

# EUGENOL ET COLLAGE : INTERACTIONS

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

*Présentée  
et soutenue publiquement par*

**PIGEON Valentin**

Né le 12 Octobre 1988

*Le 29 Octobre 2015 devant le jury ci-dessous*

Président : Monsieur le Professeur Pierre WEISS

Assesseur : Madame le Docteur Fabienne JORDANA

Directeurs : Monsieur le Docteur Dominique MARION

Monsieur le Docteur François BODIC

<b>UNIVERSITE DE NANTES</b>	
Président	Pr LABOUX Olivier
<b>FACULTE DE CHIRURGIE DENTAIRE</b>	
Doyen	Pr AMOURIQ Yves
Assesseurs	Dr BADRAN Zahi 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 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 Madame LEROUXEL Emmanuelle	Madame HYON Isabelle Madame GOEMAERE GALIERE Hélène
<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 Monsieur LE GUEHENNEC Laurent Madame LOPEZ-CAZAUX Serena Monsieur MARION Dominique Monsieur NIVET Marc-Henri Monsieur RENAUDIN Stéphane Madame ROY Elisabeth Monsieur STRUILLLOU Xavier Monsieur VERNER Christian	Madame BOEDEC Anne Monsieur CLEE Thibaud Madame CLOITRE Alexandra Monsieur DAUZAT Antoine Monsieur DEUMIER Laurent Monsieur DRUGEON Kévin Madame GOUGEON Béatrice Monsieur LANOISELEE Edouard Monsieur LE BOURHIS Antoine Madame LE GOFFE Claire Madame MAÇON Claire Madame MERAMETDJIAN Laure Madame MOREIGNE MELIN Fanny Monsieur PILON Nicolas Monsieur PRUD'HOMME Tony Monsieur RESTOUX Gauthier Madame RICHARD Catherine Monsieur ROLOT Morgan
<b>Enseignants Associés</b>	<b>A.T.E.R.</b>
Madame RACIK Mia (MC associé) Madame VINATIER Claire (MC associé)	Monsieur LAPERINE Olivier

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 sont présentées doivent être considérées comme propres à leurs auteurs et qu'il n'entend leur donner aucune approbation, ni improbation.

**A Monsieur le Professeur Pierre WEISS,**

Professeur des Universités.

Praticien hospitalier des Centre de Soins d'Enseignement et de Recherche Dentaires.

Directeur du Laboratoire d'Ingénierie Ostéo-Articulaire et Dentaire

-NANTES-

*Pour m'avoir fait l'honneur d'accepter la présidence de ce jury de thèse.*

*Pour votre enseignement théorique sur les matériaux qui au fil des années s'est avéré primordial.*

*Pour votre disponibilité et votre écoute malgré un emploi du temps chargé.*

*Pour m'avoir ouvert les portes de votre laboratoire.*

*Veillez trouver dans cette thèse, l'expression de mes sentiments les plus respectueux.*

**A Monsieur le Docteur Dominique MARION,**

Maître de Conférences des Universités.

Praticien hospitalier des Centre de Soins d'Enseignement et de Recherche Dentaires.

Docteur de l'université de Nantes.

Département d'odontologie conservatrice et d'endodontie.

-NANTES-

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

*Pour la qualité de tout votre enseignement, aussi bien théorique que clinique, votre sens de la pédagogie, et vos compétences dans le domaine de l'endodontie.*

*Pour votre grande gentillesse et pour la confiance dont vous m'avez gratifié.*

*J'ai le plaisir, par le biais de cette thèse, de vous adresser mes plus sincères remerciement et l'expression de mon plus profond respect.*

**A Monsieur le Docteur François BODIC,**

Maître de Conférences des Universités.

Praticien hospitalier des Centre de Soins d'Enseignement et de Recherche Dentaires.

Docteur de l'université de Nantes

Département de prothèse.

-NANTES-

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

*Pour l'enthousiasme dont vous avez fait preuve à l'énoncé du sujet et du projet qui était le mien.*

*Pour votre enseignement qui m'a donné le goût du travail prothétique, et me donne aujourd'hui l'envie d'approfondir mes connaissances dans ce domaine.*

*Veillez recevoir l'expression de ma gratitude et de mes sentiments respectueux.*

**A Madame le Docteur Fabienne JORDANA,**

Maître de Conférences des Universités.

Praticien hospitalier des Centre de Soins d'Enseignement et de Recherche Dentaires.

-NANTES-

*Pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de siéger au sein de ce jury de thèse.*

*Pour le temps et l'aide que vous m'avez accordé au cours de mes manipulations.*

*Veillez recevoir ici l'expression de ma reconnaissance et de mon respect.*

A tous les praticiens qui m'ont aidé dans la récolte des échantillons :

- Les Docteurs SAFFARZADEH A. et GOURE T.
- Le Docteur EVANO C.
- Le Docteur STRUBE N.
- Le Docteur DAUZAT C.
- Le Docteur CORRE P. et le service de stomatologie du C.H.U. de l'Hôtel Dieu

Ainsi qu'à mes camarades de promotion qui m'ont aussi aidé dans cette tâche.

Au Docteur GAUDIN A. qui m'a gracieusement fourni le composite et le système adhésif nécessaire à mes manipulations.

Je vous adresse mes remerciements les plus sincères

# Table des matières

<b>Introduction .....</b>	<b>12</b>
<b>1. Eléments de base concernant l'eugénol et le collage .....</b>	<b>13</b>
1.1. L'eugénol.....	13
1.1.1. Provenance, propriétés physico-chimiques, extraction.....	13
1.1.1.1. Le clou de girofle.....	13
1.1.1.2. L'huile essentielle de clou de girofle .....	14
1.1.1.3. Propriétés physico-chimiques de l'eugénol .....	14
1.1.1.4. Extraction de l'eugénol.....	15
1.1.2. Propriétés biologiques et pharmaceutiques, pharmacodynamie en usage dentaire .....	15
1.1.2.1. Propriétés biologiques .....	15
1.1.2.2. Pharmacodynamie en usage dentaire.....	16
1.1.2.2.1. Formation des ZOE .....	16
1.1.2.2.2. Libération de l'eugénol .....	17
1.1.2.2.3. Diffusion de l'eugénol dans la dentine.....	17
1.1.2.3. Propriétés pharmaceutiques en usage dentaire .....	20
1.2. Le collage.....	21
1.2.1. Définitions.....	21
1.2.1.1. Le collage.....	21
1.2.1.2. L'adhésion.....	21
1.2.1.3. Le mordantage acide .....	22
1.2.1.4. Le primaire.....	23
1.2.1.5. L'adhésif .....	23
1.2.1.6. La couche hybride.....	24
1.2.1.7. Cas des adhésifs auto-mordants .....	24
1.2.2. Classification des matériaux de collage .....	25
1.2.2.1. Classification historique .....	25
1.2.2.1.1. Première génération.....	25
1.2.2.1.2. Deuxième génération.....	25
1.2.2.1.3. Troisième génération .....	25
1.2.2.1.4. Quatrième génération .....	26
1.2.2.1.5. Cinquième génération.....	26

1.2.2.1.6.	Sixième génération .....	26
1.2.2.1.7.	Septième génération .....	26
1.2.2.2.	Classification de Degrange .....	27
1.2.2.2.1.	Les M&R (Mordantage & Rinçage) .....	27
1.2.2.2.2.	Les SAM (Systèmes Auto-Mordançants).....	27

## **2. Interactions entre l'eugéno1 et le collage ..... 28**

2.1.	Inhibition de la réaction de polymérisation par l'eugéno1 .....	28
2.1.1.	Initiation de la réaction de polymérisation (29) .....	28
2.1.1.1.	Les agents de polymérisation.....	28
2.1.1.1.1.	Agents de photopolymérisation.....	29
2.1.1.1.2.	Agents de chémo1 polymérisation .....	30
2.1.1.2.	Les inhibiteurs de prise .....	31
2.1.2.	Inhibition de la réaction de polymérisation des résines par l'eugéno1 .....	32
2.1.2.1.	Activité antioxydante de l'eugéno1 .....	32
2.1.2.2.	Cinétique de l'inhibition de la polymérisation par l'eugéno1 .....	33
2.1.2.2.1.	Présentation de l'étude .....	33
2.1.2.2.2.	Résultats .....	34
2.1.2.2.3.	Analyse des résultats .....	35
2.1.2.3.	Epaisseur de composite affectée par l'eugéno1.....	38
2.2.	Différents domaines affectés.....	39
2.2.1.	Odontologie conservatrice : restauration provisoire et définitive.....	39
2.2.1.1.	Eléments en présence.....	39
2.2.1.1.1.	La dentine coronaire .....	39
2.2.1.1.2.	Les restaurations temporaires contenant de l'eugéno1 .....	40
2.2.1.1.3.	Les composites de restauration coronaire .....	42
2.2.1.1.4.	Les systèmes adhésifs.....	43
2.2.1.2.	Revue de la littérature .....	44
2.2.2.	Prothèse fixée : ciment provisoire et collage définitif, restauration provisoire et collage d'onlays .....	49
2.2.2.1.	Eléments en présence.....	49
2.2.2.1.1.	Les ciments provisoires contenant de l'eugéno1.....	49
2.2.2.1.2.	Les colles .....	50
2.2.2.2.	Revue de la littérature .....	51
2.2.3.	Endodontie : ciment de scellement et collage d'ancrages radiculaires.....	54

2.2.3.1.	Eléments en présence.....	54
2.2.3.1.1.	La dentine radiculaire.....	54
2.2.3.1.2.	Les ciments canalaires contenant de l'eugénol.....	54
2.2.3.1.3.	Les composites de collage des tenons.....	57
2.2.3.2.	Revue de la littérature.....	57
2.2.4.	Multiplicité des conditions expérimentales.....	62
2.2.4.1.	Dans la préparation des échantillons.....	62
2.2.4.2.	Dans le choix des matériaux testés.....	63
2.2.4.3.	Dans le temps d'exposition à l'oxyde de zinc/eugénol.....	63
2.2.4.4.	Dans la mise en place d'un traitement de surface avant le collage.....	64
2.2.4.5.	Dans les tests visant à évaluer le collage.....	68
<b>3.</b>	<b>Elaboration d'un protocole d'expérimentation.....</b>	<b>70</b>
3.1.	Présentation de l'expérimentation.....	70
3.1.1.	But de l'expérience.....	70
3.1.2.	Déroulement de l'expérimentation.....	71
3.1.3.	Choix de la méthode d'imprégnation d'après l'expérience de HUME.....	73
3.2.	Protocole d'expérimentation: matériel et méthode.....	74
3.3.	Difficultés de réalisation du protocole.....	80
3.3.1.	Récolte des échantillons.....	80
3.3.2.	Intégration du L.I.O.A.D.....	80
3.3.3.	Commande des produits nécessaires.....	81
3.3.4.	Réalisation d'un semainier de manipulations.....	81
3.3.5.	Découpe des échantillons.....	82
3.3.6.	Fixation des échantillons pour les tests de traction.....	83
3.3.7.	Réalisation des tests de traction.....	85
3.4.	Résultats attendus et discussion.....	88
3.4.1.	Résultats attendus.....	88
3.4.2.	Discussion.....	89
<b>4.</b>	<b>Conclusion.....</b>	<b>91</b>
<b>Figures</b>	<b>.....</b>	<b>93</b>
<b>Tableaux</b>	<b>.....</b>	<b>95</b>
<b>Références Bibliographiques</b>	<b>.....</b>	<b>96</b>

# Introduction

À l'état naturel, l'eugénol, appelé aussi 4-allyl-2-méthoxyphénol, est un phénol qui forme la majeure partie de l'essence de clou de girofle, mais aussi de celle des piments de la Jamaïque ou de la cannelle giroflée.

Entre autres utilisations, l'eugénol est depuis longtemps utilisé dans le monde dentaire. Déjà, les médecines antiques chinoise et hindoue préconisaient de placer des clous de girofle ou mieux, l'huile qui en est extraite dans les lésions carieuses pour apaiser les douleurs. En Europe, le clou de girofle n'arrive avec le commerce des épices qu'au moyen âge, De Taranta en 1490 décrira lui aussi l'utilisation de cette plante dans le traitement des lésions carieuses. Ce ne sera qu'à partir de 1773 que Pierre Poivre, botaniste français, réussira à acclimater l'arbre à des climats plus tempérés et permettra la démocratisation de l'épice.

Une avancée majeure dans le domaine des soins dentaires aura lieu en 1875 lorsque Flagg découvre que le mélange d'eugénol et d'oxyde de zinc forme une pâte plastique qui durcit lentement, offrant une restauration temporaire du volume dentaire tout en prodiguant une action pharmaceutique (1).

Les propriétés pharmacologiques de l'eugénol sont dues à deux effets adverses. A de fortes concentrations, l'eugénol est cytotoxique et inhibe le métabolisme bactérien tandis qu'en faible concentration, il peut inhiber les potentiels d'action nerveux, la synthèse de prostaglandines, et la vasoconstriction. Ce gradient de concentration et ces effets thérapeutiques se retrouvent en situation de restauration provisoire dentaire, la dentine jouant un rôle de filtre entre la cavité à restaurer et l'espace pulpaire.

Aujourd'hui l'eugénol est présent dans une grande variété de produits à usage dentaire, trouvant leur utilité dans de nombreux domaines. On citera ainsi l'utilisation d'eugénol dans les matériaux de restauration provisoire mais aussi dans les ciments de scellement canalaire et dans des ciments de scellement provisoires.

Mais si l'eugénol a des effets pharmaceutiques recherchés, il pose un problème. A l'ère du composite et du collage, l'eugénol inhibe la réaction de polymérisation des résines.

Toutefois, en dépit de la démonstration selon laquelle l'eugénol inhibe la polymérisation des résines composites, il semblerait qu'il n'existe pas de consensus établi sur la réalité d'une influence significative de l'eugénol sur le collage en odontologie. De très nombreux articles ont été rédigés sur la question, et on constate une grande hétérogénéité dans les résultats. Certaines études concluent à une influence significativement néfaste, d'autres non.

L'objet de ce travail sera donc, après avoir expliqué quelques bases concernant l'eugénol et le collage, de comprendre comment l'eugénol interfère avec le collage et quelles en sont les conséquences analysées à travers la littérature. Enfin, un protocole visant à évaluer l'influence de l'eugénol sur le collage sera élaboré. Celui-ci mettra en œuvre une expérience de traction sur des échantillons collés après mise en contact avec une substance eugénolée selon des temps variables, en me basant sur les résultats obtenus par la méthode d'imprégnation de la dentine décrite par HUME W.R. (1984) (2).

# 1. Eléments de base concernant l'eugénol et le collage

## 1.1. L'eugénol

### 1.1.1. Provenance, propriétés physico-chimiques, extraction

#### 1.1.1.1. Le clou de girofle (3)

L'eugénol est un composé aromatique phénolique présent à l'état naturel dans l'huile essentielle de nombreuses plantes comme certaines espèces de basilic, le piment de la Jamaïque ou encore différentes espèces de cannelles. Mais l'essentiel de la production d'eugénol est issue du clou de girofle.

Ce que l'on a coutume de rencontrer sous le nom de clou de girofle sont les bourgeons séchés d'un arbre tropical : le giroflier ou *Syzygium aromaticum* de la famille des Myrtacées. Les bourgeons sont récoltés à maturité juste avant l'épanouissement de la fleur. Ils sont ensuite dégriffés (séparation du bouton du pédoncule) puis séchés au soleil ce qui les fait passer d'une couleur brun roux à brun foncé.



Figure 1 : *Syzygium aromaticum*, d'après Merr et Perry ; 1890 (3)

### 1.1.1.2. L'huile essentielle de clou de girofle

L'huile essentielle de clou de girofle se présente sous la forme d'un liquide huileux de couleur jaune fonçant au brun à la lumière. Elle est obtenue traditionnellement par hydrodistillation du clou du girofle.

L'huile essentielle contient en moyenne 23 composés (4) :

- des sesquiterpènes : alpha et bêta caryophyllènes (de 7 à 10%), alpha et bêta humulènes, alpha amorphène, alpha muurolène, calaménène, calacorène.
- des esters : hexanoates d'éthyle, acétates d'eugénol (de 4 à 10%), de 2-heptanyle, de 2-nonanyle, de styrallyle, de benzyle, de terpényle et d'éthylphényle;
- des phénols : **eugénol (75 à 85%)**, cis et trans isoeugénol, chavicol, 4-allylphénol.
- des oxydes : oxyde de caryophyllène, époxyde d'humulène.

On constate que l'eugénol est le principal composant de l'huile essentielle de clou de girofle, et qu'il représente la quasi-totalité de ses composés aromatiques.

### 1.1.1.3. Propriétés physico-chimiques de l'eugénol (5)

L'eugénol, appelé aussi 4-allyl-2-méthoxyphénol, ou encore 2-méthoxy-4-(2-propènyle)-phénol (selon la nomenclature IUPAC) ou encore 4-allylguaiacol, est un composé aromatique de la famille des phénylpropènes, une sous-classe des phénylpropanoïdes, de formule brute  $C_{10}H_{12}O_2$ .

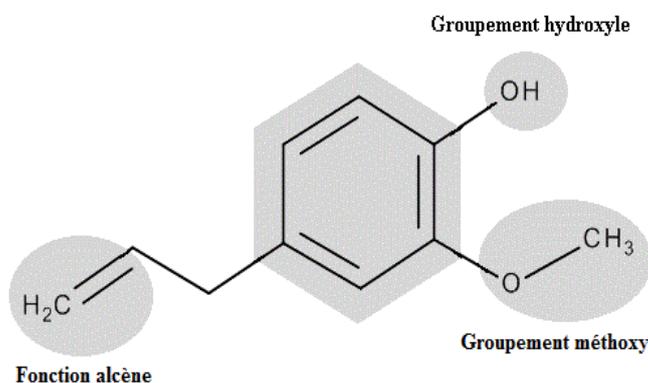


Figure 2 : La molécule d'eugénol; d'après mpbio.com (6)

On remarque que la molécule possède une fonction alcène, une fonction éther (R—O—R') avec le groupement méthoxy, et une fonction phénol (cycle aromatique + fonction hydroxyle)

L'eugénol a une température de fusion (à 1 bar) de  $-9,2\text{ °C}$ , d'ébullition de  $225\text{ °C}$ , une densité de 1,06 à  $20\text{ °C}$ , il est peu soluble dans l'eau ( $2460\text{ mg/L}$ ) (7) et insoluble dans l'eau salée (dû à la fonction alcène). Il est cependant très soluble dans l'éthanol et le dichlorométhane, et un peu dans le chloroforme (6).

#### 1.1.1.4. Extraction de l'eugénol

Étant donné que l'eugénol peut être suffisamment extrait à partir d'huiles essentielles bon marché, la synthèse industrielle n'est pas couramment employée. L'eugénol est préférentiellement extrait des huiles essentielles de clous de girofle ou bien de feuilles de cannelle. Cette huile essentielle est extraite par hydrodistillation puis récupérée à l'aide d'un solvant organique non miscible à l'eau (dichlorométhane) et mise à décanter. Ce mélange est soumis à un lavage acido-basique afin d'éliminer l'acétate d'eugénol, la lessive alcaline ainsi obtenue, après décantation de la partie insoluble, est traitée par de l'acide chlorhydrique, provoquant la précipitation de l'eugénol pur.

### 1.1.2. **Propriétés biologiques et pharmaceutiques, pharmacodynamie en usage dentaire**

#### 1.1.2.1. Propriétés biologiques

L'eugénol, de par ses propriétés physico-chimiques, est capable d'avoir une action sur la membrane cytoplasmique des cellules et des bactéries. Celle-ci est composée d'une double couche de phospholipides dotés d'une extrémité hydrophile et d'une autre hydrophobe. L'eugénol, de par sa nature hydrophobe, peut pénétrer au sein de cette double couche et va entraîner une perte de la perméabilité sélective de cette membrane par changement de ses propriétés (8).

Elle peut intégrer la membrane des bactéries Gram-négatives et altérer la structure de la cellule. De plus, le groupement hydroxyle semble se lier aux protéines, empêchant l'action enzymatique chez certaines bactéries (9).

## 1.1.2.2. Pharmacodynamie en usage dentaire

### 1.1.2.2.1. Formation des ZOE

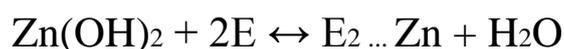
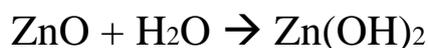
Depuis que Flagg en 1875 à découvert que le mélange d'eugénol et d'oxyde de zinc forme une pâte plastique qui durcit lentement, la pratique de l'art dentaire bénéficie d'un matériau aux bonnes propriétés antiseptiques, analgésiques, et mécaniques (1).

C'est donc depuis ces mélanges appelés ZOE (pour Zinc Oxide-Eugenol) que l'eugénol va pouvoir diffuser à son proche environnement.

Pour former un ZOE, l'eugénol réagit avec l'oxyde de zinc pour former un cristal d'eugénolate de zinc. La réaction de prise est une chélation. Le zinc fixe deux molécules d'eugénol qu'il relie. La présence d'eau est indispensable à la réaction. Le durcissement n'a pas lieu en l'absence d'humidité (10).

C'est une réaction de poudre avec un liquide. Le mélange de la poudre et du liquide pour obtenir un ciment convenable varie en fonction de la granulométrie.

Dans tous les mélanges cliniques de ZOE utilisables, il y a un important excès stœchiométrique en poudre d'oxyde de zinc (11). En effet, il faut incorporer beaucoup plus de poudre que l'on peut le prévoir d'après la réaction théorique car il se produit une réaction parasite des groupements phénol de l'eugénol avec l'oxyde de zinc, alors que la chélation se produit entre les (2) groupements méthoxy de l'eugénol et l'atome de zinc central (10).



*Mécanisme de la réaction de prise. D'après Hume ; 1988 (11)*

*Avec E<sub>2</sub>...Zn = eugénolate de zinc*

#### 1.1.2.2.2. Libération de l'eugéno

S'il y a un excès en oxyde de zinc, cela veut dire que l'eugéno, lui, a totalement réagi, et qu'il n'est donc pas disponible pour une simple diffusion depuis la masse de ZOE après son durcissement complet.

