.1.2.3	Autres prétraitements : primers – revêtements à base de silice/céramique à base de silice (4)	34
3.1.2.3.1	Le revêtement tribochimique à base de silice _____	34
3.1.2.3.2	Le nettoyage de la zircone aux ultra-sons après revêtement tribochimique (79) _____	34
3.1.2.3.3	La pression d'air lors du revêtement tribochimique (80) _____	35
3.1.2.3.4	Le « silicoating » _____	35
3.1.2.3.5	La « plasma spray technique » (62) _____	36
3.1.2.3.6	Technique de déposition d'une phase unique de vapeur _____	36
3.1.2.4	Utilisation du LASER comme prétraitement de la zircone _____	37
3.1.3	Le choix du ciment _____	38
3.1.3.1	Rappels sur les différents ciments de scellement composites (11) _____	38
3.1.3.1.1	Les colles sans potentiel adhésif propre _____	38
3.1.3.1.2	Les colles avec potentiel adhésif propre _____	38
3.1.3.1.3	Les colles auto-adhésives _____	38
3.1.3.2	Résines de collage à base de bis GMA (diméthacrylate glycidique de bisphénol A) _____	39
3.1.3.3	Résines de collage à base de 4-META (4-méthacryloyloxyethyl trimellitate anhydride) _____	40
3.1.3.4	Ciments auto-adhésifs (91) _____	42
3.1.3.5	Résines de collage à base de MDP (Méthacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate) _____	44
3.1.3.6	Nouveau ciment de scellement Panavia V5 _____	46
3.1.4	La simulation du vieillissement et les tests appliqués de traction et de cisaillement _____	48
3.1.4.1	Méthodes de tests : macrotraction, microtraction, macrocisaillement, microcisaillement _____	48
3.1.4.1.1	Tests quantitatifs d'adhérence (11) _____	48
3.1.4.2	Vieillissement : thermocyclage ou immersion en milieu hydrique _____	53
3.1.4.3	Applications des tests quantitatifs à notre sujet _____	54
3.1.5	Tableau récapitulatif des études sur le collage de la zircone à l'aide de différentes résines composites _____	56
<b>3.2</b>	<b>Ciment classique et Ciment adhésif (type ciment verre ionomère) _____</b>	<b>60</b>
<b>4.</b>	<b>Applications cliniques _____</b>	<b>62</b>
<b>4.1</b>	<b>Rappels du protocole de collage d'une pièce céramique sur de la structure dentaire (émail et dentine) _____</b>	<b>62</b>
<b>4.2</b>	<b>Exemples de protocoles en fonction des situations et des conclusions de la littérature _____</b>	<b>62</b>
<b>5.</b>	<b>Conclusion _____</b>	<b>65</b>
<b>6.</b>	<b>Références bibliographiques _____</b>	<b>66</b>
<b>7.</b>	<b>Table des illustrations _____</b>	<b>75</b>

# 1. Introduction

Le développement depuis les quinze dernières années de la science des biomatériaux céramiques pour les applications dentaires a conduit à l'obtention d'une classe de matériaux à haute résistance que sont les céramiques à base de zircone. Celles-ci fournissent une viabilité à long terme et une meilleure résistance à la rupture que la porcelaine et autres alternatives inorganiques non métalliques. Il y a aujourd'hui une littérature très fournie concernant l'utilisation de la zircone ( $ZrO_2$ ). (1-4)

Bien que les céramiques à base de zircone soient supérieures en termes de performance mécanique (résistance à la fatigue, ténacité, etc.), il reste des problèmes inhérents au matériau de la zircone. Le problème majeur est la question de l'adhésion de la zircone à la variété des substrats (prothétiques ou dentaires) que l'on peut rencontrer dans les soins dentaires ou autres applications médicales. Les techniques conventionnelles de collage utilisées pour les autres types de céramiques ne fonctionnent pas correctement avec les céramiques à base de zircone ; la force de liaison n'est pas suffisante pour un collage dentaire. (4-7)

Il est important afin d'obtenir une rétention élevée, une prévention des micro-fuites et une augmentation de la force de résistance à la fracture/fatigue, que les techniques de liaison soient optimisées. Une force de collage repose sur une rétention micromécanique, et une adhérence chimique à la surface de la zircone. Il est donc nécessaire d'obtenir une rugosité de surface pour la liaison mécanique mais aussi pour la liaison chimique afin d'activer la surface. (5)

Dans certains cas, la situation clinique ne nécessite pas une adhésion chimique à la structure de la dent et la pièce prothétique en zircone peut être placée en utilisant les ciments conventionnels qui ne comptent que sur la rétention micromécanique. Cependant, la liaison chimique du collage est souhaitable dans de nombreuses situations cliniques comme par exemple quand la structure dentaire préparée est peu importante ou effilée. (4)

Le collage des céramiques traditionnelles à base de silice a été bien étudié et les forces de liaison obtenues sont désormais prévisibles. Malheureusement, la composition et les propriétés physiques de  $ZrO_2$  diffèrent des céramiques conventionnelles comme la porcelaine. La zircone n'est pas mordancée par l'acide fluorhydrique et nécessite une abrasion mécanique très importante pour augmenter sa rugosité de surface (créant ainsi des potentiels défauts de surface et son vieillissement) (4,8-10)

Par conséquent, afin de réaliser un collage acceptable pour une utilisation clinique la plus large possible, des méthodes de fixation alternatives, idéalement l'utilisation de l'adhésion chimique et micromécanique doivent être étudiées. Diverses approches de ce problème seront discutées tout au long de cette thèse.

Nous débuterons par un bref rappel sur les matériaux céramiques et plus particulièrement la zircone. Puis, nous détaillerons le panel des pré-traitements qui peuvent être appliqués sur la surface de la zircone, ainsi qu'une étude des différents choix possibles de ciment de scellement, ceci pour tenter de répondre à notre problématique qui est le scellement, le scellement adhésif ou le collage de la zircone.

## 2. La zircone : une céramique sans phase vitreuse

### 2.1 Rappels sur les différentes céramiques

Les céramiques dentaires sont des matériaux inorganiques, obtenus par la fusion à haute température d'oxydes métalliques qui sont ensuite solidifiés à température ambiante. Elles sont préparées par broyage sous forme de poudres, de teintes et de granulométries différentes. A ce stade, elles font l'objet d'un dernier traitement thermique, le frittage, afin de les densifier et de les consolider. Cette ultime étape peut être réalisée au laboratoire (stratification directe à l'aide de poudres et d'eau) ou préalablement par l'industriel qui fournit alors des lingotins à presser ou des blocs/disques à usiner. (11)

A l'exception des céramiques denses, les céramiques dentaires sont constituées d'une phase amorphe, vitreuse, au sein de laquelle sont dispersés les cristaux. Ces derniers confèrent leurs propriétés spécifiques à la céramique, tant sur le plan mécanique qu'esthétique. (11)

Les céramiques dentaires ont fait l'objet de plusieurs classifications, mais la plus intéressante sur le plan clinique consiste à distinguer les matériaux en céramique selon leur composition et leur microstructure. (11)



Figure 1 : Les trois grandes familles de céramiques dentaires avec phases cristallines offrent des propriétés optiques de translucidité et de résistance qui sont fonction de leur composition intrinsèque (11)

### **2.1.1 Les vitrocéramiques**

Les vitrocéramiques dentaires sont des matériaux de structure composite comprenant une phase vitreuse, appelée matrice de verre, renforcée par différentes phases cristallines. Elles sont issues d'un verre monophasé transformé par traitement thermique de cristallisation, aboutissant à une structure biphasée. (11)

Leur fabrication se réalise en chauffant le mélange au-dessus de la température de fusion de la matrice vitreuse et en dessous de celle des cristaux. La phase cristalline octroie à ce matériau ces principales qualités mécaniques, notamment grâce à la création de nombreuses interfaces verre/cristal qui s'opposent à la propagation des fissures. La phase cristalline accroît donc la résistance et réduit les fractures. De plus, elle permet la disparition de la transparence du verre pour une opacité plus cohérente avec les impératifs esthétiques souhaités. (11,12)

L'évolution des matériaux permet de distinguer aujourd'hui plusieurs classes de vitrocéramiques, renforcées ou non (11) :

- Les céramiques feldspathiques
- Les céramiques feldspathiques renforcées à la leucite
- Les céramiques à base de silicate de lithium renforcé
- Les céramiques à base de disilicate de lithium

### **2.1.2 Les céramiques alumineuses infiltrées**

Ce sont des céramiques où les particules cristallines sont frittées dans un premier temps, créant un matériau poreux entre les cristaux. Ces espaces sont secondairement infiltrés de verre.

Cette classe de céramique est aujourd'hui abandonnée par la société VITA qui commercialisait la gamme. Toutefois, de nombreux travaux réalisés avec ces matériaux sont encore présents chez nos patients, ce qui justifie la nécessité de les connaître. (11)

### **2.1.3 Les céramiques denses ou polycristallines**

Le dioxyde de zirconium ( $ZrO_2$ ) ou zircone, ainsi que l'alumine dense (Procera© Alumina) sont les principaux matériaux de cette classe de céramiques. Leur microstructure sans phase vitreuse rend leur collage plus complexe et moins performant, ce sujet sera développé dans cette thèse. (11)

Matériau céramique	Exemples de nom commercial	Société	Flexion MPa (approx.)	Ténacité MPa.m <sup>1/2</sup>	Module élastique de Young	Translucidité	Aptitude au mordantage	Abrasif pour l'antagoniste naturel
<b>Feldspathique</b>	Création	W. Geller	90	1,6	69.7	+++	+++	+
	E.max	Ivoclar						
	VITAVM	VITA						
	VITABLOCS- Mark (usinée)	II VITA						
<b>Feldspathique renforcée à la leucite</b>	Empress esthétique (pressée)	Ivoclar	160	1,3	65	De + à +++	+++	+
	Empress CAD (usinée)	Ivoclar	160					
	Finesse (usinée)	Dentsply	125					
<b>Disilicate de lithium</b>	e.max (pressée)	Press Ivoclar	400	2,6	95	De + à +++	+++	++
	e.max (usinée)	CAD Ivoclar	350					
<b>Silicate de lithium renforcé</b>	Suprinity (usinée)	VITA	420 (cristallisé)	2,2	70	++	++	+
	Celtra (usinée)	DUO Dentsply	210	2,0				
<b>Zircone</b>	Cerec (usinée)	Sirona	1000	10	210	De + à +++	-	+
	VITA (usinée)	YZ VITA						
	Cercon (usinée)	Dentsply						
	Zenostar (usinée)	Wieland						
	Katana (usinée)	Kuraray						
	Prettau (usinée)	Zirkonzahn						

**Tableau 1 : principales caractéristiques mécaniques des céramiques utilisées pour la réalisation des restaurations esthétiques en céramique collée (11)**

## 2.2 La zirconie : une céramique cristalline sans silice

### 2.2.1 La zirconie : définition

Le zirconium est un oxyde métallique en 40<sup>ème</sup> position dans le tableau périodique des éléments de Mendeleïev. A partir du zirconium, en absorbant de l'oxygène, on obtient du dioxyde de zirconium  $ZrO_2$  qui est couramment appelé zirconie. Elle est obtenue industriellement à partir du zircon (silicate de zirconium) (13)

H																	He																												
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne																												
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar																												
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr																												
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe																												
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn																												
Fr	Ra	Ac	Rf	Db	Sg	Bh	Hs	Mt	Ds	Rg	Cn																																		
<table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <tbody> <tr> <td>Ce</td><td>Pr</td><td>Nd</td><td>Pm</td><td>Sm</td><td>Eu</td><td>Gd</td><td>Tb</td><td>Dy</td><td>Ho</td><td>Er</td><td>Tm</td><td>Yb</td><td>Lu</td> </tr> <tr> <td>Th</td><td>Pa</td><td>U</td><td>Np</td><td>Pu</td><td>Am</td><td>Cm</td><td>Bk</td><td>Cf</td><td>Es</td><td>Fm</td><td>Md</td><td>No</td><td>Lr</td> </tr> </tbody> </table>																		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr
Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu																																
Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr																																

Tableau 2 : tableau périodique des éléments – source : société chimique de France

### 2.2.2 Historique

Le nom « zirconium » vient du mot arabe « *zargon* » qui signifie « couleur dorée » qui a son tour vient des deux mots Perses « *Zar* » (or) et « *Gun* » (couleur). Le dioxyde de zirconium ( $ZrO_2$ ) a été accidentellement découvert par Martin Heinrich Klaproth en 1789. (14)

Le dioxyde de zirconium a été utilisé comme pigment pendant longtemps. Puis, vers la fin des années 1960, les progrès de la recherche ont permis une utilisation de la zirconie comme biomatériau. La première utilisation de l'oxyde de zirconium à des fins médicales a été faite en 1969 en orthopédie pour le remplacement de la tête de hanche à la place du titane ou de l'alumine. (14)

Dans le secteur dentaire, la zirconie fait son apparition dans les années 1970/80 avec les premiers implants en zirconie du fabricant Frialit®. En 1987, le Pr Sadoun publie un article sur l'alumine et la zirconie dopée à l'yttrium. (15,16) Puis, à partir des années 1990, la zirconie s'étend à tout le domaine dentaire, allant des tenons en zirconie aux brackets en zirconie en orthodontie. (14,17)

### 2.2.3 Caractéristiques générales et microstructure

Selon la température à laquelle elle se trouve, la zircone peut présenter trois phases cristallographiques aux propriétés différentes :

- La forme cubique est stable de 2370°C jusqu'au point de fusion à 2690°C

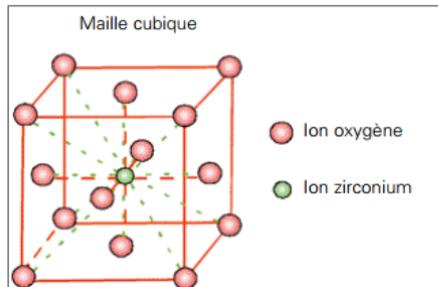


Figure 2 : phase cubique de la zircone (18)

- La forme quadratique (ou tétragonale) est stable de 1170 à 2370°C. La maille quadratique est la forme qui confère des propriétés mécaniques optimales pour l'usage en odontologie.

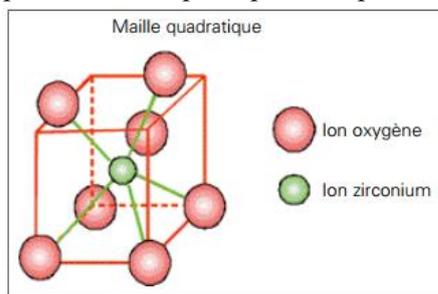


Figure 3 : phase quadratique de la zircone (18)

- La forme monolithique est stable de la température ambiante à 1170°C, sans propriétés mécaniques intéressantes. (11)

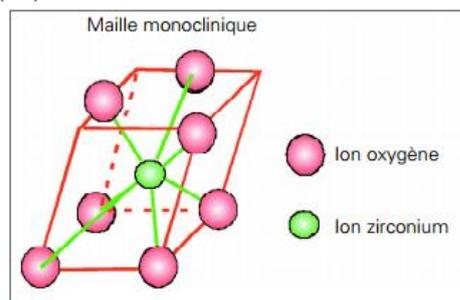


Figure 4 : phase monolithique de la zircone (18)

Lors du refroidissement d'une zircone préalablement chauffée, celle-ci passe de la forme quadratique à la forme monolithique à 950°C. Pendant cette transformation, elle subit une augmentation de volume importante de l'ordre de 4,5%. Pour éviter ce phénomène et conserver la forme quadratique de façon stable à température ambiante, de faibles quantités (de 2 ou 3%) d'oxyde d'yttrium ( $Y_2O_3$ ) ou d'oxyde de magnésium (MgO) doivent être ajoutées à la phase cubique. Ainsi, après refroidissement, la zircone est dite stabilisée.

La zircone la plus utilisée en odontologie est de type 3Y-TZP qui définit une zircone TZP stabilisée principalement en phase tétragonale avec de l'yttrium, à 3% molaires d'oxyde d'yttrium, soit une masse de 5,27% d'oxyde d'yttrium. (11,14)

## 2.2.4 Les différents types de zircons utilisables pour des restaurations dentaires

### 2.2.4.1 La zircone stabilisée en phase tétragonale par de l'yttrium (3Y-TZP)

Depuis la fin des années 1980, la zircone biomédicale contient généralement 3% molaires d'oxyde d'yttrium en tant que stabilisant. (14)

En odontologie, la zircone 3Y-TZP est appréciée pour la prothèse conjointe. Elle a des propriétés mécaniques très performantes en terme de résistance à la flexion, qui atteint 900 à 1200 MPa et sa résistance à la rupture est d'environ  $9 \text{ à } 10 \text{ MPa(m)}^{1/2}$ . (14)

Les propriétés mécaniques de 3Y-TZP sont fortement affectées par la taille du grain. Au-dessus d'une taille de grain critique, 3Y-TZP est moins stable et plus sensible à la transformation spontanée tétragonale/monolithique, les grains de taille inférieure à  $1 \mu\text{m}$  sont associés à un taux de transformation plus faible. Cependant, en dessous d'une certaine taille de grain d'environ  $0,2 \mu\text{m}$ , la transformation n'est pas possible, entraînant une réduction de la ténacité à la rupture. (19)

Par conséquent, les conditions de frittage à travers lesquelles la taille des grains est contrôlée ont un fort impact sur la stabilité et les propriétés mécaniques du produit final. Des températures de frittage plus élevées et des temps de frittage plus longs conduisent à des tailles de grains plus grandes. (20)

Actuellement, la zircone 3Y-TZP conçue pour des restaurations dentaires utilise des températures de frittage final entre 1350 et 1550°C, en fonction du fabricant. (14)

### 2.2.4.2 La zircone renforcée par infiltration d'alumine (ZTA)

Une autre approche pour utiliser avantageusement la capacité de transformation de la zircone sous l'effet d'un stress, est de combiner la zircone avec une matrice d'alumine, conduisant à une zircone renforcée en alumine : « *Zirconia Toughened Alumina (ZTA)* ». (14)

Une déclinaison commerciale de ZTA : In-Ceram Zirconia (Vident<sup>TM</sup>, Brea, CA) a été développée en ajoutant 33vol% de 12mol% de zircone stabilisée par l'oxyde de cérium (12Ce-TZP) à In-Ceram Alumina. (21) In-Ceram Zirconia peut être fabriquée par coulée en barbotine ou par un usinage doux. Le frittage initial a lieu à 1100°C pendant deux heures, suivi par infiltration de verre de cette céramique composite poreuse. (14)

L'un des avantages de la technique de coulée est la quantité très limitée de rétrécissement. Cependant la quantité de porosité est supérieure à celle de 3Y-TZP frittée. Elle est comprise entre 8 et 11%. (22) Ceci explique les propriétés mécaniques plus faibles d'In-Ceram Zirconia par rapport à 3Y-TZP. (14)

In-Ceram Zirconia lorsqu'elle est fabriquée par usinage doux est conçue pour augmenter les propriétés mécaniques par rapport à la céramique coulée en raison d'un procédé plus cohérent. (14) Mais inversement, Guazzato et coll ont rapporté une résistance à la flexion significativement plus élevée pour la zircone traitée In-Ceram par coulée ( $630 \pm 50 \text{ MPa}$ ) par rapport au matériau usiné ( $476 \pm 50 \text{ MPa}$ ). (23) De plus, la résistance à la rupture variait entre 3,1 et  $4,61 \text{ MPa(m)}^{1/2}$  pour les deux matériaux. (14)

### 2.2.4.3 La zircone partiellement stabilisée par de l'oxyde de magnésium (Mg-PSZ)

Bien qu'une quantité considérable de recherches aient été concentrées sur la zircone partiellement stabilisée par de l'oxyde de magnésium (communément appelée magnésie), ce matériau n'a pas été couronné de succès. Et ce principalement en raison de la porosité, de la grande granulométrie (30 à 60  $\mu\text{m}$ ) pouvant entraîner l'usure de la structure opposée, de sa faible stabilité et de ses faibles propriétés mécaniques globales. (24)

#### **2.2.4.4 La zircone contenant du silicate de lithium (ZLS)**

Des vitrocéramiques à base de silicate de lithium ont été récemment introduites en tant que matériaux usinables par CFAO. La technologie de ce nouveau matériau repose sur l'addition en 10% en poids d'oxyde de zirconium à la composition de la vitrocéramique à base de silicate de lithium. Les cristaux de zircone agissent comme agent de nucléation mais restent en solution dans la matrice vitreuse. Il s'agit alors d'une microstructure double constituée de métasilicate de lithium très fin ( $\text{Li}_2\text{SiO}_3$ ) et de cristaux de disilicate de lithium ( $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ), avec une matrice vitreuse contenant de l'oxyde de zirconium en solution. (25)

L'amélioration de la force et la fiabilité sont atteintes par l'ajout de 8 à 10% en poids d'oxyde de zirconium avec une granulométrie moyenne d'environ 0,5 à 0,7  $\mu\text{m}$ . (14)

Le développement de ces zircones contenant des vitrocéramiques à base de silicate de lithium qui offrent une translucidité adéquate combinée avec des propriétés mécaniques supérieures, demandent encore à être approfondies. (25)

#### **2.2.5 Production de la zircone**

La zircone peut être mise en forme par usinage ou par injection. Pour une restauration esthétique collée, seul l'usinage répond aux impératifs cliniques. Cet usinage est réalisé dans un bloc ou un disque de zircone préfrittée, plus tendre. Après cette mise en forme, la zircone est frittée complètement afin qu'elle acquière complètement les propriétés mécaniques et optiques. Lors de cette ultime étape, elle subit un retrait en volume d'environ 22%. Les fabricants maîtrisent la gestion de ces déformations à partir des paramètres initiaux de la zircone utilisée et de ses conditions de préfrittage. Chaque disque/bloc de zircone possède ainsi un code-barres permettant de retrouver les informations inhérentes à son retrait en volume. (11)

Les retouches de zircone frittée étant fortement déconseillées, il est plus judicieux d'intervenir, si nécessaire au stade préfritté. (11)

#### **2.2.6 Aspects physico-chimiques de la zircone**

Les propriétés physico-chimiques de la zircone dépendent de sa préparation, de sa pureté, de sa densité, de sa porosité, de la taille des grains (en moyenne de 0,5  $\mu\text{m}$ ), de sa phase cristallographique et de son état de surface. La zircone 3Y-TZP présente une résistance en flexion d'environ 1000 MPa. Elle est très sensible aux retouches éventuelles après frittage. En particulier, une taille importante à l'aide d'une fraise diamantée et l'absence d'irrigation sont reconnues comme entraînant cette perte de résistance. (11,26)

#### **2.2.7 Aspects optiques et esthétiques de la zircone**

##### **2.2.7.1 Couleur**

La zircone a une teinte naturelle variant du blanc à l'ivoire selon son type et son mode de fabrication. Dans un premier temps, afin d'améliorer les résultats cosmétiques, des « liners » de différentes teintes ont été proposés. Ceux-ci modifiaient la teinte initiale, augmentaient l'adhésion entre l'armature et la céramique cosmétique et amélioraient le comportement dilatométrique de l'ensemble (coefficient de dilatation thermique intermédiaire entre les deux céramiques). Dans un second temps, des liquides colorants ont été mis au point pour colorer la zircone préfrittée par imprégnation. Aujourd'hui, des agents de coloration sont incorporés dans la poudre de la zircone lors de la fabrication des disques. Il existe ainsi des disques de zircone pré-colorés, voire stratifiés en multicouches (exemple : Katana<sup>TM</sup> Zirconia ML, Kuraray). (11)

### **2.2.7.2 Translucidité**

Plusieurs facteurs impactent la translucidité de la zircone : la densité des grains, leur taille et l'épaisseur du matériau. Ainsi, plus les grains sont gros ( $>10 \mu\text{m}$ ) et plus ils induisent une réflexion en surface de la lumière incidente, donc de l'opacité. Au contraire, l'utilisation de microcristaux avec une densité très importante permet de créer des zircons translucides et même hautement translucides. Pour les zircons translucides, la translucidité correspond à celle de la dentine humaine, ce qui en fait un choix intéressant comme matériau d'armature. En revanche, cette amélioration des propriétés de translucidité s'accompagne d'une baisse des propriétés mécaniques et de la résistance à la flexion en particulier, ce qui conditionne les indications cliniques de ces zircons. (11,27,28)

### **2.2.7.3 Luminosité**

La zircone présente un indice de réfraction lumineuse (IR) bien plus élevé (IR=2,20) que les autres céramiques utilisées pour les restaurations esthétiques en céramique collée, ce qui complique l'intégration cosmétique du matériau lors d'une restauration prothétique unitaire par exemple. En comparaison, l'indice de réfraction lumineuse de la leucite est compris entre 1,51 et 1,55, celui de l'alumine est de 1,76. (11,28,29)

## **2.2.8 Aspects biologiques de la zircone**

### **2.2.8.1 Biocompatibilité de la zircone**

La biocompatibilité a été définie comme la capacité des matériaux à ne pas interférer, ne pas dégrader, le milieu biologique dans lequel ils sont utilisés. La biocompatibilité est l'un des avantages les plus importants des céramiques à base de zirconium. De nombreux tests *in vitro* ont été effectués en utilisant des cultures cellulaires avec des cellules telles que des fibroblastes, les cellules sanguines et les ostéoblastes. (30)

Garvie et coll ont implanté de la zircone partiellement stabilisée par la magnésie (Mg-PSZ) dans les muscles paraspinaux de lapins, qui examinés à différents intervalles de temps (1 semaine, 1 mois, 3 mois et 6 mois) n'ont présenté aucune différence au niveau des tissus mous au contact des implants, et aucune dégradation des propriétés de Mg-PSZ. (31)

Josset et coll ont étudié une culture *in vivo* d'ostéoblastes humains en contact avec des disques de zircone et d'alumine. Ils ont constaté que les ostéoblastes ont montré une bonne adhérence et une bonne prolifération et qu'ils ont conservé leurs capacités à proliférer et se différencier en voies ostéogènes. (32) La zircone ne présente donc aucun effet cytotoxique lors des études *in vivo* et *in vitro*.