L'eugéno est libéré du ZOE par hydrolyse de celui-ci. La réaction chimique probable est simple: un excès d'eau casse les liaisons entre l'eugéno et l'hydroxyde de zinc, provoquant la libération d'eugéno libre de diffuser, et d'hydroxyde de zinc insoluble (12).



*Mécanisme de la réaction d'hydrolyse.  
D'après Hume ; 1988 (11)*

C'est l'excès d'eau qui fait que la réaction se déroule dans ce sens plutôt que dans celui entraînant la prise du ZOE.

#### 1.1.2.2.3. Diffusion de l'eugéno dans la dentine

Cet eugéno est libre de diffuser dans son proche environnement, mais de quelle manière ?

Le schéma de l'élution de l'eugéno depuis un mélange de ZOE a été étudié en utilisant de l'eugéno tritié. Placé dans une solution aqueuse, le ZOE diffuse immédiatement de l'eugéno depuis sa surface. Le taux d'élution est à son maximum dans les premières secondes après le contact entre le ZOE et la solution, puis décroît de manière exponentielle (2,13)

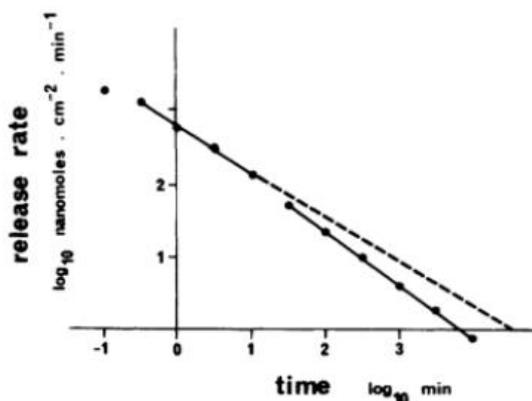


Figure 3 : tracé de la vitesse de libération de l'eugéno tritié depuis le ZOE dans une solution aqueuse par rapport au temps. D'après Hume ; 1984a (2)

La diffusion de l'eugénol se fait depuis la surface du ZOE puisqu'il a été montré que l'épaisseur de l'échantillon de ZOE, à surface égale, n'avait pas d'influence sur le taux d'élution de l'eugénol. De plus, l'éviction mécanique d'une fine épaisseur en surface du ZOE a permis le retour à un taux d'élution de l'eugénol maximal, confirmant cette théorie (11).

En revanche, le schéma de l'élution de l'eugénol depuis le ZOE à travers la dentine est complètement différent.

C'est l'expérience de Hume en 1984 qui fait office de référence en matière de diffusion de l'eugénol dans la dentine. L'objectif de son modèle expérimental était de se rapprocher au maximum des conditions cliniques. En effet, puisque l'eugénol est libéré par le ZOE sous l'influence d'un excès d'eau, via une réaction d'hydrolyse, Hume a monté ses échantillons de façon à ce que deux chambres hémicylindriques de plastique soient collées à la cire à chaque couronne comme montré dans la figure 4. Une solution aqueuse tamponnée au phosphate a été ajoutée dans chaque chambre pour qu'elle baigne séparément les surfaces dentinaires de la cavité occlusale et du plafond pulpaire, simulant respectivement la salive et le tissu pulpaire (2).

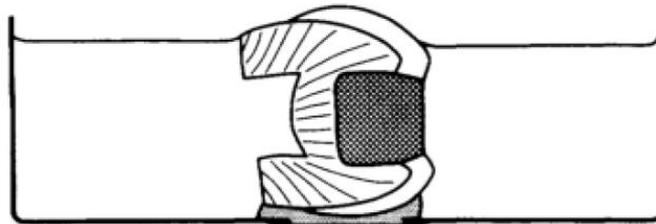


Figure 4 : représentation en coupe d'une troisième molaire humaine fraîchement extraite avec une cavité occlusale remplie de ZOE, et avec conteneurs séparés de solution tamponnée au phosphate baignant les surfaces coronaires et pulpaires. La jonction de cire représentée par la zone grise était en "U", reliant les récipients hémicylindriques à la dent. D'après Hume ; 1984a (2)

L'eugénol n'est pas détectable dans un premier temps dans le compartiment pulpaire et ce pendant plusieurs heures, puis il apparait pour atteindre une vitesse maximale d'élution au bout d'environ un jour. Passé ce pic, l'élution de l'eugénol dans l'espace pulpaire déclinera lentement dans les semaines suivantes (2,11)

Time	Salivary	Pulp space
1 hour	211 ± 39*	0
3 hours	108 ± 24	0.3 ± 0.2
20 hours	9.7 ± 1.5	0.3 ± 0.1
3 days	1.9 ± 0.3	0.2 ± 0.05
10 days	0.7 ± 0.1	0.2 ± 0.06
14 days	0.4 ± 0.1	0.08 ± 0.03

Tableau 1 : Elution de l'eugénol (en nmoles/min) depuis le ZOE à la surface salivaire VS dans l'espace pulpaire sur dent humaine in vitro. Moyenne + Ecart type  
D'après Hume ;1988 (11) à propos de ses propres travaux de 84 (2)

Il y a donc bien une imprégnation en eugénol de la dentine puisque celui-ci est capable de la traverser de part en part, et d'arriver dans l'espace pulpaire.

Cette diffusion se fait par le biais du fluide transdentinaire qui s'écoule dans les tubuli.

Cette diffusion de l'eugénol se développe en suivant un gradient de concentration à travers la dentine. De l'ordre de  $10^{-2}$  mol/L dans la dentine en contact avec le ZOE (ce qui correspond à une phase aqueuse totalement saturée en eugénol), elle descend à  $10^{-4}$  mol/L dans celle bordant l'espace pulpaire (2).

A titre d'exemple, dans la dentine d'une dent exposée pendant trois jours à une restauration au ZOE, les concentrations en eugénol tritié étaient (2):

- 0,22 nmol/mg dans la dentine juxta pulpaire
- 5,3 nmol/mg au milieu
- 21 nmol/mg dans la dentine en contact avec le ZOE.

### 1.1.2.3. Propriétés pharmaceutiques en usage dentaire

Les propriétés biologiques de l'eugénol, combinées au gradient de concentration qui se met en place dans la dentine, sont responsables des deux principales propriétés pharmaceutiques qui lui sont prêtées: antiseptiques et anesthésiantes. Ces propriétés sont dépendantes de la concentration et du temps d'exposition à l'eugénol.

Ainsi, immédiatement sous le ZOE, nous avons vu qu'une concentration en eugénol de  $10^{-2}$  mol/L se développe, ce qui est suffisant pour tuer des micro-organismes pathogènes. Déjà, à des concentrations comprises entre  $10^{-2}$  et  $10^{-3}$  mol/L il a été montré que l'eugénol est bactéricide pour des bactéries de la cavité buccale y compris celles identifiées comme responsables des caries dentinaires (14).

En revanche, dans l'espace pulpaire, la concentration en eugénol est inférieure à  $10^{-4}$  mol/L. Cette concentration est inférieure au seuil de toxicité pour des cellules de mammifères. En effet, si l'eugénol inhibe de manière réversible la respiration cellulaire dans un intervalle de concentration compris entre  $10^{-3}$  et  $10^{-4}$  mol/L (15) une exposition prolongée à une concentration supérieure à  $10^{-3}$  mol/L s'est avérée être cytotoxique (16,17). Une exposition indéfinie à une concentration maximale de  $10^{-4}$  mol/L n'affecte pas les cellules.

Une concentration  $10^{-4}$  mol/L est cependant suffisante pour provoquer divers effets tels qu'une inhibition des potentiels d'action nerveux (18,19,20), une inhibition de la synthèse de prostaglandines (21), et une vasodilatation (15). Tout cela concourt aux effets anti-inflammatoires et anesthésiques de l'eugénol.

## 1.2. Le collage

### 1.2.1. Définitions

#### 1.2.1.1. Le collage

Le collage est la liaison chimique de deux surfaces grâce à des liaisons intramoléculaires (22). Ces liaisons sont de deux ordres :

- Des liaisons fortes : covalentes et ioniques reliant des atomes à faible distance (0,1 à 0,3nm)
- Des liaisons faibles : de Van Der Waals et hydrogène (0,2 à 1nm)

#### 1.2.1.2. L'adhésion

Cliniquement, les matériaux dits collés font en réalité appel aux principes de l'adhésion, c'est-à-dire qu'ils peuvent faire appel à la fois à un phénomène d'ancrage mécanique dans les rugosités (rétention mécanique) et à des liaisons intermoléculaires entre adhésif et substrat (collage proprement dit).

Deux grands principes permettent donc l'adhésion d'un matériau collé selon Awaja et al. (22) :

- La rétention mécanique, basée sur l'introduction de l'adhésif dans les irrégularités de surface. La force d'adhésion est augmentée par l'augmentation de la surface de collage, et par la rétention
- L'adhésion chimique, ou collage proprement dit, intervient par formation de liaisons intermoléculaires entre deux surfaces mises en contact étroit.

Les systèmes adhésifs mettent en jeu ces phénomènes physiques et chimiques, mais l'essentiel des capacités d'adhésion est dû à la rétention mécanique (23).

En pratique, l'adhérence au substrat dentaire est basée sur un processus d'échange par lequel de la matière dentaire inorganique est échangée par de la résine synthétique (24).

Ce processus se déroule en deux phases :

- Une phase consiste à enlever le phosphate de calcium exposé à la surface de l'émail et de la dentine, créant ainsi des microporosités.
- L'autre phase, d'hybridation, implique l'infiltration et la polymérisation *in-situ* de la résine dans les microporosités de surface créées.

Il en résulte un emboîtement micromécanique principalement basé sur la diffusion de la résine (25).

Tout collage commence donc par un traitement des surfaces à coller afin de créer un certain degré de rugosité assurant la rétention (26).

#### 1.2.1.3. Le mordantage acide

C'est la première étape du processus de collage.

L'application d'un acide (généralement de l'acide phosphorique à une concentration supérieure à 20%) sur l'émail et la dentine -selon des temps respectifs de 30 et 15 secondes- permet une déminéralisation superficielle des tissus dentaires sur 2 à 7 micromètres d'épaisseur (25,26,27).

Cette déminéralisation élimine la boue dentinaire, ouvre les tubuli en agissant sur la dentine péri-tubulaire, libère la matrice collagénique de la dentine inter-tubulaire, et crée des rugosités dans l'émail, permettant une plus grande adhésion mécanique.



Figure 5 : Surface de dentine coronale après curetage d'une lésion carieuse, vue en microscopie électronique à balayage. Notez l'aspect hétérogène et l'obturation des tubuli dentinaires par la boue dentinaire (smear plugs SP). D'après Degrange ; 2005 (26)

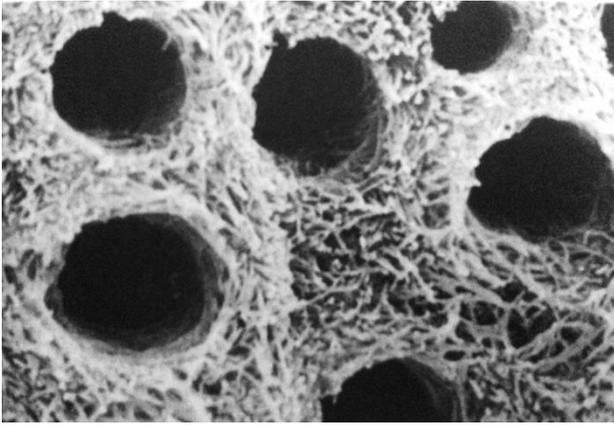


Figure 7 : Surface de dentine mordancée à l'acide phosphorique vue en microscopie électronique à balayage. D'après Degrange ; 2005 (26)

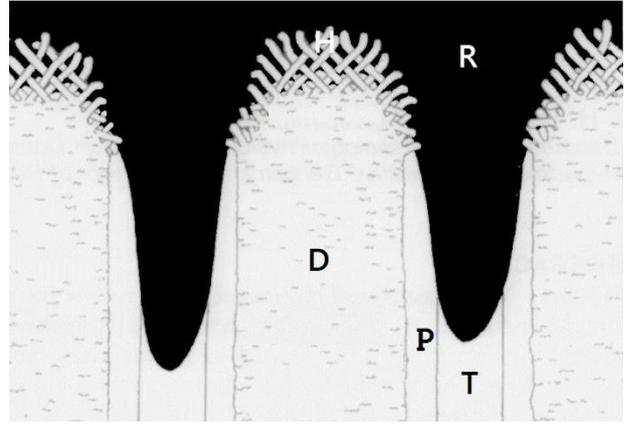


Figure 6 : Schématisation de la surface dentinaire après mordantage acide vue en coupe. Avec D : dentine inter-tubulaire, P : dentine péri-tubulaire, T : tubuli dentinaire, R : espace occupé par la résine, H : trame collagénique libérée. D'après Pashley et Carvalho ; 1997 (27)

#### 1.2.1.4. Le primaire

La surface dentinaire après mordantage est composée d'un quart de collagène et de trois quart d'eau. Elle est donc hydrophile.

Or, pour réaliser un bon collage à la dentine, la résine doit infiltrer la dentine péri-tubulaire et la dentine inter-tubulaire pour former la couche hybride (27).

L'utilisation d'un primaire d'adhésion à base de monomères hydrophiles permet de maintenir poreuse la trame collagénique dentinaire exposée et donc d'améliorer l'infiltration de la résine adhésive (essentiellement hydrophobe) dans les tubuli dentinaires (26).

#### 1.2.1.5. L'adhésif

La résine adhésive, après traitement des surfaces dentaires par mordantage et application d'un primaire d'adhésion, peut pénétrer dans les tubuli dentinaires et dans les canaux du réseau protéique inter- et péri-tubulaire.

C'est cet adhésif qui, après copolymérisation avec le composite, aboutit à la formation d'une interphase adhérente et étanche entre le composite et la dentine intacte (26).

#### 1.2.1.6. La couche hybride

A l'issue de ces trois étapes – mordantage acide, primaire d'adhésion, résine adhésive –, la couche située entre les tissus dentaires restés hors de portée du traitement de surface et le matériau de restauration s'appelle la couche hybride.

C'est un mélange de primaire et d'adhésif pris dans la trame collagénique dentinaire ainsi que dans les entrées des tubuli dentinaires mises à nu par le mordantage acide qui va pouvoir copolymériser avec le matériau de restauration et donc le rendre adhérent aux tissus dentaires.

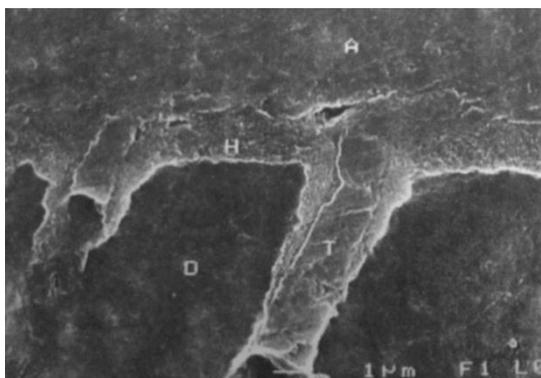


Figure 8 : Coupe réalisée au niveau de la couche hybride, vue en microscopie électronique à balayage. La résine adhésive (A) a infiltré le réseau collagénique de la surface déminéralisée de la dentine (D) pour former la couche hybride (H) après polymérisation. Elle pénètre dans les tubules pour former des brides d'ancrage (T). D'après Degrange ; 2005 (26).

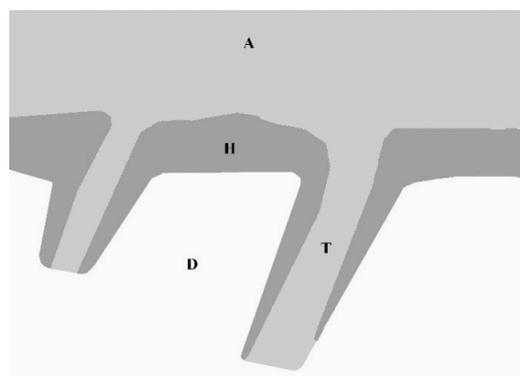


Figure 9 : Schéma réalisé sur la base de la figure 8 mettant en évidence les différentes zones autour de la couche hybride. D'après Degrange ; 2005 (26)

#### 1.2.1.7. Cas des adhésifs auto-mordants

La résine ne peut atteindre les tubuli dentinaires et la dentine inter-tubulaire que lorsque la boue dentinaire a été retirée par le mordantage acide.

La boue dentinaire peut maintenant être considérée comme un substrat légitime au collage, bien qu'ayant longtemps été considérée comme un facteur limitant dans la réalisation des collages avec les générations précédentes de systèmes adhésifs. Les systèmes actuels auto-mordants de sixième et de septième génération utilisent des solutions de primaire acide qui peuvent s'infiltrer à travers les canaux hydriques qui courent entre les particules de boue dentinaire, les agrandissant et atteignant ainsi la dentine solide. Dans ces systèmes, il n'y a pas de rinçage de la surface et la couche de débris déminéralisée est incorporée dans la couche hybride (28).

## 1.2.2. Classification des matériaux de collage (26)

### 1.2.2.1. Classification historique

La dentisterie adhésive a connu de nombreuses évolutions avec le temps. Cette classification, bien que commerciale, donne une bonne chronologie des évolutions techniques accomplies.

Cette classification peut être trompeuse car évolution ne veut pas forcément dire amélioration. Les améliorations apportées sont surtout basées sur la facilité de mise en œuvre du produit. Nous en sommes à ce jour à la septième génération de systèmes adhésifs.

#### 1.2.2.1.1. Première génération

Le premier brevet d'adhésif à usage dentaire est déposé en 1949. Cet adhésif contient un monomère réactif de diméthacrylate d'acide glycérophosphorique (GPDM) autopolymérisable en milieu acide. Buonocore propose le premier le mordantage acide de l'émail.

Mais tout cela reste confidentiel. Les composites sont employés sans traitement des surfaces dentaires et souffrent d'une forte rétraction de polymérisation responsable de nombreux échecs.

#### 1.2.2.1.2. Deuxième génération

Entre 1980 et 1985, on s'attelle à changer de monomères. Le GPDM est remplacé par des esters méthacryliques d'acides phosphoriques, et on introduit les premières fonctions terminales phosphate acide.

Toutefois, le collage se fait toujours sur une dentine non préparée, recouverte de boues dentinaire. Le collage reste insuffisant.

#### 1.2.2.1.3. Troisième génération

De 1985 à 1991, le concept du système adhésif se développe. Les boues dentinaires ne sont pas supprimées, mais un traitement de surface de la dentine les stabilise et augmente la mouillabilité des résines adhésives grâce à des agents hydrophiles.

#### 1.2.2.1.4. Quatrième génération

A partir de 1990, on reconnaît le concept de mordantage total, c'est-à-dire qu'on mordance l'émail et la dentine, éliminant au passage les boues dentinaires.

La légère déminéralisation des tissus dentaires obtenue par mordantage permet une adhésion micromécanique accrue en permettant à la résine adhésive de pénétrer les espaces inter et péri-tubulaires. Le collage est donc découpé en trois étapes distinctes : le mordantage acide, l'application du primaire d'adhésion, et enfin celle de la résine adhésive.

Bien que difficile à mettre en œuvre (trois étapes), cette génération offre des résultats très intéressants au point qu'elle est encore utilisée de nos jours.

#### 1.2.2.1.5. Cinquième génération

Dès 1995, on regroupe dans un seul flacon le primaire d'adhésion et l'adhésif proprement dit. L'application de ce produit est toujours précédée d'un mordantage acide.

#### 1.2.2.1.6. Sixième génération

En 1995, apparaissent aussi les premiers systèmes auto-mordantants. Ce sont cette fois-ci les étapes du mordantage acide et du primaire d'adhésion qui sont réunies en un seul flacon grâce à l'utilisation de monomères acides. L'application de ce produit est suivie, sans rinçage intermédiaire, de l'application de la résine adhésive.

#### 1.2.2.1.7. Septième génération

Depuis 2000, sont apparus les produits tout-en-un regroupant dans un seul flacon les trois étapes du collage grâce à l'emploi de monomères acides hydrophiles (permettant les étapes de mordantage et de primaire) et de monomères hydrophobes (servant d'adhésif).

### 1.2.2.2. Classification de Degrange (26)

C'est une classification, non pas basée sur les évolutions techniques, mais sur le principe d'action et le nombre d'étapes de mise en œuvre. Elle divise les produits en deux grandes catégories (M&R et SAM), elles même subdivisées en deux sous catégories (M&R2 et 3, SAM2 et 1)

#### 1.2.2.2.1. Les M&R (Mordançage & Rinçage)

Les étapes de mise en œuvre comprennent toujours une première étape de mordançage acide de l'émail et de la dentine suivie d'un rinçage de la dent.

##### 1.2.2.2.1.1. Les M&R3

La mise en œuvre se fait en trois étapes successives : le mordançage acide suivi d'un rinçage, l'application du primaire et l'application de la résine adhésive.

##### 1.2.2.2.1.2. Les M&R2

La mise en œuvre se fait en deux étapes successives : le mordançage acide suivi d'un rinçage, puis l'application simultanée du primaire et de l'adhésif contenus dans le même produit.

#### 1.2.2.2.2. Les SAM (Systèmes Auto-Mordançants)

Les systèmes auto-mordançants sont appliqués directement sur les tissus dentaires sans traitement préalable. Leur acidité permet de mordançer l'émail et la dentine sur une faible épaisseur.

##### 1.2.2.2.2.1. Les SAM2

La mise en œuvre se fait en deux étapes successives : l'application d'un primaire acide puis après 20 à 30 secondes, celle de l'adhésif.

##### 1.2.2.2.2.2. Les SAM1

La mise en œuvre se fait en un seul temps grâce à un produit faisant fonction à la fois de mordançage, de primaire et d'adhésif.

## **2. Interactions entre l'eugénol et le collage**

### **2.1. Inhibition de la réaction de polymérisation par l'eugénol**

#### **2.1.1. Initiation de la réaction de polymérisation (29)**

##### **2.1.1.1. Les agents de polymérisation**

La polymérisation des composites repose sur la décomposition d'une molécule appelée AMORCEUR en radicaux libres ( $R^*$ ) par un ACTIVATEUR. Les radicaux libres (molécules dont un des atomes possède un électron non apparié sur sa couche extérieure et donc dotées d'une grande réactivité) initient l'ouverture de la liaison vinylique du monomère et l'élongation du polymère.