L'adhésion bactérienne, qui est un aspect important pour maintenir les restaurations en zircone sans infiltration marginale ou altérations parodontales, s'est avérée satisfaisante avec les céramiques à base de zircone. En effet, Scarano et coll ont trouvé un degré de couverture par des bactéries de 12,1% sur la zircone contre 19,3% sur le titane. (33) Ceci a été confirmé par Rimondini et coll. (34)

### **2.2.8.2 Radioactivité de la zircone**

La poudre de zircone contient de petites quantités de radionucléides, les séries d'actinides de l'uranium, du radium ( $^{226}\text{Ra}$ ) et du thorium ( $^{228}\text{Th}$ ). La séparation de ces éléments de la poudre de zircone est difficile et coûteuse. Deux types de rayonnements sont corrélés à la zircone : alpha et gamma. Des quantités importantes de rayonnements alpha ont été observées dans les céramiques à base de zircone utilisées pour la fabrication d'implants, en raison de leur forte ionisation. (35)

De grandes préoccupations ont été soulevées au début des années 1990 au sujet de l'utilisation de céramiques à base de zircon pour des applications médicales et dentaires en raison de ces impuretés radioactives et leur effet sur le corps humain. Cependant, après les procédures de purification, des poudres de zircon à faibles radioactivité ( $<100 \text{ Gy.h}^{-1}$ ) peuvent être obtenues. (14) Ces valeurs sont en dessous des limites de radiations européennes acceptées pour le corps humain pour une exposition externe ou une exposition interne locale des organes, pour une utilisation médicale ou dentaire.

Après la purification des poudres de zircon, la concentration d'uranium varie entre 0,001 et 0,007Bq/g (max : 1,0Bq/g selon ISO 6872). Par conséquent, le niveau de rayonnement des poudres de zircon disponibles dans le commerce se conforment aux recommandations de la Commission Internationale pour la Radioprotection et se trouvent généralement à un niveau plus bas que la radioactivité ambiante normale induite par les radiations naturelles. (14)

## **2.3 Indications et contre-indications de l'utilisation de la zircon comme matériau de restauration dentaire**

### **2.3.1 Indications de l'utilisation de la zircon**

Selon Fradeani et Barducci, la zircon est indiquée dans les cas de reconstitutions en prothèse conjointe : de la restauration unitaire à la réalisation de bridges jusqu'à 14 éléments. (36)

Perelmuter et coll précisent que les bridges en armature zircon sont indiqués jusqu'à deux intermédiaires, au-delà, il est préférable d'avoir recours à l'implantologie lorsque cela est possible. (37)

Nous l'avons indiqué précédemment, la translucidité de la zircon est plus faible que celle de l'alumine, son indication dans les secteurs antérieurs est donc plus limitée. L'indication d'utilisation de la zircon convient parfaitement aux secteurs postérieurs. (36)

Cependant, il est possible d'utiliser la zircon en armature dans les secteurs antérieurs dans les cas de dents ou piliers dyschromiés (type inlay-core ou amalgame), où la faible translucidité de la zircon devient alors un avantage. (36)

### **2.3.2 Contre-indications de l'utilisation de la zircon**

Comme tous les systèmes céramo-céramiques, la zircon présente des contre-indications :

- Les parafunctions, en effet, elles entraînent des microtraumatismes et un écaillage de la céramique. (37)
- Le bruxisme, en fonction de la sévérité de celui-ci, il y a un risque d'abrasion de la surface dentaire au contact de la restauration en zircon. (37)
- Le manque de hauteur coronaire, qui est une contre-indication relative car une technique d'allongement coronaire permet souvent de résoudre cette contre-indication. (37)

## 3. Scellement, scellement adhésif ou collage de la zircone ?

### 3.1 Résines de collage

Les résines de collage, tout comme les résines composites de restauration directe, sont des matériaux composites hétérogènes, composés :

- D'une matrice (ou phase) organique résineuse ;
- Une phase inorganique représentée par les charges minérales ;
- Un agent de couplage, liant les deux phases entre elles ; il s'agit d'un silane. (11)

Le collage de la zircone est devenu un sujet de grand intérêt depuis quelques années. (4–6,38–42)

Comme on le supposait, les méthodes traditionnelles d'adhésion chimique sont inefficaces sur la surface de la zircone, étant donné que celle-ci est non polaire et inerte. (4)

De plus, les acides de mordantage comme l'acide fluorhydrique ne rendent pas la surface de la zircone assez rugueuse pour permettre une simple adhésion micromécanique. (4)

L'abrasion de surface à l'aide de particules d'alumine et l'application d'un revêtement de silice tribochimique permettent le collage chimique entre un agent de liaison contenant du silane et un ciment résineux. Cette procédure quelque peu compliquée ne produit pas un collage aussi fort et durable que dans le cas du collage de la céramique feldspathique. (4,5,42,43)

En outre, certaines études prédisaient que les particules d'air abrasion ne devraient pas être utilisées, en particulier avec les céramiques telles que la zircone, qui pourraient créer des microfractures qui réduiraient la force de la structure et pourraient conduire à une fracture prématurée. Des études in vitro ont montré qu'un défaut de surface pouvait significativement réduire la résistance à la fracture de la zircone. (9,10,44)

Il a été montré que l'utilisation de primers d'acide phosphorique ou de ciments phosphate modifiés par adjonction de résine produisait une adhésion comme celle du silane. Cependant dans la littérature, les valeurs de force de collage sont plus faibles que pour un revêtement tribochimique de silice couplé à un ciment contenant de la silice et de la résine.(4)

**Les approches actuellement valables sur la question du collage de la zircone comme matériau céramique ne sont pas applicables à tous les cas cliniques de l'odontologie, et la durabilité sur le long terme n'est pas actuellement connue. (45) D'autres approches d'hydroxylation de la surface de la zircone sont en développement, mais elles utilisent souvent des produits chimiques acides ou basiques très forts, et leur utilité dans le cadre biomédical n'est pas encore connue. (46,47)**

### 3.1.1 Rappels des notions d'adhésion et d'adhérence

L'adhésion est l'ensemble des interactions physico-chimiques spécifiques qui contribuent à lier intimement deux corps. Elle peut être directe ou, moins rarement, véhiculée par un matériau intercalaire. (11)

L'adhérence, au contraire, est la force (ou l'énergie) nécessaire à la séparation de ces mêmes corps. Les tests d'adhérence permettent de quantifier l'adhésion. (11)

Dans le domaine odontologique, le principe fondamental de l'adhésion repose sur l'association d'une rétention micromécanique et d'une interaction physico-chimique avec les tissus dentaires et les biomatériaux de restauration. (11)

#### 3.1.1.1 Adhésion physique

L'adhésion physique est une théorie récente de la fin des années 1960 (48), fondée sur la mouillabilité des surfaces, primordiale lors du collage. La mouillabilité du matériau est déterminée par l'étalement d'un liquide à sa surface, mesuré par l'angle de contact qui doit être le plus faible possible pour que le liquide mouille la surface correctement. (11)

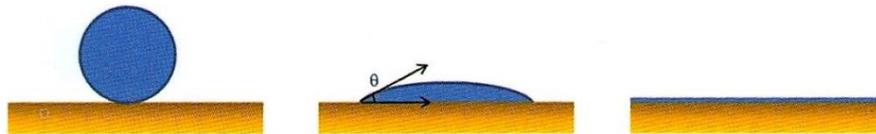


Figure 5 : mouillabilité nulle, partielle et totale,  $\theta$  représente l'angle de contact entre la goutte de liquide et le matériau (11)

Cette propriété est régie par la tension, ou énergie de surface, se définissant comme l'énergie nécessaire pour rompre les interactions moléculaires. (11)

En effet, au sein d'un liquide, les molécules subissent des interactions attractives grâce à des liaisons intermoléculaires faibles (interactions de Van der Waals, hydrogène dans le cas de l'eau). Celles-ci sont réduites en périphérie, où les molécules sont uniquement attirées vers l'intérieur. (11)

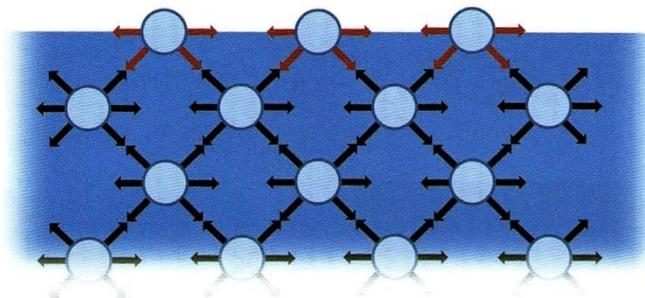


Figure 6 : à la surface d'un liquide, les molécules sont uniquement attirées vers l'intérieur. Lorsque le matériau support n'est pas mouillable, le liquide optimise le « coût énergétique » en réduisant au maximum sa surface de contact avec le solide. Le liquide prend alors la forme d'une goutte sphérique. (11)

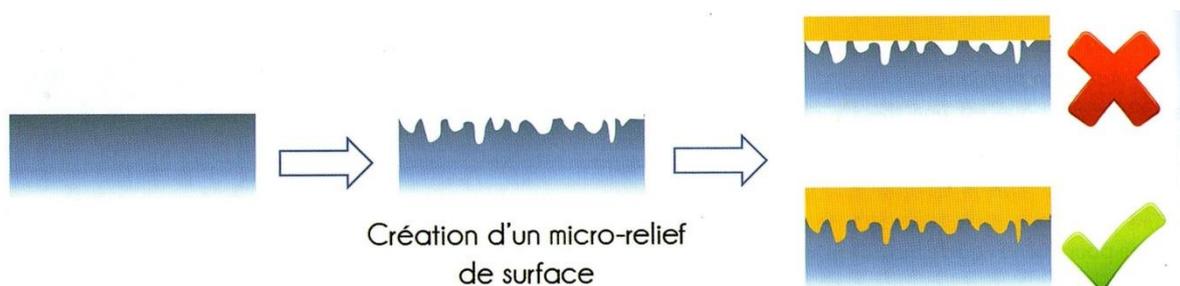
Lorsque les forces d'attraction interne sont prépondérantes, le liquide prend la forme d'une goutte sphérique pour réduire au minimum la surface de contact avec le matériau sur lequel il est déposé. Pour que cette goutte puisse s'étaler, l'énergie de surface du matériau doit être importante afin de

contrebalancer l'attraction interne du liquide. L'interface créée répond au principe d'équilibre thermodynamique. (11)

En odontologie, des traitements de surface tels que le mordantage et l'application de primaires d'adhésion (primers) visent à augmenter l'énergie de surface des substrats, optimisant ainsi leur mouillabilité. (11)

### 3.1.1.2 Adhésion micromécanique

L'adhésion micromécanique est la plus ancienne des théories de l'adhésion, proposée par McBain et Hopkins dès 1925 (49). L'ancrage mécanique d'un revêtement sur une surface se fait au sein de ses aspérités. L'ancrage obtenu est fort, à condition que le revêtement puisse les infiltrer parfaitement. Le contact intime entre les deux substrats renvoie à la notion de mouillabilité. (11)



**Figure 7 : illustration du principe d'ancrage mécanique entre deux matériaux. Une bonne adhésion nécessite la création d'un micro-relief ainsi qu'une bonne infiltration au sein de ces aspérités. (11)**

En 1955, Buonocore (50) propose de mordancer l'émail à l'aide d'une solution d'acide orthophosphorique pour créer des anfractuosités de surface propices au collage. Ce principe de microrétention mécanique est toujours d'actualité.

### 3.1.1.3 Adhésion chimique

La théorie chimique, proposée par Buchan et Rae est fondée sur la formation de liaisons fortes de courte distance entre les atomes :

- Liaisons ioniques (transfert d'électrons entre deux molécules possédant une grande différence d'électronégativité)
- Liaisons covalentes (mise en commun d'électrons).

Les matériaux à lier doivent bénéficier d'une bonne mouillabilité. Ce type d'adhésion assure aux éléments collés une importante résistance à la rupture et une meilleure durabilité. (11)

### 3.1.2 Les prétraitements de surface de la zirconie avant le collage

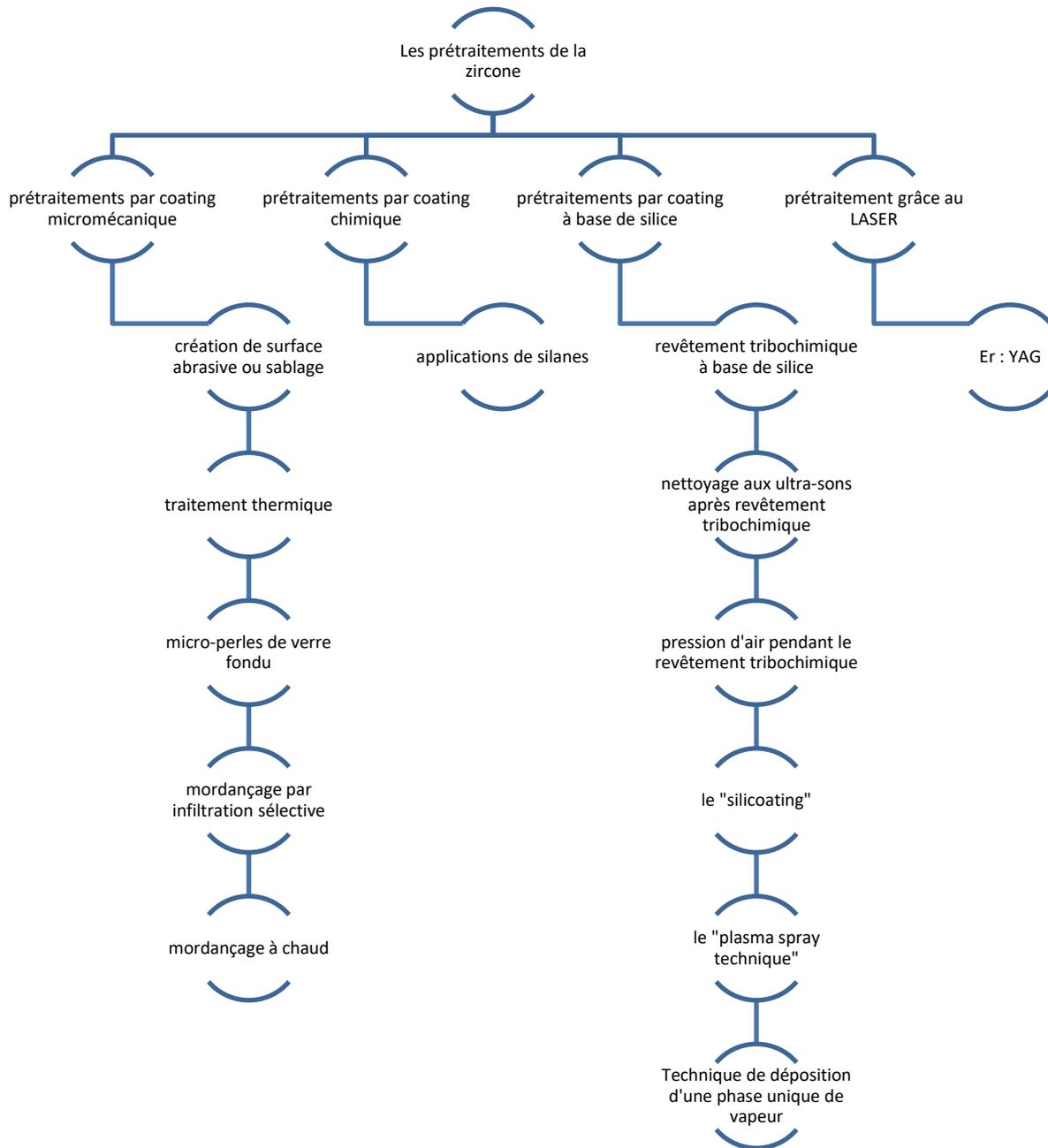


Figure 8 : diagramme des différents prétraitements de surface de la zirconie avant le collage, étudiés dans cette thèse.

### **3.1.2.1 Prétraitement par revêtement micromécanique**

Le collage de la zircone sur du matériau dentaire ou d'autres structures nécessite un fort lien de collage grâce à la résine. (4)

Le succès du collage par la résine dépend :

- de la liaison mécanique à travers des interactions micromécaniques avec les rugosités de la surface à coller
- Et si possible de la liaison chimique entre la céramique et le ciment de scellement. Le mordantage à l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) ou à l'acide fluorhydrique (HF) sont communément des méthodes recommandées pour créer des rugosités de surface sur les céramiques à base de silice. Cela crée une surface rugueuse, propre qui augmente la mouillabilité et la surface totale propice aux interactions micromécaniques. Malheureusement,  $H_3PO_4$  et HF ne peuvent pas être utilisés efficacement sur les céramiques ne comprenant pas de silice comme la zircone, ce qui rend la rétention mécanique difficile car il n'y a pas de rugosités de surfaces créées. Le manque de silice empêche aussi la rétention chimique créée entre la silice et le silane qui est nécessaire pour la silanisation. (5,39)

A cause des difficultés de création de rétention mécanique et chimique de la zircone, des méthodes alternatives ont été explorées pour coller la zircone en utilisant des résines.

### 3.1.2.1.1 La création d'une surface abrasive et le sablage

Ce sont des méthodes communément utilisées pour créer de la rugosité de surface sur la zircone pour augmenter la rétention mécanique. Il y a plusieurs manières de créer de la surface abrasive : l'abrasivité créée par du papier ou des disques abrasifs ( $\text{SiC}$  ou  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), l'abrasivité créée par une fraise diamantée (51), ou l'utilisation de particules d'air-abrasion d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ou autre particule abrasive ayant une taille entre 50 et 250  $\mu\text{m}$  (51–53) sous une pression de 0,2 MPa et à une distance de 10-25 mm pendant 13 à 20 secondes jusqu'à ce qu'un voile opaque blanc apparaisse. (54)

**Ces méthodes d'abrasion sont facilement applicables au cabinet dentaire. Cependant, les articles de recherche ont prouvé que les techniques d'abrasion, en utilisant des ciments traditionnels à base de résine, n'avaient pas d'effet significatif sur l'augmentation de la force de collage de la zircone. (7,51,52,55–57)**

Un autre problème avec ces techniques est qu'elles peuvent créer des microfissures de la surface de la zircone. (26,58) Ces défauts créent des points de départ de fissures qui peuvent endommager la force et résistance du matériau à la fracture.