L'activation peut être d'origine thermique (thermopolymérisation), chimique (chémpolymérisation) ou photochimique (photopolymérisation), ou bien une combinaison de ces deux dernières (on parle alors de composite « dual »).

Si on élève la température jusqu'à un certain niveau (thermopolymérisation), la réaction de polymérisation est initiée sans activateur. C'est d'ailleurs ainsi qu'est faite la polymérisation dans les laboratoires de prothèse (dans des fours).

Ceci ne peut bien entendu pas se faire en bouche. Dans les restaurations en technique directe, seules la chemo- et la photopolymérisation sont utilisées.

On ajoute donc un activateur dont le rôle est d'accélérer la dégradation des molécules d'amorceur pour que la polymérisation ait lieu à température ambiante ou à 37°C dans la bouche du patient.

La polymérisation des résines composites se fait selon un mécanisme d'addition de type radicalaire homogène en trois phases :

- Phase d'initiation : activation des monomères par les radicaux libres.
- Phase de propagation : croissance rapide du polymère par addition de monomères.
- Phase de terminaison : arrêt par disparition des radicaux libres et recombinaison (par combinaison de deux polymères en croissance par leur extrémité / par fixation d'un amorceur sur l'extrémité / par saturation de l'extrémité radicalaire par H<sup>+</sup>)

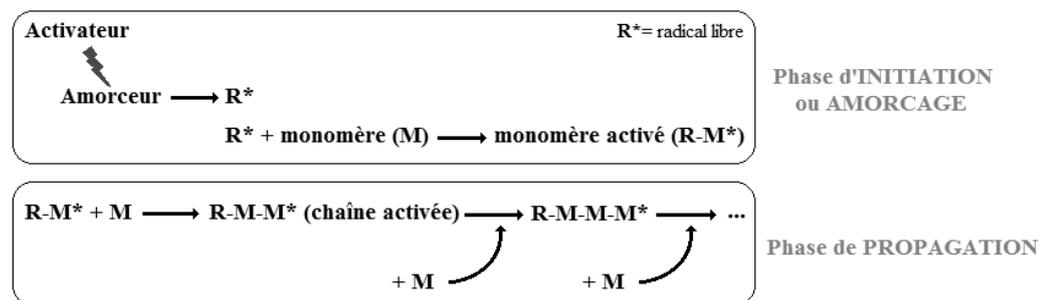


Figure 10 : Représentation schématique de la polymérisation en chaîne ou polymérisation radicalaire. D'après Raskin A. et al. Les Résines Composites (29)

#### 2.1.1.1.1. Agents de photopolymérisation

Dans les résines composites photopolymérisables, l'ACTIVATEUR est la **lumière** à une certaine longueur d'onde. L'AMORCEUR est une **amine tertiaire** : le DMAEMA pour DiMethylAminoEthylMethAcrylate

A ce couple activateur/amorceur s'ajoute un PHOTOSENSIBILISATEUR.

Le photo-sensibilisateur le plus utilisé est la **camphoroquinone (CQ)** (pic absorption dans le bleu à 466,5 nm) mais deux autres molécules sont également utilisées : la Lucirine TPO et le Phenyl Propanedione (pics d'absorption plus proches des UV).

Après irradiation, il y a formation d'un complexe photo-sensibilisateur activé/amine qui génère un radical libre (CQ-DMAEMA). S'ensuit la réaction de polymérisation radicalaire.

### 2.1.1.1.2. Agents de chémo polymérisation

La polymérisation chimique d'une résine composite à usage dentaire est classiquement obtenue par réaction d'une amine (basique) en tant qu'amorceur, avec un activateur, le peroxyde de benzoyle (PBO) selon la réaction montrée dans la figure 11. Mais d'autres molécules peuvent être utilisées.

Les principaux activateurs sont :

- Des **amines** (N-Diméthyl-para-Toluidine DMPT, para amino acétate de méthyle et ses dérivés) : présentent l'inconvénient d'être inhibées par l'humidité et de brunir en vieillissant.
- L'acide para-toluène-sulfonique : instable, il ne brunit pas, mais est inactivé par l'oxygène de l'air.
- les thio-urées substituées.
- l'acide ascorbique.

Les principaux amorceurs sont des peroxydes :

- **peroxyde de benzoyle** (PBO).
- peroxyde de cumène.
- tributylhydroperoxyde.

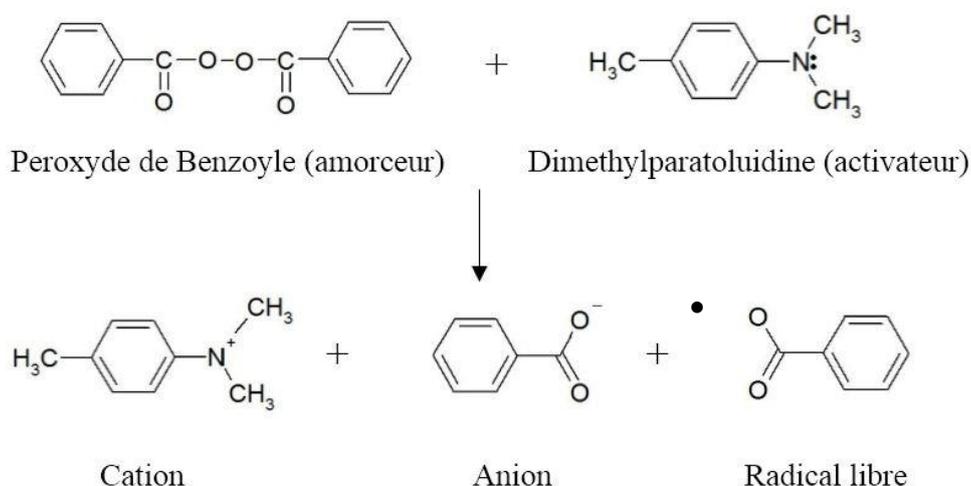


Figure 11: Phase d'initiation de la réaction de chémo polymérisation.  
D'après Raskin A. et al. Les Résines Composites (29)

### 2.1.1.2. Les inhibiteurs de prise

A température ambiante, l'amorceur se dégrade lentement et spontanément pour fournir des radicaux libres.

Afin d'éviter la polymérisation spontanée lors de la conservation des matériaux composites, des **dérivés du phénol** sont ajoutés comme inhibiteurs de polymérisation :

- hydroquinone (peut provoquer des discolorations)
- monométhyl ether d'hydroquinone
- BHT : (2, 4, 6-tritertiary-butyl phenol)

Ces molécules consomment les radicaux libres pendant un certain temps, d'où les dates de péremption et le conseil de stocker les produits au réfrigérateur

L'eugénol est lui-même un dérivé du phénol.

Remarque : l'oxygène est aussi un puissant inhibiteur de polymérisation. En consommant les radicaux libres, il entraîne l'absence de polymérisation d'une fine couche d'oligomères à la surface des polymères (de 50 à 500  $\mu\text{m}$ ). S'il est gênant pour la polymérisation de la dernière couche apportée, c'est ce phénomène qui permet d'avoir une cohésion entre les incréments successifs de résine.

## **2.1.2. Inhibition de la réaction de polymérisation des résines par l'eugénol**

### **2.1.2.1. Activité antioxydante de l'eugénol**

Nous avons vu que l'eugénol est un dérivé du phénol. Plus précisément, c'est un phénylpropanoïde, c'est-à-dire un dérivé du phénol d'origine végétale.

Ces phénylpropanoïdes ont une excellente activité antioxydante c'est à dire qu'ils ont une grande capacité à piéger les radicaux libres hydroxyles en réagissant avec eux au niveau de leur groupement hydroxyle (30,31).

C'est cette capacité de l'eugénol, et plus largement des dérivés du phénol, à piéger les radicaux libres produits pendant la phase d'initiation de la polymérisation radicalaire qui inhibe la réaction de polymérisation des résines, réduisant le degré de conversion et en conséquence, la qualité du collage (32).

## 2.1.2.2. Cinétique de l'inhibition de la polymérisation par l'eugérol

### 2.1.2.2.1. Présentation de l'étude

La cinétique de l'inhibition de la polymérisation par l'eugérol a été étudiée par Fujisawa et Kadoma (32).

Dans cette étude, la cinétique de polymérisation d'échantillons de méthacrylate de méthyle (MMA) a été étudiée sans eugérol (témoin), et avec de l'eugérol (à différentes concentrations). La polymérisation est une chémo-polymérisation initiée soit par du peroxyde de benzoyle (BPO) soit par du 2,2'-azobisisobutyronitrile (AIBN). Elle a été suivie par calorimétrie différentielle à balayage.

Le résultat des analyses prend la forme de thermogrammes (figure 12) à travers desquels on peut voir le déroulement de la polymérisation de l'échantillon.

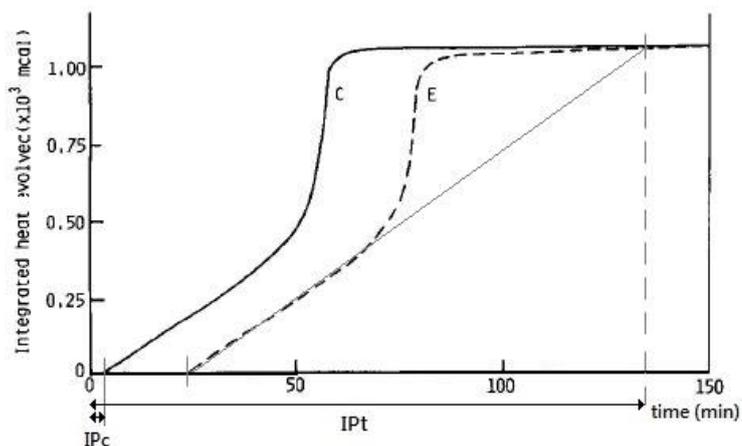


Figure 12 : exemple de thermogramme représentant la polymérisation d'un échantillon de MMA initiée par du PBO en présence d'eugérol à 0,2 mol% (E) ou sans eugérol (C). D'après Fujisawa et Kadoma ; 1996 (32)

De ces thermogrammes, ont été extraites deux données :

- La période d'induction (IPT) en min : déterminée par le temps auquel la tangente à la première partie de la courbe croise celle de la fin de la courbe. Elle donne une notion du temps nécessaire à la polymérisation.
- Le taux initial de polymérisation (IRP) en %/min : vitesse de la polymérisation obtenue à partir de la pente de la courbe dans sa première partie.

### 2.1.2.2.2. Résultats

Les données pour chaque expérimentation ont été compilées dans un tableau (Tabl. 2).

La période d'induction (IPt) se voit ôter une période d'induction dite de contrôle (IPc) imputable à l'inhibition causée par l'oxygène (cf. fig. 12) (5,17 min pour le MMA activé par le BPO et 3,86 min pour le MMA activé par l'AIBN).

Eugenol (mol %)	BPO (1.0 mol %)		AIBN (1.0 mol %)	
	IPt-IPc (min)	IRP (% min <sup>-1</sup> )	IPt-IPc (min)	IRP (% min <sup>-1</sup> )
None (control)	0	0.87	0	1.16
0.01	10.79	0.76	—	
0.02	18.93	0.73	—	
0.05	48.27	0.73	—	
0.1	79.39	0.65	22.17	1.13
0.2	129.70	0.46	—	
0.5	NP	0	42.76	0.98
1.0	NP	0	51.16	1.03
3.0	—		78.74	0.89

Tableau 2: période d'induction corrigée (IPt-IPc) et taux initial de polymérisation (IRP) du MMA par le BPO et l'AIBN en présence d'eugénol.

NP : pas de polymérisation après 6h de temps.

D'après Fujisawa et Kadoma ; 1996 (32)

### 2.1.2.2.3. Analyse des résultats

Nous avons vu que les inhibiteurs de polymérisation tels que l'eugénol consommaient les radicaux libres nécessaires au déroulement de la phase d'initiation de la polymérisation radicalaire (cf. 2.1.1).

Cela se traduit dans les thermogrammes par le **retard de démarrage** de la courbe pour les échantillons contenant de l'eugénol (Fig. 13, zone 1) (ce retard est déjà présent bien que minime dans les échantillons sans eugénol à cause de l'oxygène).

Mais cette monopolisation des radicaux libres par l'eugénol prend fin avec son épuisement stœchiométrique, laissant alors la polymérisation reprendre selon un déroulement similaire à la situation sans eugénol à savoir, initiation et propagation (Fig. 13, zone 2 et 3) et enfin, terminaison (Fig. 13, zone 4).

NB : L'accélération observée dans la zone 3 de la Fig. 13 est liée à l'effet de gel, ou effet Trommsdorff, phénomène courant dans les réactions de polymérisation radicalaire.

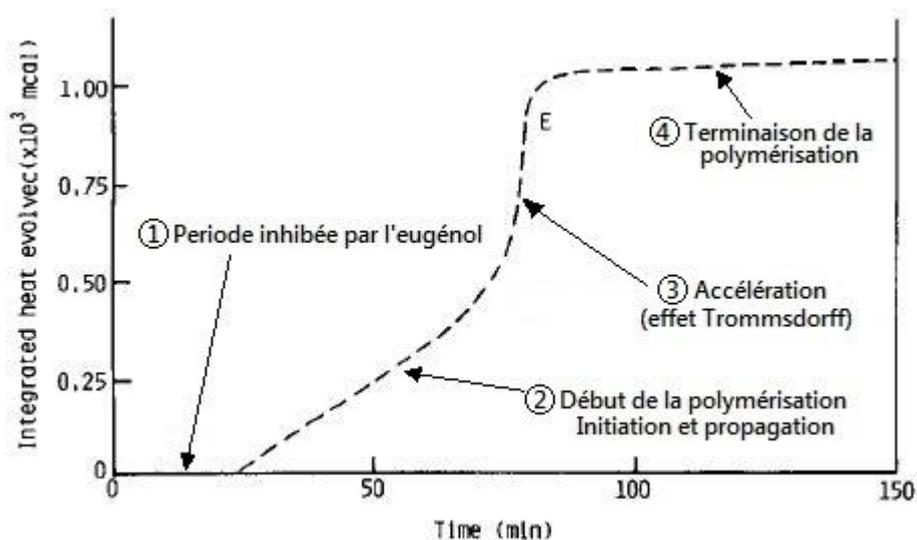
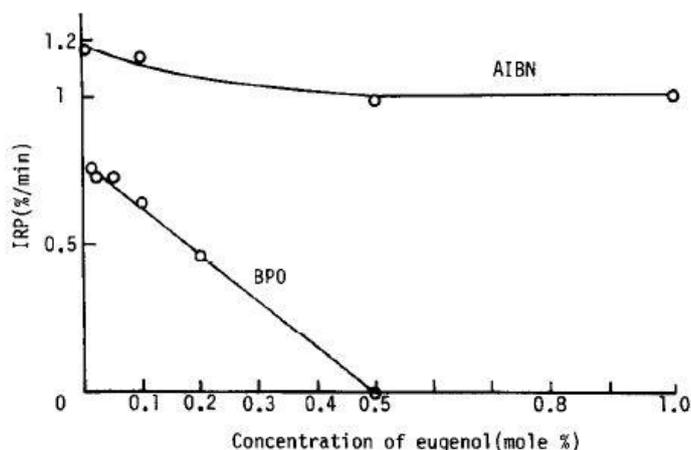


Figure 13: Description des différentes phases de la polymérisation d'un échantillon de MMA initiée par du BPO en présence d'eugénol à 0,2 mol%.  
D'après Fujisawa et Kadoma ; 1996 (32)

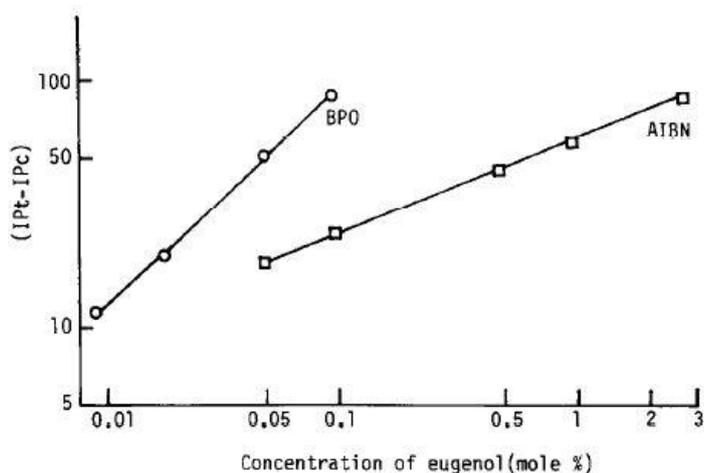
Mais l'eugénol ne fait pas que **retarder** la réaction de polymérisation, il la **ralentit** en influant aussi directement sur le taux initial de polymérisation (moins dans le système AIBN que dans le système BPO).



Les courbes suivantes montrent que le taux initial de polymérisation est faiblement affecté par l'eugénol dans le système AIBN. Il décroît cependant rapidement et de manière proportionnelle à mesure que la concentration en eugénol augmente dans le système BPO.

Figure 14: Tracé du taux initial de polymérisation (IRP) en fonction de la concentration en eugénol (%mol) dans le système AIBN ou dans le système BPO. D'après Fujisawa et Kadoma ; 1996 (32)

Cela contribue encore à augmenter la période d'induction de la polymérisation.



Ci-contre, les courbes issues des valeurs obtenues montrent l'augmentation de la période d'induction en fonction de la concentration en eugénol de l'échantillon.

Figure 15 : Tracé de la période d'induction (IPT-IPc) en fonction de la concentration en eugénol (%mol) dans le système AIBN ou dans le système BPO. D'après Fujisawa et Kadoma ; 1996 (32)

Dans ces expérimentations in vitro, l'eugénol compromet donc de manière évidente la polymérisation du MMA.

Tentons maintenant un parallèle entre les résultats obtenus par Fujisawa et Kadoma et la situation clinique d'un collage sur une dentine contaminée par de l'eugénol provenant d'une restauration au ZOE.

Pour cela, exprimons en moles par litre la concentration maximale de l'eugénol dans l'eau.

Masse molaire de l'eugénol = 164,20 g/mol (5)

Solubilité de l'eugénol dans l'eau = 2,460 g/L (7)

$$\text{Soit } 2,460 / 164,20 = 1,5 \cdot 10^{-2} \text{ mol/L}$$

Cette concentration est en adéquation avec l'ordre de grandeur de celles trouvées par Hume (2) et confirme ainsi qu'au contact d'un ZOE, la phase aqueuse de la dentine est saturée en eugénol (cf. 1.1.2.2.3)

Calculons le pourcentage molaire en eugénol de cette phase aqueuse.

Masse molaire de l'eau = 18 g/mol

1L d'eau = 1kg = 55,55 moles

$$1,5 \cdot 10^{-2} / 55,55 = 0,027 \text{ \% mole}$$

Le pourcentage molaire en eugénol de la fraction aqueuse d'une dentine au contact d'un ZOE avoisine donc les 0,03 %.

A ce niveau de concentration en eugénol, on est en droit de s'attendre, d'après les résultats de Fujisawa et Kadoma, à une augmentation de la période d'induction de plus de 20 minutes, et à une baisse du taux initial de polymérisation, passant de 0,86 %/min à 0,73 %/min (soit 11,2 % de baisse)

On pourrait donc aisément imaginer qu'en situation clinique, l'eugénol imprégné dans la dentine altérerait de manière significative la polymérisation des résines composites à base de MMA, au moins au niveau des tubuli dentinaires (zone où se concentre l'essentiel de la phase aqueuse de la dentine) réduisant le phénomène de rétention mécanique et donc réduisant l'adhésion des résines composites.

### 2.1.2.3. Épaisseur de composite affectée par l'eugénol

Li-Hong He et coll. (33) ont évalué les effets d'une base de ZOE sur les propriétés mécaniques d'un composite appliqué directement dessus.

Leurs résultats indiquent que l'eugénol contenu dans le ZOE n'a une influence néfaste qu'au niveau de l'interface composite / ZOE, et ce sur une distance inférieure à 100 µm. Ainsi, au contact du ZOE, la résine composite située jusqu'à 25 µm a vu sa valeur moyenne du module d'élasticité baisser de 37% (de 15,47 à 9,71 GPa), tandis que la dureté baisse de 50% (de 1,03 à 0,51 GPa).

Distance to ZOE-resin interface	Standard		Control	
	Elastic modulus (GPa)	Hardness (GPa)	Elastic modulus (GPa)	Hardness (GPa)
25 µm	9.71 ± 0.54*	0.51 ± 0.05*	15.47 ± 0.98	1.03 ± 0.16
50 µm	14.28 ± 0.71*	0.90 ± 0.09*		
100 µm	14.95 ± 0.73	0.97 ± 0.07		

\* Data have statistical difference to the control value (P < 0.05 by t-test).

Tableau 3 : Comparaison des propriétés mécaniques des résines composites à différentes distances de l'interface ZOE-Résine. D'après Li-Hong He et Coll ; 2009 (33)

Cette expérimentation, bien qu'éloignée d'une situation clinique mettant en jeu une dentine contaminée par de l'eugénol, démontre l'influence néfaste de l'eugénol sur les propriétés mécaniques du composite, et ajoute une idée de sa profondeur d'action. Certes, celle-ci se limite à quelques dizaines de micromètres, mais cet ordre de grandeur est à mettre en parallèle avec l'épaisseur de la dentine déminéralisée par le mordantage acide (2 à 7 µm (26,27)) et donc de la couche hybride.

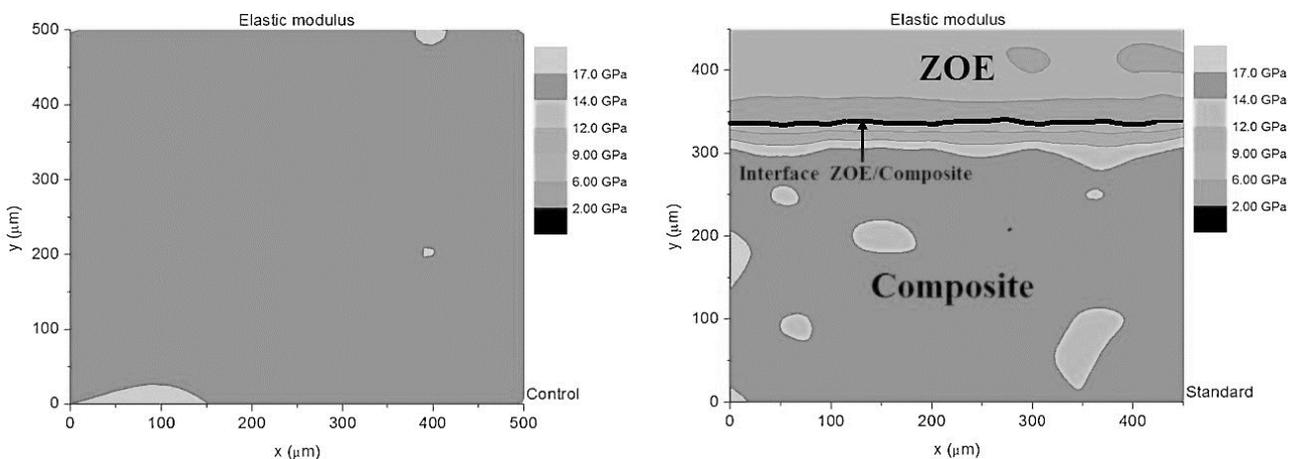


Figure 16 : Cartes de contour du module d'élasticité de deux échantillons, l'un issu du groupe témoin, l'autre d'un groupe test. Notez le gradient qui s'établit à l'interface ZOE-Résine (entre y = 300 et 350 µm) D'après Li-Hong He et Coll ; 2009 (33)

## 2.2. Différents domaines affectés

Les ZOE sont des ciments aux propriétés physiques et chimiques intéressantes (radio-opaques, conductivité thermique proche de celle de la dentine, contraction de prise nulle, pH neutre, antiseptique, analgésique...) ce qui fait qu'ils sont utilisés dans de nombreux domaines de la dentisterie moderne (bien qu'ayant été découverts en 1875). On les retrouve ainsi jouant le rôle de restauration provisoire, de fond de cavité, d'obturation canalaire, de scellement provisoire, de pansement chirurgical ou encore de matériau à empreinte.

### 2.2.1. Odontologie conservatrice : restauration provisoire et définitive

#### 2.2.1.1. Eléments en présence

##### 2.2.1.1.1. La dentine coronaire

Le volume de la dentine primaire se décompose comme suit (34) :

- 50% de minéraux, présents sous forme d'apatite riche en carbonates et pauvre en calcium.
- 30% de matière organique, essentiellement du collagène de type I.
- 20% de fluide semblable au plasma sanguin circulant dans les tubuli dentinaires. C'est dans ce fluide que l'eugénol diffuse.

Les tubuli convergent vers la chambre pulpaire et donc, leur densité et leur orientation diffèrent d'un endroit à un autre.

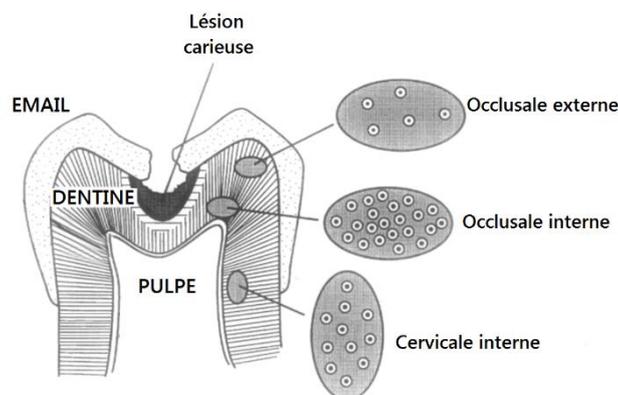


Figure 17 : Schéma montrant les variations de densité des tubuli dentinaires en fonction de la localisation  
D'après Marshall ; 1997 (34)

Dans la partie coronaire de la dent, les tubuli sont nombreux. Si leur densité est faible à proximité de la jonction émail/dentine (environ 20.000 tubules par mm<sup>2</sup> soit 1% de la surface dentinaire occlusale), elle augmente à mesure qu'on s'approche de la chambre pulpaire pour être maximale dans la prédentine, au contact des odontoblastes (50.000 à 60.000 tubules par mm<sup>2</sup> soit 22% de la surface dentinaire occlusale).

L'imprégnation en eugénol de la dentine coronaire devrait donc augmenter avec la profondeur de la cavité.

#### 2.2.1.1.2. Les restaurations temporaires contenant de l'eugénol (10)

Bien qu'actuellement les soins conservateurs peuvent se faire en un seul temps, après curetage d'une lésion carieuse, il peut être indiqué de réaliser une restauration dite temporaire de la dent.

Les propriétés anesthésiques et antiseptiques des ZOE en font des matériaux de choix pour la réalisation de restaurations temporaires sur des dents vivantes victimes de processus carieux.

Cette restauration peut avoir de nombreux intérêts :

- Lors d'un pronostic douteux quant à la réaction pulpaire au soin conservateur (en catégorie II de Baume), le ZOE pourra jouer un véritable rôle dans le devenir thérapeutique grâce à ses propriétés anesthésiques.
- Lors de prise en charge d'un patient polycarié, l'urgence est d'abord de réduire l'évolution du processus carieux. Le traitement initial vise l'élimination rapide de toutes les lésions carieuses et la mise en place de restaurations temporaires afin d'endiguer le processus carieux, réduire les facteurs de risque, soulager rapidement le patient et se donner le temps de la reconstruction globale. Les ZOE, grâce à leurs propriétés antiseptiques, sont tout indiqués pour cet usage.

En situation de dent non vitale, les ZOE peuvent aussi être employés pour les restaurations coronaires temporaires (en tant que reconstitution pré-endodontique, obturation entre deux séances d'endodontie...).

Les occasions sont donc nombreuses pour que de l'eugénol puisse interférer avec la mise en place d'un composite.

Les ZOE destinés à l'obturation temporaire et aux bases de restauration s'obtiennent par le mélange d'une poudre et d'un liquide.

Différentes préparations commerciales de ZOE sont disponibles. Elles sont de deux types :

- L'oxyde de zinc eugénol « classique » : mélange d'une poudre (oxyde de zinc et oxyde de magnésium (70 à 85%), colophane (15 à 28%), silice et sels de zinc) et d'un liquide (eugénol (85%), huile d'olive (15%), alcool et/ou acide acétique, baume du Pérou, eau) (10).
- L'oxyde de zinc eugénol modifié : par l'ajout de charges polymériques (polyméthacrylate de méthyle) dans la poudre ou d'acide ortho-ethoxy-benzoïque (OEBA) dans le liquide (exemple IRM® ou EBA®), ou bien l'ajout d'un polymère de polystyrène dans la composition (exemple Kalzinol® ou Kalsogene®), les laboratoires ont réussi à améliorer les propriétés mécaniques, réduire le temps de prise, et diminuer la cytotoxicité du ZOE (10).

Le rapport poudre/liquide est de 3 à 4 pour une préparation « classique » (l'eugénol peut donc représenter de 17 à 21% du poids final d'un ZOE), quand dans un ZOE « modifié » il est de 6 (exemple : IRM, mélange en proportions égales de 1 cuillère de poudre pour 1 goutte de liquide soit un rapport poudre/liquide en poids net de 6/1) (35).

### 2.2.1.1.3. Les composites de restauration coronaire (36)

Un composite est, par définition, un mélange de deux matériaux au moins. Chacun des constituants contribue aux propriétés du composite. L'objectif est de cumuler les propriétés favorables des divers constituants et d'en minimiser les défauts.

Les résines composites à usage dentaire combinent une phase dispersée ou charge inorganique conférant les propriétés mécaniques et esthétiques, à une phase dispersante ou phase organique ou matrice résineuse. Cette dernière sert de liant, permet l'insertion du matériau sous forme plastique, durcissant in situ, mais ayant malheureusement une faible résistance mécanique, un coefficient d'expansion thermique élevé et une rétraction de prise importante. Les deux phases sont liées entre elles par un procédé de couplage appelé silanisation.

Les composites de restauration coronaire sont majoritairement des composites photopolymérisables dits microhybrides qui constituent l'essentiel de l'offre commerciale actuelle.

Est appelé un hybride, un composite dont la phase inorganique est un mélange de particules de différentes tailles et de différentes compositions permettant d'offrir l'état de surface des charges microfines et les propriétés mécaniques de charges plus grosses. Il s'agit généralement d'une combinaison de microparticules de silice et de « macro- midi- ou miniparticules » de verre, de compositions, de dimensions et de formes variées. Le pourcentage de charges varie entre 20 à 77 % en volume, augmentant les propriétés physiques du matériau en particulier au-dessus de 55-60 %.

Un pourcentage élevé de charges inorganiques implique donc une faible quantité de matrice organique résineuse. On peut alors raisonnablement penser que l'eugénol, par son action inhibitrice de la polymérisation, aura un impact plus important sur le collage de ces matériaux, les charges inorganiques ne participant pas aux mécanismes d'adhésion.

De plus, comme nous l'avons vu précédemment (cf. 2.1.2.2), la monopolisation des radicaux libres par l'eugénol prend fin avec l'épuisement stoechiométrique de l'eugénol, laissant alors la chétopolymérisation reprendre.

Au sein d'une résine photopolymérisable, l'eugénol monopolise de la même manière une partie des complexes photosensibilisateurs activés. Ces complexes ne pouvant être reformés qu'avec une nouvelle irradiation lumineuse, la polymérisation est altérée.

#### 2.2.1.1.4. Les systèmes adhésifs

La classification de Degrange les sépare en quatre catégories (cf. 1.2.2.2.) (26):

- adhésifs avec rinçage préalable
  - En trois étapes (**M&R3**) : mordantage (rinçage) – primaire d’adhésion – adhésif
  - En deux étapes (**M&R2**) : mordantage (rinçage) – primaire / adhésif
- adhésifs auto-mordançants
  - En deux étapes (**SAM2**) : mordantage / primaire – adhésif
  - En une étape (**SAM1**) : mordantage / primaire / adhésif

Les systèmes M&R3 demeurent aujourd’hui les adhésifs les plus performants et les moins sensibles à la technique de mise en œuvre (37).

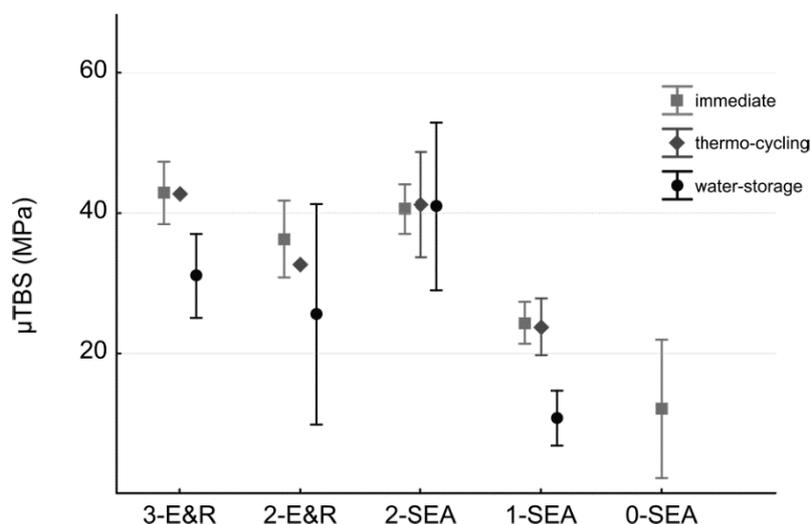


Figure 18 : Comparaison des valeurs d’adhésion immédiates et après protocole de vieillissement, obtenues par les différents systèmes adhésifs. Avec 3-E&R = M&R3, 2-E&R = M&R2, 2-SEA = SAM2 et 1-SEA = SAM1 D’après la méta-analyse de De Munck et coll. (37)

Cependant, les systèmes adhésifs auto-mordançants présentent deux avantages majeurs par rapport aux systèmes qui requièrent un pré-mordantage (26) :

- une réelle simplification de la procédure de collage : la séquence de rinçage est éliminée, ce qui réduit les risques de contamination des tissus préparés par le sang ou la salive.
- la réduction du taux de sensibilité post-opératoire : leur application améliore la qualité de l’obturation tubulaire procurée par les bouchons de boue dentinaire.

### 2.2.1.2. Revue de la littérature

L'eugénol inhibant la polymérisation de la matrice résineuse des composites de restauration dentaire, il devrait être clair que la mise en place d'une restauration collée sur un substrat contaminé par de l'eugénol voit son adhésion réduite de manière significative.

Or ce n'est pas le cas. Plusieurs études rapportent que les restaurations temporaires contenant de l'eugénol ne réduisent pas les valeurs d'adhésion des composites à la dentine (38–41) quand d'autres avancent que si (42–47).

Voici des tableaux récapitulatifs d'un certain nombre d'études ayant tenté de mettre en évidence l'influence de l'eugénol issu des restaurations temporaires sur le collage (tabl. 4 et tabl. 5).

**Tableau 4: Auteurs concluants à l'absence d'influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en odontologie conservatrice.**

Auteurs	Hypothèse testée	Méthode	Matériel	Résultats de l'expérimentation	Conclusion
Peutzfeldt A, Asmussen E. 2006 (38)	Etudier l'influence de ciment temporaire contenant de l'eugénol sur le collage de résine composite à la dentine médifiée par des adhésifs auto-mordançants.	8 groupes (1 témoin négatif, 1 témoin positif, 6 groupes tests). Ces groupes sont scindés en 2 sous-groupes. L'un est soumis à une restauration par un ZOE pendant 1 semaine, l'autre non, avant d'être soumis à un collage. Le collage est testé en cisaillement	n= 64 molaires humaines Matériaux employés : - ZOE : IRM laissé 1 semaine - Adhésifs : EDTA (témoin négatif), MR2 (témoin positif), SAM1 (groupes tests) - Composite de restauration Décontamination : <b>mécanique US</b> (sonique) puis EDTA pour le témoin négatif ou <b>mordançage</b> pour le témoin positif et les groupes tests. Tests effectués : évaluation du collage par <b>test de résistance en cisaillement</b> .	Un contact antérieur avec le ZOE n'a pas diminué la force de liaison de la résine composite à la dentine médifiée par des adhésifs MR2 ni par des adhésifs SAM1. Avec ou sans exposition au ZOE, l'adhésif MR2 obtient de meilleures valeurs de collage que les SAM1	Cette étude suggère que les ciments temporaires contenant de l'eugénol peuvent être utilisés en combinaison avec des adhésifs auto-mordançants.
Leitskar J, Nordbø H. 2000 (39)	Le but de la présente étude était d'examiner si le ciment à l'oxyde de zinc-eugénol (ZOE) réduirait l'efficacité d'un système adhésif.	3 groupes : Groupe 1 : ZOE pendant 6 jours avant élimination mécanique et restauration composite, Groupe 2 : même traitement mais avec en plus un nettoyage du substrat dentinaire à l'alcool à 96%, Groupe témoin restauré directement par du composite	n= 49 dents de sagesse humaines Matériaux employés : - ZOE (rapport P/L=10) - Adhésif : <b>MR3</b> - Composite de restauration Décontamination : <b>mécanique US</b> puis <b>alcool à 96%</b> dans un des groupes ou <b>mordançage</b> Tests effectués : évaluation du collage par <b>test de résistance en cisaillement, mode de fracture évalué visuellement</b> .	La plupart des fractures étaient mixtes : cohésives et adhésives. Les valeurs d'adhésion du groupe de contrôle étaient significativement inférieures à celles du groupe ayant été en contact avec le ZOE (p<0,05). Les résultats montrent que le ZOE n'altère pas le collage du composite à la dentine avec le système adhésif testé.	Ces résultats suggèrent que les matériaux d'obturation temporaires contenant de l'eugénol peuvent être utilisés en toute sécurité avant d'insérer des matériaux de restauration à base de résine, lorsque le système adhésif testé est utilisé.
Peutzfeldt A, Asmussen E. 1999 (40)	Le but de la présente étude in vitro est d'examiner si le ZOE réduit l'efficacité de systèmes relativement nouveaux de collage à la dentine.	3 groupes : Groupe 1 restauré sans mise en place préalable d'un matériau provisoire, Groupe 2 restauré après une semaine avec un ZOE, Groupe 3 restauré après une semaine avec un matériau sans eugénol. Ces groupes sont scindés en 2 sous-groupes (1 par adhésif testé)	n= 48 molaires humaines Matériaux employés : - ZOE : IRM laissé 1 semaine - Adhésifs : EDTA et SAM1 - Composite de restauration Décontamination : <b>mécanique US</b> , EDTA ou <b>mordançage</b> Tests effectués : évaluation de la contraction de prise par l' <b>étude de la formation de lacunes en microscopie optique x80</b> , évaluation du collage par <b>test de résistance en cisaillement</b>	Aucune différence significative n'a été trouvée, ni au niveau de la contraction de prise, ni dans la force de liaison, entre les trois groupes (sans matériau provisoire, avec ZOE, avec matériau sans eugénol) pour les deux systèmes de collage dentinaire. Le système SAM1 produit des valeurs de collage significativement supérieures au système à l'EDTA.	Ainsi, le ZOE n'a pas influencé l'efficacité de deux systèmes relativement nouveaux de collage à la dentine.
Ganss C, Jung M. 1998 (41)	Les effets des matériaux temporaires sur la force de liaison en cisaillement du composite à la dentine ont été étudiés.	5 groupes : Groupe 1 et 2 : ZOE (1 : ZOE et 2 : Temp-bond) mis en place pendant 10 jours avant restauration composite, Groupe 2 et 3 : obturation sans eugénol (2 : résine et 3 : Ca(OH) <sub>2</sub> ) pendant 10 jours avant restauration composite, Groupe 5 : témoin sans restauration provisoire préalable au collage	n= 60 dents de sagesse humaines Matériaux employés : - ZOE : ZOE et Temp-bond, 10 jours - Adhésif : <b>MR3</b> - Composite de restauration dual Décontamination : <b>mécanique US</b> puis <b>mordançage</b> Tests effectués : évaluation du collage par <b>test de résistance en cisaillement, mode de fracture évalué en microscopie optique</b> .	Aucun groupe ne montre de valeurs d'adhésion significativement différente d'un autre (p<0,05). Dans tous les groupes le mode de fracture adhésif prédomine	Dans les conditions décrites l'utilisation de ciments temporaires contenant de l'eugénol n'a eu aucun effet négatif sur la force de liaison à la dentine d'un composite dual.

**Tableau 5. Auteurs concluants à une influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en odontologie conservatrice.**

Auteurs	Hypothèse testée	Méthode	Matériel	Résultats de l'expérimentation	Conclusion
Koch T. et Coll. 2013 (42)	Cette étude a examiné l'effet de la durée de l'exposition du ciment à l'oxyde de zinc-eugénol (ZOE) sur la quantité d'eugénol retenu dans la dentine et la force de résistance en microtension ( $\mu$ TBS) de la résine composite.	9 groupes : 3x2 groupes test (1 par durée d'exposition au ZOE-1j/7j/28j- 2 adhésifs testés) et 3 groupes témoins (2 (1 par adhésif) sans exposition au ZOE pour tester le collage, 1 sans collage pour mesurer la quantité d'eugénol)	n= 189 molaires humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : IRM 1j/7j/28j - Adhésifs : EDTA ou MR3 - Composite de restauration <i>Décontamination : mécanique US puis EDTA ou mordantage</i> <i>Tests effectués : analyse spectrofluorométrique de la quantité d'eugénol dans la dentine, évaluation du collage par test de microtension, analyse du mode de fracture par microscopie optique x45</i>	Aucun effet de la durée d'exposition au ZOE n'a été trouvé quel que soit l'adhésif utilisé. Le conditionnement à l' $H_3PO_4$ ou à l'EDTA réduit de façon significative la quantité d'eugénol dans la dentine par rapport aux groupes témoins. Néanmoins, pour l'adhésif employé, l'exposition au ZOE a diminué de manière significative les valeurs de $\mu$ TBS, quelle que soit la durée de l'exposition ( $p<0,05$ ).	Ainsi, le ZOE doit être évité dans des cavités devant être plus tard restaurées avec des matériaux à base de résine.
Silva JP. et Coll. 2011 (43)	Cette étude a évalué les effets de la durée d'exposition du matériau de restauration provisoire à base d'eugénol et le temps écoulé entre le retrait de matériau provisoire et la procédure d'adhésion sur la force d'adhérence du composite à la dentine.	4 groupes : 1 témoin sans temporisation au ZOE, 3 tests avec ZOE pendant 1 jour, 7 jours ou 14 jours. Chacun de ces groupes est subdivisé en 3 groupes en fonction du délai observé entre l'élimination du ZOE et l'application de l'adhésif (immédiat, après 7 jours, après 14 jours).	n= 16 dents de sagesse humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : IRM 1j/7j/14j - Adhésif : SAM1 - Composite de restauration <i>Décontamination : mécanique US + ponce humide sur contre-angle, mordantage</i> <i>Tests effectués : évaluation du collage par test de résistance en micro-cisaillement</i>	Les valeurs de collage ne sont pas significativement différentes quel que soit le groupe ( $p<0,05$ ). Seule l'utilisation du ZOE pendant 24 heures donne des valeurs d'adhésion divisées par 2 lorsque l'adhésif est placé immédiatement après la dépose de la restauration provisoire. Une récupération d'une force de liaison correcte se produit une semaine après l'enlèvement du ZOE.	Si l'exposition à l'eugénol pendant 24h altère le collage d'un adhésif auto-mordant placé immédiatement, l'exposition à l'eugénol pendant une ou deux semaines n'interfère pas avec le collage.
Carvalho CN. et Coll. 2007 (44)	Le but de cette étude était d'évaluer l'effet de la restauration temporaire contenant de l'eugénol sur la résistance en micro-cisaillement de l'interface résine-dentine d'adhésifs en etch-and-rinse ou auto-mordancants.	3 groupes (1 par système adhésif testé). Chaque dent est coupée en 2 : une moitié sert de témoin (pas de mise en contact avec un ZOE), tandis que l'autre sert de test (mise en contact avec un ZOE pendant 1 jour). S'ensuit le collage avec le système adhésif alloué au groupe.	n= 18 molaires humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : IRM 1j - Adhésif : MR2 ou SAM2 ou SAM1 - Composite de restauration <i>Décontamination : mécanique US+ ponce humide sur contre-angle, mordantage</i> <i>Tests effectués : évaluation du collage par test de résistance en micro-cisaillement, analyse du mode de fracture par microscopie optique x40</i>	SAM2 et MR2 donnent des valeurs d'adhésion semblables. SAM1 donne des valeurs significativement inférieures ( $p<0,05$ ). L'utilisation préalable d'une restauration temporaire contenant de l'eugénol affecte la force de liaison à la dentine de l'adhésif MR2 (9,6%). Une réduction plus prononcée sur la force de liaison a été observée pour les deux systèmes auto-mordancants évalués (22,1% et 22,3%).	Les restaurations provisoires contenant de l'eugénol ne doivent pas être utilisées avant la mise en place de restaurations composites collées