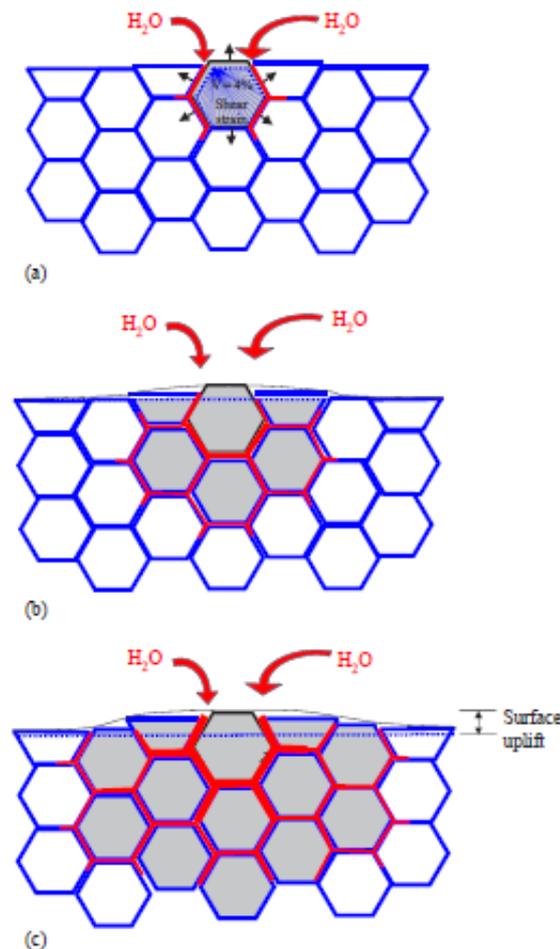


Figure 9 : Schéma du processus de vieillissement dans un plan vertical, expliquant la transformation de surface de la zircone de proche en proche. (a) : nucléation sur un grain seul à la surface, conduisant à la microfissuration et à des contraintes exercées sur les grains voisins. (b) et (c) : croissance de la zone transformée, conduisant à la microfissuration plus étendue et une rugosité de surface. Les grains en gris représentent les grains transformés, le chemin en gras représente la pénétration possible entre les grains due à la microfissuration. (59)

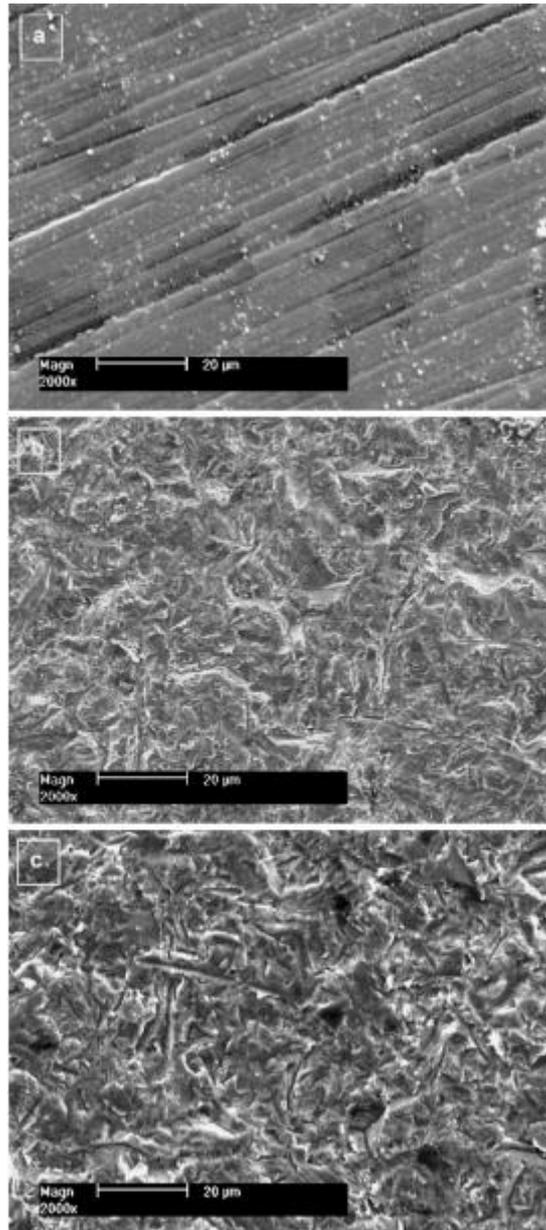


Figure 10 : (a) : illustration par microscope électronique à balayage de la topographie de surface de la zircone sans air-abrasion (polie) ; (b): illustration par microscope électronique à balayage de la surface de la zircone après air-abrasion de 0,05 MPa ; (c) : illustration par microscope électronique à balayage de la surface de la zircone après air-abrasion de 0,25 MPa. (60)

Cependant, les méthodes d'abrasion produisent un changement de phase de la surface de la zircone, de la phase tétragonale à monolithique. Cela peut théoriquement produire une couche de contrainte de pression qui pourrait contrecarrer la réduction de force due aux microfissures. (26,61). Les travaux de Guazzato et coll et Kosmac et coll ont montré que le sablage produisait le taux le plus élevé de changement de phase tétragonale à monolithique comparé au fin polissage, et aux techniques d'abrasivité vues précédemment. (26,61)

**Il a été déterminé que le sablage était capable d'induire une transformation de la surface de la zircone, à basse température, avec un dommage minimal sur celle-ci. Cependant, l'accent doit être mis sur la quantité de la surface abrasée, une épaisseur trop importante peut diminuer l'effet bénéfique du sablage.**

### 3.1.2.1.2 Le traitement thermique

La prudence doit aussi être de mise avec le traitement thermique de la surface de la zircone. Il a été prouvé que le traitement thermique pour le collage de la céramique cosmétique sur la zircone, autour de 900/930°C pouvait faire décroître la résistance à la flexion. La température appliquée lors du traitement thermique couplée aux stress résiduels existants peut parfois être suffisante pour créer une transformation de la phase monolithique vers un retour à la phase tétragonale, ce qui annule la force de compression à la surface de la zircone et réduit ainsi la résistance à la flexion de la zircone. (4)

### 3.1.2.1.3 Les micro-perles de verre fondu

L'application de micro-perles de verre fondu à la surface de la zircone permettrait d'augmenter la force de collage du ciment résineux à la zircone. (62,63) Dans les études, une fine couche de micro-perles était appliquée sur la surface de la zircone et était cuite au four. Le film de verre fondu augmentait alors la rugosité de surface de la zircone, permettant une meilleure microrétention. Le film riche en silice ainsi créé permet alors la silanisation de la zircone avant le collage, cela rendant possible le collage de siloxane par le ciment résineux.

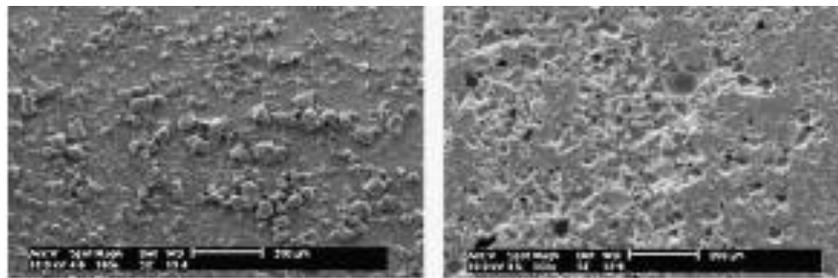


Figure 11 : micro perles de verre fondu sur la surface de la zircone (gauche) et le résultat correspondant à l'impression dans le composite à droite, illustrant la création de micro-rétention (images en microscopie électronique à balayage) (62)

**Derand et coll ont montré que cette utilisation de film de micro-perles augmentait significativement la force de collage de la zircone (11,3-18,4 MPa) comparativement à la zircone non traitée ou silanisée (0,5-1,5 MPa)**

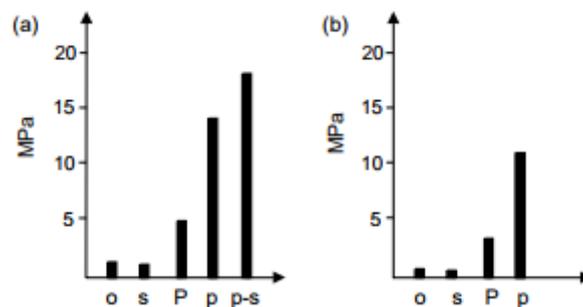
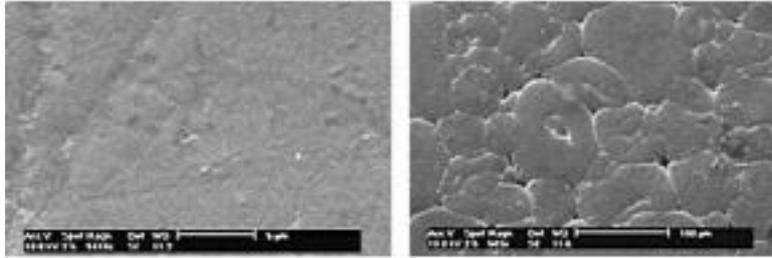


Figure 12 : Force de collage (MPa) pour des échantillons de zircone (a) pressée et (b) glacée et traitée par : o = non traitée, s = silanisée, P = pulvérisée, p = micro-perles de verre fondu, p-s = micro perles traitées avec silane. (62)



**Figure 13 : différence de texture de surface étudiée par microscopie électronique à balayage de la zircone glacée à gauche et pressée à droite (62)**

#### 3.1.2.1.4 Le mordantage par infiltration sélective ou SIE

Une nouvelle technique pour créer de la rugosité de surface sur la zircone a été explorée, le mordantage par infiltration sélective. (64)

Le mordantage par infiltration sélective utilise un procédé de maturation induite par la température pour créer des sortes de grain à la surface de la zircone, permettant une infiltration de verre fondu dans ces joints nouvellement créés. Le verre est alors mordancé avec HF, créant un réseau tridimensionnel d'inter-granulation de porosités qui permet un verrouillage nano-mécanique du ciment résineux.

Le produit du mordantage par infiltration sélective est composé de : SiO<sub>2</sub> (65% du poids), Na<sub>2</sub>O (15%), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (8%), Li<sub>2</sub>O (3%), B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (4%), CaF<sub>2</sub> (5%). (65)

L'avantage du mordantage par infiltration sélective est qu'il crée seulement des grains qui sont ensuite enfouis dans le verre fondu, permettant de contrôler la zone précise de la surface à mordancer.

**Aboushelib et coll ont montré que le mordantage par infiltration sélective sur la zircone améliorerait la résistance à la micro-traction du collage ( $49,8 \pm 2,7$  MPa) comparativement à la zircone après air-abrasion ( $33,4 \pm 2,1$  MPa).**

**L'utilisation du mordantage par infiltration sélective améliore la rétention nano-mécanique de la zircone en augmentant la surface totale disponible pour le collage. Cela a été confirmé par l'AFM (microscopie par force atomique) effectué par Casucci et coll (65) qui a montré que la rugosité de la surface de la zircone était significativement meilleure après SIE, en comparant avec l'utilisation d'air abrasion ou le mordantage d'acide fluorhydrique.**

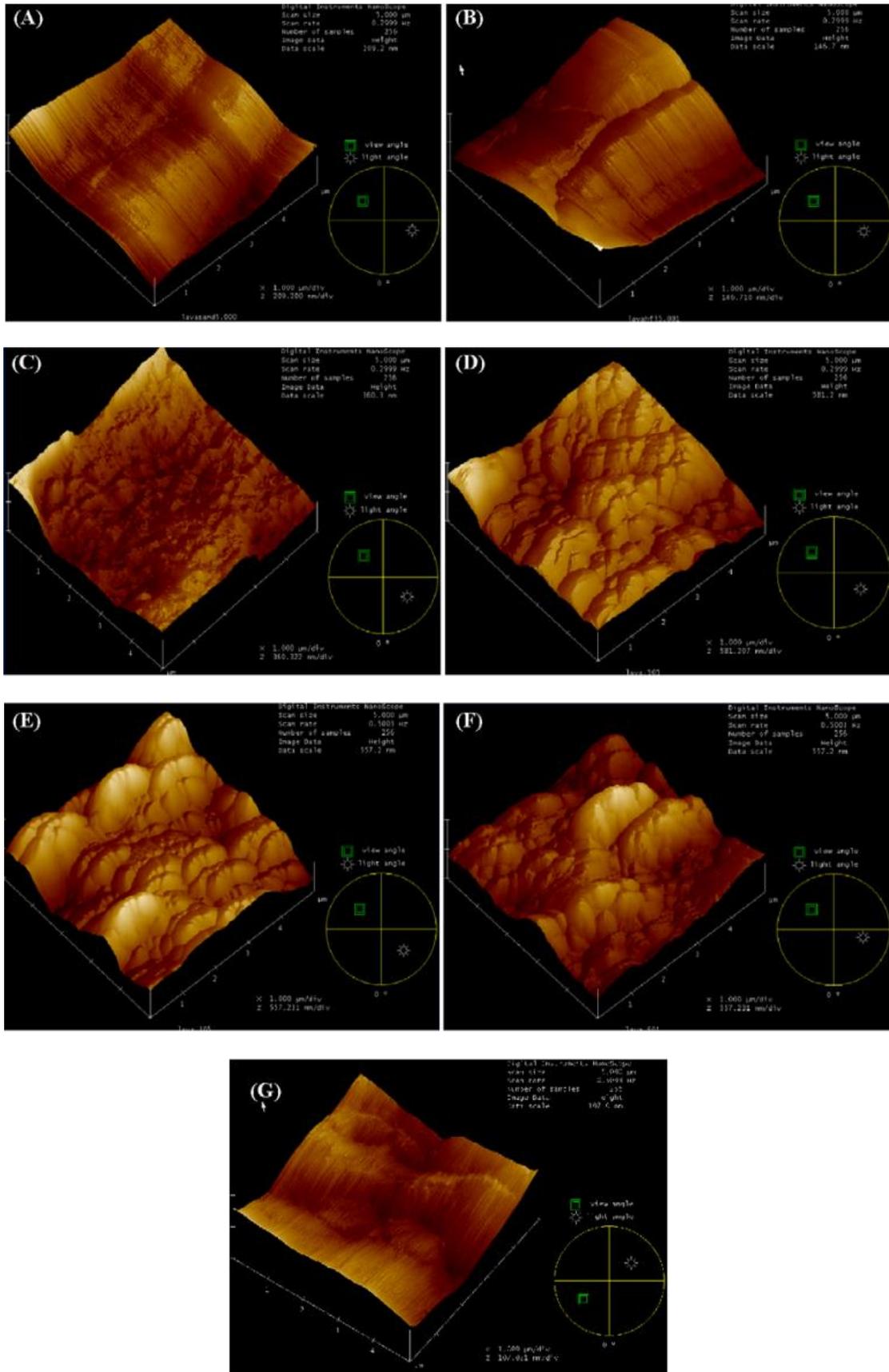


Figure 14 : images de microscopie à force atomique de disques de zirconie après différents prétraitements de surface (5 μm x 5 μm) : (A) = air-abrasion avec des particules de 125 μm d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (B) = mordançage d'acide fluorhydrique 9,5%, (C) = mordançage par infiltration sélective, (D-F) = méthode expérimentale de mordançage à chaud avec une solution appliquée respectivement pendant 10, 30 et 60 minutes, (G) = pas de pré-traitement. (65)

Les différences de surface de la zircone sont évidentes suivant le type de pré-traitement appliqué. Les surfaces les plus lisses avec aucune rétention sur la zircone sont les disques avec les pré-traitements d'air abrasion et de mordantage à l'acide fluorhydrique. Une rétention de surface bien plus importante semble être créée en utilisant le mordantage par infiltration sélective (SIE) ou la méthode expérimentale de mordantage à chaud. (65)

#### 3.1.2.1.5 Le mordantage à chaud

Une autre méthode expérimentale encore à l'état de recherche a proposé l'utilisation d'un mordantage chauffé pour mordancer les ailettes métalliques des bridges de Maryland (qui sont des bridges collés). (66) Cette solution contient du méthanol (800 ml), 37% d'acide chlorhydrique (200 ml) et du chlorure ferrique (2 g). (54,65) Bien qu'il n'y ait pas encore de cas clinique sur le collage de la zircone utilisant cette méthode, l'AFM a montré que l'application d'un mordantage chaud produisait une rugosité de surface significativement meilleure que le mordantage par infiltration sélective. (65) Il est possible que cette technique devienne à l'avenir une manière de créer la rétention mécanique sur la zircone.

Les résultats trouvés grâce à la microscopie par force atomique ont permis d'établir un tableau avec les valeurs de rugosité de surface de la zircone après les différents pré-traitements cités auparavant. (65)

Traitement de surface	Surface moyenne de rugosité de surface (S.D.) en nm
Particules d'air-abrasion	7,11 (1,1) A
Acide fluorhydrique	5,23 (0,9) A
Mordantage par infiltration sélective (SIE)	26,02 (8,8) B
Mordantage expérimental (10 min)	54,22 (29,0) C
Mordantage expérimental (30 min)	81,79 (8,0) C
Mordantage expérimental (60 min)	103,02 (31,2) C
Surface non traitée	6,94 (1,3) A

Tableau 3 : Moyennes (écart-type) de valeurs de rugosité de surface ( $R_a$ ) enregistrées à l'aide de l'AFM après différents pré-traitements de surface de la zircone. Les différentes lettres de l'alphabet indiquent les groupes qui sont statistiquement différents ( $p < 0,001$ ). (65)

#### 3.1.2.2 Prétraitement par un revêtement chimique (4)

##### 3.1.2.2.1 Le silane et les céramiques contenant de la silice

Les organo-silanes, ou plus généralement appelés « silanes » en odontologie, sont des composants qui contiennent du silicium (Si). Leur utilité en odontologie dans le scellement adhésif a été décrit en détail dans la littérature (4,5,40,67). Une molécule de silane est fonctionnelle organiquement (vinyl- $\text{CH}=\text{CH}_2$ , amino- $\text{NH}_2$ ) et peut être polymérisée avec une matrice organique (methacrylate). Elle peut également réagir avec une surface hydroxylée, contenant de la silice, comme la porcelaine par exemple. (4)

Le silane est communément utilisé en odontologie comme revêtement sur les particules de verre dans la matrice de polymères des composites (matrice organique). Cela pour optimiser la force d'adhésion du ciment de scellement composite à la porcelaine (ou toute autre céramique contenant de la silice). (4)

Le silane est aussi utilisé comme agent mouillant pour promouvoir la rétention micromécanique avec les ciments contenant de la résine de basse viscosité.

Cependant, les systèmes de collage à base de silane traditionnels ne fonctionnent pas dans le collage de la zircone, qui possède une surface inerte, plus stable que les céramiques contenant de la silice. La zircone ne peut pas être facilement mordancée. (4,41)

#### 3.1.2.2.2 Pour une adaptation à la zircone et aux céramiques ne contenant pas de silice

Il a eu différentes expérimentations avec des agents de liaison contenant de la silice qui ont permis de potentialiser le collage de la zircone (41).

- En effet, Matinlinna et coll (4,41) ont étudié l'usage de trois trialkoxysilanes pour l'amélioration du collage de deux ciments de scellement à base de résine à la zircone (bis GMA expérimental et bis GMA commercial : RelyX ARC, EM ESPE, seefeld, Germany).

Les trialkoxysilanes : 3-acryloyloxypropyl-triméthoxysilane (ACPS)

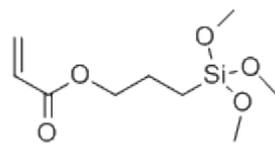


Figure 15 : 3-acryloyloxypropyl-triméthoxysilane (ACPS)

3-méthacryloyloxypropyl-triméthoxysilane (MPS)

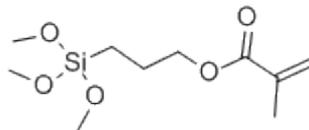


Figure 16 : 3-méthacryloyloxypropyl-triméthoxysilane (MPS)

3-isocyanatopropyl-triéthoxysilane (ICS)

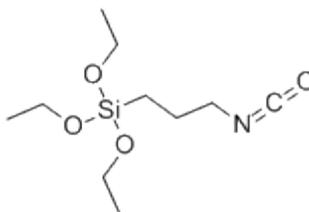


Figure 17 : 3-isocyanatopropyl-triéthoxysilane (ICS)

Les résultats ont montré que l'application d'un revêtement tribochimique, suivi par une silanisation avec MPS et ACPS était un succès pour l'amélioration du collage des deux ciments à la zircone. (4)

Cependant, le RelyX ARC a un coefficient d'expansion thermique qui correspond mieux à la zircone. Les techniques de vieillissement artificiel telles que le thermocyclage montrent que seul le RelyX ARC était capable de maintenir cette force de collage après usage de MPS et ACPS. (4)

Les résultats sont inférieurs en cas d'utilisation d'ICS, due à l'absence de méthacrylate et d'acrylate dans l'ICS. (4)

- Matinlinna et coll (4,41) ont aussi travaillé sur un nouveau silane : 3-mercaptopropyltriméthoxysilane (MEPS) mélangé avec 1,2-bis-(triéthoxysilyl)éthane (BTSE) qui a montré des résultats prometteurs. Mais après des tests de thermocyclage, la force de liaison s'est révélée nettement moins bonne que pour MPS par exemple. Cette technique est donc à optimiser. (4)

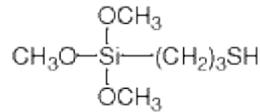


Figure 18 : MEPS

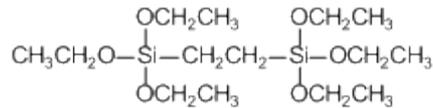


Figure 19 : BTSE

- Aboushelib et coll (4,68) ont montré que l'application d'un silane seul avait pour résultat une faible force de liaison. L'utilisation de cinq silanes (MPS, ACPS, ICS, styrylethyltriméthoxysilane et 3-(N-allylamino)propyltriméthoxysilane) a été testée pour promouvoir la force de liaison du ciment de scellement à la zircone, mais le résultat est inférieur à l'utilisation de silane sur une zircone qui a subi un mordantage avec une infiltration sélective (SIE).

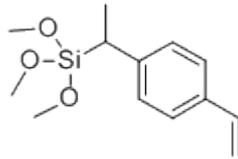


Figure 20 : styrylethyltriméthoxysilane

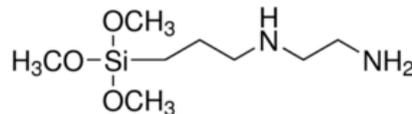


Figure 21 : 3-(N-allylamino)propyltriméthoxysilane

Il a été prouvé (69) que le ciment MDP avait une meilleure force de liaison quand il était utilisé sur une zircone qui avait subi le traitement par un mordantage avec une infiltration sélective, en comparaison aux autres silanes. Cependant, après des tests de vieillissement, l'utilisation de silanes sur une zircone après un traitement de mordantage par infiltration sélective se résume à très médiocre et non durable sur le long terme. (7)

**En conclusion :** (4)

**L'utilisation de silanes n'entraîne pas la production d'une liaison hydrolytiquement stable avec la zircone.**

**De plus, malgré le fait que la force d'adhésion diminue avec le temps, le mordantage par infiltration sélective crée bien une surface rétentive pour l'adhésion mécanique. Il est également possible que le mordantage par infiltration sélective puisse modifier chimiquement la surface afin d'améliorer l'adhésion entre le silane et la zircone.**

### 3.1.2.3 Autres prétraitements : primers – revêtements à base de silice/céramique à base de silice (4)

#### 3.1.2.3.1 Le revêtement tribochimique à base de silice

En raison du manque de silice dans la zircone, les techniques de revêtement à base de silice ont été explorées pour pouvoir ainsi utiliser un collage chimique permis par la silanisation. L'utilisation d'un revêtement tribochimique de silice est une pratique commune pour revêtir les alliages métalliques ou céramiques à base d'alumine ou à base de zircone avec de la silice (8,39,55,57,70–76).

Cela correspond aux systèmes CoJet<sup>TM</sup> et Rocatec<sup>TM</sup> (3M ESPE, Seefeld, Germany) qui sont les produits commerciaux les plus fortement recommandés pour appliquer le revêtement. La technique tribochimique réalise l'air-abrasion avec des particules d'alumine de la surface de la céramique, qui a été préalablement recouverte de silice, ce qui permet d'incorporer la silice dans la surface de la céramique. (77,78) Ceci ne prépare pas seulement la surface pour la silanisation, mais permet aussi de créer une rétention micromécanique.

**Les études (4,77,78) ont prouvé que l'application d'un revêtement tribochimique, avant silanisation, augmentait significativement la force du collage entre la surface traitée et le ciment résineux. Cependant, les tests de vieillissement ont montré que la force de collage pouvait se révéler mauvaise si on utilisait les ciments résineux traditionnels (utilisés pour les céramiques à base de silice). Cela peut être dû à la faible concentration de silice appliquée en surface de la zircone, car la zircone a une surface tellement résistante mécaniquement qu'il est difficile d'incorporer de la silice à sa surface. Cette technique est donc à nuancer quant à sa pérennité dans le temps (4).**

#### 3.1.2.3.2 Le nettoyage de la zircone aux ultra-sons après revêtement tribochimique (79)

Le nettoyage de la zircone ayant subi un revêtement tribochimique avant le collage résineux peut être délétère à la force de collage. Nishigawa et coll (79) ont déterminé qu'un nettoyage aux ultra-sons de la zircone avec traitement tribochimique avant silanisation et collage résineux diminuait significativement la force de collage. Un nettoyage de 2 à 5 minutes équivaut statistiquement en termes de force de collage à une air-abrasion seule avant le collage. Il a été prouvé que le nettoyage aux ultra-sons diminuait la quantité de silice incorporée à la surface de la zircone, ce qui est vraisemblablement la cause de la perte de potentiel de collage.