**Tableau 5. Auteurs concluants à une influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en odontologie conservatrice.**

Auteurs	Hypothèse testée	Méthode	Matériel	Résultats de l'expérimentation	Conclusion
Salama FS 2005 (45)	Cette étude a évalué <i>in vitro</i> l'effet d'une obturation temporaire (ZOE) et de deux agents de pulpotomie sur la résistance de la liaison en cisaillement de deux adhésifs dentinaires à la dentine de molaires temporaires.	10 groupes : 1 et 6 : témoins sans prétraitement, 2 et 7 : ZOE préparé à un ratio P/L de 10/1, 3 et 8 : ZOE préparé à un ratio P/L de 10/2. Les autres groupes testent les agents de pulpotomie. Les groupes 1 à 5 et 6 à 10 utilisent un adhésif MR2 différent	n= 40 molaires décidentales humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE rapport P/L=10 ou P/L=5, 7 jours - Adhésifs : <b>MR2</b> - Composite de restauration <i>Décontamination : mécanique US, mordancage</i> <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test de résistance en cisaillement</b>	Il n'y a pas eu de différence significative entre les valeurs de collages des deux adhésifs employés ( $p>0.05$ ). L'utilisation de ZOE mélangé au ratio poudre/liquide de 5 a diminué de manière significative les valeurs de collage des deux adhésifs, mais pas l'utilisation d'un ZOE mélangé au ratio poudre/liquide de 10 ( $p<0.0001$ ).	Sous les conditions de cette étude <i>in vitro</i> on peut conclure que le collage aux dents décidentales est altéré par un ZOE dont le ratio poudre/liquide est de 5.
Yap AU et Coll. 2002 (46)	Cette étude a examiné l'influence des restaurations provisoires à l'oxyde de zinc/eugénol (ZOE) sur l'apparition de microfuites dans les restaurations composites.	4 groupes : Groupe 1 : témoin sans prétraitement, groupe 2 : mise en place d'un ZOE a un ratio poudre/liquide de 10g/1g, groupe 3 : ZOE à un ratio 10g/2g, groupe 4 : ciment polycarboxylate	n= 32 molaires humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : IRM, ratio P/L 10 ou 5, 7 jours - Adhésif : <b>MR3</b> - Composite de restauration <i>Décontamination : mécanique US, mordancage</i> <i>Tests effectués :</i> 400 cycles de stress thermique avant <b>inspection par pénétration de liquide</b>	L'apparition de microfuites était significativement plus élevée dans le groupe 3 que dans les groupes 1, 2 et 4 ( $p<0.05$ ).	Un prétraitement par de l'IRM mélangé à un rapport poudre/liquide de 10g/2g a significativement augmenté les microfuites et n'est donc pas recommandé cliniquement.
Yap AU et Coll. 2001 (47)	Cette étude a examiné l'influence de restaurations provisoires contenant de l'eugénol sur la force de liaison du composite à la dentine.	4 groupes : Groupe 1 : témoin sans prétraitement, groupe 2 : mise en place d'un ZOE a un ratio poudre/liquide de 10g/1g, groupe 3 : ZOE à un ratio 10g/2g, groupe 4 : ciment polycarboxylate	n= 32 molaires humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : IRM, ratio P/L 10 ou 5, 7 jours - Adhésif : <b>MR3</b> - Composite de restauration <i>Décontamination : mécanique US + ponce humide</i> sur contre-angle, <b>mordancage</b> <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test de résistance en cisaillement, analyse du mode de fracture par microscopie optique x40</b>	Le groupe 3 à une force de liaison significativement plus faible que les groupes 1 et 2. Aucune différence significative dans la force de liaison à la dentine n'a été observée entre le groupe 1 (témoin) et les groupes 2 et 4. Bien que le principal mode de fracture pour les groupes 1, 2 et 4 ait été cohésif dans la dentine, tous les spécimens du groupe 3 présentaient une rupture adhésive.	Un prétraitement avec de l'IRM mélangé à un faible rapport poudre/liquide de 10g/2g a diminué de manière significative la force de liaison du composite à la dentine.

Au-delà de l'existence ou non d'une influence significativement néfaste de l'eugénol issu des obturations temporaires au ZOE sur le collage, on remarque que, dans un même camp, les résultats diffèrent.

Ainsi, du côté des auteurs ne concluant pas à une influence néfaste de l'eugénol sur le collage, certains obtiennent des valeurs de collage meilleures en présence d'eugénol par rapport au groupe témoin (39), quand les autres concluent simplement à l'absence de différence significative entre les différents groupes de leurs études (38,40,41).

Dans le camp opposé, les conclusions ne sont, là aussi, pas unanimes. Ainsi, Silva et Coll (43) estiment qu'il y a une influence significativement néfaste, mais seulement dans la situation où le composite est mis en place immédiatement après l'élimination d'un ZOE resté en place 24h.

Li-Hong He et Coll (33) résumant quant à eux la dissonance des discours car bien qu'ayant montré que l'eugénol issu d'un ZOE inhibe sur une certaine épaisseur la polymérisation du méthacrylate de méthyle, ils soutiennent que le ZOE peut être considéré comme un matériau de fond de cavité approprié pour la résine composite. Car, pour eux, s'il ne faut pas oublier de prendre en compte les avantages biologiques de ce matériau, la résine composite moins polymérisée à proximité de l'interface crée une zone de transition entre la résine dure et la base de ZOE moins dure. Ils tempèrent néanmoins leur discours en précisant que la qualité du collage périphérique est essentielle pour la pérennité de ces restaurations en résine composite sur base de ZOE afin d'éviter le décollement dû à la rétraction de prise.

Si l'eugénol inhibe bel et bien la polymérisation du méthacrylate de méthyle, aucun consensus ne semble donc exister quant à une influence significativement néfaste de l'eugénol provenant des restaurations provisoires au ZOE sur la qualité du collage des composites de restauration.

## **2.2.2. Prothèse fixée : ciment provisoire et collage définitif, restauration provisoire et collage d'onlays**

### 2.2.2.1. Eléments en présence

#### 2.2.2.1.1. Les ciments provisoires contenant de l'eugéno

Les restaurations coronaires prothétiques collées sont réalisées en méthode indirecte (facette céramique, inlay-onlay composite ou céramique, couronne céramique), ce qui veut dire qu'elles nécessitent une étape de laboratoire entre celle de préparation de la dent et de prise d'empreinte, et celle de l'assemblage.

Dans le cas d'une restauration par un onlay, la cavité peut être obturée temporairement par un ZOE du même type que ceux utilisés en odontologie conservatrice (cf. 2.2.1.1.2.) pour protéger la pulpe.

Dans le cas d'une restauration par une couronne, la dent préparée, dans un but esthétique et fonctionnel, peut se voir coiffer d'une couronne provisoire, laquelle peut être scellée au moyen d'un ZOE. Ces ciments de scellement temporaire au ZOE sont couramment utilisés dans des situations de préparation sur dent vivante en raison de leur effet sédatif (48). Quelques exemples de ciments de scellement temporaires au ZOE : RelyX Temp E® (3M ESPE), Temp-Bond® (Kerr), Flow Temp® (Premier Dental Products), SensiTemp ZOE® (Sultan Healthcare), et Hy-Bond ZOE® (Shofu dentaire). Dans la partie coronaire de la dent, la densité des tubuli dentinaires augmente à mesure qu'on s'approche de la chambre pulpaire (34). Il est donc logique que plus la préparation périphérique est importante (couronne céramo-céramique > couronne céramo-métallique > couronne métallique) plus la diffusion de l'eugéno dans la dentine sera importante (49).

Dans les deux cas, de l'eugéno est susceptible de diffuser dans les tubuli dentinaires et donc de venir interférer avec le collage de l'élément prothétique.

### 2.2.2.1.2. Les colles

Il existe trois familles de colles (50) :

- Les colles sans potentiel adhésif présentent les meilleures performances cliniques et le meilleur recul en ce qui concerne les propriétés mécaniques et esthétiques. Elles nécessitent un conditionnement des surfaces dentaires et prothétiques et l'emploi d'un système adhésif (bonding). Ces systèmes peuvent aussi bien être en M&R3, M&R2, SAM2 ou SAM1. Leur usage est indiqué pour le collage des facettes, des inlays, des onlays et des tenons fibrés. Quelques références : Calibra® (Dentsply™), Variolink II® (Ivoclar Vivadent™), RelyX ARC® (3M Espe™), Choice® (Bisico™), Nexus 2® (Kerr-Wave™), ParaCem® (Coltène Whaledent™)...
- Les colles avec potentiel adhésif nécessitent un conditionnement des surfaces dentaires et prothétiques, mais pas de système adhésif. Leur usage est indiqué pour le collage de pièces plus importantes telles que les bridges collés et les couronnes céramiques. Quelques références : Super Bond® (Morita-Sun Medical™), Panavia F® (Kuraray-Dexter Dental Emco™), M Bond® (Tokuyama™)...
- Les colles auto-adhésives ne nécessitent aucun traitement de la dent ou de la surface prothétique. Les valeurs d'adhésion restent cependant modestes. Leur utilisation est donc contre-indiquée en cas d'absence de rétention mécanique. Leur usage est préféré dans le collage d'éléments stables comme les couronnes, les inlays et les onlays. Quelques références : RelyX Unicem® (3M Espe™), Multilink Sprint® (Ivoclar Vivadent™), Max Cem® (Kerr-Wave™), Bis-Cem® (Bisico™), G-Cem® (GC™), Total Cem® (Itena™), Monocem® (Shofu™), Breeze® (SD2™)...

Selon le rapport de la Haute Autorité de Santé (HAS) en 2009 (51), les colles sans potentiel d'adhésion «sont les seules présentant les meilleures performances cliniques et le meilleur recul avec des propriétés mécaniques et esthétiques». Elles répondent parfaitement au cahier des charges d'un collage esthétique, fiable et durable.

Ces colles sont des composites duals peu chargés pour être plastiques, et, en tant que tels, peuvent être soumis à des forces de rétraction de prise plus importantes que dans des composites de restauration (36).

#### 2.2.2.2. Revue de la littérature

Jacques Dejou (52) estime que dans la majorité des cas de collage d'éléments prothétiques, l'imprégnation dentinaire par l'eugénol est très peu profonde compte tenu du temps pendant lequel la restauration transitoire est en place. Dans cette situation, « le simple nettoyage de la préparation avant l'étape d'assemblage et le mordantage dentinaire au cours de la mise en œuvre de l'adhésif éliminent la couche dentinaire polluée ».

Cependant, non seulement l'élution de l'eugénol depuis le ZOE ne dépend pas de l'épaisseur de celui-ci, mais de l'hydrolyse d'une fine épaisseur en surface (53), mais il a été montré que le pic d'élution de l'eugénol dans l'espace pulpaire était atteint environ 1 jour après la mise en place d'un ZOE (2). Il est donc inopportun de parler de profondeur d'imprégnation en fonction du temps.

De plus, Koch et Peutzfeld (42) prétendent que « le conditionnement à l' $H_3PO_4$  ou l'EDTA réduit de façon significative la quantité d'eugénol dans la dentine » sans pour autant l'éliminer totalement et éviter une influence néfaste de cet eugénol résiduel sur le collage.

Les quelques exemples de la littérature présentés dans les tableaux suivants (tabl. 6 tabl. 7) montrent que dans le domaine du collage d'éléments prothétiques, là encore, aucun consensus ne se dégage quant à une influence significativement néfaste de l'eugénol.

Ainsi, si la plupart des auteurs semblent s'accorder sur le fait que ce sont les restes de ciment provisoire qui sont les premiers responsables d'une diminution des valeurs de collage, on voit s'affronter deux camps : ceux qui arrivent à la conclusion que les ciments contenant de l'eugénol altèrent plus encore le collage que les autres ciments (54,56) et ceux qui considèrent que la composition du ciment n'a pas d'influence dans cette diminution des valeurs de collage (57-59).

Fiori-Júnior et coll. (55) arrivent, quant à eux, à la conclusion que l'eugénol améliore les valeurs d'adhésion d'un bloc de céramique collé au moyen d'une colle sans potentiel adhésif, mais qu'il réduit les valeurs de collage si c'est une colle auto-adhésive qui est employée.

**Tableau 6: Auteurs concluants à une influence significativement néfaste de l'eugénoïde sur le collage en prothèse fixée.**

Auteurs	Hypothèse testée	Méthode	Matériel	Résultats de l'expérimentation	Conclusion
Ritiro JC et Coll 2011 (54)	Cette étude a cherché à mettre en évidence une influence de restes de ciments temporaires (avec ou sans eugénoïde) sur la force de liaison de systèmes adhésifs à la dentine, après une procédure standardisée de nettoyage.	6 groupes : 3 groupes (3 ciments temporaires : avec eugénoïde, sans eugénoïde, pas de ciment) par système adhésif testé (2 adhésifs : un SAM1 et un MR2). Les restaurations temporaires sont laissées en place une semaine avant dépose, nettoyage de la préparation et collage d'une restauration définitive simulante un onlay composite par une colle sans potentiel adhésif.	n= 30 dents de sagesse humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : Temp-bond 1 semaine - Adhésif : SAM1 ou MR2, colle sans potentiel adhésif - Restauration par onlay composite <i>Décontamination : mécanique US + ponce humide sur contre-angle, mordantage</i> <i>Tests effectués :</i> évaluation de la présence de restes de ciment par analyse microscopique de force atomique, évaluation du collage par test de microtension, analyse du mode de fracture en microscopie optique x100 et microscopie électronique à balayage	Les tests ont montré une force de liaison moyenne en microtension plus faible pour les groupes d'échantillons traités par un ZOE que dans les groupes traités par un ciment sans eugénoïde ou bien sans ciment (p<0,05). La force moyenne de liaison en microtension était plus faible dans les groupes utilisant l'adhésif SAM1 plutôt que l'adhésif MR2 (p<0,001).	L'utilisation de ciments temporaires contenant de l'eugénoïde avant le collage d'une restauration indirecte réduit la force de liaison des deux systèmes adhésifs à la dentine.
Fiori-Junior M et Coll 2010 (55)	Le but de cette étude était d'évaluer l'influence de différents types de ciments temporaires sur le scellement définitif utilisant une résine classique ou une résine auto-mordante.	8 groupes : (3 ciments de scellement provisoire dont un ZOE + 1 témoin sans ciment) x2 colles testées. Le ciment provisoire est laissé en place 1 jour avant dépose et collage d'un onlay céramique soit par une colle sans potentiel adhésif, soit par une colle auto-adhésive.	n= 40 dents de sagesse humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : Temp-bond 1 jour - Colle : Sans potentiel adhésif + adhésif MR2, ou auto-adhésive - Restauration par onlay céramique <i>Décontamination : excavateur manuel + mordantage</i> pour les groupes utilisant une colle sans potentiel adhésif <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par test de résistance en cisaillement	L'utilisation d'un ZOE préalablement à un scellement définitif fait avec une colle sans potentiel adhésif a augmenté la résistance en tension par rapport au témoin (p<0,01) contrairement aux groupes cimentés avec la colle auto-adhésive ou cela a affecté négativement la résistance en tension (p<0,05).	Les résultats ont montré que la présence d'eugénoïde peut augmenter ou réduire la force de liaison du scellement définitif, en fonction de la composition du ciment utilisé.
Fiori P, Schärer P 1997 (56)	Le but de cette étude était de comparer les valeurs de collage de divers systèmes adhésifs à une dentine ayant été préalablement en contact avec divers ciments provisoires.	20 groupes : (4 ciments de scellement provisoire dont un ZOE + 1 témoin sans ciment) x4 systèmes adhésifs testés. Le ciment provisoire est laissé en place 1 jour avant dépose et collage d'un composite via un des 4 systèmes adhésif testé.	n= 160 dents de sagesse humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : Temp-bond 1 jour - Colle : sans potentiel adhésif + adhésif MR3 - Restauration composite <i>Décontamination : mécanique US + ponce humide sur une boulette de coton 10sec, mordantage</i> <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par test de résistance en cisaillement, analyse du mode de fracture en microscopie optique x25	La contamination par des ciments provisoires diminue considérablement les valeurs de collage de certains des systèmes adhésifs testés (p<0,001). Si les adhésifs sont appliqués à une dentine qui a été en contact avec le ZOE, les valeurs de résistance de liaison sont encore plus drastiquement diminuées.	Les résultats montrent qu'avec ce protocole de nettoyage des surfaces dentaire, tous les ciments provisoires affectent négativement le collage. Cela est plus prononcé encore s'il contient de l'eugénoïde.

**Tableau 7 : Auteurs concluants à l'absence d'influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en prothèse fixée.**

Auteurs	Hypothèse testée	Méthode	Matériel	Résultats de l'expérimentation	Conclusion
Bage B et Coll 2011 (57)	Cette étude a évalué l'influence du ciment de scellement provisoire sur la qualité du collage à la dentine d'une colle auto-adhésive VS une colle sans potentiel adhésif utilisé en combinaison avec différents adhésifs (MR2 et SAM2).	9 groupes : 1 témoin sans ciment provisoire, 1 groupe avec un ZOE, 1 groupe avec un ciment sans eugénol. Chaque groupe est divisé en 3 autres (1 groupe MR2/colle sans potentiel adhésif, 1 groupe SAM2/colle sans potentiel adhésif, 1 groupe colle auto-adhésive)	n= 45 molaires humaines Matériaux employés : - ZOE : Temp-bond - Adhésifs : <b>MR2</b> ou <b>SAM2</b> + colle sans potentiel adhésif, ou colle auto-adhésive. - Composite Décontamination : <b>mécanique US, mordantage</b> Tests effectués : évaluation du collage par <b>test de microtension</b>	La contamination par le ciment provisoire, qu'il soit eugénolé ou pas, a diminué de manière significative l'efficacité du collage des colles sans potentiel adhésif [...]. L'eugénol dans le ciment de scellement provisoire n'a pas altéré le collage des résines testées (p>0,05).	Les ciments auto-adhésifs n'ont pas été influencés par le ciment provisoire. Cependant, un nettoyage efficace des surfaces dentinaires contaminées est nécessaire pour un bon collage.
Erkut S et Coll 2007 (58)	Cette étude a évalué l'effet de ciments de scellement provisoires (avec ou sans eugénol) sur les forces de liaison à la dentine de deux systèmes colle sans potentiel adhésif / Adhésif (MR2 ou SAM1) après scellement par une technique de double collage ou par la technique classique.	10 groupes : 1 témoin sans ciment provisoire + 4 groupes tests (2 ciments testés (avec ou sans eugénol) X 2 procédures (double collage ou technique classique)). Le tout multiplié par 2 systèmes testés. La colle est appliquée sous la forme d'un cylindre sur lequel s'appliquera la force de cisaillement permettant le test.	n= 100 molaires humaines Matériaux employés : - ZOE : RelyX Temp E pendant 1 semaine - Adhésifs : <b>MR2</b> ou <b>SAM2</b> + colle sans potentiel adhésif Décontamination : <b>mécanique US + ponce humide</b> sur contre-angle Tests effectués : évaluation du collage par <b>test de résistance en cisaillement</b> , analyse du mode de fracture en <b>microscopie électronique à balayage x1500, x2500 et x3000</b>	Il y a eu une réduction significative de la résistance de liaison au cisaillement des groupes exposés aux ciments provisoires par rapport au témoin et aux groupes soumis à un double collage (p < 0,05). La composition du ciment provisoire n'a pas créé une différence significative en matière de réduction des valeurs de résistance au cisaillement (p>0,05).	Que le ciment provisoire contienne de l'eugénol ou pas, la résistance au cisaillement du collage à la dentine a été significativement réduite dans les groupes soumis à un protocole conventionnel de collage.
Abo-Hammar SE et Coll 2005 (59)	Le but de cette étude était d'évaluer l'effet de l'élimination par excavateur ou sablage de ciment provisoire avec ou sans eugénol sur la force de liaison de cisaillement de céramique collée à la dentine.	14 groupes : 7 groupes pour chacun des 2 systèmes adhésifs testés, 3 groupes témoins sans ciment provisoire subissent, soit un sablage, soit un traitement à l'excavateur, soit aucun traitement. 4 groupes tests reçoivent un ciment provisoire eugénolé ou non, et subissent un traitement par excavateur ou par sablage. Puis un cône de céramique est collé.	n= 140 dents de sagesse humaines Matériaux employés : - ZOE : Temp-bond pendant 1 semaine - Colle : <b>Avec potentiel adhésif</b> ou <b>sans potentiel adhésif</b> + adhésif <b>MR2</b> - Restauration par onlay céramique Décontamination : <b>manuel à l'excavateur</b> ou <b>par sablage</b> , puis <b>mordantage</b> pour les groupes utilisant la colle sans potentiel adhésif Tests effectués : évaluation du collage par <b>test de résistance en cisaillement</b> , analyse du mode de fracture en <b>microscopie photonique x50</b>	Pour chaque système adhésif, ni la méthode d'élimination du ciment provisoire ni le type de ciment provisoire n'a affecté de manière significative la résistance en cisaillement du collage (p<0,05). La colle sans potentiel adhésif a montré des valeurs de collage significativement meilleures que la colle avec potentiel adhésif.	L'utilisation de ciments temporaires, eugénolé ou non, ne modifie pas la force de rétention des restaurations en céramique collées à la dentine par le biais des systèmes adhésifs testés, qu'ils soient éliminés par excavateur ou par sablage.

## 2.2.3. Endodontie : ciment de scellement et collage d'ancrages radiculaires

### 2.2.3.1. Eléments en présence

#### 2.2.3.1.1. La dentine radiculaire

La dentine radiculaire présente une plus faible densité en tubuli dentinaires (cf. Fig. 17) (34). On peut donc imaginer que l'imprégnation de l'eugénol dans la dentine radiculaire doit être plus faible.

#### 2.2.3.1.2. Les ciments canalaires contenant de l'eugénol

L'obturation canalaire représente la dernière étape du traitement endodontique. Elle permet de pérenniser l'asepsie obtenue suite au traitement ou au retraitement radiculaire.

Le corps de l'obturation, généralement constitué de gutta-percha, n'a pas de pouvoir adhésif, et doit dès lors être associé à un ciment de scellement canalaire pour rendre étanche l'obturation radiculaire. Ce dernier joue donc le rôle essentiel de joint d'étanchéité, et secondairement, participe à l'obturation tridimensionnelle du réseau canalaire en scellant isthmes, deltas apicaux, canaux latéraux et accessoires inaccessibles aux préparations mécanisées.

Plusieurs types de ciments de scellement canalaire existent sur le marché parmi lesquels on trouve les ciments à base d'oxyde de zinc-eugénol, les ciments à base d'hydroxyde de calcium, les ciments à base de polymères résineux (résines époxy) et les ciments à base de verre-ionomère.

Tous présentent des avantages et des inconvénients en termes de propriétés biologiques et physico-chimiques, mais ce sont les ZOE, représentés entre autres par le Pulp Canal Sealer® et le Tubliseal® (Kerr™), le Sealite® (Pierre Rolland™) ou encore le ciment de Grossmann (Sultan Chemist™), qui sont les plus connus et les plus employés en pratique libérale.

Les ciments à base d'oxyde de zinc-eugénol se présentent sous forme d'une poudre à base d'oxyde de zinc à mélanger avec un liquide à base d'eugénol comme le Sealite® (fig.19), ou bien sous forme pâte/pâte comme le Tubliseal® (fig.20 et 21).

Ils répondent généralement à deux formules, celle de Rickert ou celle de Grossmann. Cette dernière se différencie par l'absence de grains d'argents dans la composition de sa poudre et par l'utilisation d'eugénol pur (60).

La composition des ZOE à usage endodontique présente quelques différences avec celle des autres ZOE en particulier au niveau des adjuvants employés (60,61).

Le liquide est composé de :

- Eugénol 80 à 100%
- Adjuvants :
  - Baume du Canada ou du Pérou : incorporés pour adoucir l'eugénol et améliorer la coalescence des cônes de gutta-percha.
  - Huile d'olive, huile de coton : plastifiants et correcteurs de goût.
  - Acide acétique : accélérateur de prise.

La poudre est composée de :

- Oxyde de Zinc entre 40 et 50%
- Adjuvants :
  - Radio-opacifiants : Argent (en poudre), sulfate de Baryum, Plomb, oxyde de Titane, Bismuth, Iode.
  - Plastifiants : colophane (résine), méthacrylate de méthyle, cellulose, silice. La résine permet de contrôler la consistance, diminue l'épaisseur du film, la fragilité et la solubilité et rend le produit plus lisse et plus homogène.
  - Accélérateurs de prise : stéarate de zinc, acétate de zinc, chlorure de magnésium, propionate et succinate de zinc. Ils favorisent la dissociation ionique de l'oxyde de zinc.
  - Retardateurs de prise : borate de sodium, glycol, glycérine.
  - Agents antimicrobiens (antiseptiques) : paraformaldéhyde, trioxyméthylène, iodure de thymol.
  - Anti-inflammatoires : trioxyméthylène, corticoïdes ( $\delta$ -hydrocortisone, dexaméthasone, énoxolone, prednisolone). Ils sont soupçonnés de retarder la cicatrisation, mais diminuent les réactions post-opératoires douloureuses du patient.

Les ciments endodontiques à base d'oxyde de zinc-eugénole adhèrent bien à la gutta-percha mais assez peu à la dentine (62). Ils sont faiblement solubles par les fluides organiques, présentent une bonne stabilité dimensionnelle et leur importante fluidité permet une bonne pénétration canaliculaire, ce qui permet d'assurer une bonne étanchéité lorsqu'ils sont associés à la gutta-percha (63). Les propriétés biologiques quant à elles proviennent essentiellement de la présence de l'eugénole à savoir, cytotoxicité à forte concentration, et propriétés analgésiques et anti-inflammatoires à faible concentration (cf. 1.1.2.3) ainsi que des adjuvants médicamenteux quand ils sont présents.

Les ciments ZOE endodontiques sont plus fluides que les ZOE employés pour la réalisation des restaurations temporaires car les additifs présents dans leur composition permettent de contrôler la viscosité et le temps de prise. Cela est aussi dû à un mélange plus humide. A titre d'exemple, le Sealite® se mélange selon des proportions de 4 cuillères de poudre pour 7 gouttes de liquide (64) quand un IRM® se mélange selon des proportions de 1 pour 1 (35). La proportion d'eugénole est donc plus grande dans les ZOE à usage endodontique.



Figure 19 : Sealite® Regular,  
Mélange extemporané poudre/liquide



Figure 20 : Tubliseal®,  
Mélange pâte/pâte extemporané



Figure 21 : Tubliseal®, Seringue auto  
mélangeuse pâte/pâte

#### 2.2.3.1.3. Les composites de collage des tenons

Le composite injecté dans le logement radiculaire participe à la création d'un tenon anatomique. Il doit alors posséder des propriétés mécaniques satisfaisantes et une viscosité suffisamment basse pour pouvoir remplir correctement le logement préparé dans la racine.

Les matériaux proposés par les fabricants sont des composites à base de dérivés de méthacrylate, micro-hybrides, peu chargés, et chémopolymérisables ou duals mais jamais uniquement photopolymérisables car la quantité de photons atteignant la partie la plus apicale du matériau injecté est trop faible pour garantir une polymérisation de qualité (52).

#### 2.2.3.2. Revue de la littérature

Dejou (52) estime que le collage dans un canal radiculaire est plus incertain car l'imprégnation de l'eugénol dans la dentine peut être très ancienne. On peut alors être difficilement sûr que les étapes de préparation ont bien éliminé la couche de dentine polluée par l'eugénol.

De nombreuses études concluent à une influence significativement néfaste de l'eugénol issu des ciments ZOE endodontiques et imprégné dans la dentine radiculaire sur le collage d'un tenon (tabl. 8) (65–70). Cependant, un certain nombre arrivent à la conclusion opposée (tabl. 9) (71–74). En voici quelques exemples.

**Tableau 8 : Auteurs concluants à une influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en endodontie.**

Auteurs	Hypothèse testée	Méthode	Matériel	Résultats de l'expérimentation	Conclusion
Alsa K et Coll. 2012 (65)	Le but de cette étude était d'évaluer l'effet d'un ciment à base de résine et de deux autres ciments à base d'eugénol sur la force de liaison de tenons fibrés collés avec 3 résines différentes.	9 groupes : 3 ciments de scellement canalaire (dont 2 ZOE) et 3 colles (2 sans potentiel adhésif, 1 auto-adhésive). Des logements de tenons ont été ensuite préparés et un tenon fibré a été scellé.	n= 135 dents monoradiculées humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : EndoFill et Tubiseal, Gutta condensée verticalement à chaud, pendant 1 jour - Tenon fibré collé par une colle sans potentiel adhésif ou par une colle auto-adhésive <i>Décontamination : mécanique, Clona, EDTA, mordantage</i> pour les tenons collés avec une colle sans potentiel adhésif <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test d'extraction du tenon (push-out)</b>	Les groupes obturés avec un ciment de scellement canalaire à base d'eugénol ont donnés des valeurs de rétention significativement inférieures à celui obturé avec un ciment sans eugénol (p<0,001).	Les ciments de scellement canalaires à base d'eugénol réduisent significativement la force de rétention des tenons fibrés scellés avec une résine.
Cecchin D, et Coll. 2011 (66)	Cette étude a évalué les effets de différents ciments de scellement canalaire sur la force de liaison d'un tenon de fibre de verre scellé avec une résine auto-adhésive.	5 groupes : 1 groupe témoin obturé seulement avec des pointes de gutta sans ciment, et 4 groupes tests obturés avec de la gutta et des ciments différents, dont un ZOE. Des logements de tenons ont été ensuite préparés et un tenon fibré a été scellé.	n= 50 dents maxillaires monoradiculées humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : Endometabson pendant 1 semaine - Tenon fibré scellé avec une colle auto-adhésive <i>Décontamination : mécanique, Chlorhexidine 0,2%</i> <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test d'extraction du tenon (push-out)</b> , analyse du mode de fracture en <b>microscopie optique x20</b>	Aucune différence significative n'a été relevée entre les valeurs de collage du groupe témoin et des groupes tests (p>0,05) exception faite du groupe obturé avec un ZOE (p<0,05). Le groupe obturé au ZOE a montré une plus grande prévalence de fractures adhésives entre le ciment et la dentine que les autres groupes.	Le ZOE interfère négativement avec le collage à la dentine radicaire d'un tenon fibré scellé au moyen d'une colle auto-adhésive.
Dias L.L, et Coll. 2009 (67)	Cette étude a évalué in vitro l'influence d'un ciment de scellement à base d'eugénol sur la rétention d'un tenon métallique scellé soit avec des ciments différents après différentes périodes d'obturation du canal radicaire.	6 groupes : 3 en fonction du temps entre l'obturation canalaire et la mise en place du tenon, subdivisés en 2 en fonction du ciment de scellement du tenon employé (phosphate de zinc ou colle avec potentiel adhésif). Des logements de tenons ont été ensuite préparés et un tenon a été scellé.	n= 60 canines maxillaires humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : EndoFill pendant 0h (logement de tenon préparé immédiatement après l'obturation canalaire), 72h ou 4 mois. Gutta condensée verticalement à chaud - Tenon métallique collé par une colle avec potentiel adhésif <i>Décontamination : mécanique, mordantage</i> pour les groupes dans lesquels les tenons sont scellés par la colle avec potentiel adhésif <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test d'extraction du tenon (push-out)</b>	Les valeurs de rétention des tenons scellés avec une colle avec potentiel adhésif étaient significativement inférieures à celles obtenues avec des tenons scellés au ciment phosphate de zinc (p<0,01). Cependant aucune différence significative n'a été décelée entre les trois durées entre l'obturation canalaire et le scellement du tenon, quel que soit le ciment (p>0,05).	Il a été conclu que les ciments de scellement canalaire à base d'eugénol influençaient la force de rétention des tenons scellés au moyen d'une colle, mais qu'il n'y avait pas d'influence du temps séparant l'obturation canalaire du scellement du tenon.

**Tableau 8:** Auteurs concluants à une influence significativement néfaste de l'eugénole sur le collage en odontologie conservatrice.

Auteurs	Hypothèse testée	Méthode	Matériel	Résultats de l'expérimentation	Conclusion
Menzes M.S. et Coll. 2008 (68)	Cette étude teste l'hypothèse selon laquelle la composition du ciment canalaire et le temps écoulé entre l'obturation canalaire et le collage d'un tenon fibré interfère avec l'adhésion à la dentine radiculaire.	5 groupes : 1 groupe témoin sans obturation canalaire, et 4 groupes tests (2 ciments testés dont un ZOE, scellement du tenon réalisé immédiatement ou 7 jours après l'obturation canalaire). Des logements de tenons ont été ensuite préparés et un tenon fibré a été scellé.	n= 60 incisives bovines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : Endofill pendant 0h ou bien 7 jours - Tenon fibré collé par une colle sans potentiel adhésif + adhésif MR3 <i>Décontamination : mécanique, mordantage</i> <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test de micro-traction du tenon (micro-push-out)</b> , analyse du mode de fracture en <b>microscopie électronique x100, x200, x500 et x1000</b> dans les trois tiers de la racine (cervical, médian et apical)	Le groupe obturé avec un ZOE et préparé immédiatement après pour la mise en place d'un tenon fibré a montré des valeurs significativement réduites de collage, quelle que soit la région radiculaire ( $p<0,05$ ). Cela n'est valable que dans le tiers apical dans le cas où le tenon est mis en place après 7 jours. Des lacunes ont été observées en MEB dans les groupes obturés au ZOE.	Les ciments canalaires à base de ZOE ont une influence néfaste sur le collage à la dentine radiculaire des tenons fibrés, et ce quelle que soit la région, si celui-ci est mis en place immédiatement après l'obturation canalaire.
Hägg M.S. et Coll. 2002 (69)	Cette étude a examiné l'effet de cinq ciments différents sur la force de rétention de tenons placés dans des canaux radiculaires préalablement obturés avec de la gutta percha et un ciment de scellement à base d'oxyde de zinc-eugénole (ZOE).	6 groupes : groupe 1 témoin sans obturation canalaire, et 5 groupes tests obturés à la gutta avec un ciment ZOE. Le groupe témoin 1 et le groupe test 2 utilisent le même ciment pour le tenon, les autres groupes tests (3, 4, 5 et 6) en utilisent de différents. Des logements de tenons ont été ensuite préparés et un tenon a été scellé.	n= 96 dents monoradiculées humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : Kerr Pulp Canal Sealer 1 semaine - Tenon métallique scellé par divers ciments dont 2 colles avec potentiel adhésif (témoin 1 et test 2, test 6) et 1 sans potentiel adhésif (test 5) <i>Décontamination : mécanique, mordantage</i> préalable au scellement par le ciment employé dans le groupe témoin 1 et le groupe test 2) <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test d'extraction du tenon (push-out)</b>	Le groupe témoin a présenté des valeurs de collage significativement supérieures à tous les autres groupes ( $p<0,001$ ). Les échantillons du groupe 6 (colle avec potentiel adhésif) n'ont pas réussi à polymériser après 48h. Parmi les groupes tests, le groupe 2 (colle avec potentiel adhésif identique au groupe témoin, et mordantage préalable) a donné des valeurs de collage significativement supérieures aux autres groupes.	Les ciments canalaires à base de ZOE ont affecté négativement les valeurs de collage du tenon par rapport aux valeurs obtenues dans le groupe témoin. L'un des ciments testé n'a pas réussi à polymériser.
Ngoh E.C. et Coll. 2001 (70)	Cette étude a analysé le collage d'une colle avec potentiel adhésif à la dentine du canal radiculaire de dents préalablement contaminées par un liquide eugénole ou pas	18 canines ont été préparées en enlevant la couronne et le tiers apical. Pour chaque dent le tiers cervical et le tiers apical constituent des paires expérimentales où l'un d'eux est contaminé avec un liquide de ciment canalaire à base d'eugénole, et où l'autre sert de témoin.	n= 18 canines humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : seulement le liquide à base d'eugénole du Kerr Pulp Canal Sealer pendant 1h - Canal rempli par la colle avec potentiel adhésif <i>Décontamination : mordantage</i> de tout le canal <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test de micro-traction</b> (racines sectionnées transversalement en tranches d'1mm), analyse du mode de fracture en <b>microscopie optique x10 et x20</b>	Les spécimens traités avec le liquide eugénole présentent des valeurs de collage significativement inférieures à ceux sans eugénole ( $p<0,05$ ) seulement dans le tiers cervical.	Le collage avec une colle avec potentiel adhésif à la dentine radiculaire est affecté négativement dans le tiers cervical par une contamination à l'eugénole.

**Tableau 9 : Auteurs concluants à l'absence d'influence significativement néfaste de l'eugénoïl sur le collage en endodontie.**

Auteurs	Hypothèse testée	Méthode	Matériel	Résultats de l'expérimentation	Conclusion
Aggarwal V et Coll 2012 (71)	Le but de cette étude était d'évaluer l'effet de différents matériaux d'obturation canalaire sur la force de liaison en traction sur un tenon fibré.	5 groupes : 1 groupe témoin sans obturation canalaire et 4 groupes tests dont l'obturation canalaire diffère (dont un groupe obturé à la Gutta+ZOE). Des logements de tenons ont été ensuite préparés et un tenon fibré a été scellé.	n= 50 dents monoradiculées humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE pendant 1 semaine - Adhésifs : SAM2 chémopolymérisable - Tenon fibré collé par un composite dual <i>Décontamination : mécanique</i> (préparation du logement de tenon), <i>EDTA</i> 17%, <i>mordantage</i> <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test d'extraction du tenon (push-out)</b> , analyse du mode de fracture en <b>microscopie optique x10</b> n= 60 canines maxillaires humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : ciment de Grossmann pendant 24h - Adhésifs : MR3 - Tenon fibré collé par un composite dual <i>Décontamination : mécanique, mordantage</i> <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test d'extraction du tenon (push-out)</b> , analyse du mode de fracture en <b>microscopie optique x40 et électronique x100/250/500</b>	Il n'y a eu aucune différence statistiquement significative entre les valeurs de collages des différents groupes ( $p>0,05$ ). Tous les spécimens ont montré une majorité de fracture de type adhésive entre la dentine et le ciment.  La force d'adhérence était significativement plus élevée dans le groupe témoin négatif par rapport aux autres groupes ( $p<0,05$ ). Les groupes tests n'ont montré aucune différence significative des valeurs de collage par rapport aux groupes témoins, signifiant que le ciment canalaire n'a pas d'influence sur le collage du tenon ( $p>0,05$ ).	Il n'y avait aucun effet des différents matériaux d'obturation testés sur la force de liaison en traction des tenons fibrés; Toutefois, d'autres études doivent être menées.  La force de liaison en traction n'était pas affectée par la nature du ciment de scellement endodontique ni par la région de la racine.
Mancardi CA et Coll 2011 (72)	Le but de cette étude était d'évaluer l'influence de différents ciments de scellement sur l'interface de collage de racines affaiblies renforcées avec de la résine et un tenon fibré.	6 groupes : 1 groupe témoin négatif et 1 groupe témoin positif sans obturation canalaire, et 4 groupes tests dont l'obturation canalaire diffère (dont un groupe obturé à la Gutta+ZOE). Des logements de tenons ont été ensuite préparés et un tenon fibré a été scellé.	n= 48 incisives centrales maxillaires humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE pendant 1 semaine - Tenon fibré collé par une colle avec potentiel adhésif <i>Décontamination : mécanique</i> <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test d'extraction du tenon (push-out)</b> , analyse du mode de fracture en <b>microscopie optique x40 et électronique x100/250/500</b>	Les groupes tests ont donné des valeurs de collage significativement inférieures au groupe témoin ( $p<0,05$ ). Cependant, aucune différence statistique n'a été détectée entre le groupe scellé par un ciment à base d'eugénoïl et le groupe scellé par un ciment à base de résine ( $p>0,05$ ).	Les résultats de cette étude montrent que les ciments de scellement canalaire influent négativement sur le collage du tenon, mais pas le type de ciment employé.
Demiryurek EO et Coll 2010 (73)	Cette étude a évalué les effets de trois ciments de scellement endodontiques différents sur la force de liaison d'un tenon fibré scellé avec une résine adhésive.	4 groupes : 1 groupe témoin obturé seulement avec de la gutta, 3 groupes tests obturés à la gutta avec des ciments endodontiques différents (dont un ZOE). Des logements de tenons ont été ensuite préparés et un tenon fibré a été scellé.	n= 60 canines humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : Roth's 801 ciment de Grossmann pendant au moins 2 semaines, obturation par condensation verticale de gutta à chaud - Tenon scellé soit par un ciment phosphate de zinc, soit par une colle avec potentiel adhésif <i>Décontamination : mécanique, EDTA</i> 1min <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test d'extraction du tenon (push-out)</b>	Il n'y avait pas de différence de rétention quand seul le ciment endodontique était pris en compte ( $p>0,45$ ). Même si la combinaison du ciment à base de résine et du ciment endodontique à base d'eugénoïl a donné des valeurs de rétention inférieure au groupe ayant utilisé un ciment endodontique sans eugénoïl (125,37N contre 151,88N), la différence n'était pas significative.	Le ciment de scellement endodontique quel que soit son type n'a pas d'effet sur la rétention des tenons quel que soit le ciment employé pour son scellement.
Schwartz RS et Coll 1998 (74)	Le but de cette étude était d'évaluer la rétention d'un tenon scellé par un ciment à base ou non de résine dans une dent obturée par de la gutta et un ciment à base ou non d'eugénoïl.	4 groupes : 2 ciments endodontiques testés (un à base d'eugénoïl, l'autre sans) et 2 ciments destinés au scellement du tenon (un à base de résine, l'autre non). Des logements de tenons ont été ensuite préparés et un tenon a été scellé.	n= 60 canines humaines <i>Matériaux employés :</i> - ZOE : Roth's 801 ciment de Grossmann pendant au moins 2 semaines, obturation par condensation verticale de gutta à chaud - Tenon scellé soit par un ciment phosphate de zinc, soit par une colle avec potentiel adhésif <i>Décontamination : mécanique, EDTA</i> 1min <i>Tests effectués :</i> évaluation du collage par <b>test d'extraction du tenon (push-out)</b>	Le ciment de scellement endodontique quel que soit son type n'a pas d'effet sur la rétention des tenons quel que soit le ciment employé pour son scellement.	Le ciment de scellement endodontique quel que soit son type n'a pas d'effet sur la rétention des tenons quel que soit le ciment employé pour son scellement.

Malgré des conditions expérimentales variées, de nombreux auteurs arrivent à la conclusion selon laquelle un tenon collé dans un canal préalablement obturé à l'aide d'un ciment contenant de l'eugénol verra ses valeurs de rétention diminuées par rapport à un tenon placé dans un canal dont l'obturation est faite avec un ciment sans eugénol (65–70).

Mais quelques nuances apparaissent entre auteurs.

Dias et coll. (67) affirment que cette baisse des valeurs de rétention, pour un tenon métallique scellé par une colle avec potentiel adhésif, peut s'observer indifféremment, selon que sa mise en place intervienne immédiatement après l'obturation canalaire ou bien 4 mois plus tard.