Groupe	Moyenne
Revêtement de silice (sans nettoyage aux ultra-sons)	9,6 (1,5) A
Revêtement de silice (nettoyée pendant 1 minute)	8,1 (1,2) B
Revêtement de silice (nettoyée pendant 5 minutes)	7,2 (1,4) B
Air-abrasion (groupe contrôle)	8,0 (1,7) B

*Unité : MPa, n=10, les moyennes avec la même lettre ne sont pas significativement différentes (p>0,05, pour les tests ANOVA et Student-Newman-Keuls)*

Tableau 4 : Valeurs de force de collage des groupes tests après différentes méthodes de pré-traitements, montrant que le nettoyage aux ultra-sons crée vraisemblablement une perte de potentiel de collage. (79)

### 3.1.2.3.3 La pression d'air lors du revêtement tribochimique (80)

La pression d'air peut également affecter la force de collage quand elle est appliquée lors du revêtement tribochimique. Heikkinen et coll (80) ont déterminé qu'augmenter la pression d'air pendant un revêtement tribochimique augmentait significativement la force de collage de la zircone au ciment résineux. Il a aussi été déterminé qu'augmenter la pression d'air augmentait la quantité de silice à la surface de la zircone. Ainsi, l'augmentation de la pression d'air augmente l'énergie cinétique des particules, et provoque alors une augmentation de la rugosité de surface et le nombre de particules en contact avec la surface de la zircone. **La pression d'air augmente donc la rétention mécanique et la quantité disponible de silice pour la rétention chimique (collage).**

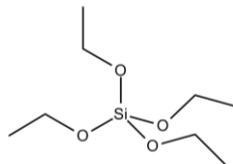
	LAVA (Zircone) 3M ESPE	Procera Alumina (Alumine) NOBEL BIOCARE	Procera (Zircone) NOBEL BIOCARE	Zirconia
<b>150 kPa</b>	12,61 (2,64) A	18,37 (2,35) A	11,21 (2,09) A	
<b>220 kPa</b>	13,39 (3,98) AB	15,56 (3,00) AB	15,01 (3,00) AB	
<b>300 kPa</b>	17,13 (4,92) AB	27,09 (3,31) AB	22,76 (2,31) BC	
<b>450 kPa</b>	18,22 (3,11) B	30,49 (3,00) B	26,43 (2,39) C	
<i>Les lettres indiquent des groupes homogènes (Tukey, <math>p &lt; 0.05</math>) pour l'utilisation de la pression d'air sur la surface de la céramique.</i>				

**Tableau 5 : valeurs en MPa de la force de collage des différentes céramiques après revêtement tribochimique en fonction de la force de l'augmentation de la pression d'air. (80)**

### 3.1.2.3.4 Le « silicoating »

Il s'agit d'une autre méthode utilisée pour appliquer une couche de silice sur les céramiques à base de zircone. (4) Le silicoating implique une application de silice par pyrolyse sur la surface de la zircone, suivie d'une application d'un silane, et enfin le collage avec un ciment résineux. (81)

En utilisant un appareil de laboratoire, du gaz butane est brûlé avec l'oxygène atmosphérique et guidé dans un container rempli de tetraethoxy silane. Le gaz est consommé et le silane se dégrade dans la flamme, recouvrant le matériau avec une couche d'éléments  $\text{SiO}_x\text{-C}$  qui permettent une rétention adhésive à la surface du matériau. (82) Le silicoating, commercialisé sous le nom de Silicoater-Technology (Silicoater, Kulzer Co., Friedrichshof, Germany) a été un succès dans le perfectionnement du collage entre un ciment résineux et les métaux. De plus, il y avait une bonne résistance à la dégradation après thermocyclage. (77,78,83–85)



**Figure 22 : tetraethoxy silane**

**Cependant, le silicoating était trop cher et trop compliqué à mettre en place commercialement pour une application dans le domaine dentaire.**

### 3.1.2.3.5 La « plasma spray technique » (62)

Elle est une autre forme de silicoating qui utilise une pulvérisation de plasma pour déposer un revêtement de siloxane sur la zircone (62) ; Dérand et coll ont utilisé un générateur haute fréquence pour déposer de l'hexamethyldisiloxane (HMDS) sur la surface de la zircone. Lors de la polymérisation, HMDS agit comme un silane, permettant un collage de siloxane entre la zircone et le ciment résineux. L'application de plasma produit une force de collage qui est significativement plus forte que la zircone non traitée ou silanisée, mais significativement plus faible que la zircone revêtue d'un film de micro-perles de verre. L'utilisation d'air abrasion ou d'une surface abrasive pour augmenter la rétention mécanique peut améliorer la force de collage du revêtement plasmatique sur la zircone.

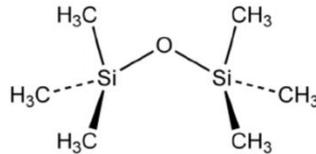


Figure 23 : HMDS

### 3.1.2.3.6 Technique de dépôt d'une phase unique de vapeur

Cette dernière méthode est la plus récente pour appliquer une couche de silice à la surface de la zircone. Piascik et coll (43) ont recherché une technique d'application d'une unique couche en phase vapeur, dans laquelle un gaz chloro-silane ( $\text{SiCl}_4$ ) est combiné avec de la vapeur d'eau pour former une surface fonctionnelle de  $\text{Si}_x\text{O}_y$  sur la surface de la zircone. Le procédé dépose une couche ultra fine et uniforme, de molécules organiques qui recouvrent la zircone. (4). L'étude conduite par Piascik et coll a montré que la zircone recouverte par un film de  $\text{Si}_x\text{O}_y$ , suivie d'une silanisation et d'un collage avec un ciment résineux, augmentait la force de collage.

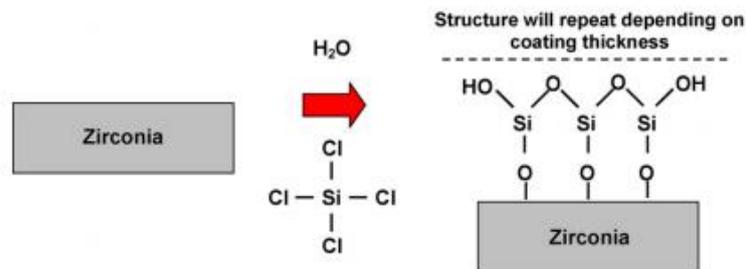


Figure 24 : réaction chimique représentant l'adhésion d'eau et de silicone tetrachlorure pour activer la surface de la zircone et permettre un pré-traitement de silanisation. (43)

La zircone revêtue d'un film de  $\text{Si}_x\text{O}_y$  d'une épaisseur de 2,6 nm a significativement une meilleure force de collage qu'une zircone avec un revêtement tribochimique, et semble alors comparable à la porcelaine. Le collage est dépendant de l'épaisseur du film de  $\text{Si}_x\text{O}_y$  : plus le film semble fin, plus l'adhésion chimique semble bonne. De nouvelles investigations sur l'épaisseur optimale du film pourraient aboutir à une expansion des utilisations de la zircone dans le domaine dentaire.

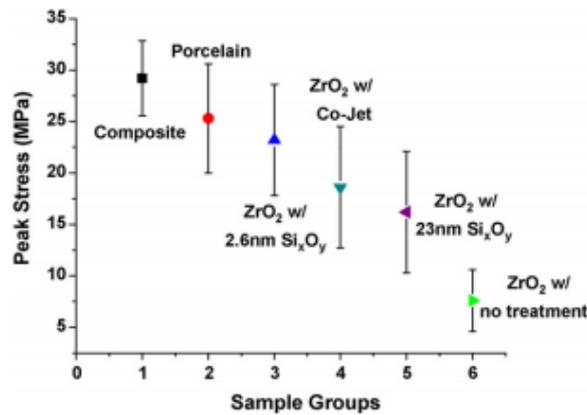


Figure 25 : Force maximale supportée pour un test de microtraction pour les différents groupes : composite, porcelaine, zircon (Si<sub>x</sub>O<sub>y</sub> – film épaisseur 2.6 nm), zircon (traitement Co-Jet™), zircon (Si<sub>x</sub>O<sub>y</sub> – épaisseur film 23 nm), et de la zircon non traitée. (les valeurs sont données avec l'écart type représenté par la barre verticale) (43)

### 3.1.2.4 Utilisation du LASER comme prétraitement de la zircon

Cavalcanti et coll se sont intéressés au rôle du Laser Er :YAG (« erbium-doped yttrium aluminium garnet laser ») pour augmenter la force de collage des résines composites à la zircon. Ils ont utilisé un laser qui émettait une longueur d'onde de 2.94 μm avec un diamètre de 1000 μm à l'aide d'un simple contact avec une sonde perpendiculairement à la surface. L'énergie était d'une intensité baissée à 200 mJ. Le laser Er :YAG a la capacité d'enlever des particules par un effet de micro-explosions et de vaporisation, un procédé appelé ablation. La surface de la zircon était irradiée pendant cinq secondes en utilisant un fin spray d'eau. (54,86)

Les résultats indiquent que l'irradiation au laser de la surface de la zircon n'est pas efficace dans l'augmentation de la force de collage ; l'utilisation d'air-abrasion est plus bénéfique. (86)

Les images en microscopie électronique à balayage montrent que le laser Er:YAG réalise une surface lisse sur la surface de la zircon, avec quelques fissures. (86)

De plus, les propriétés mécaniques de la zircon peuvent être affectées négativement par les changements de température durant le traitement au laser. (54)

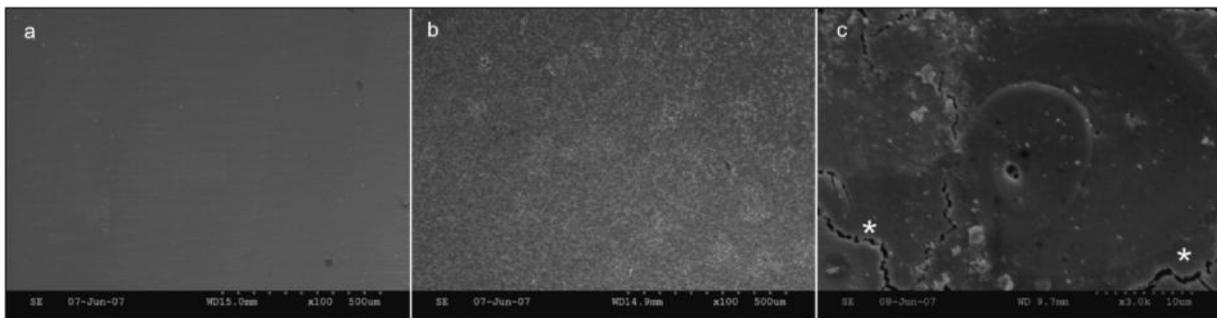


Figure 26: images au MEB de la surface de la zircon / auteur : Cavalcanti

Sur ces images (Figure 26) au microscope électronique à balayage de la surface de la zircon, nous pouvons voir (86) :

- figure a : la surface de la zircon non traitée (test)
- figure b : la surface de Y-TZP traitée par air-abrasion avec des particules d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 53 μm.
- figure c : la surface de Y-TZP irradiée avec un laser Er :YAG, les astérisques indiquent les fissures créées à la surface de la zircon.

### 3.1.3 Le choix du ciment

Les ciments de scellement composite à base de résine sont les matériaux standards utilisés dans le scellement des pièces céramiques sur les structures dentaires. (87) Les ciments de scellement composite à base de résine ont des compositions et des caractéristiques similaires aux composites de restauration conventionnels, c'est-à-dire une matrice organique dans laquelle sont incorporées des charges inorganiques. Par exemple : bis-GMA (Diméthacrylate glycidique de bisphénol A), TEGDMA (Triéthylène glycol diméthacrylate), UDMA (Uréthane diméthacrylate). La rétention d'une pièce prothétique à la structure de la dent et l'étanchéité du joint marginal entre la restauration et la dent dépend de la capacité de l'agent de scellement à coller la surface de la céramique et la dent. (88) Comme nous l'avons développé précédemment, la composition sans silice de la zircone rend difficile le collage de celle-ci sur les structures de la dent en utilisant les traditionnels ciments de scellement composite à base de résine.

#### 3.1.3.1 Rappels sur les différents ciments de scellement composites (11)

Nous détaillerons ici une classification proposée par Degrange (89,90) : classification des résines de collage selon le potentiel adhésif

##### 3.1.3.1.1 Les colles sans potentiel adhésif propre

Lorsque ces composites de collage sont utilisés, l'adhésion aux restaurations indirectes et aux tissus dentaires est assurée par le biais de promoteurs d'adhésion et de résines adhésives. (exemple : Variolink® II, Ivoclar Vivadent)

On retrouve dans cette catégorie :

- Les colles couplées à des systèmes adhésifs MR (mordançage et rinçage préalable) pour lesquels la mise en place du composite de collage est précédée par l'application d'un système adhésif MR3 (1<sup>ère</sup> étape : mordançage, 2<sup>ème</sup> : primaire et 3<sup>ème</sup> : adhésif) ou MR2 (1<sup>ère</sup> étape : mordançage, 2<sup>ème</sup> : primaire + adhésif).
- Les colles couplées à des SAM (système auto-mordançant sans rinçage) : un primaire automordançant est alors appliqué au préalable.

##### 3.1.3.1.2 Les colles avec potentiel adhésif propre

Les colles avec potentiel adhésif propre contiennent des monomères fonctionnels capables d'interagir chimiquement avec les tissus dentaires ou la céramique. Malgré leur potentiel adhésif intrinsèque, elles nécessitent un conditionnement préalable des substrats dentaires et des intrados prothétiques afin d'optimiser l'adhésion. En ce sens, elles ne diffèrent pas des colles sans potentiel adhésif.

Il en existe deux types :

- Celles à base de 10-MDP (exemple : Panavia™F 2.0 de Kuraray). (11)
- Celles à base de résine 4-META (exemple : Superbond® de Sun Medical). (11)

##### 3.1.3.1.3 Les colles auto-adhésives

Les colles auto-adhésives sont des composites de collage de dernière génération (exemple : RelyX™ Unicem et RelyX Unicem 2 Automix, 3M) qui ne nécessitent aucune préparation des surfaces dentaires avant le collage. Toutes les étapes sont réunies en une seule : le mordançage et l'application de primaire, d'adhésif et de composite. Le composite de collage est directement appliqué sur le substrat dentaire sans préparation préalable de ce dernier.

### 3.1.3.2 Résines de collage à base de bis GMA (diméthacrylate glycidique de bisphénol A)

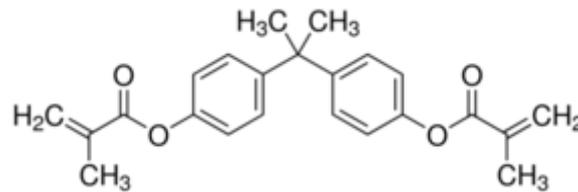


Figure 27 : diméthacrylate glycidique de bisphénol A

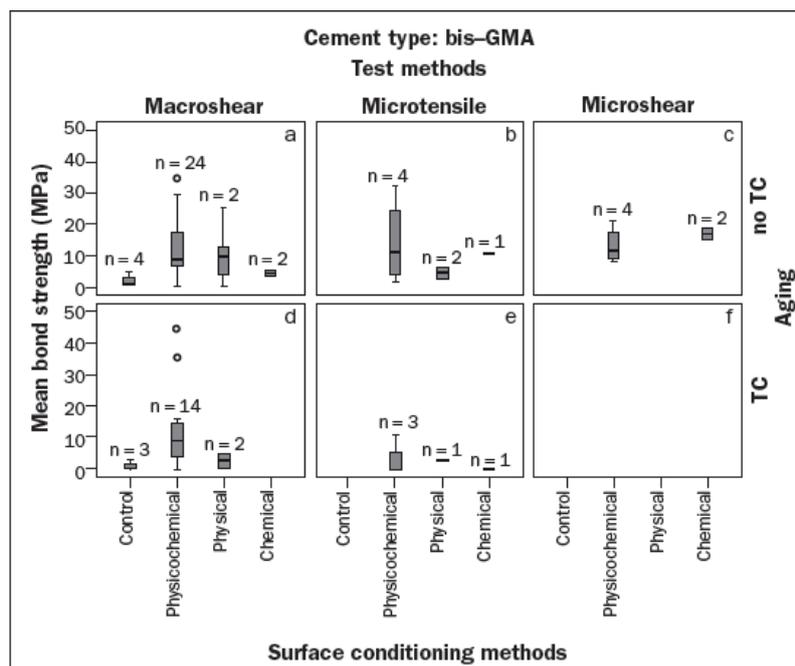


Figure 28 : Moyenne de la force de collage pour les ciments à base de Bis-GMA après tests de macrocisaillement, microtraction, et microcisaillement. Avec (d à f) et sans (a à c) thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)

La moyenne des forces de collage après un test de macrocisaillement, avant et après les tests de vieillissement montre une meilleure force de collage après pré-traitement physico-chimique. (91)

Pour les tests de microtraction et microcisaillement, il n'y a pas de données valables pour l'utilisation d'un ciment bis-GMA dans le collage de la zircone, après thermocyclage. (91)

Après l'étude de toutes les données, 10 MPa a été considérée comme la valeur moyenne de force de collage. Avec les ciments contenant du Bis-GMA, après vieillissement et tests de macrocisaillement, seul le traitement physico-chimique permet d'atteindre la valeur moyenne. (91)

De plus, les études de Kern et Thompson (92) ont montré que les résultats après l'utilisation de ciments bis-GMA étaient infructueux dans le collage de céramiques alumineuses après air-abrasion. Les céramiques alumineuses et zircone étant des céramiques denses, par analogie il semble alors que le choix d'un ciment à base de bis-GMA ne soit pas le plus approprié pour le collage de la zircone. Cependant d'autres études sont nécessaires pour le prouver réellement.

### 3.1.3.3 Résines de collage à base de 4-META (4-methacryloyloxyethyl trimellitate anhydride)

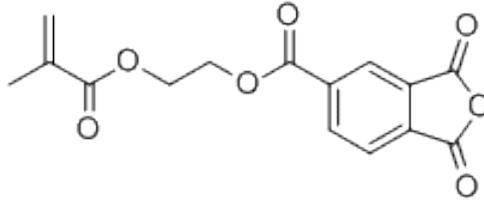


Figure 29 : 4-methacryloyloxyethyl trimellitate anhydride

Contrairement aux recherches conduites par Wegner et Kern, Derand et Derand (51) ont trouvé que Panavia Ex<sup>TM</sup> ne formait pas un fort collage à la zircone. A la place, ils ont découvert que le Superbond C & B© (Sun Medical, Moriyama City, Japan), un ciment résineux contenant 4-META/TBB/PMMA, avait significativement une meilleure force de collage.

Les travaux de Ernst et coll (74) et Lee et coll (4) ont confirmé que le Superbond C&B© présentait un meilleur potentiel de collage que les ciments de scellement composite à base de résine contenant un monomère de phosphate (MDP) (Panavia F (Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japan)). Il est supposé (74) que le groupe anhydride contenu dans les composites de collage 4-META se lie avec la zircone et le revêtement tribochimique.

Cependant, il n'y a pas de certitude que le collage chimique du ciment 4-META soit supérieur au collage d'un ciment MDP à la zircone. Cela a été par ailleurs confirmé par les bases de données des deux études (74,93) montrant que la force de collage du Superbond C&B© n'était pas significativement supérieure à la force de collage du Panavia F<sup>TM</sup>. Les résultats plus faibles avec Panavia EX<sup>TM</sup> seraient dus aux différentes méthodes de tests : le cisaillement contre la traction. Le test de traction est un test qui habituellement applique une pression standard sur le collage alors que le test du cisaillement est un test qui utilise une pression manuelle, faite à la main, ce qui cliniquement simule la pression appliquée du ciment prothétique sur la dent pendant le procédé de collage. (4,74)

Les autres facteurs qui peuvent affecter la force de collage est l'épaisseur du film de ciment, la composition de la zircone utilisée, le composite de collage utilisé, et la manière avec laquelle la zircone et les structures dentaires sont collées avec le composite de collage. (4)

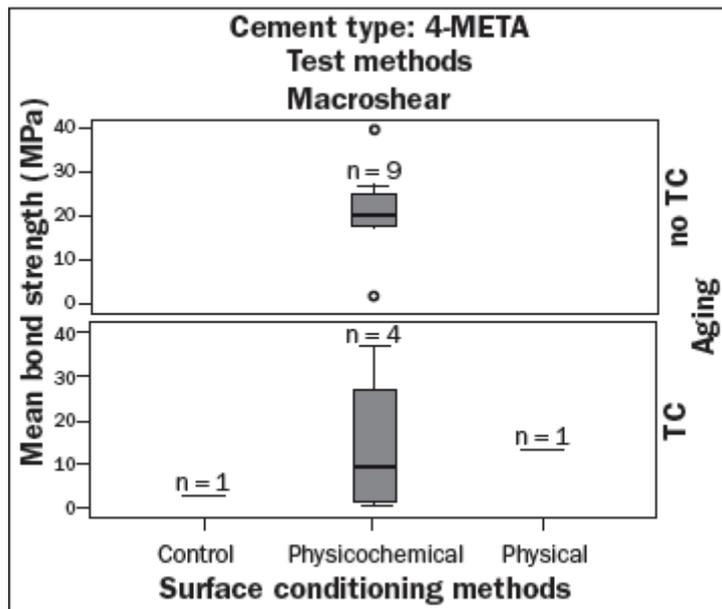


Figure 30 : Moyenne de la force de collage (MPa) pour les ciments à base 4-META après test de macrocisaillement et sans thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)

Grâce à ce diagramme et le suivant, nous pouvons comparer les résultats pour les ciments 4-META et MDP pour les tests de macrocisaillement. Il apparaît alors que la moyenne de la force de collage après thermocyclage et pré-traitement physico-chimique est moindre pour les ciments à base de 4-META que pour les ciments à base de MDP. (91)

En effet en fonction des études, du nombre de groupes inclus dans ces études, des pré-traitements et tests appliqués, les résultats varient en faveur d'un ciment ou d'un autre.

Cependant, une tendance semble se dégager vraisemblablement pour les ciments à base de MDP.