Menezes et coll. (68) au contraire, trouvent une influence du temps séparant l'obturation canalaire de la mise en place du tenon sur les valeurs de rétention de ce dernier. Ils ont évalué la rétention d'un tenon fibré collé à la dentine au moyen d'une colle sans potentiel adhésif et d'un adhésif M&R3, et ce dans les trois tiers de la racine. Ils trouvent ainsi que la rétention est diminuée dans toute la racine lorsque le tenon est collé immédiatement après l'obturation canalaire, mais que cette réduction n'était plus observable que dans le tiers apical si cela intervient une semaine plus tard.

A ce propos, concernant la distribution de la réduction d'adhésion dans la racine, Ngoh et coll. (70) trouvent, quant à eux, que celle-ci n'est observable que dans le tiers cervical.

Hagge et coll. (69) obtiennent un résultat extrême avec un groupe entier d'échantillons dont la colle avec potentiel adhésif n'a pas polymérisé après 48h (un autre groupe utilisait une autre colle avec potentiel adhésif, mais le logement de tenon a été soumis à un mordantage supplémentaire avant la mise en place du tenon).

Dans l'autre camp en revanche, bien que certains trouvent tout de même des valeurs plus faibles en présence d'eugénol (74), tous concluent à l'absence pure et simple de différence significative entre les valeurs de collage obtenues entre les échantillons contaminés par de l'eugénol et les autres.

Parmi eux, certains expriment clairement que ce sont les restes de ciment canalaire qui sont à mettre en cause et non pas la composition du ciment (72,73).

## 2.2.4. Multiplicité des conditions expérimentales

Nous venons de voir que la littérature scientifique n'arrive pas à trancher la question d'une influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage. La diversité des conditions expérimentales explique en grande partie la multiplicité des résultats obtenus. Ainsi de nombreux facteurs diffèrent d'une expérimentation à une autre :

### 2.2.4.1. Dans la préparation des échantillons

- Substrat employé pour le collage : si la plupart des expérimentations présentées emploient des dents humaines, certaines utilisent des dents bovines (68) voire des dents en plastique (33).
- Solution de stockage des dents : solution de thymol, eau distillée, solution de chloramine à 0,5% ou à 1%... Ces solutions sont choisies car elles n'altèrent pas la matrice collagénique de la dentine et donc préservent le potentiel d'adhésion (cf. 1.2.1.3). Zheng et coll. (75) recommandent un stockage des dents par congélation à -20°C ou dans une solution de chloramine à 1% à 4°C.
- Rapport poudre/liquide du ZOE : le rapport poudre/liquide semble jouer un rôle important car plusieurs auteurs rapportent qu'à un ratio de 10, un ZOE placé préalablement n'altère par le collage d'un composite de restauration, ce qui n'est pas le cas quand il est préparé à un rapport de 5 (45–47). D'autres auteurs utilisent pour leurs expérimentations des ZOE d'après les proportions recommandées par les fabricants (rapport poudre/liquide de 6 pour l'IRM) et concluent à une influence néfaste (42–44,46,47).
- Conditions d'imprégnation de la dentine en eugénol : dans la grande majorité des protocoles, la phase d'imprégnation de la dentine par de l'eugénol consiste en la mise en place du ZOE pendant un temps donné, temps passé dans une cuve à 100% d'humidité et 37°C, ce qui est bien moins efficace en terme d'hydrolyse de l'eugénol que des protocoles beaucoup plus contraignants tels que celui mis en place par Hume en 84 (2). Ainsi, Koch et Peutzfeld, en 2013 (42), admettent avoir des quantités d'eugénol dans la dentine deux fois inférieures à ce dernier. Cela vient du fait que la diffusion de l'eugénol depuis le ZOE dépend plus du rôle de l'hydrolyse de celui-ci que de la perméabilité dentinaire (53).

#### 2.2.4.2. Dans le choix des matériaux testés

En odontologie conservatrice, divers systèmes adhésifs sont employés (M&R3, M&R2, SAM2 ou SAM1) avec des valeurs d'adhésion variables. Au sein même d'études dont l'objectif premier est d'évaluer l'influence de l'eugénol sur le collage, on conclut que les adhésifs M&R3 et M&R2 donnent de meilleures valeurs d'adhésion que les systèmes auto-mordançants (35,41). De plus, il semblerait que les systèmes auto-mordançants sont plus sensibles à une pollution par l'eugénol que les systèmes en M&R (44). Cela peut s'expliquer par le fait que les systèmes auto-mordançants ne permettent pas l'élimination des boues dentinaires. Ces boues, normalement évacuées lors du rinçage, contiennent de l'eugénol et sont intégrées à la couche hybride.

Dans le domaine de la prothèse, c'est la nature de la colle employée qui semble être en lien avec la sensibilité à l'eugénol. Les colles auto-adhésives, couramment employées pour le collage d'inlay/onlay pour leur facilité d'utilisation, semblent plus sensibles à l'eugénol (55). Pour les colles sans potentiel d'adhésion, l'utilisation d'un système adhésif auto-mordançant est, comme en situation d'odontologie conservatrice, plus sensible à l'eugénol (54).

En ce qui concerne l'endodontie et d'après les études précédentes, aucun matériau ne semble favoriser plus qu'un autre une réduction des valeurs d'adhésion par l'eugénol. On notera toutefois que l'utilisation d'un tenon métallique par Dias et coll. (67) limite l'intérêt de l'étude.

#### 2.2.4.3. Dans le temps d'exposition à l'oxyde de zinc/eugénol

De nombreuses durées de mise en place du ZOE avant l'application du protocole de collage ont été testées dans les études précédemment passées en revue (0 heure, 1 heure, 1 jour, 3 jours, 7 jours, 10 jours, 2 semaines, 3 semaines, 4 mois...).

Il en ressort **deux résultats contradictoires** :

- La durée de mise en place du ZOE n'a aucune influence sur l'adhésion (42,67).
- Un collage réalisé après 24h de mise en place du ZOE est altéré (43,68).

Ce deuxième résultat est en adéquation avec ceux obtenus par Hume (2) et selon lesquels l'élution maximale de l'eugénol depuis un ZOE vers l'espace pulpaire, et donc, l'imprégnation profonde de la dentine, est atteinte après 24h et décroît lentement ensuite.

#### 2.2.4.4. Dans la mise en place d'un traitement de surface avant le collage

Pour toute technique adhésive, les surfaces dentaires doivent être propres. S'il convient d'isoler la dent de tout risque de contamination extérieure pendant la procédure de collage (salive, sang, etc.) par la mise en place d'un champ opératoire étanche, il convient aussi de bien nettoyer les surfaces dentaires afin d'éliminer salive et restes de ciments.

Ce nettoyage est primordial puisqu'il a été montré que la présence de restes de ciments, même microscopiques, qu'ils soient eugénolés ou non, réduit considérablement les valeurs de collage (57–59,72,73).

Diverses méthodes sont employées dans les études citées précédemment. On distingue deux modes d'action, le plus souvent utilisés en combinaison :

- la **préparation mécanique** qui vise à éliminer le ZOE, et donc la source de l'eugénol, macroscopiquement voire microscopiquement.
- la **préparation chimique** dont fait partie le mordantage acide (cf. 1.2.1.3.) qui vise, entre autres choses, à éliminer l'eugénol déjà imprégné dans le substrat dentaire.

## Nettoyage mécanique du substrat dentaire :

- L'élimination manuelle à l'excavateur : en théorie la méthode la moins efficace, ne permet l'élimination que des particules macroscopiques de ciment.
- Les ultrasons : c'est la **méthode la plus commune**, employée dans presque toutes les publications (sous l'appellation mécanique dans les tableaux). Ils permettent d'éliminer **uniquement les particules macroscopiques** et non pas les microscopiques (76).
- L'utilisation de ponce humide sur brosette montée sur un contre-angle tournant à faible vitesse **permet d'éliminer une grande partie des particules microscopiques mais pas la totalité**. De nombreuses études complètent leur protocole de nettoyage par cette technique, mais aucune n'évalue précisément son influence sur les résultats obtenus. D'ailleurs, cette technique est retrouvée, aussi bien dans des publications concluant à une influence de l'eugénol, que dans celles concluant à l'absence d'influence significative.
- L'aéro-polissage ou aéro-abrasion : une poudre de bicarbonate de sodium, de carbonate de calcium ou de glycine (aéro-polissage), ou bien d'alumine (aéro-abrasion), est projetée sous spray d'eau sur la surface dentaire. Ce sont des traitements abrasifs qui permettent d'éliminer la plaque bactérienne et les colorations, mais aussi de créer une rugosité de surface. Seule l'aéro-abrasion à l'alumine permet un nettoyage et un traitement de surface compatible avec un collage fiable et efficace à la dentine (77,78). Toutefois, Abo-Hamar et coll. (59) ne réussissent pas à obtenir des valeurs d'adhésion significativement différentes entre des échantillons traités par aéro-abrasion et des échantillons traités par simple éviction manuelle à l'excavateur du ZOE. Peters et coll. (79) n'obtiennent pas non plus d'effet significativement bénéfique de l'aéro-abrasion dans leur étude.
- La finition à la fraise grain fin : Peters et coll. (79) ont évalué l'effet de différentes méthodes de nettoyage des surfaces dentaires avant une procédure de collage sur une dentine contaminée par de l'eugénol. Pour eux, la seule méthode efficace pour éliminer les polluants (restes de ciment et eugénol) semble être la finition à la fraise à polir de toute la cavité, pour enlever au moins 50µm de dentine au moyen d'une fraise diamantée de grain 25µm.

## Nettoyage chimique du substrat dentaire :

- **Le mordantage acide** : un mordantage à l'acide orthophosphorique à 37 % sur l'émail et la dentine -selon des temps respectifs de 30 et 15 secondes- permet une déminéralisation superficielle des tissus dentaires sur 2 à 7 micromètres d'épaisseur (25,26,27). Le pH acide permet une déminéralisation des boues dentinaires et leur élimination, l'ouverture des tubuli en agissant sur la dentine péri-tubulaire, la libération de la matrice collagénique de la dentine inter-tubulaire, et la création de rugosités dans l'émail, permettant une plus grande adhésion mécanique. Il **neutralise une grande partie de l'eugénol imprégné dans la dentine** (cf. fig. 22) (42). Cependant, **il n'élimine pas totalement les restes de ciment** (76).
- **L'EDTA** (acide Ethylène Diamine Tétracétique) : en chélatant le calcium de l'hydroxyapatite, il permet la dissolution de la composante minérale des boues dentinaires et donc leur élimination. Cela **permet de réduire la quantité d'eugénol dans la dentine** (cf. fig. 22) (42). Il **dissout aussi le ZOE** en piégeant les cations de zinc, permettant une élimination par rinçage (42). Il est principalement employé en endodontie. Aggarwal et coll. (71) ainsi que Schwartz et coll. (74) l'utilisent et obtiennent des valeurs d'adhésion comparables entre les échantillons témoins et les échantillons préalablement contaminés par de l'eugénol.

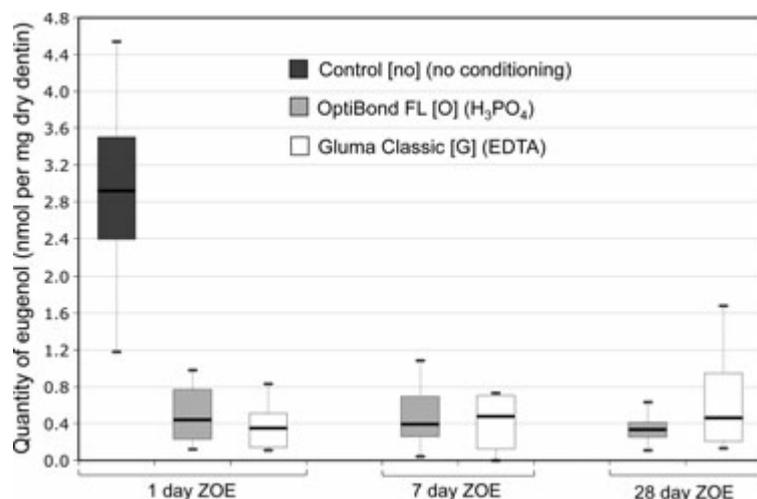


Figure 22 : *Quantité d'eugénol (en nmoles/mg de dentine sèche) de groupes exposés à un ZOE à diverses périodes et après traitement à l'acide phosphorique (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) ou à l'EDTA.*  
D'après Koch et coll. (42)

- **L'éthanol** : pourrait donner des résultats intéressants car l'eugénol est soluble dans celui-ci (cf. 1.1.1.3.), mais Leirskar et coll. (39) n'obtiennent pas de différence significative entre des échantillons nettoyés à l'éthanol à 96%, en plus du mordantage acide préalable au collage, et des échantillons n'ayant pas été traités à l'éthanol.

- La Chlorhexidine peut, elle aussi, être efficace. Mais si son activité antibactérienne est bonne, son pouvoir de dissolution des tissus est très faible. Cecchin et coll. (66) l'utilisent dans leur protocole sur une boulette de coton, diluée à 0,2%, sans toutefois parvenir à empêcher une influence significativement néfaste d'une contamination à l'eugénol sur le collage.

Si les traitements de surface préalables au collage peuvent réduire de manière efficace la pollution par les restes de ZOE et réduire la quantité d'eugénol dans la dentine (sans toutefois pouvoir l'éliminer complètement), il se pose cependant un problème supplémentaire en situation clinique.

La chambre pulpaire est normalement soumise à une pression constante provoquant un phénomène de « **pulpal outflow** » qui amène du fluide transdentinaire à travers les tubuli vers la cavité. Ce phénomène n'est présent qu'au niveau de dents vivantes et ne s'applique donc pas aux dents ayant subi un traitement endodontique.

Paul et Schärer (56) prennent en compte ce facteur et mettent en place un protocole simulant ce « pulpал outflow » en soumettant leurs échantillons à une pression physiologique de 25 mmHg au niveau de la chambre pulpaire (abaissée à 13,6 mmHg lors de la procédure de collage pour reproduire l'effet vasoconstricteur de l'anesthésie locale). Avec ce protocole, ils montrent que les ciments provisoires réduisent les valeurs d'adhésion, et ce d'autant plus si ce ciment est un ZOE.

Si ce phénomène de « pulpал outflow » est en temps normal utile lors de la procédure de collage (le fluide transdentinaire humecte la trame collagénique mise à nu par le mordantage acide et empêche son collapsus), il est susceptible d'avoir une réelle incidence clinique sur la qualité du collage en amenant de nouveau de l'eugénol jusqu'à une semaine après la dépose du ZOE (80).

#### 2.2.4.5. Dans les tests visant à évaluer le collage

La qualité du collage est évaluée par des tests *in vitro*. Il y a cependant un grand manque d'uniformité dans ces tests ce qui peut conduire à une mauvaise interprétation des résultats et donc de la qualité de l'adhésion testée.

**La plupart des études utilisent des tests simples en tension ou en cisaillement pour évaluer la qualité du collage** (macro-bond strength tests). Ces tests simples sont utiles lorsque des forces de liaison résine-dentine sont relativement faibles (environ 10 à 15 MPa) (81,82). Cependant, **avec l'évolution des techniques et des matériaux, les forces de liaison sont devenues suffisamment élevées pour provoquer des fractures cohésives dans la dentine**. C'est-à-dire que la dentine s'est fracturée dans la masse, laissant l'interface résine-dentine intacte.

La proportion de fractures cohésives de la dentine peut ainsi monter jusqu'à 80% lorsque les forces de liaison atteignent 25 MPa. Abohamar et coll. (59) ont ainsi observé, grâce à une analyse en microscopie optique (x40), une incidence de fractures cohésives dans la dentine allant jusqu'à 50% avec un système adhésif M&R2.

Ces défaillances cohésives dans la dentine ne signifient pas que la liaison résine/dentine est uniformément plus forte que la résistance intrinsèque de la dentine, mais que les contraintes sont exercées de manière tellement irrégulière qu'elles sont concentrées en une seule région où elles ouvrent une fissure dans la dentine, provoquant la fracture. Ces concentrations de contraintes dépassent souvent les 100 MPa, même si la force de liaison moyenne calculée n'est que de 25 MPa (81).

Les tests de résistance simples conduisent à **un fort taux de fracture cohésive de la dentine et à une surestimation des valeurs de collage** (83). Afin de réduire ce problème, de nouveaux tests ont été introduits ; les micro-bond strength tests (micro-tension, micro-cisaillement, et micro-extraction).

En effet, la réduction de la superficie de l'interface collée à tester entraîne un substrat plus homogène, avec moins de défauts intrinsèques, ce qui améliore la répartition des contraintes et prévient l'apparition de fractures cohésives prématurées de la dentine.

Pashley dans sa méta-analyse sur les tests d'adhésion de 1995 (84), a fait l'inventaire de tous les paramètres à prendre en compte dans l'élaboration d'un protocole visant à évaluer le collage.

Tableau 10 : Liste des paramètres à déterminer dans l'élaboration d'un protocole expérimental visant à évaluer la qualité d'un collage dentinaire. D'après Pashley et Coll ;1995 (84)

<p><b>A. Substrate</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Human or bovine dentin?</li> <li>2. Superficial, middle or deep dentin?</li> <li>3. Occlusal, proximal, buccal?</li> <li>4. Third molars or incisors?</li> <li>5. Sanded surfaces? Grit? Method? Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiC, 320, 600, 800 or 1000 grit.</li> <li>6. Dental burs? Diamond, carbide? Low-speed vs. high-speed; air-water?</li> <li>7. Reuse of teeth?</li> <li>8. Mount in plastic, stone, etc.?</li> </ol>	<p><b>B. Etching</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Etch or no etch?</li> <li>2. What type of etchant?</li> <li>3. How much etchant? Renewed?</li> <li>4. How long?</li> <li>5. Passive or active?</li> <li>6. Rinse? How long?</li> <li>7. Dry ? How long?</li> <li>8. Rewet? How much?</li> </ol>
<p><b>C. Priming</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Cover entire surface or apply within matrix</li> <li>2. How much primer?</li> <li>3. Passive or active? How long?</li> <li>4. Wash or evaporate? How long?</li> <li>5. Light-cure or not?</li> <li>6. Wet vs. dry? How wet, how dry?</li> </ol>	<p><b>D. Bonding</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. How much adhesive for how long?</li> <li>2. Spread with air? How thin, how dry?</li> <li>3. What diameter bonding area?</li> <li>4. Pack with pressure or no pressure?</li> <li>5. Pulpal fluid/pressure or not?</li> <li>6. Light-curing. How much light? How long?</li> </ol>
<p><b>E. Storage</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Water, isotonic saline, etc.?</li> <li>2. Room temperature or 37°C?</li> <li>3. 100% RH or water?</li> <li>4. Preservatives? sodium azide, thymol, chloramine?</li> <li>5. Pulpal pressure or not, magnitude? Composition of fluid?</li> <li>6. Time. 24 hr.? months? years?</li> <li>7. Thermal stress? Temperatures, dwell time, number of cycles?</li> <li>8. Tooth flexure (load) tests. Magnitude, number of cycles?</li> </ol>	<p><b>F. Testing</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Shear vs. tensile</li> <li>2. Stress rate</li> <li>3. Immediate vs. 24 hr. vs. months.</li> <li>4. Express dentin bonds in MPa or as % of enamel bond strength?</li> <li>5. Microleakage vs. bond strength</li> <li>6. Gap size vs. bond strength</li> <li>7. Regional bond strengths vs. center</li> <li>8. Gingival floor of Class V vs. occlusal floor of Class I cavities</li> <li>9. Configuration factors. Flat surfaces vs. 3-D cavities.</li> </ol>

### **3. Elaboration d'un protocole d'expérimentation**

Nous avons vu que l'eugénol imprègne la dentine et que cette imprégnation est susceptible d'interférer avec la mise en place d'un matériau collé.

Nous avons aussi vu que nombreux sont les articles qui se sont intéressés au collage et à la prédictibilité de ses performances cliniques quand il est soumis à une contamination par de l'eugénol.

Cependant, aujourd'hui, la multiplicité des conditions expérimentales et des protocoles mis en place n'a jamais été plus large. Et, alors que la quantité de données disponibles actuellement dans la littérature est si vaste, il n'existe aucun consensus clairement établi quant à une réelle influence néfaste de l'eugénol sur le collage dans des conditions cliniques.

#### **3.1. Présentation de l'expérimentation**

##### **3.1.1. But de l'expérience**

Le protocole élaboré ici, en se basant sur les résultats obtenus par Hume dans son travail de 1984 (2) et en puisant dans la littérature le meilleur des méthodes expérimentales employées, cherche à obtenir une réponse objective.

Il tentera de :

- Mettre en évidence une altération du collage composite sur des échantillons standardisés de dentine préalablement mis en contact avec une solution contenant de l'eugénol, par rapport à deux groupes témoins (sans imprégnation d'eugénol et eugénol pur).
- Mettre en évidence un éventuel lien entre le temps d'exposition à l'eugénol et les valeurs obtenues lors des tests de résistance à la traction, s'il s'avère que les valeurs obtenues lors des exercices de traction diminuent de manière significative après mise en contact avec de l'eugénol.

### 3.1.2. Déroulement de l'expérimentation

Ce protocole porte sur la simulation *in vitro* d'une situation clinique commune en odontologie omnipratique : le collage d'un composite après restauration dentaire provisoire au moyen d'un ZOE.

Le but de l'expérience n'étant pas de démontrer la supériorité d'un matériau de collage par rapport à un autre et pour limiter au maximum la complexité du protocole, il ne sera utilisé qu'un composite de restauration collé par un système adhésif M&R2. De même, bien que les contraintes exercées en situation réelle ne se cantonnent pas aux phénomènes de traction, seules ces contraintes seront étudiées pour évaluer la qualité du collage.

Les groupes tests subiront un collage à l'issue de leur phase d'imprégnation pour ensuite être testés en traction.

Les tests de traction seront des tests dits de micro-traction (microtensile bond strength ;  $\mu$ TBS). En effet, de nombreuses études suggèrent que l'évaluation de la résistance du collage au cisaillement (shear bond strength ; SBS) ainsi que les tests de traction conventionnels, ne mesurent pas avec précision les forces de liaison résine/dentine au-dessus de 25 MPa (81–83) or les systèmes adhésifs actuels dépassent aisément ces valeurs. Dans ce cas, la concentration des contraintes peut conduire à un taux élevé de fractures cohésives dans la dentine, laissant l'interface résine/dentine intacte.