### 3.1.3.4 Ciments auto-adhésifs (91)

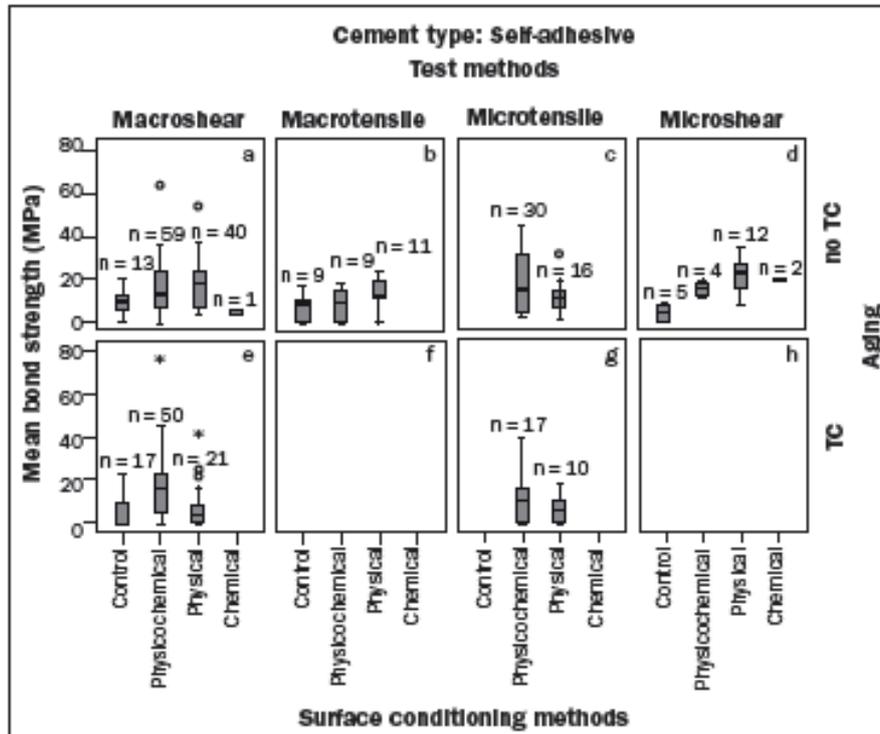


Figure 31 : Moyenne de la force de collage (MPa) pour les ciments auto-adhésifs après tests de macrocisaillement, macrotraction, microtraction, et microcisaillement. Avec (e à h) et sans (a à d) thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)

La classification de ciments dans le groupe des ciments auto-adhésifs est une tâche difficile, en effet leur composition chimique est très hétérogène. Ces ciments présentent de nombreuses variations dans leurs compositions chimiques : certains contiennent des esters d'acide phosphorique, MDP, bis-HEMA phosphate, glycerolphosphate diméthacrylate, ou 4-META, d'autres contiennent du Bis-GMA seul ou en association avec TEG-DMA. De plus, le pourcentage exact de ces composants n'est pas toujours accessible par les fabricants. Une étude basée sur les ciments contenant les différents monomères est donc préférable, même si cela n'est pas toujours facile en ne connaissant pas exactement la composition du ciment étudié. (91)

Exemples de colles auto-adhésives		Et leur composition
<b>RelyX Unicem© (EM ESPE)</b>		- base : monomères de méthacrylate contenant des groupes acides phosphoriques / monomères de méthacrylates / additifs silanisés / composants initiateurs / stabilisateurs - catalyseur : monomères de méthacrylate / additifs alcalins / additifs silanisés / composants initiateurs / stabilisateurs / pigments jaunes
<b>Maxcem Elite© (Kerr)</b>		Monomères d'ester de méthacrylate, additifs minéraux, fluorure d'yttrium, activateurs, stabilisateurs et colorants
<b>SpeedCem Plus© (Ivoclar Vivadent)</b>		trifluorure d'ytterbium, diméthacrylate d'uréthane, triéthylèneglycoldiméthacrylate, méthacrylate d'acide phosphorique, polyéthylèneglycol diméthacrylate, 1,10-décandiol diméthacrylate, peroxyde de dibenzoyl
<b>BisCem© (Bisco Dental)</b>		Bisphenol A diglycidylmethacrylate, silice amorphe, initiateurs
<b>Multilink Automix© (Ivoclar Vivadent)</b>		- matrice de monomères : Diméthacrylate, Hydroxyéthylméthacrylate - composés inorganiques : verre de baryum, trifluorure d'ytterbium, oxyde spherioide

**Tableau 6 : Exemples de colles auto-adhésives, et leur composition selon les fabricants**

De plus, certains ciments auto-adhésifs sont prévus pour être utilisés seuls, sans prétraitement physique ou chimique de la dent, alors que d'autres incluent un primer pour la zircone contenant des monomères de méthacrylate ou MDP. (91)

Par exemple, le produit Multilink Automix© (Ivoclar Vivadent) contient un primer de monomères de méthacrylate.

Le RelyX Unicem© (3M ESPE) contient également un monomère de méthacrylate à base d'ester phosphate. (54)

Sur le diagramme (figure 31), pour les tests de macrocisaillement et microtraction, et après prétraitement physico-chimique, la force de collage semble au-dessus de la moyenne fixée de 10 MPa. Cependant, des précautions sont à prendre car comme cité précédemment, la classification de ces ciments est floue et la présence de prétraitement ici laisse le doute quant aux ciments censés être utilisés seuls. (91)

### 3.1.3.5 Résines de collage à base de MDP (Méthacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate)

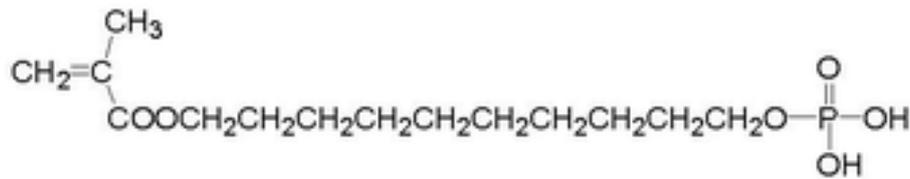


Figure 32 :10-Méthacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate

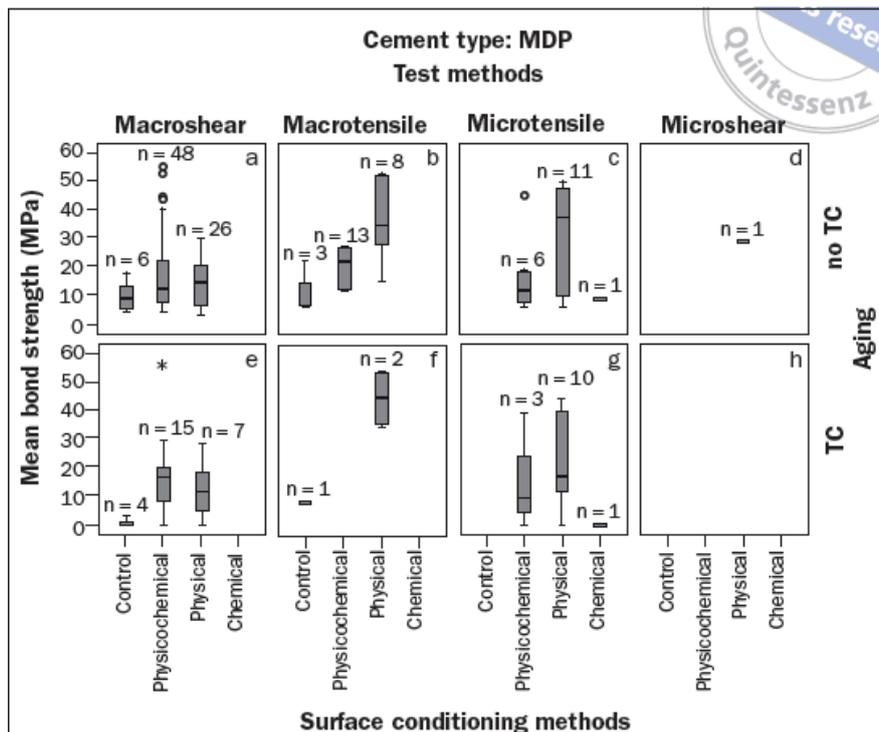


Figure 33 : Moyenne de la force de collage (MPa) pour les ciments à base de MDP après tests de macrocisaillement, macrotraction, microtraction, et microcisaillement. Avec (e à h) et sans (a à d) thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)

Dans ce diagramme (figure 33), nous distinguons que suivant les tests appliqués, les moyennes des forces de collage des ciments MDP varient beaucoup en fonction des prétraitements et du thermocyclage. Les valeurs semblent tout de même présenter de meilleures moyennes de force de collage pour ce type de ciment que pour les précédents. (91)

Kern et Wegner (56) ont été les premiers à rapporter la force de collage à long terme des composites de collage MDP avec la zircone. Ils ont comparé la résistance du collage à la traction de plusieurs systèmes de collage à la zircone ayant subi une air-abrasion :

- deux MDP composites résineux chémo-polymérisant : **Panavia™ EX** ( Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japan (10- Méthacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate)) et **Panavia 21 Ex™** (Kuraray Medical Inc., Kurashiki, Japan)
- Bis-GMA seul
- Bis-GMA après silanisation
- Bis-GMA après revêtement tribochimique à base de silice et silanisation
- Bis-GMA après « acrylization »
- ciments de scellement composite chémo-polymérisant à base de résine et polyacides modifiés

Après 150 jours, ils ont déterminé que seulement les deux ciments MDP permettaient une forte force de collage (Panavia™ :  $49,7 \pm 8,1$  MPa ; Panavia 21™ :  $46,0 \pm 7,4$  MPa). Ils ont montré qu'il n'y avait pas de variation significative dans la force de collage après les tests de vieillissement artificiels : réalisation de test de traction après 3 ou 150 jours dans de l'eau distillée à 37,8°C. (56)

Un nouveau travail a conduit Wegner et Kern (52) à étudier la résistance du collage à la traction sur deux ans entre les ciments résineux et la zircone. Ils ont confirmé l'hypothèse émise auparavant : le groupe fonctionnel ester-phosphate du composite de collage MDP forme un collage chimique résistant à l'eau avec la zircone, dans de l'eau distillée à 37°C pendant 3 jours ou 2 ans.

D'après ces résultats (52), les **ciments de scellement composite à base de résine contenant un monomère de phosphate (MDP)** sont recommandés pour le collage de la zircone au cabinet dentaire.

Les recherches au fil des années se sont concentrées sur l'étude et l'amélioration de la force de collage des ciments résineux MDP à la zircone. (7,45,57,76,94–98) Cela s'explique car les ciments résineux MDP sont hydrolytiquement stables et par conséquent, n'ont pas de diminution de force de collage à travers le temps. (7,95) L'addition d'un composé de liaison MDP et d'un agent de liaison silane pour augmenter la force de collage d'un composite de collage MDP produit des résultats positifs. (95) Il a été prouvé que les particules d'air abrasion ou un revêtement tribochimique, suivis de l'application d'un composé de liaison MDP et d'un agent de liaison silane, résultait en une augmentation de la force de collage comparativement à un ciment de scellement composite à base de résine contenant un monomère de phosphate seul. (7,45,55,99,100) Il est établi que les monomères acides hydrolysent rapidement les agents de liaison à base de silane, produisant un collage siloxane nécessaire à la rétention chimique (4). Il semble que la nature acide du MDP améliore le collage polysiloxane produit par l'agent de liaison silane et ainsi renforce la rétention du ciment résineux à la zircone. (100)

**En conclusion :** D'autres études de laboratoire ont montré qu'un ciment de scellement composite à base de résine contenant un monomère de phosphate, comme RelyX™ Unicem (3M ESPE, Seefeld, Germany), un ciment résineux universel auto-adhésif, un ciment de scellement ne contenant pas de monomère de phosphate, comme par exemple RelyX™ ARC ou Bifix™ QM (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany), les ciments Bis-GMA, et un ciment à base d'acide phosphorique comme le Multilink™ Automix (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, USA) ont été présentés comme statistiquement comparables en terme de force de collage aux ciments de scellement MDP. (7,45,57,76,95,97,98,101)

**Bien que tous les ciments de scellement cités précédemment aient montré une bonne rétention mécanique, les ciments de scellement composite à base de résine contenant un monomère de phosphate (MDP) continuent d'être les plus populaires en termes de choix pour le collage des pièces prothétiques en zircone dans les applications cliniques. Cela est dû au faible taux d'incident de fêlure ou de perte de rétention avec les ciments MDP.** (102–106)

**Il n'y a pas de consensus clair sur le choix du ciment, cela n'affecte pas de manière significative les résultats des analyses. Le protocole optimal de collage de la zircone n'est à ce jour pas encore établi.** (91)

**Tant que des résultats controversés seront présentés dans les études, l'utilisation de silanes à base d'acide phosphorique, de ciments à base de monomère de phosphate (MDP) ou de ciments auto-adhésifs qui agissent directement avec les oxydes présents dans la surface de la zircone seront considérés comme une bonne alternative aux systèmes d'air abrasion.**

### 3.1.3.6 Nouveau ciment de scellement Panavia V5

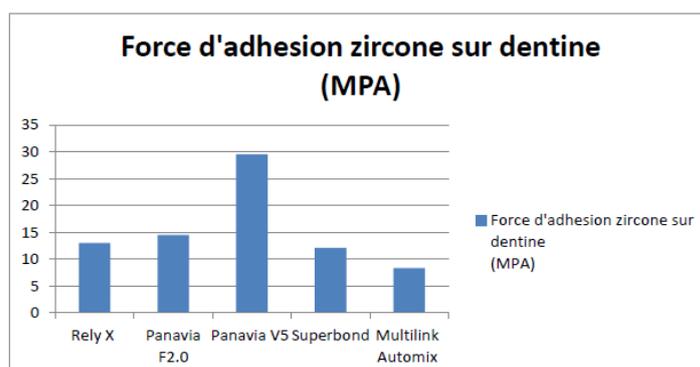
Depuis 2015, un nouveau ciment de scellement du fabricant Kuraray Noritake a été mis sur le marché, le Panavia V5<sup>TM</sup>. Un faible nombre d'études sont disponibles sur l'utilisation de ce ciment de scellement sur la zircone (107–109), ce nouveau ciment semble être prometteur pour améliorer la force de collage de la zircone sur un matériau dentaire. Cependant, des réserves doivent être émises sur ces résultats, car ce sont des études effectuées en lien avec le fabricant Kuraray Noritake, et les méthodes de vieillissement artificiel et méthodes de tests ne sont pas toujours explicites.



Figure 34 : les différents composants du Panavia V5<sup>TM</sup> (site fabricant Kuraray Noritake)

Le Panavia V5<sup>TM</sup> se compose d'un primer Clearfil<sup>TM</sup> Ceramic Primer Plus, un primaire à appliquer sur la pièce prothétique en zircone, d'un primer Panavia V5<sup>TM</sup> Tooth Primer, à appliquer sur le tissu dentaire, et enfin d'une seringue avec embout applicateur Panavia V5<sup>TM</sup>, disponible en cinq teintes différentes.

Le primaire Clearfil<sup>TM</sup> contient un agent de liaison contenant du silane et des monomères de phosphate (MDP), le Panavia V5<sup>TM</sup> Tooth Primer contient également du MDP. La pâte Panavia<sup>TM</sup> V5 ne contient pas de MDP en elle-même, à la différence du Panavia F2.0<sup>TM</sup>, mais elle est composée de Bis-GMA et de TEGDMA. (107,108) D'après le fabricant Kuraray Noritake, la combinaison des primers contenant du MDP avec la pâte de Panavia V5<sup>TM</sup> assurerait un degré de polymérisation élevé qui éviterait l'absorption de l'eau et les décolorations.



Panavia V5: In vitro evaluation project of adhesion to zirconia  
E. Dursun, H. Fron Chabouis, S. Le Goff, JP Attal, Unité de Recherche Biomatériaux  
Innovations et Interfaces, Université Paris Descartes, Paris (2015)

Figure 35 : Force de collage entre la dentine et la zircone entre différents ciments de scellement (109)

D'après l'étude de Dursun et coll, (109) le Panavia V5<sup>TM</sup> présenterait une force de collage supérieure aux autres ciments de scellement. Cependant, cette information reste à nuancer car nous n'avons pas d'information sur le type de pré-traitement de la zircone, ni sur les méthodes de vieillissement artificiel ou sur les méthodes de test. En effet, cet article est confidentiel pour la société Kuraray Noritake et nous n'avons pas été autorisés à le consulter.

Un article de Yagawa et coll. (107) a étudié l'effet de différents primaires sur la collage de la zircone en utilisant à chaque fois le Panavia V5<sup>TM</sup>. Les résultats sont donnés après une immersion dans de l'eau distillée à 37°C pendant 24 heures après 30 minutes de préparation de la surface de la zircone, puis un thermocyclage de 0 ou 5000 cycles à 5°C et 55°C pendant 1 minute. Il ressort de cette étude que la force de collage la plus élevée dans ces conditions est obtenue avec les primaires contenant le monomère fonctionnel MDP, tel que le primaire Clearfil<sup>TM</sup> ainsi que la version dual du Panavia V5<sup>TM</sup>. La meilleure moyenne de force de collage à la zircone obtenue est ici de 42,3 MPa après 5000 cycles de thermocyclage pour le primaire Clearfil<sup>TM</sup> et la version dual du ciment résineux Panavia V5<sup>TM</sup>. (107)

De plus, il est difficile de connaître le degré de pureté du MDP des différents ciments et primaires, et cela a un impact sur la qualité du collage. Le fabricant Kuraray ne rend pas publique le pourcentage de pureté de MDP de ces produits mais assure cependant qu'il est supérieur aux autres. (110)

Aujourd'hui, MDP est le monomère le plus recommandé en termes de collage de la zircone, mais il faut prendre garde à la concentration et la qualité de ce monomère de phosphate. (110) Quant au nouveau ciment Panavia V5<sup>TM</sup>, plus de recul clinique et d'études sont nécessaires pour affirmer sa supériorité par rapport aux autres ciments résineux, dans le domaine du collage de la zircone.

### 3.1.4 La simulation du vieillissement et les tests appliqués de traction et de cisaillement

#### 3.1.4.1 Méthodes de tests : macrotraction, microtraction, macrocisaillement, microcisaillement

Les valeurs d'adhérence et les données issues de la littérature scientifiques sont fondées sur des tests *in vitro* pour évaluer les systèmes adhésifs et les composites de collage.

##### 3.1.4.1.1 Tests quantitatifs d'adhérence (11)

Ce sont des tests de rupture mécanique des assemblages collés. Des forces (en cisaillement ou traction) sont appliquées au niveau de l'interface, générant ainsi des contraintes, et ce jusqu'à rupture de l'échantillon. La contrainte à la rupture est le rapport d'une force en Newton (N) sur une surface ( $m^2$ ). Elle a la dimension d'une pression estimée en Pascal (Pa) ou mégaPascal (MPa) si la surface est en millimètres carrés.

Les résultats d'adhérence dépendent de nombreux facteurs expérimentaux autres que le seul matériau testé. Quel que soit le type de test, les valeurs obtenues ne sont pas à considérer comme une propriété du matériau, à savoir sa performance clinique. Les résultats doivent être interprétés uniquement au sens relatif « A est meilleur que B ».

##### - Les tests en traction : (11)

Lors de l'essai de traction, l'échantillon calibré est étiré, ses deux extrémités étant maintenues par les mors de la machine de traction. Ces deux extrémités doivent être élargies afin que la rupture se produise au centre de l'échantillon

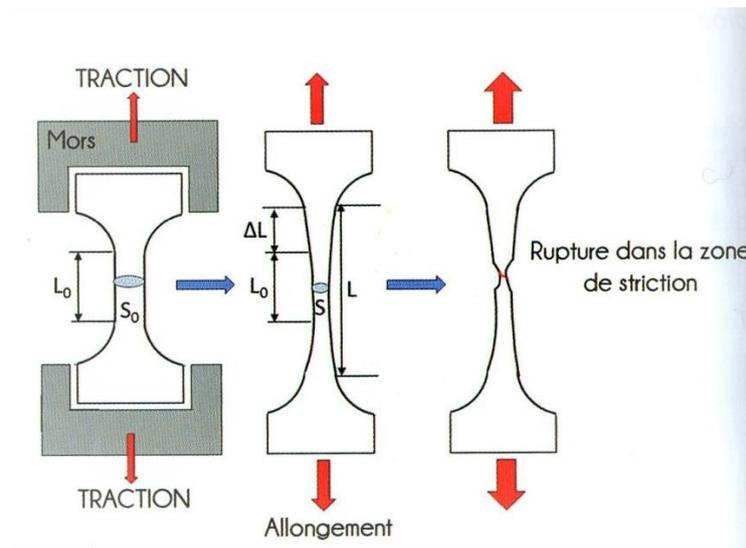


Figure 36 : lors du test de rupture en traction, l'échantillon subit un allongement de  $\Delta L=L-L_0$  où L est la longueur réelle et  $L_0$  la longueur initiale. L'échantillon est maintenu par des mors à ses extrémités élargies. (11)

L'essai de traction permet de déterminer plusieurs propriétés du matériau, dont le module d'élasticité.

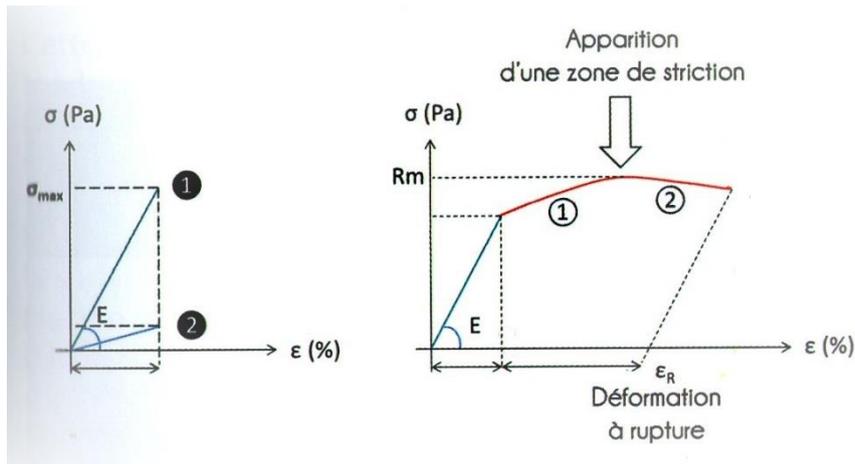


Figure 37 : à gauche, courbes de matériaux fragiles (absence de domaine plastique) : 1 : matériau fragile mais rigide (pente de la courbe ou module de Young élevé) ; 2 : matériau fragile, peu rigide (module de Young faible). A droite, courbe d'un matériau ductile (domaine plastique présent) et rigide : 1 : zone de déformation plastique homogène ; 2 : zone de déformation plastique hétérogène (déformations localisées au niveau de la zone de striction uniquement) (11)

· **Module de Young E** (MPa ou GPa) : un matériau avec un module de Young élevé sera dit rigide, c'est-à-dire que sa résistance à la déformation dans le domaine élastique (déformation réversible) sera importante. Le module de Young est régi par la loi de Hooke :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon$$

où  $\sigma$  est la contrainte exprimée en Pascal (Pa), E le module de Young exprimé en Pascal (Pa), et  $\varepsilon$  la déformation, soit un rapport de longueurs sans unités.

· **Limite d'élasticité (Re)** : La limite d'élasticité définit la contrainte à partir de laquelle un matériau ductile arrête de se déformer de manière élastique (réversible) et commence donc à se déformer de manière plastique (irréversible). Pour un matériau fragile, telle que la céramique, c'est la contrainte à laquelle se produit la rupture.

· **Résistance à la traction (Rm ou  $\sigma_m$ )** : la résistance à la traction est définie par :

$$R_m : F_m / S_0$$

Où  $F_m$  (N) est la force maximale pour laquelle la matière subit une déformation régulière pendant le test et  $S_0$  la surface ( $m^2$ ) sur laquelle la force s'applique.  $R_m$  s'exprime en  $N/m^2$ . La force mise en œuvre, en raison de l'allongement et de la diminution du diamètre, baisse rapidement jusqu'à la rupture de la pièce, sitôt dépassé ce seuil maximal. Au-delà de  $R_m$ , la déformation est concentrée dans la zone de striction.

- Les tests en cisaillement : (11)

Lors des tests en cisaillement, une force parallèle/tangente à l'interface étudiée est appliquée jusqu'à la rupture, par opposition aux tests en traction où les forces sont normales, c'est-à-dire perpendiculaires à la section. Il en résulte une contrainte de cisaillement  $\tau$ , exprimée en Pascal. Le cisaillement pur n'existant pas, il est toujours combiné à un moment de flexion. Le cisaillement est régi par une loi similaire à la loi de Hooke, mais valable pour le cisaillement :

$$\tau = G \cdot \gamma$$

Où G est le module de cisaillement ou module de Coulomb (exprimé en Pascal) et  $\gamma$  est le déplacement latéral relatif ( $\Delta x/L = \tan \Theta$ ).

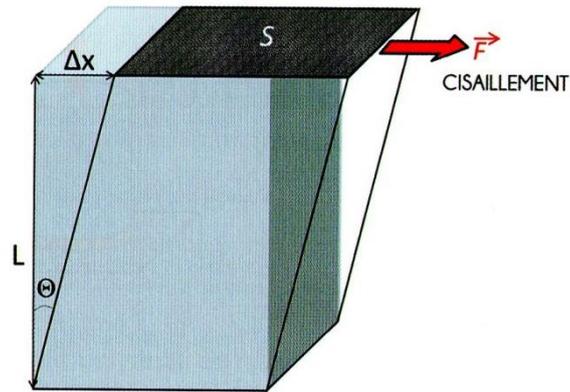


Figure 38 : lors du test de cisaillement, les forces sont appliquées tangentiellement à la surface (11)

- Tests macroscopiques ou microscopiques ? (11)

La différence entre les tests macroscopiques et microscopiques concerne l'aire de collage de l'échantillonnage. De 7 à 28 mm<sup>2</sup> (3 à 6 mm de diamètre) pour les tests macroscopiques, la surface de collage est inférieure à 2 mm<sup>2</sup> pour les tests microscopiques. Concernant ces derniers, de multiples échantillons sont obtenus à partir d'une seule dent. Il est donc primordial de considérer ces échantillons comme dépendant les uns des autres.

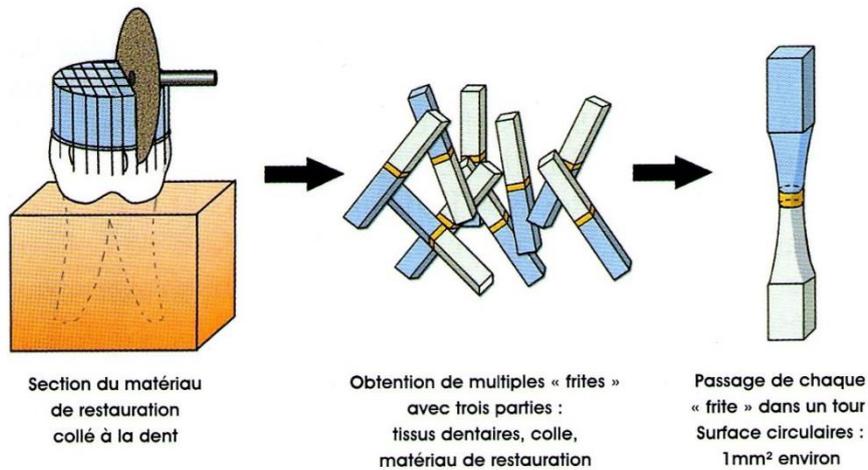


Figure 39 : schéma représentant la protocole d'élaboration des échantillons pour les tests de microtraction. (11)

	Test macroscopique Surface de collage : 7-28 mm <sup>2</sup> Une dent = un échantillon indépendant	Test microscopique Surface de collage : < 2 mm <sup>2</sup> Une dent = plusieurs échantillons non indépendants
Test en traction $\sigma_{\text{traction}} = \frac{F}{S}$		
Test en cisaillement $\tau = \frac{F}{S}$		

**Tableau 7 : comparaison entre les différents type de « bond strength tests » (11)**

Jusqu'au milieu des années 1990, les tests d'adhérence, en traction et/ou cisaillement, s'effectuaient quasi exclusivement sur des surfaces variant de 3 à 6 mm de diamètre (soit 7 à 28 mm<sup>2</sup>). Les tests macroscopiques en cisaillement constituaient alors une référence. Bien que les tests microscopiques en traction soient de plus en plus fréquents, les tests macroscopiques, tels que les tests en cisaillement, restent usités, notamment pour leur facilité de mise en œuvre.

D'après Heintze et Rousson, (111) les tests en cisaillement et macroscopiques en général, en raison de la large surface de collage et de la distribution des contraintes plus hétérogènes qui en résulte, n'ont aucune valeur de prédictibilité quant à la performance clinique, et ce comparativement aux tests de microtraction.

La popularité des tests microscopiques, surtout en traction, va croissant depuis les années 2000. Ces nouveaux tests suscitent de l'intérêt, notamment pour leur surface réduite qui : (111)

- aboutit à une distribution des contraintes plus homogène et donc à davantage de fractures adhésives plutôt que cohésives ;
- permet de calculer les moyennes pour une seule dent
- facilite l'observation en microscopie électronique (surfaces réduites)
- permet d'obtenir des valeurs de forces d'adhérence à l'interface plus importantes.

Concernant ce dernier point, une relation inversement proportionnelle existe entre la surface de collage et la force d'adhérence : plus la première est importante, plus la seconde est faible. Selon Armstrong et al (112), la valeur d'adhérence en macrotraction est ainsi de 2 à 4 fois plus faible qu'en microtraction.

Cette relation s'explique par la mécanique des fractures, fondée sur les travaux de Griffith. La surface collée se fracture quand une fissure se propage à partir d'un défaut d'une certaine taille, dite critique, présent au niveau de cette surface (bulle...). Or, plus la surface est grande, plus la probabilité de trouver un tel défaut est importante. Donc, plus la surface est large, plus la force d'adhérence est faible. (11)

Placido et al (113) en concluent que les résultats des microcisaillement sont encore moins représentatifs de la force d'adhérence en cisaillement que ceux des macrocisaillement conventionnels. En effet, si les critiques faites aux tests « macro » portent sur son hétérogénéité, les résultats obtenus sur la force d'adhérence semblent plus prédictifs d'une situation clinique où les surfaces de collage sont larges.

Quel que soit le type de test, il est obligatoirement suivi d'une analyse de faciès de rupture.

- L'analyse des faciès de rupture : (11)

L'analyse des modes de rupture se fait sous microscope à fort grossissement (exemple : microscope électronique à balayage). Les faciès de rupture observables sont de trois types :

- Une rupture adhésive se produit entre l'interface et son substrat. Elle signe une fragilité du collage ;
- Une rupture cohésive se produit au sein d'un des matériaux (soit le substrat, soit le matériau d'interface lui-même). Si la rupture est cohésive au sein du substrat, l'adhésion forte est dite structurale. Ce type de rupture ne se produit jamais au sein de la céramique ;
- Une rupture mixte se produit partiellement au sein d'un des matériaux, partiellement à l'interface. C'est le mode de rupture le plus fréquent étant donné la complexité des matériaux mis en jeu.

Si les ruptures cohésives au sein de la dentine peuvent être évaluées facilement, la limite entre fracture mixte et adhésive devient presque subjective.

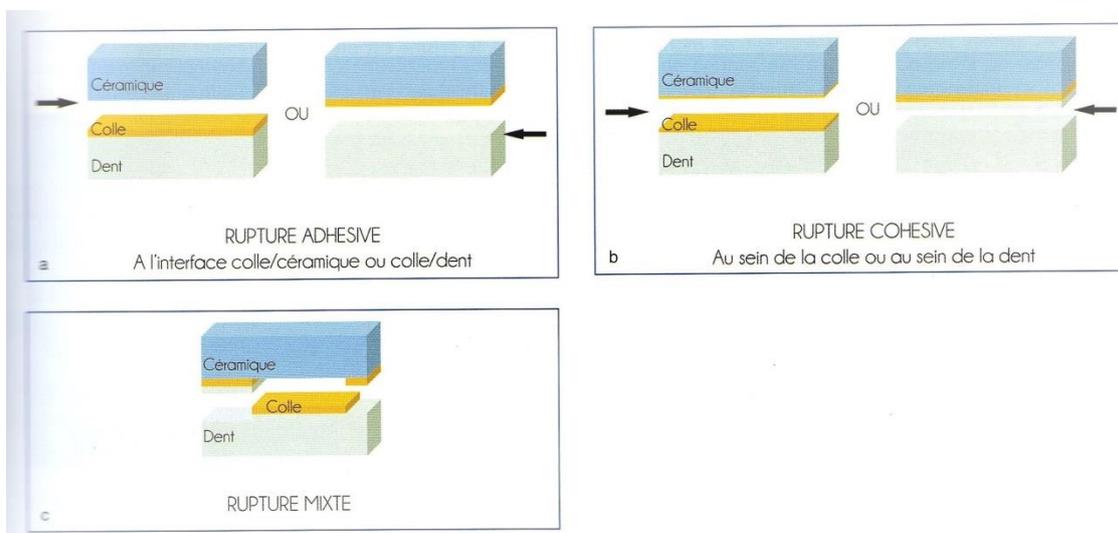


Figure 40 : les différents modes de rupture observables lors des tests d'adhérence (11)

### 3.1.4.2 Vieillessement : thermocyclage ou immersion en milieu hydrique

Hormis l'établissement d'un collage fort entre le ciment de scellement et la zircone, le fait qu'il soit durable sous l'action des contraintes fonctionnelles telles que la fatigue, la salive et les changements de température constants pour une durée acceptable est un aspect crucial à étudier. (54)

Les méthodes de vieillissement artificiel nous donnent une mesure de la durabilité du collage, aussi bien à l'aide du thermocyclage que de l'immersion en milieu hydrique. Le thermocyclage ayant néanmoins un impact plus grand que l'immersion en milieu hydrique à température constante. (53)

Une baisse dans la valeur de la force de liaison ciment/zircone après vieillissement artificiel est observée pour de nombreuses études avec des systèmes de collage commerciaux. (7,55–57,64,67,92,114,115)

Cependant, diverses autres études ne font même pas subir de vieillissement artificiel à leurs expériences ou alors pendant une période trop courte pour simuler des conditions cliniques. (38,43,55,62,64,70,116–121)

Kumbuloglu et coll ont prouvé que l'immersion en milieu hydrique pendant une semaine ou 2000 cycles de thermocyclage après 24h d'immersion en milieu hydrique n'affectaient pas significativement les propriétés de collage des ciments Panavia F© (Kuraray Noritake) et RelyX Unicem© (3M ESPE) sur de la zircone ayant subi un pré-traitement d'air abrasion. (76)

**En outre, dans la littérature, il n'existe pas de consensus sur le temps et le milieu de vieillissement artificiel ainsi que sur le nombre de cycles, qui sont choisis arbitrairement. Allant de 100 à 50 000, ce qui rend difficile de comparer les résultats des études. Gale et Darvel ont conclu que 10 000 cycles correspondent approximativement à un an de fonctionnement clinique.** (122)

Enfin, pour être plus significatifs, les tests du collage de la zircone devraient impliquer des sollicitations cycliques, un nombre important de cycles masticatoires et une immersion en milieu hydrique pendant une durée de 6 mois. (123,124)



Figure 41 : machine de thermocyclage (Certiga-TCS-30)

Dans les machines de thermocyclage, il y a deux cuves pour pouvoir faire subir des tests avec des liquides très chauds, ou très froids. Cela pour mimer les changements de températures drastiques de la cavité buccale.

### 3.1.4.3 Applications des tests quantitatifs à notre sujet

Ciment de scellement	Méthode de test	Veilleissement par thermocyclage (TC)	Moyenne
<b>Ciment Bis-GMA</b>	Macrocisaillement	Pas de TC	0,071
		TC	0,055
	Microtraction	Pas de TC	0,706
		TC	0,607
	Microcisaillement	Pas de TC	0,355
		TC	-
	Macrotraction	Pas de TC	-
		TC	-
<b>Ciment MDP</b>	Macrocisaillement	Pas de TC	0,230
		TC	0,032
	Microtraction	Pas de TC	0,382
		TC	0,325
	Microcisaillement	Pas de TC	-
		TC	-
	Macrotraction	Pas de TC	0,003
		TC	0,221
<b>Ciment auto-adhésif</b>	Macrocisaillement	Pas de TC	0,082
		TC	0,000
	Microtraction	Pas de TC	0,890
		TC	0,301
	Microcisaillement	Pas de TC	0,008
		TC	-
	Macrotraction	Pas de TC	0,047
		TC	-
<b>Ciment verre ionomère</b>	Macrocisaillement	Pas de TC	0,468
		TC	0,317
	Microtraction	Pas de TC	-
		TC	-
	Microcisaillement	Pas de TC	-
		TC	-
	Macrotraction	Pas de TC	-
		TC	-
<b>Ciment 4-META</b>	Macrocisaillement	Pas de TC	-
		TC	0,931
	Microtraction	Pas de TC	-
		TC	-
	Microcisaillement	Pas de TC	-
		TC	-
	Macrotraction	Pas de TC	-
		TC	-

**Tableau 8 : effets significatifs des méthodes de tests et vieillissement artificiel sur l'adhésion à la zircone en fonction du type de ciment de scellement. (91)**

Nous observons ici que le type de ciment de scellement ( $p=0.064$ ) et les différentes méthodes de tests ( $p=0.195$ ) n'affectent pas significativement les résultats. (91) Les interactions entre le ciment de scellement et les méthodes de tests ne sont pas probantes ( $p=0.356$ ). (91)

Indépendamment des prétraitements, les ciments à base de MDP montrent des différences notables entre les conditions de non-thermocyclage et thermocyclage, quand les tests de macrocisaillement

( $p=0.032$ ) et de macrotraction ( $p=0.003$ ) sont utilisés. De même, les ciments auto-adhésifs montrent des différences significatives entre les conditions de non thermocyclage et thermocyclage avec le test de macrocisaillement ( $p=0.000$ ). (91)

**Un consensus doit être recherché sur les méthodes de vieillissement et leurs paramètres. (91)**

**D'autres exemples d'études qui ont fait part de leurs techniques de vieillissement artificiel ainsi que leurs méthodes de tests sont illustrées dans le tableau 9. (54)**

**En conclusion, la multitude de techniques qui ont déjà été testées prouve la difficulté d'obtenir un collage de la zircone in-vitro à long terme qui soit fiable et reproductible. (125) Deux designs expérimentaux basiques, les tests de cisaillement et de traction, sont utilisés sur l'échelle macro et microscopique. (125)**

**Les tests de cisaillement mettent en place des expérimentations et des protocoles simples par rapport aux tests de traction, et la direction de l'application des forces n'a qu'une petite importance et quasiment pas d'effet sur les résultats. (126) En effet, les tests de cisaillement sont critiqués pour leur non-homogénéité dans la distribution des forces sur la surface adhésive, qui peut conduire à une surestimation ou mauvaise interprétation des résultats. (127,128)**

**Les tests de traction évaluent l'adhésion réelle de la force de collage de façon plus fiable, bien que la plupart des chercheurs mettent en place un protocole de tests de cisaillement (surtout pour le macrocisaillement). (128)**

### 3.1.5 Tableau récapitulatif des études sur le collage de la zircone à l'aide de différentes résines composites

Etude et année	Type de céramique	Prétraitement de surface recommandé et ciment de scellement	Méthode de vieillissement artificiel	Méthode de test	Moyenne de force de collage (MPa)
<b>Kern and Thompson. 1995</b>	glass infiltrated aluminium oxide (InCeram, Vita)	Tribochemical silica coating + BIS-GMA based resin cement	150 days in water 37 500 cycles thermocycling	tensile	49.85
<b>Janda et al. 2003</b>	Zirconium oxide (Degussit)	PyroSil Pen (Flame treatment) + silane + BIS-GMA based resin cement	24 hr dry storage and 5000 cycles thermocycling	shear	16
<b>Blatz et al. 2003</b>	Aluminium oxide (Procera AllCeram, Nobel Biocare)	APA with 50- $\mu$ m Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + silane + Panavia	180 days in water and 12 000 cycles thermocycling	shear	16.09
<b>Blatz et al. 2004</b>	Procera AllZirkon (Nobel Biocare)	Air particle abrasion with 50- $\mu$ m Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Clearfil SE Bond/Porcelain Bond Activator (Kuraray) + Panavia F	180 days in water, and 12 000 cycles thermocycling	shear	16.85
<b>Kim et al. 2005</b>	InCeram Alumina, (Vita)	Silica coating + silane bonding agent/ primer and bonding resin + Z100Composite (3M ESPE)	72 hours in saline solution at 37 °C	tensile	18.6
<b>Bottino et al. 2005</b>	InCeram Zirconia (CEREC In-Lab, VITA)	Tribochemical silica coating + silane + Panavia F	7 days in distilled water at 37 °C	microtensile	26.8
<b>Valandro et al. 2005</b>	Procera AllCeram	Tribochemical silica coating + Silane + Panavia F	7 days in distilled water at 37 °C	microtensile	18.5
<b>Derand et al. 2005</b>	Y-TZP Procera Zircon	Micropearls of low fusing porcelain + silane + Variolink II (Ivoclar Vivadent)	Air storage for 1 hr	shear	18.4
<b>Atsu et al. 2006</b>	zirconium-oxide (Cercon, Degussa Dental)	Air particle abrasion with 125- $\mu$ m (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + Tribochemical silica coating + MDP-containing bonding/silane coupling agent mixture + Panavia F	24 hrs in distilled water at 37 °C	shear	22.9
<b>Kumbuloglu et al. 2006</b>	zirconium-oxide (DCS)	Air particle abrasion with 50- $\mu$ m (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + Tribochemical silica coating + Panavia F/Rely X unicem	24 hrs in water and 2000 cycles thermocycling	shear	20.9
<b>Luthy et al. 2006</b>	ZrO <sub>2</sub> -TZP (Cercon Smart)	Tribochemical silica coating + Rely X unicem/Panavia21	48 hrs in water at 37 °C and 10 000 cycles	shear	36.7-73.8

thermocycling							
<b>Amaral et al. 2006</b>	InCeram Zirconia (VITA)	Tribochemical silica coating + silane + Panavia F	7 days in water at 37 °C	microtensile	26.7		
<b>Valandro et al. 2007</b>	InCeram Zirconia (VITA)	Tribochemical silica coating + silane + Panavia F	300 days in water and 12 000 cycles thermocycling	microtensile	4.3		
<b>Wolfart et al. 2007</b>	Zirconia (Cercon, Degudent)	Air particle abrasion with 50-lm (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + Panavia F	150 days in water and 37 500 cycles thermocycling	tensile	39.2		
<b>Aboushelib et al. 2007</b>	Y-TZP (Cercon, DeguDent)	Air particle abrasion with 110-lm (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + selective infiltration-etching + Panavia F 2.0	1 month in water at 37 °C	microtensile	52.2		
<b>Aboushelib et al. 2008</b>	Zirconia Procera	Selective-infiltration-etching + silane based zirconia primers + Panavia F 2.0	24 hours at room temp	microtensile	28-40.6		
<b>Aboushelib et al. 2009</b>	Zirconia Procera	selective-infiltrationetching + silane based zirconia primers + Panavia F 2.0	90 days water storage at 37 °C	microtensile	15-18		
<b>Oyague et al. 2009</b>	Zirconia (Cercon)	Tribochemical silica coating + Clearfil Esthetic cement (Kuraray)	6 months water storage at 37 °C	microtensile	15.36		
<b>Piasek et al. 2009</b>	Zirconia ZirCAD (Ivoclar Vivadent)	Air particle abrasion with 50-lm (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + SixO4 seed layer + silane + resin adhesive + resin luting cement (C&B Bisco)	Room temp for 24 hrs	microtensile	23.2		
<b>Cavalcanti et al. 2009</b>	Zirconia (Y-TZP, Cercon)	Air particle abrasion with 50-lm (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + metal primer + BISGMA based resin cement (Calibra, Dentsply)	24 hrs in water at 37 °C	microshear	27.99		
<b>Qeblawi et al. 2010</b>	Y-TZP (ZirCAD, Ivoclar Vivadent)	Tribochemical silica coating + silane + resin luting cement (Multilink Automix, Ivoclar Vivadent)	90 days in an incubator at 100% humidity at 37 °C and 6000 thermal cycles	shear	30.9		
<b>Magne et al. 2010</b>	Zirconium oxide (LAVA, 3M ESPE)	Air particle abrasion with 50-lm (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + zirconia primer (a mixture of organophosphate and carboxylic acid monomers) + resin luting cement (Duolink, Bisco)	24 hrs in distilled water	shear	26.68		
<b>Jevnikar et al. 2010</b>	TZ-3YB-E Zirconia (Tosoh, Tokyo, Japan)	Air particle abrasion with 110-lm (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + nanostructural alumina coating + phosphate ester containing resin luting cement (Rely X Unicem, 3M ESPE)	12 000 cycles thermocycling	shear	27.32		

<b>Kitayama et al. 2010</b>	Zirconia (Cercon Base)		Air particle abrasion with 110- $\mu$ m (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + phosphonic acid containing ceramic primers (AZ primer, Shofu) + resin luting cement (Resicem, Shofu)	24 hrs water storage	tensile	22.3
<b>Attia et al. 2011</b>	Zirconia (e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent)		Tribochemical silica coating + universal primer containing a silane and a phosphate monomer (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent) + resin luting cement (Multilink Automix, Ivoclar Vivadent)	30 days in water at 37 °C and 7500 cycles thermocycling	tensile	39.7
<b>de Souza et al. 2011</b>	Zirconia (Lava Frame, 3M ESPE)		Primer containing MDP, VBATDT (Alloy Primer, Kuraray) + RelyX Unicem	150 days in water at 37 °C	microtensile	6.1
<b>Matinlinna and Lassila. 2011</b>	Procera Zircon	All	Tribochemical silica coating + silanization with silane monomer primers (glycidoxypropyltrimethoxysilane) + RelyX Unicem	6000 cycles of thermocycling	shear	17.6
<b>deCastro et al. 2012</b>	Zirconia (YZ-In Ceram VITA)	YZ, 3M ESPE)	Tribochemical silica coating + Rely X Ceramic Primer + resin luting agent (Rely X ARC, 3M ESPE)	60 days in water and 10 000 cycles thermocycling	microtensile	12.9
<b>Piasek et al. 2012</b>	Zirconia (LAVA, 3M ESPE)		Plasma Fluorination gas phase treatment for 5 mins. + Filtek Ultra Supreme (3M ESPE)	Water storage at 37 °C for 24 hrs	shear	37.3
<b>Lung et al. 2012</b>	Zirconia (LAVA, 3M ESPE)		Tribochemical silica coating + silane coupling agent + Rely X Unicem	30 days in water and 6000 cycles of thermocycling	shear	14.5
<b>Chen et al. 2013</b>	Zirconia (Cercon; Dentsply)		Air particle abrasion with 50- $\mu$ m (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + zirconia primer containing MDP and BisGMA (ZPrime Plus, Bisco) + resin composite cement (Duolink, Bisco)	Water storage at 37 °C for 24 hrs	shear	29.0
<b>Saryazdi et al. 2014</b>	Zirconia (TZP BIOHIP; Metoxit AG)		Air particle abrasion with 50- $\mu$ m (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) + RelyX Unicem 2	24 hrs in water at 37 °C + 5000 cycles thermocycling + dynamic axial loading	tensile	3.7

**Tableau 9 : Tableau récapitulatif des études sur le collage de la zircone à l'aide de différentes résines composites (54)**

Ce tableau récapitulatif (54) nous donne un large panel d'études sur le collage de la zircone à l'aide de résines composites en précisant le type de céramique testé, le pré-traitement de surface, le type de ciment de scellement utilisé, la méthode de vieillissement artificiel (avec le nombre de cycles de thermocyclage, le milieu et la durée du test), la méthode de test utilisée pour tester la force de liaison et enfin la valeur trouvée pour la force de liaison en MPa du collage de la zircone avec la résine de collage utilisée.

Certaines études citées montrent une faible force de collage à la zircone, et cela surtout sur le long terme, après thermocyclage ou vieillissement artificiel. Le procédé de collage n'était pas assez résistant pour résister aux agressions subies. (115,129,130)

Cependant, quelques études montrent des valeurs de force de liaison qui se distinguent des autres par un meilleur score. (64,95,96,120,131,132) Elles utilisent des méthodes que nous allons citer :

- l'utilisation d'air abrasion comme le montrent Wolfart et coll (96) ou Aboushelib et coll (64)
- l'utilisation de revêtement tribochimique à base de silice, comme le montrent Luthy et coll (95), Qebrawi et coll (131), Attia et coll (132)
- l'utilisation de mordantage par infiltration sélective, dans l'étude de Aboushelib et coll (64)
- l'emploi des primers ou des ciments contenant des monomères de phosphates (MDP), par exemple dans les études de Luthy et coll (95) avec Panavia 21<sup>TM</sup>, Wolfart et coll (96) avec Panavia F<sup>TM</sup>, et Aboushelib et coll (64) avec Panavia F 2.0<sup>TM</sup>. Les ciments Panavia proviennent du fabricant Kuraray Noritake.
- Notons que le ciment Multilink Automix© associé au Monobond Plus©, provenant de chez Ivoclar Vivadent obtiennent de bons résultats dans l'étude de Attia et coll (132)

De plus, les études qui utilisent une combinaison de prétraitements physiques et chimiques semblent afficher des résultats supérieurs aux études qui les utilisent séparément. (64,131,132)

Il reste ainsi beaucoup de possibilités et de combinaisons à tester pour augmenter la force de collage de la zircone. (54)

### 3.2 Ciment classique et Ciment adhésif (type ciment verre ionomère)

Matériau de restauration	Agent de scellement				
	DeTrey Zinc	Fuji I	Fuji Plus	Panavia	RelyX Unicem
Zircone	2,2 (0,5)	4,6 (2,6)	9,2 (3,6)	15,0 (3,7)	13,2 (3,2)

**Tableau 10 : la force de collage (MPa) de la Zircone à la dentine avec différents agents de scellement (133)**

*Les données du tableau ci-dessus (Tableau10) sont à nuancer et à utiliser pour comparer les différents ciments car aucune information n'est donnée quant à la méthode de vieillissement artificiel ainsi que les tests subis pour obtenir ces résultats.*

En général, les ciments phosphate de zinc montrent des valeurs de force de collage les plus faibles face aux résines de collage et aux ciments verre ionomère. Ce résultat est en accord avec plusieurs études ultérieures (57,134–136).

La faible force de collage des ciments phosphates de zinc peut être expliquée par le manque d'adhésion et l'absence de collage chimique à la structure dentaire. (137)

En ce sens, les ciments phosphate de zinc (type Crown and Bridge©, De Trey, Dentsply) peuvent seulement être recommandés pour les préparations et les pièces prothétiques ayant une rétention suffisante par elles-mêmes. (133)

Ceci s'applique également au ciment verre ionomère conventionnel Fuji I© (GC). Bien que les ciments verre ionomère aient un potentiel de collage chimique avec la dentine, (138) les résultats des valeurs de force de collage avec la zircone ne sont que faiblement plus élevés que pour les ciments phosphate de zinc. (133)

Les ciments verre ionomère modifiés par adjonction de résine (CVI-MAR) comme par exemple le Fuji Plus© (GC) ont des résultats bien meilleurs en termes de force de collage de la zircone que le ciment verre ionomère traditionnel ou les ciments phosphate de zinc. (133) Ils présentent l'avantage d'avoir un faible coefficient d'expansion thermique ainsi qu'un relargage de fluor à long terme bénéfique pour la structure dentaire sous-jacente. (139)

Cependant, Piwowarczyk et coll ont montré que la performance de collage des CVI-MAR était significativement inférieure aux résines de collage. (136)

Pour le diagramme suivant, concernant les ciments verre ionomère, les données ne semblent pouvoir être traitées que pour le test de macrocisaillement, et avant thermocyclage. Le ciment verre ionomère semble ici aussi présenter une force de collage faible, et nettement inférieure à toutes les résines de collage étudiées précédemment. (91)

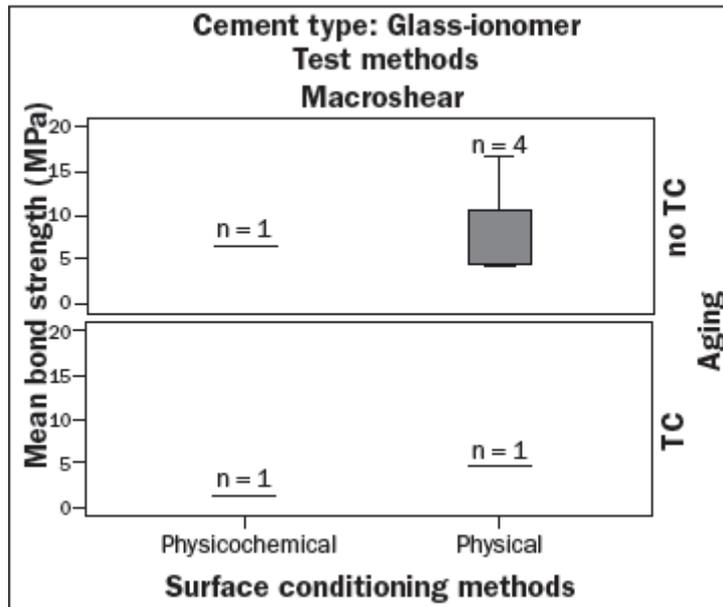


Figure 42 : Moyenne de la force de collage (MPa) pour les ciments verre ionomère après tests de macrocisaillement. Avec et sans thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)

En conclusion : les ciments conventionnels, les ciments verres ionomères et les ciments verres ionomères modifiés par adjonction de résine sont à utiliser lorsque la pièce prothétique possède une rétention propre qui ne nécessite pas un collage ou que la réalisation du collage est impossible dans les conditions cliniques. (91,133)

## **4. Applications cliniques**

### **4.1 Rappels du protocole de collage d'une pièce céramique sur de la structure dentaire (émail et dentine)**

D'après le rapport de la Haute Autorité de Santé sur la place des prothèses dentaires à infrastructure céramique de mai 2008 (140) :

Le mode d'assemblage influe sur la pérennité des restaurations, qui est améliorée par les techniques de collage. Ces techniques exigent une parfaite connaissance des biomatériaux et l'application d'un protocole clinique strict.

Nous allons donc rappeler brièvement les étapes de collage d'une pièce prothétique en céramique :

- L'essayage de la pièce prothétique
- La mise en place du champ opératoire
- Le nettoyage/décontamination de surface, élimination des éventuels restes de ciment provisoire, préparation ou non de l'intrados prothétique
- La gestion de l'hémostase
- La formation de la couche hybride (ou IDS)
- Le protocole clinique qui dépend du ciment de scellement utilisé, avec des prétraitements différents, comme énoncé auparavant
- L'insertion de la pièce prothétique
- L'élimination des excès
- La photopolymérisation ou non en fonction du ciment de scellement
- L'étape de contrôle, de finition et de polissage

### **4.2 Exemples de protocoles en fonction des situations et des conclusions de la littérature**

Sachant qu'il n'y a pas de consensus actuel sur le choix de le ciment de scellement pour la zircone, voici quelques protocoles en accord avec les recommandations des fabricants, trouvés dans la littérature : (91,97)

Palacios et coll ont établi un protocole de pré-traitement et collage avec trois types de ciments différents, qui sont les trois types de ciments les plus conseillés malgré le manque de consensus : Panavia F 2,0© (Kuraray Noritake) qui est un ciment à base de MDP, RelyX Unicem© (3M ESPE) qui est un ciment auto-adhésif, et RelyX Luting© (3M ESPE) qui est un ciment verre ionomère modifié par adjonction de résine. (97)

### **Préparation de la surface de la pièce prothétique en zircone (étape de laboratoire)**

- Air abrasion de l'intrados prothétique avec des particules d'alumine de 50µm pendant maximum 15 secondes sous une pression de 4 à 5Bar.
- Nettoyage de la pièce prothétique dans un bain d'ultra-sons contenant de l'alcool isopropylique pendant 3 minutes.

### **Nettoyage de la surface dentaire préparée (étape au fauteuil)**

- Nettoyage des excès de ciment provisoire restants
- Décapage avec de la pierre ponce et de l'eau
- Rinçage et séchage doux, laisser la surface légèrement humide en prenant soin de ne pas dessécher la surface
- Bien vérifier que la contamination de la dent préparée n'est pas possible, grâce au champ opératoire, si ce n'est pas le cas, répéter les étapes ci-dessus

### **Nettoyage de la pièce prothétique (étape au fauteuil)**

- Après vérification de la pièce prothétique, appliquer à l'intérieur de la pièce du gel d'acide phosphorique à 37% pour dissoudre la salive et les autres résidus de protéines
- Rincer abondamment à l'eau pendant une minute
- Sécher doucement à l'air
- Déshydrater avec de l'alcool isopropylique et sécher à l'air

### **Scellement de la pièce prothétique avec Panavia F 2.0**

- Mélanger des quantités égales de ED Primer II A et B, appliquer sur la structure dentaire préparée et attendre 30 secondes. Sécher doucement avec de l'air
- Prélever une quantité égale des pâtes A + B, les mélanger pendant 20 secondes
- Appliquer une couche mince et uniforme sur tout l'intrados de la pièce prothétique
- Insérer la pièce prothétique avec une légère pression des doigts
- Retirer les excès de pâte. (pour faciliter le nettoyage, photopolymériser partiellement l'excès de pâte pendant 2-3 secondes avec une lampe LED ou halogène, puis retirer les excès.)
- Photopolymériser le joint : 20 secondes par zone (lampe halogène conventionnelle ou lampe LED), 5 secondes par zone (lampe plasma ou lampe halogène rapide).
- Appliquer un gel inhibant l'oxygène sur le joint pour lancer l'autopolymérisation. Attendre 3 minutes. Ce gel permet un durcissement complet lorsqu'il est appliqué sur les marges après avoir enlevé les excès.
- Bien penser à polir et vérifier l'occlusion

### **Scellement avec RelyX Unicem**

- Insérer 1 capsule dans le mélangeur et pousser le levier vers le bas pendant 2 à 4 secondes
- Mélanger la capsule dans l'unité Rotomix à haute fréquence pendant 10 secondes
- Insérer la capsule dans l'applicateur et l'ouvrir aussi loin que possible
- Appliquer une fine couche de ciment uniforme dans l'intrados de la pièce prothétique
- Insérer la pièce avec une légère pression des doigts
- Photopolymériser partiellement les excès pendant 2 secondes pour qu'il soit plus aisé de les enlever
- Photopolymériser les marges pendant 20 secondes sur chaque face, le reste du ciment sera autopolymérisé.
- Bien penser à polir et vérifier l'occlusion

### **Scellement avec RelyX Luting**

- Tenir la bouteille RelyX Luting verticalement et la presser doucement pour distribuer 6 gouttes de liquide pour 2 couronnes
- Peser le liquide et calculer la quantité de poudre pour un rapport de pâte A/B de 4,6g à 5,0g
- Distribuer 2 mesures et déterminer le poids de la poudre, ajouter ou retirer de la poudre obtenir la masse appropriée
- Mélanger la poudre dans le liquide en 30 secondes
- Appliquer une couche mince et uniforme dans tout l'intrados de la pièce prothétique
- Insérer la pièce prothétique avec une légère pression du doigt en ayant préalablement séché délicatement la dent, en conservant une surface légèrement lustrée (un séchage trop important peut provoquer une sensibilité post-opératoire dans certains cas)
- Attendre quelques secondes le début de la prise du ciment pour enlever les excès
- Bien penser à polir et vérifier l'occlusion

## 5. Conclusion

Pour résumer, rappelons que la zircone est un biomatériau dentaire très intéressant surtout grâce à ses propriétés et sa formidable biocompatibilité. (11,14)

Aujourd'hui au cabinet dentaire, la pratique se résume essentiellement à l'utilisation de l'air abrasion, des silanes, des ciments MDP ou auto-adhésifs pour le collage de la zircone. (91)

Après analyse des prétraitements détaillés dans la littérature, il semble que le développement du mordantage par infiltration sélective, le mordantage à chaud et les techniques de déposition d'une phase unique de vapeur et de micro-perles de verre fondu soient des techniques d'avenir pour un réel collage durable de la zircone. (43,54,62–65)

Certains protocoles tels que :

- Le mordantage par infiltration sélective suivi d'une application d'un silane et enfin d'un ciment à base de MDP (69)
- Le revêtement tribochimique avec pression d'air contrôlée, suivie de l'application d'un silane et d'un composite de collage (80)
- L'air abrasion, suivie d'un revêtement tribochimique, puis de l'application d'un silane et enfin d'un ciment de scellement MDP (7)

Sont des protocoles qui semblent être prometteurs dans la littérature, cependant leur application au cabinet dentaire dans les conditions actuelles d'exercice des chirurgiens-dentistes en France sont à nuancer. (7,45,55,69,80,99,100) A l'heure actuelle, selon les recommandations de la HAS de mai 2008, si la pose d'un champ opératoire n'est pas utilisée, le collage ne peut pas être envisagé et un ciment verre ionomère modifié par adjonction de résine reste le ciment de scellement le plus approprié.

Pour conclure, le collage des céramiques à base de zircone reste donc un challenge pour la recherche du domaine dentaire. Un nombre croissant d'études sont publiées dans le but de définir le protocole permettant la meilleure adhésion possible à la zircone. (91)

Bien que la science et la technologie appliquées à l'adhésion de la zircone aient progressé, il y a encore beaucoup à apprendre pour rendre le protocole de collage prédictible et reproductible pour un usage au cabinet dentaire. (4)

Enfin, n'oublions pas que le thème du collage de la zircone ne se limite pas au domaine de la prothèse dentaire. Ces méthodes pourraient également être utilisées pour des applications endodontiques et implantaire, où la zircone est devenue un matériau prédominant pour la fabrication de tenons et de composants implantaires. (8,94,141–144) En effet, les résines en tant que matériaux d'obturation endodontique sont désormais souvent utilisées, là où une liaison adhésive est recherchée. (4)

## 6. Références bibliographiques

1. Della Bona A, Kelly JR. The clinical success of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc.* 2008 Sep;139 Suppl:8S–13S.
2. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):299–307.
3. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater.* 2008 Mar;24(3):289–98.
4. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater.* 2011 Jan;27(1):71–82.
5. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent.* 2003 Mar;89(3):268–74.
6. Blatz MB, Sadan A, Arch GH, Lang BR. In vitro evaluation of long-term bonding of Procera AllCeram alumina restorations with a modified resin luting agent. *J Prosthet Dent.* 2003 Apr;89(4):381–7.
7. Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int (Berlin) 1985.* 2007 Oct;38(9):745–53.
8. Xible AA, de Jesus Tavares RR, de Araujo CDRP, Bonachela WC. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. *J Prosthet Dent.* 2006 Mar;95(3):224–9.
9. Luthardt RG, Holzhueter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2002 Jul;81(7):487–91.
10. Zhang Y, Lawn B. Long-term strength of ceramics for biomedical applications. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2004 May 15;69(2):166–72.
11. Étienne O, Anckenmann L, Flaus G, Heichelbech F, Lemoy C, Pilavyan E, et al. Restaurations esthétiques en céramique collée. CdP, 2016.
12. Étienne O, Hajto. Les matériaux céramique en “prothèse sans métal.” *Cah Prothèse;* 2011 ; 155:5-13.
13. Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *J Dent.* 2007 Nov;35(11):819–26.
14. Abd El-Ghany OS, Sherief AH. Zirconia based ceramics, some clinical and biological aspects: Review. *Future Dent J.* 2016 Dec;2(2):55–64.
15. Sadoun M, Degrange M. Dental ceramics. 1: Conventional dental ceramics. *J Biomater Dent.* 1986 Jul;2(3):215–25.
16. Degrange M, Sadoun M, Heim N. Dental ceramics. Part 2: The new ceramics. *J Biomater Dent.* 1987 Mar;3(1):61–9.

17. Decker A, Sadoun M. A zirconium ceramic bracket. *Inf Dent*. 1989 Nov 23;71(41):4009–15.
18. Mahiat Y. La zircone cette méconnue. *Stratégie Prothétique* ; 2006;6:1.
19. Ruiz L, Readey MJ. Effect of Heat Treatment on Grain Size, Phase Assemblage, and Mechanical Properties of 3 mol% Y-TZP. *J Am Ceram Soc*. 1996 Sep;79(9):2331–40.
20. Chevalier J, Deville S, Münch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*. 2004 Nov;25(24):5539–45.
21. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of grinding, sandblasting, polishing and heat treatment on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina-reinforced dental ceramic. *Biomaterials*. 2004 May;25(11):2153–60.
22. Guazzato M, Albakry M, Swain MV, Ringer SP. Microstructure of alumina- and alumina/zirconia-glass infiltrated dental ceramics. *Key Eng Mater*. 2003;240–242:879–82.
23. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic. *Dent Mater*. 2005 May;21(5):454–63.
24. Sundh A, Sjogren G. Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering. *Dent Mater*. 2006 Aug;22(8):778–84.
25. Krüger S, Deubener J, Ritzberger C, Höland W. Nucleation kinetics of lithium metasilicate in  $ZrO_2$ -bearing lithium disilicate glasses for dental application. *Int J Appl Glass Sci*. 2013 Mar;4(1):9–19.
26. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res*. 2000;53(4):304–13.
27. Ritter RG. Use of high translucency zirconia in the aesthetic zone. *Dent Today*. 2013 Sep;32(9):116, 118–9.
28. Pecho OE, Ghinea R, Ionescu AM, Cardona J de la C, Paravina RD, Pérez M del M. Color and translucency of zirconia ceramics, human dentine and bovine dentine. *J Dent*. 2012 Dec;40 Suppl 2:e34-40.
29. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core materials. *J Prosthet Dent*. 2002 Jul;88(1):4–9.
30. Scott HG. Phase relationships in the zirconia-yttria system. *J Mater Sci*. 1975 Sep;10(9):1527–35.
31. Garvie RC, Urbani C, Kennedy DR, McNeuer JC. Biocompatibility of magnesia-partially stabilized zirconia (Mg-PSZ) ceramics. *J Mater Sci*. 1984 Oct;19(10):3224–8.
32. Josset Y, Oum'Hamed Z, Zarrinpour A, Lorenzato M, Adnet JJ, Laurent-Maquin D. In vitro reactions of human osteoblasts in culture with zirconia and alumina ceramics. *J Biomed Mater Res*. 1999 Dec 15;47(4):481–93.

33. Scarano A, Piattelli M, Caputi S, Favero GA, Piattelli A. Bacterial adhesion on commercially pure titanium and zirconium oxide disks: an in vivo human study. *J Periodontol*. 2004 Feb;75(2):292–6.
34. Rimondini L, Cerroni L, Carrassi A, Torricelli P. Bacterial colonization of zirconia ceramic surfaces: an in vitro and in vivo study. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2002 Dec;17(6):793–8.
35. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*. 2009;4(2):130–51.
36. Fradeani M, Barducci G, Chiche G, Liger F, Perelmuter S. Réhabilitation esthétique en prothèse fixée. Volume 2. Paris : Quintessence International, 2009.
37. Perelmuter S, Duret F, Lelièvre F, Knellesen C. La prothèse céramo-céramique par CFAO. Paris : Quintessence International, 2009.
38. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater*. 2006 Mar;22(3):283–90.
39. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater*. 1998 Jan;14(1):64–71.
40. Matinlinna JP, Lassila LVJ, Vallittu PK. Pilot evaluation of resin composite cement adhesion to zirconia using a novel silane system. *Acta Odontol Scand*. 2007 Feb;65(1):44–51.
41. Matinlinna JP, Lassila LVJ, Vallittu PK. The effect of a novel silane blend system on resin bond strength to silica-coated Ti substrate. *J Dent*. 2006 Aug;34(7):436–43.
42. Valandro LF, Ozcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent*. 2006 Jun;8(3):175–81.
43. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater*. 2009 Sep;25(9):1116–21.
44. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2004 Nov 15;71(2):381–6.
45. Blatz MB, Richter C, Sadan A, Chiche GJ. Critical appraisal. Resin bond to dental ceramics, Part II: high-strength ceramics. *J Esthet Restor Dent*. 2004;16(5):324–8.
46. Fischer H, Niedhart C, Kaltenborn N, Prange A, Marx R, Niethard FU, et al. Bioactivation of inert alumina ceramics by hydroxylation. *Biomaterials*. 2005 Nov;26(31):6151–7.
47. Jonášová L, Müller FA, Helebrant A, Strnad J, Greil P. Hydroxyapatite formation on alkali-treated titanium with different content of Na<sup>+</sup> in the surface layer. *Biomaterials*. 2002 Aug;23(15):3095–101.
48. Sharpe LH, Schonhorn H. Surface energetics, adhesion, and adhesive joints. Fowkes FM. Contact angle, wettability, and adhesion. Washington, D.C.: American Chemical Society; 1964 ; 189–201.

49. McBain JW, Hopkins DG. On adhesives and adhesive action. *J Phys Chem.* 1924 Jan;29(2):188–204.
50. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955 Dec;34(6):849–53.
51. Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont.* 2000 Apr;13(2):131–5.
52. Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent.* 2000;2(2):139–47.
53. Wegner SM, Gerdes W, Kern M. Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength. *Int J Prosthodont.* 2002 Jun;15(3):267–72.
54. Luthra R, Kaur P. An insight into current concepts and techniques in resin bonding to high strength ceramics. *Aust Dent J.* 2016 Jun;61(2):163–73.
55. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent.* 2006 Jun;95(6):430–6.
56. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater.* 1998 Jan;14(1):64–71.
57. Piwowarczyk A, Lauer H-C, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent.* 2005 Jun;30(3):382–8.
58. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater.* 1999 Nov;15(6):426–33.
59. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials.* 2006 Feb;27(4):535–43.
60. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater.* 2010 Jan;26(1):44–50.
61. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2005 Jan;33(1):9–18.
62. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater.* 2005 Dec;21(12):1158–62.
63. Kitayama S, Nikaido T, Maruoka R, Zhu L, Ikeda M, Watanabe A, et al. Effect of an internal coating technique on tensile bond strengths of resin cements to zirconia ceramics. *Dent Mater J.* 2009 Jul;28(4):446–53.
64. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prosthet Dent.* 2007 Nov;98(5):379–88.
65. Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, et al. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. *J Dent.* 2009 Nov;37(11):891–7.

66. Ferrari M, Cagidiaco MC, Borracchini A, Bertelli E. Evaluation of a chemical etching solution for nickel-chromium-beryllium and chromium-cobalt alloys. *J Prosthet Dent.* 1989 Nov;62(5):516–21.
67. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent.* 2004 Apr;91(4):356–62.
68. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part 3: double veneer technique. *J Prosthodont.* 2008 Jan;17(1):9–13.
69. Aboushelib MN, Mirmohamadi H, Matinlinna JP, Kukk E, Ounsi HF, Salameh Z. Innovations in bonding to zirconia-based materials. Part II: Focusing on chemical interactions. *Dent Mater.* 2009 Aug;25(8):989–93.
70. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont.* 2005 Feb;18(1):60–5.
71. Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent.* 1994 May;71(5):453–61.
72. Sun R, Suansuwan N, Kilpatrick N, Swain M. Characterisation of tribochemically assisted bonding of composite resin to porcelain and metal. *J Dent.* 2000 Aug;28(6):441–5.
73. Ozcan M. The use of chairside silica coating for different dental applications: a clinical report. *J Prosthet Dent.* 2002 May;87(5):469–72.
74. Ernst C-P, Cohnen U, Stender E, Willershausen B. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. *J Prosthet Dent.* 2005 Jun;93(6):551–8.
75. Ozcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater.* 2003 Dec;19(8):725–31.
76. Kumbuloglu O, Lassila LVJ, User A, Vallittu PK. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. *Oper Dent.* 2006 Apr;31(2):248–55.
77. Peutzfeldt A, Asmussen E. Silicoating: evaluation of a new method of bonding composite resin to metal. *Scand J Dent Res.* 1988 Apr;96(2):171–6.
78. Hansson O, Moberg LE. Evaluation of three silicoating methods for resin-bonded prostheses. *Scand J Dent Res.* 1993 Aug;101(4):243–51.
79. Nishigawa G, Maruo Y, Irie M, Oka M, Yoshihara K, Minagi S, et al. Ultrasonic cleaning of silica-coated zirconia influences bond strength between zirconia and resin luting material. *Dent Mater J.* 2008 Nov;27(6):842–8.
80. Heikkinen TT, Lassila LVJ, Matinlinna JP, Vallittu PK. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. *Acta Odontol Scand.* 2007 Aug;65(4):241–8.
81. Mazurat RD, Pesun S. Resin-metal bonding systems: a review of the Silicoating and Kevloc systems. *J Can Dent Assoc.* 1998 Aug;64(7):503–7.

82. Janda R, Roulet J-F, Wulf M, Tiller H-J. A new adhesive technology for all-ceramics. *Dent Mater.* 2003 Sep;19(6):567–73.
83. Herø H, Ruyter IE, Waarli ML, Hultquist G. Adhesion of resins to Ag-Pd alloys by means of the silicoating technique. *J Dent Res.* 1987 Aug;66(8):1380–5.
84. Caeg C, Leinfelder KF, Lacefield WR, Bell W. Effectiveness of a method used in bonding resins to metal. *J Prosthet Dent.* 1990 Jul;64(1):37–41.
85. Hummel SK, Pace LL, Marker VA. A comparison of two silicoating techniques. *J Prosthodont.* 1994 Jun;3(2):108–13.
86. Cavalcanti AN, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. Bond strength of resin cements to a zirconia ceramic with different surface treatments. *Oper Dent.* 2009 Jun;34(3):280–7.
87. Krämer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *Am J Dent.* 2000 Nov;13(Spec No):60D–76D.
88. Uo M, Sjögren G, Sundh A, Watari F, Bergman M, Lerner U. Cytotoxicity and bonding property of dental ceramics. *Dent Mater.* 2003 Sep;19(6):487–92.
89. Degrange M, Tirlet G. Scellement et collage. *Cah Prothèse.* 1995;(92):27–45.
90. Degrange M, Pourreyron L. Les systèmes adhésifs amérodentaires. *Société Francophone de Biomateriaux Dentaires*; 2009.
91. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent.* 2015 Feb;17(1):7–26.
92. Kern M, Thompson VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. *J Prosthet Dent.* 1995 Mar;73(3):240–9.
93. Lee, H-J. Effect of surface treatment methods on the shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic. *J Korean Acad Prosthodont.* 2007;45(6):743–52.
94. Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E, Gotfredsen K. Bond strength of resin cement to dentin and to surface-treated posts of titanium alloy, glass fiber, and zirconia. *J Adhes Dent.* 2003;5(2):153–62.
95. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CHF. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2006 Feb;22(2):195–200.
96. Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M. Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater.* 2007 Jan;23(1):45–50.
97. Palacios RP, Johnson GH, Phillips KM, Raigrodski AJ. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. *J Prosthet Dent.* 2006 Aug;96(2):104–14.
98. Senyilmaz DP, Palin WM, Shortall ACC, Burke FJT. The effect of surface preparation and luting agent on bond strength to a zirconium-based ceramic. *Oper Dent.* 2007 Dec;32(6):623–30.

99. Akgungor G, Sen D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. *J Prosthet Dent.* 2008 May;99(5):388–99.
100. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res.* 2008 Jul;87(7):666–70.
101. Nothdurft FP, Motter PJ, Pospiech PR. Effect of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic. *Clin Oral Investig.* 2009 Jun;13(2):229–35.
102. Glauser R, Sailer I, Wohlwend A, Studer S, Schibli M, Schärer P. Experimental zirconia abutments for implant-supported single-tooth restorations in esthetically demanding regions: 4-year results of a prospective clinical study. *Int J Prosthodont.* 2004 Jun;17(3):285–90.
103. Komine F, Tomic M. A single-retainer zirconium dioxide ceramic resin-bonded fixed partial denture for single tooth replacement: a clinical report. *J Oral Sci.* 2005 Sep;47(3):139–42.
104. Ortorp A, Kihl ML, Carlsson GE. A 3-year retrospective and clinical follow-up study of zirconia single crowns performed in a private practice. *J Dent.* 2009 Sep;37(9):731–6.
105. Sailer I, Fehér A, Filser F, Gauckler LJ, Lüthy H, Hämmerle CHF. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont.* 2007 Aug;20(4):383–8.
106. Sailer I, Fehér A, Filser F, Lüthy H, Gauckler LJ, Schärer P, et al. Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow-up. *Quintessence Int (Berlin)* 1985. 2006 Oct;37(9):685–93.
107. Yagawa S, Komine F, Fushiki R, Kubochi K, Kimura F, Matsumura H. Effect of priming agents on shear bond strengths of resin-based luting agents to a translucent zirconia material. *J Prosthodont Res.* 2017 Sep 19;
108. Tagami A, Takahashi R, Nikaido T, Tagami J. The effect of curing conditions on the dentin bond strength of two dual-cure resin cements. *J Prosthodont Res.* 2017 Dec;61(4):412–8.
109. Dursun E, Fron Chabouis H, Le Goff S, Attal J. Panavia V5 : In vitro evaluation project of adhesion to zirconia. *Unité de Recherche Biomatériaux Innovations et Interfaces;* 2015.
110. Kern M. Bonding to oxide ceramics—laboratory testing versus clinical outcome. *Dent Mater.* 2015 Jan;31(1):8–14.
111. Heintze SD, Rousson V. Pooling of dentin microtensile bond strength data improves clinical correlation. *J Adhes Dent.* 2011 Apr;13(2):107–10.
112. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LHA, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):50-62.
113. Placido E, Meira JBC, Lima RG, Muench A, de Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater.* 2007 Sep;23(9):1086–92.

114. Blatz MB, Sadan A, Blatz U. The effect of silica coating on the resin bond to the intaglio surface of Procera AllCeram restorations. *Quintessence Int (Berlin)* 1985. 2003 Aug;34(7):542–7.
115. Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Leite FPP, Bottino MA. Microtensile bond strength of a resin cement to silica-coated and silanized In-Ceram Zirconia before and after aging. *Int J Prosthodont*. 2007 Feb;20(1):70–2.
116. Kim B-K, Bae HE-K, Shim J-S, Lee K-W. The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials. *J Prosthet Dent*. 2005 Oct;94(4):357–62.
117. Valandro LF, Della Bona A, Antonio Bottino M, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent*. 2005 Mar;93(3):253–9.
118. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2010 May;26(5):426–32.
119. Magne P, Paranhos MPG, Burnett LH. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater*. 2010 Apr;26(4):345–52.
120. Piascik JR, Swift EJ, Braswell K, Stoner BR. Surface fluorination of zirconia: adhesive bond strength comparison to commercial primers. *Dent Mater*. 2012 Jun;28(6):604–8.
121. Chen L, Shen H, Suh BI. Effect of incorporating BisGMA resin on the bonding properties of silane and zirconia primers. *J Prosthet Dent*. 2013 Nov;110(5):402–7.
122. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent*. 1999 Feb;27(2):89–99.
123. Komine F, Tomic M, Gerds T, Strub JR. Influence of different adhesive resin cements on the fracture strength of aluminum oxide ceramic posterior crowns. *J Prosthet Dent*. 2004 Oct;92(4):359–64.
124. Rungruanganunt P, Kelly JR. Insights into “bonding” of all-ceramics influenced by cement, sandblasting and water storage time. *Dent Mater*. 2012 Sep;28(9):939–44.
125. Tzanakakis E-GC, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent*. 2016 Jan;115(1):9–19.
126. Watanabe I, Nakabayashi N. Measurement methods for adhesion to dentine: the current status in Japan. *J Dent*. 1994 Apr;22(2):67–72.
127. Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res*. 1995 Sep;74(9):1591–6.
128. Inokoshi M, De Munck J, Minakuchi S, Van Meerbeek B. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res*. 2014 Apr;93(4):329–34.
129. Karimipour-Saryazdi M, Sadid-Zadeh R, Givan D, Burgess JO, Ramp LC, Liu P-R. Influence of surface treatment of yttrium-stabilized tetragonal zirconium oxides and cement type on crown retention after artificial aging. *J Prosthet Dent*. 2014 May;111(5):395–403.

130. Dias de Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent.* 2011 May;105(5):296–303.
131. Qeblawi DM, Muñoz CA, Brewer JD, Monaco EA. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent.* 2010 Apr;103(4):210–20.
132. Attia A, Lehmann F, Kern M. Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. *Dent Mater.* 2011 Mar;27(3):207–13.
133. Peutzfeldt A, Sahafi A, Flury S. Bonding of restorative materials to dentin with various luting agents. *Oper Dent.* 2011 May;36(3):266–73.
134. Taira Y, Suzuki S, Givan DA, Lacefield W, Atsuta M. Bond strength of prosthodontic luting materials to titanium after localized cyclic loading. *Am J Dent.* 2000 Oct;13(5):251–4.
135. Fonseca RG, Dos Santos Cruz CA, Adabo GL, Vaz LG. Comparison of the tensile bond strengths of cast metal crowns luted with resin cements. *J Oral Rehabil.* 2004 Nov;31(11):1080–4.
136. Piwowarczyk A, Lauer H-C, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent.* 2004 Sep;92(3):265–73.
137. Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR. Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent.* 1999 Feb;81(2):135–41.
138. Powis DR, Follerås T, Merson SA, Wilson AD. Improved adhesion of a glass ionomer cement to dentin and enamel. *J Dent Res.* 1982 Dec;61(12):1416–22.
139. Ha S-R. Biomechanical three-dimensional finite element analysis of monolithic zirconia crown with different cement type. *J Adv Prosthodont.* 2015 Dec;7(6):475–83.
140. Haute Autorité de Santé. Rapport de la Haute Autorité de Santé sur le bon usage des technologies de santé : place des prothèses dentaires à infrastructure céramique. Saint Denis : 2008. Disponible sur <http://www.has-sante.fr>
141. Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E, Gotfredsen K. Retention and failure morphology of prefabricated posts. *Int J Prosthodont.* 2004 Jun;17(3):307–12.
142. Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E, Gotfredsen K. Effect of surface treatment of prefabricated posts on bonding of resin cement. *Oper Dent.* 2004 Feb;29(1):60–8.
143. Perdigão J, Geraldini S, Lee IK. Push-out bond strengths of tooth-colored posts bonded with different adhesive systems. *Am J Dent.* 2004 Dec;17(6):422–6.
144. Bitter K, Meyer-Lückel H, Priehn K, Martus P, Kielbassa AM. Bond strengths of resin cements to fiber-reinforced composite posts. *Am J Dent.* 2006 Jun;19(3):138–42.

## 7. Table des illustrations

Figure 1 : Les trois grandes familles de céramiques dentaires avec phases cristallines offrent des propriétés optiques de translucidité et de résistance qui sont fonction de leur composition intrinsèque (11) _____	12
Figure 2 : phase cubique de la zircone (18) _____	16
Figure 3 : phase quadratique de la zircone (18) _____	16
Figure 4 : phase monolithique de la zircone (18) _____	16
Figure 5 : mouillabilité nulle, partielle et totale, $\Theta$ représente l'angle de contact entre la goutte de liquide et le matériau (11) _____	22
Figure 6 : à la surface d'un liquide, les molécules sont uniquement attirées vers l'intérieur. Lorsque le matériau support n'est pas mouillable, le liquide optimise le « coût énergétique » en réduisant au maximum sa surface de contact avec le solide. Le liquide prend alors la forme d'une goutte sphérique. (11) _____	22
Figure 7 : illustration du principe d'ancrage mécanique entre deux matériaux. Une bonne adhésion nécessite la création d'un micro-relief ainsi qu'une bonne infiltration au sein de ces aspérités. (11)_	23
Figure 8 : diagramme des différents prétraitements de surface de la zircone avant le collage, étudiés dans cette thèse. _____	24
Figure 9 : Schéma du processus de vieillissement dans un plan vertical, expliquant la transformation de surface de la zircone de proche en proche. (a) : nucléation sur un grain seul à la surface, conduisant à la microfissuration et à des contraintes exercées sur les grains voisins. (b) et (c) : croissance de la zone transformée, conduisant à la microfissuration plus étendue et une rugosité de surface. Les grains en gris représentent les grains transformés, le chemin en gras représente la pénétration possible entre les grains due à la microfissuration. (59)_____	26
Figure 10 : (a) : illustration par microscope électronique à balayage de la topographie de surface de la zircone sans air-abrasion (polie) ; (b) : illustration par microscope électronique à balayage de la surface de la zircone après air-abrasion de 0,05 MPa ; (c) : illustration par microscope électronique à balayage de la surface de la zircone après air-abrasion de 0,25 MPa. (60) _____	27
Figure 11 : micro perles de verre fondu sur la surface de la zircone (gauche) et le résultat correspondant à l'impression dans le composite à droite, illustrant la création de micro-rétention (images en microscopie électronique à balayage) (62) _____	28
Figure 12 : Force de collage (MPa) pour des échantillons de zircone (a) pressée et (b) glacée et traitée par : o = non traitée, s = silanisée, P = pulvérisée, p = micro-perles de verre fondu, p-s = micro perles traitées avec silane. (62) _____	28
Figure 13 : différence de texture de surface étudiée par microscopie électronique à balayage de la zircone glacée à gauche et pressée à droite (62) _____	29

Figure 14 : images de microscopie à force atomique de disques de zircone après différents prétraitements de surface (5µm x 5µm) : (A) = air-abrasion avec des particules de 125µm d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , (B) = mordantage d'acide fluorhydrique 9,5%, (C) = mordantage par infiltration sélective, (D-F) = méthode expérimentale de mordantage à chaud avec une solution appliquée respectivement pendant 10, 30 et 60 minutes, (G) = pas de pré-traitement. (65)	30
Figure 15 : 3-acryloyloxypropyl-triméthoxysilane (ACPS)	32
Figure 16 : 3-méthacryloyloxypropyl-triméthoxysilane (MPS)	32
Figure 17 : 3-isocyanatopropyl-triéthoxysilane (ICS)	32
Figure 18 : MEPS	33
Figure 19 : BTSE	33
Figure 20 : styrylethyltriméthoxysilane	33
Figure 21 : 3-(N-allylamino)propyltriméthoxysilane	33
Figure 22 : tétraéthoxy silane	35
Figure 23 : HMDS	36
Figure 24 : réaction chimique représentant l'adhésion d'eau et de silicone tétrachlorure pour activer la surface de la zircone et permettre un pré-traitement de silanisation. (43)	36
Figure 25 : Force maximale supportée pour un test de microtraction pour les différents groupes : composite, porcelaine, zircone (Si <sub>x</sub> O <sub>y</sub> – film épaisseur 2.6nm), zircone (traitement Co-Jet™), zircone (Si <sub>x</sub> O <sub>y</sub> – épaisseur film 23nm), et de la zircone non traitée. (les valeurs sont données avec l'écart type représenté par la barre verticale) (43)	37
Figure 26: images au MEB de la surface de la zircone / auteur : Cavalcanti	37
Figure 27 : diméthacrylate glycidique de bisphénol A	39
Figure 28 : Moyenne de la force de collage pour les ciments à base de Bis-GMA après tests de macrocisaillement, microtraction, et microcisaillement. Avec (d à f) et sans (a à c) thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)	39
Figure 29 : 4-méthacryloyloxyéthyl trimellitate anhydride	40
Figure 30 : Moyenne de la force de collage (MPa) pour les ciments à base 4-META après test de macrocisaillement et sans thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)	41
Figure 31 : Moyenne de la force de collage (MPa) pour les ciments auto-adhésifs après tests de macrocisaillement, microtraction, et microcisaillement. Avec (e à h) et sans (a à d) thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)	42
Figure 32 : 10-Méthacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate	44
Figure 33 : Moyenne de la force de collage (MPa) pour les ciments à base de MDP après tests de macrocisaillement, microtraction, et microcisaillement. Avec (e à h) et sans (a à d) thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)	44
Figure 34 : les différents composants du Panavia V5™ (site fabricant Kuraray Noritake)	46

Figure 35 : Force de collage entre la dentine et la zircone entre différents ciments de scellement (109)	46
Figure 36 : lors du test de rupture en traction, l'échantillon subit un allongement de $\Delta L=L-L_0$ où L est la longueur réelle et $L_0$ la longueur initiale. L'échantillon est maintenu par des mors à ses extrémités élargies. (11)	48
Figure 37 : à gauche, courbes de matériaux fragiles (absence de domaine plastique) : 1 : matériau fragile mais rigide (pente de la courbe ou module de Young élevé) ; 2 : matériau fragile, peu rigide (module de Young faible). A droite, courbe d'un matériau ductile (domaine plastique présent) et rigide : 1 : zone de déformation plastique homogène ; 2 : zone de déformation plastique hétérogène (déformations localisées au niveau de la zone de striction uniquement) (11)	49
Figure 38 : lors du test de cisaillement, les forces sont appliquées tangentiellement à la surface (11)	50
Figure 39 : schéma représentant la protocole d'élaboration des échantillons pour les tests de microtraction. (11)	50
Figure 40 : les différents modes de rupture observables lors des tests d'adhérence (11)	52
Figure 41 : machine de thermocyclage (Certiga-TCS-30)	53
Figure 42 : Moyenne de la force de collage (MPa) pour les ciments verre ionomère après tests de macrocisaillement. Avec et sans thermocyclage. n=nombre de groupes expérimentaux inclus dans les statistiques. (91)	61

Tableau 1 : principales caractéristiques mécaniques des céramiques utilisées pour la réalisation des restaurations esthétiques en céramique collée (11)	14
Tableau 2 : tableau périodique des éléments – source : société chimique de France	15
Tableau 3 : Moyennes (écart-type) de valeurs de rugosité de surface ( $R_a$ ) enregistrées à l'aide de l'AFM après différents pré-traitements de surface de la zircone. Les différentes lettres de l'alphabet indiquent les groupes qui sont statistiquement différents ( $p < 0,001$ ). (65)	31
Tableau 4 : Valeurs de force de collage des groupes tests après différentes méthodes de pré-traitements, montrant que le nettoyage aux ultra-sons crée vraisemblablement une perte de potentiel de collage. (79)	34
Tableau 5 : valeurs en MPa de la force de collage des différentes céramiques après revêtement tribochimique en fonction de la force de l'augmentation de la pression d'air. (80)	35
Tableau 6 : Exemples de colles auto-adhésives, et leur composition selon les fabricants	43
Tableau 7 : comparaison entre les différents type de « bond strength tests » (11)	51
Tableau 8 : effets significatifs des méthodes de tests et vieillissement artificiel sur l'adhésion à la zircone en fonction du type de ciment de scellement. (91)	54
Tableau 9 : Tableau récapitulatif des études sur le collage de la zircone à l'aide de différentes résines composites (54)	58
Tableau 10 : la force de collage (MPa) de la Zircone à la dentine avec différents agents de scellement (132)	60

UNIVERSITÉ DE NANTES  
UNITÉ DE FORMATION ET DE RECHERCHE D'ODONTOLOGIE  
-----

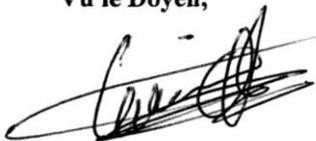
Vu le Président du Jury,

**Pr Yves AMOURIO**  
Chef de l'Unité d'Odontologie  
Restauration et Chirurgicale



*Vu et permis d'imprimer*

Vu le Doyen,



Pr Bernard GIUMELLI

**TAILLIEZ (Emilie).** – La zircone : scellement, scellement adhésif ou collage ? – f. ; ill ; tabl ; 144ref. ; 30cm (Thèse : Chir. Dent. ; Nantes ; 2018)

#### RESUME

Ce travail fait le point sur les possibilités de scellement, de scellement adhésif ou de collage des pièces prothétiques en céramique à base de zircone. Un bref rappel sera fait concernant le biomatériau qu'est la zircone. Les céramiques à base de zircone étant des céramiques denses ou polycristallines, leur microstructure sans phase vitreuse rend leur collage plus complexe et moins performant. En effet, les techniques conventionnelles de collage utilisées pour les autres types de céramiques ne fonctionnent pas correctement avec la zircone. Des méthodes alternatives de pré-traitements de la surface de la zircone avant l'application des ciments de scellement sont étudiées dans la littérature ; certains pré-traitements semblent plus prometteurs que d'autres. Le choix du ciment est également un paramètre à prendre en compte. Les ciments conventionnels et les ciments verre ionomère modifiés par adjonction de résine semblent être moins indiqués que les résines de collage pour assurer une force de liaison durable de la zircone à la surface dentaire. Cependant, aucun consensus n'est actuellement donné sur la supériorité d'un type de résine de collage sur un autre. De plus, il est nécessaire de tenir compte des méthodes de tests des études et des techniques de vieillissement artificiel qui ne sont pas équivalentes d'une étude à une autre. C'est pour cela qu'une standardisation des études et des protocoles est nécessaire pour espérer obtenir un consensus précis sur le scellement, scellement adhésif ou le collage de la zircone.

RUBRIQUES DE CLASSEMENT : Prothèse conjointe

#### MOTS CLES MESH

Zirconium – Zirconium

Prostodontics – Prosthodontie

Dental bonding – Collage dentaire

Cementation – Cimentation

#### JURY

Président : Pr AMOURIQ Y.

Directeur : Dr JORDANA F.

Codirecteur : Dr BODIC F.

Assesseur : Dr WOJTIUK F.

#### ADRESSE DE L'AUTEUR

42 rue de la Distillerie - 44000 NANTES

[emilie.tailliez@hotmail.fr](mailto:emilie.tailliez@hotmail.fr)