Les groupes tests se verront opposés deux groupes témoins qui suivront le même processus :

- Un groupe témoin positif : pas de mise en contact des échantillons avec de l'eugénoL.
- Un groupe test négatif : mise en contact des échantillons avec de l'eugénoL pur.

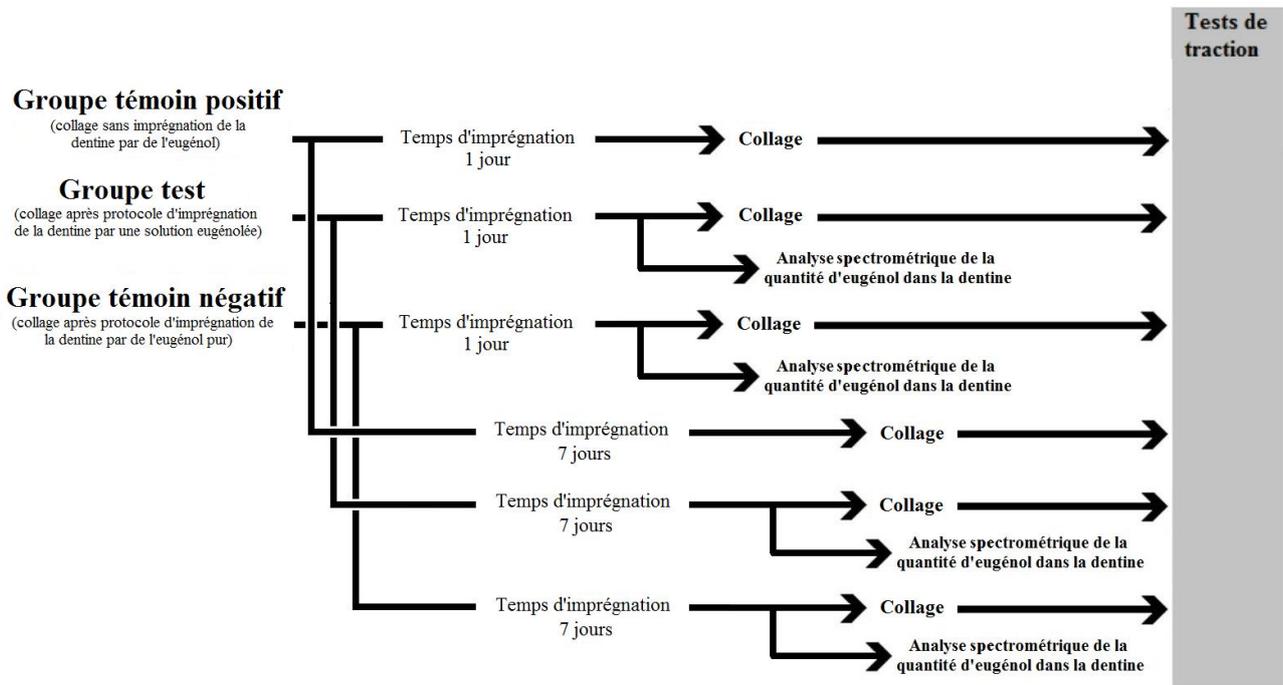


Figure 23 : Déroulement de l'expérimentation

### 3.1.3. Choix de la méthode d'imprégnation d'après l'expérience de HUME

Bien que citée en référence dans la majorité des articles scientifiques traitant d'une interaction possible entre l'eugénol et le collage, l'expérimentation menée par Hume en 1984 (2) sur la diffusion de l'eugénol dans la dentine n'a jamais été reproduite à l'identique.

Celle-ci, de par son modèle expérimental, tendait à se rapprocher au maximum des conditions cliniques de mise en place d'un matériau provisoire dans une cavité occlusale.

En effet, puisque l'eugénol est libéré par le ZOE sous l'influence d'un excès d'eau, via une réaction d'hydrolyse, Hume a monté ses échantillons de façon à ce que deux chambres hémicylindriques de plastique soient collées à la cire à chaque couronne comme montré dans la figure 4 (page 18).

Une solution aqueuse tamponnée au phosphate a été ajoutée dans chaque chambre pour qu'elle baigne séparément les surfaces dentinaires de la cavité occlusale et du plafond pulpaire, simulant respectivement la salive et le tissu pulpaire (2).

Cette méthode d'imprégnation de la dentine par l'eugénol offre un meilleur relargage d'eugénol par le ZOE et donc une plus grande concentration en eugénol dans la dentine (42).

Cette expérience menée par Hume a permis de démontrer qu'au contact d'un ZOE, le fluide transdentinaire est saturé en eugénol (à hauteur de 2,460 g/L soit  $1,5 \cdot 10^{-2}$  mol/L). On peut donc réaliser un protocole simplifié à l'extrême simulant un collage sur une dentine contaminée par de l'eugénol issu d'un ZOE en mettant à baigner directement des échantillons de dentine dans une solution aqueuse saturée en eugénol.

L'autre intérêt qu'il y a à procéder de cette manière, et non en faisant diffuser de l'eugénol depuis un ZOE, est que l'on élimine le risque d'avoir des restes de ciment, qui ont été désignés dans de nombreuses références comme étant, au moins en partie, responsables d'une baisse des valeurs d'adhésion.

Ainsi, seul l'effet de l'eugénol sur le collage sera évalué.

### 3.2. Protocole d'expérimentation: matériel et méthode

Des dents de sagesse et des molaires affectées ont été extraites avec le consentement de leurs donateurs des deux sexes. Après avoir été rincées à l'eau du robinet, elles sont stockées dans une solution de chloramine à 1% à 4°C (75). Les dents sont utilisées entre 1 et 6 mois après leur extraction.

Au moyen d'une scie à disque diamanté tournant à faible vitesse (Isomet™ Low Speed Saw 11-1180-160; Buehler®, fig. 24), les dents sont sectionnées sous la jonction émail/cément séparant la partie coronaire de la partie radiculaire en passant par la chambre pulpaire (fig. 25).

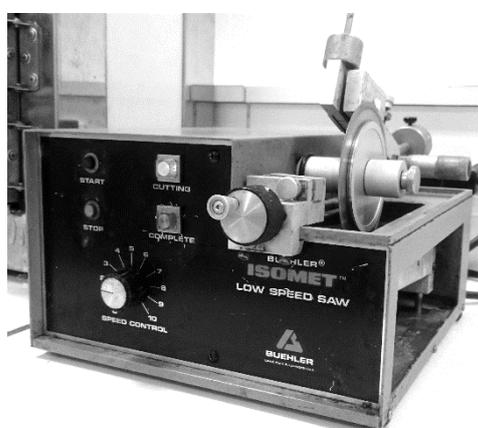


Figure 24 : Scie à disque diamantée faible vitesse

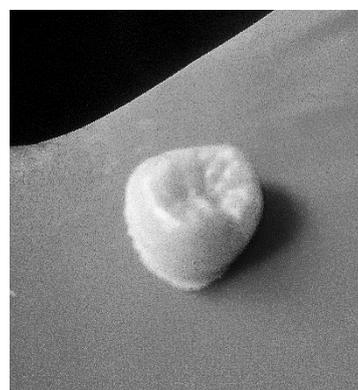


Figure 25 : échantillon sectionné sous la jonction émail/cément.

Dans la partie coronaire des dents, les restes de la pulpe ont été enlevés, et une large cavité occlusale a été creusée au moyen d'une fraise cylindrique diamantée montée sur une turbine sous spray d'eau pour ne pas surchauffer la dentine (fig. 26).



Figure 26 : échantillons préparés, avant la phase d'imprégnation

Les dents une fois préparées passent 24h dans un bain d'eau distillée afin d'éliminer la chloramine. Elles sont ensuite réparties aléatoirement en 6 groupes de tailles égales pour la phase d'imprégnation de la dentine selon un protocole simulant les résultats obtenus par Hume (2):

- **Groupe 1 : témoin positif à 1 jour** : mise en place des échantillons dans une solution sans eugénol pendant 1 jour avant séchage et restauration par une résine composite.
- **Groupe 2 : test à 1 jour** : mise en place des échantillons dans une solution aqueuse saturée en eugénol (2.460 g/L) pendant 1 jour avant séchage et restauration par une résine composite.
- **Groupe 3 : témoin négatif à 1 jour** : mise en place des échantillons dans de l'eugénol pur pendant 1 jour avant séchage et restauration par une résine composite.
- **Groupe 4 : témoin positif à 7 jours** : mise en place des échantillons dans une solution aqueuse sans eugénol pendant 7 jours avant séchage et restauration par une résine composite.
- **Groupe 5 : test à 7 jours** : mise en place des échantillons dans une solution aqueuse saturée en eugénol (2.460 g/L) pendant 7 jours avant séchage et restauration par une résine composite.
- **Groupe 6 : témoin négatif à 7 jours** : mise en place des échantillons dans de l'eugénol pur pendant 7 jours avant séchage et restauration par une résine composite.



Figure 27 : échantillons en phase d'imprégnation. Ici, les groupes 4, 5 et 6 soumis à une phase d'imprégnation de 7 jours.

A l'issue du temps d'imprégnation, les échantillons sont extraits des bains et séchés légèrement au moyen de papier absorbant et d'un spray d'air.

Deux échantillons par groupe sont prélevés pour analyse spectrofluorométrique (ou spectroinfrarouge) afin de mesurer la quantité d'eugénol dans la dentine (exception faite des groupes 1 et 4).

Les autres échantillons sont soumis à une restauration au composite au niveau de la cavité occlusale. Après séchage des cavités occlusales, un gel d'acide phosphorique à 35% (Scotchbond™ Universal Etchant ; Adper™ 3M ESPE) est appliqué pendant 15 secondes sur l'émail et la dentine.

Au terme des 15 secondes, le gel de mordantage est rincé abondamment au moyen d'un spray d'eau pendant 10 secondes. L'excès d'eau est éliminé avec une boulette de coton ou une mini-éponge sans dessécher la surface. Elle doit être brillante mais sans eau. Immédiatement après avoir retiré les excès d'eau, l'adhésif (Scotchbond™ Universal Adhesive; Adper™ 3M ESPE) (fig. 29) est appliqué avec une douce agitation pendant 15 secondes avec une microbrosse bien imprégnée. Un léger spray d'air est appliqué pendant 5 secondes pour faire évaporer le solvant. L'adhésif est photopolymérisé durant 10 secondes à pleine puissance.



Figure 28 : Conditionnement en dose unitaire du Scotchbond™ Universal Adhesive; Adper™ 3M ESPE

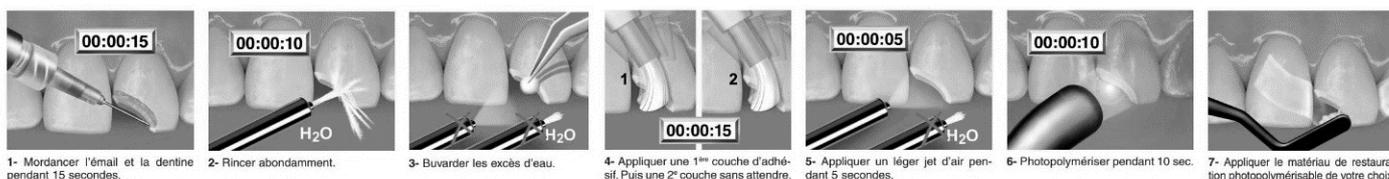


Figure 29 : Protocole de collage Scotchbond™ Universal Adhesive; Adper™ 3M ESPE

La cavité est ensuite obturée par des incréments successifs de composite (Filtek™ Bulk Fill; Adper™ 3M ESPE) de 2mm d'épaisseur maximum, photopolymérisés pendant 30 secondes chacun.



Figure 30 : Conditionnement du Filtek™ Bulk Fill; Adper™ 3M ESPE

Après montage du composite, les échantillons sont stockés dans le noir pour éviter toute photopolymérisation supplémentaire.

Les échantillons sont ensuite découpés en bâtonnets de section carrée d'1mm dans le sens du grand axe de la dent (afin de bénéficier de la rétention procurée par les orifices des tubuli dentinaires) par une scie diamantée programmable sous refroidissement à l'eau de manière à n'avoir que deux phases distinctes, la dentine d'un côté, le composite de l'autre (fig. 31 F, fig. 32)

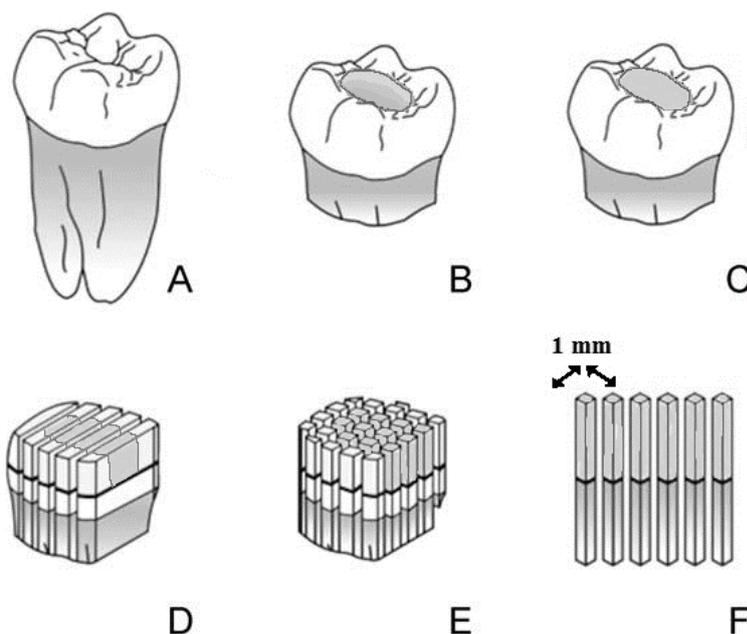


Figure 31 : Schémas expliquant la préparation des échantillons pour les tests de traction avec :

- A : molaire saine extraite.
- B : échantillon préparé pour la phase d'imprégnation avec section de la racine sous la jonction amélo-dentinaire et aménagement d'une large cavité occlusale.
- C : restauration composite de la cavité après la phase d'imprégnation.
- D et E : sections par scie diamantée vitesse lente sous spray d'eau.
- F : échantillons prêts pour les tests de traction, bâtonnets de section carrée d'1mm avec d'un côté le composite, de l'autre la dentine.

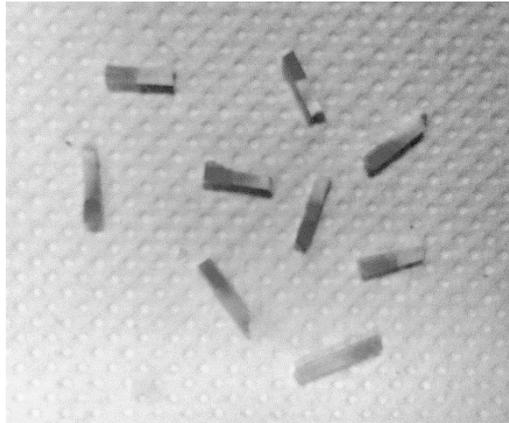


Figure 32 : bâtonnets de section d'1mm prêts pour les tests de traction.

La section de chaque bâtonnet est vérifiée avec précision à l'aide d'un pied à coulisse pour déterminer la surface de collage (Bonding Surface BSU en mm<sup>2</sup>, en théorie 1 mm<sup>2</sup>).

Ces bâtonnets sont alors montés dans une machine permettant de faire des tests de traction (TA.HDplus Texture Analyzer, Stable Micro Systems, cf. fig. 33) et soumis à une tension à la vitesse d'1.0 mm/min jusqu'à rupture. La force maximale (Fmax) est enregistrée, et les valeurs de microtension ( $\mu$ TBS) sont calculées en MPa selon la formule :  $\mu$ TBS = Fmax/BSU

Une valeur moyenne par dent est calculée.



Figure 33 : Analyseur de texture permettant de faire les tests de traction

Le mode de fracture de quelques échantillons pris au hasard est étudié en microscopie photonique à un grossissement de 50x pour être classé en 5 catégories :

- 1: fracture cohésive de la dentine
- 2: fracture entre l'adhésif et la dentine
- 3: fracture adhésive mixte
- 4: fracture entre l'adhésif et le composite
- 5: fracture cohésive du composite

Une analyse de la variance à deux voies (ANOVA) est réalisée pour déterminer l'existence de différences statistiques entre les valeurs de collage des groupes testés. Les résultats sont analysés à un degré de signification de 0,05.

### **3.3. Difficultés de réalisation du protocole.**

Initialement, l'objectif de ce travail était de mener à bien le protocole d'expérimentation élaboré précédemment. Pour de multiples raisons, les manipulations, pourtant entamées, n'ont pu aboutir. Cette partie a pour but de décrire les diverses difficultés rencontrées lors de la mise en œuvre de ce protocole expérimental.

#### **3.3.1. Récolte des échantillons**

Les tests de micro-traction ont l'avantage de nécessiter moins de matériel dentaire pour avoir un grand nombre d'échantillons. La principale difficulté réside dans l'exigence qu'il y a à ne récolter que des molaires et des dents de sagesse saines.

Seuls des problèmes parodontaux importants peuvent conduire à l'extraction de molaires indemnes de lésions carieuses ou de restaurations. Quant aux dents de sagesse, elles sont souvent découpées pour permettre leur extraction. Tout cela fait qu'il est assez long de récolter un nombre conséquent de dents.

En faisant appel à plusieurs praticiens ainsi qu'au service de stomatologie du C.H.U. de l'Hôtel Dieu de Nantes, près de 2 mois ont été nécessaires pour réunir un peu plus de 30 dents répondant aux critères.

#### **3.3.2. Intégration du L.I.O.A.D.**

La faculté de chirurgie dentaire de Nantes a cette chance qu'elle intègre en ses murs le Laboratoire d'Ingénierie Ostéo-Articulaire et Dentaire (L.I.O.A.D.), unité 971 de l'I.N.S.E.R.M. (Institut National de la Santé Et de la Recherche Médicale).

Ce laboratoire dispose de tous les instruments indispensables à la réalisation de cette expérimentation (scies diamantées, appareils de traction, spectromètres, microscopes...).

L'intégration en elle-même est très simple. Le service du décanat de la faculté d'odontologie établi une convention d'accueil précisant les modalités du stage. Cette convention est transmise pour signature par le directeur du L.I.O.A.D. ainsi que par le Doyen de la faculté de chirurgie dentaire de Nantes.

Cette convention ne donne droit qu'à **2 mois de stage**. En effet, d'après l'article L. 124-6 du code de l'éducation (85) « Lorsque la durée du stage ou de la période de formation en milieu professionnel au sein d'un même organisme d'accueil est supérieure à deux mois consécutifs ou, au cours d'une même année scolaire ou universitaire, à deux mois consécutifs ou non, le ou les stages ou la ou les périodes de formation en milieu professionnel font l'objet d'une gratification versée mensuellement dont le montant est fixé par convention de branche ou par accord professionnel étendu ou, à défaut, par décret, à un niveau minimal de 15 % du plafond horaire de la sécurité sociale défini en application de l'article L. 241-3 du code de la sécurité sociale. »

**Toutes les manipulations de laboratoire doivent donc être faites au cours de ces 2 mois** ce qui implique qu'un maximum de choses doit être prêt avant d'intégrer le laboratoire.

### **3.3.3. Commande des produits nécessaires**

Les produits nécessaires aux manipulations (chloramine, eugénol) doivent être commandés par le biais du laboratoire. Si les commandes partent régulièrement vers les fournisseurs, les délais de livraisons dépassent facilement la semaine, compliquant d'autant un planning déjà serré.

De même, les adhésifs et composites employés pour les manipulations doivent être fournis par un laboratoire sollicité au préalable.

Il est totalement exclu d'utiliser des produits du centre de soins dentaires qui sont achetés par l'administration hospitalière à la seule fin de soigner les patients.

### **3.3.4. Réalisation d'un semainier de manipulations**

Le protocole d'expérimentation mettant en place une phase d'imprégnation d'une durée incompressible, et le temps de stage étant limité, il est fortement conseillé de réaliser un semainier afin d'être le plus efficace possible.

### 3.3.5. Découpe des échantillons

La découpe se fait au moyen d'une scie à disque diamanté tournant à vitesse lente. Les échantillons doivent être coupés perpendiculairement à l'interface de collage en tranches d'1mm (81) d'épaisseur (fig. 34) en tenant compte de l'épaisseur du disque (0,3mm). Ces tranches sont ensuite découpées en bâtonnets (fig. 35).

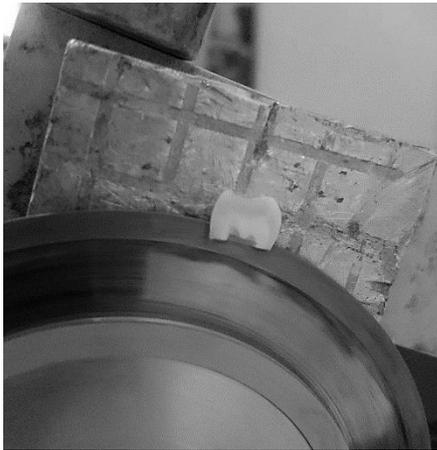


Figure 34 : *Découpe des échantillons en tranches d'1mm d'épaisseur*

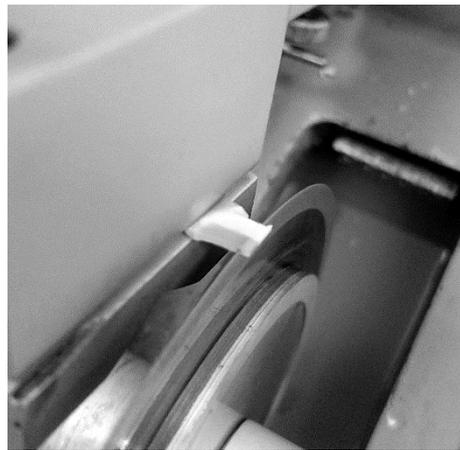


Figure 35 : *Découpe des échantillons en bâtonnets d'1mm<sup>2</sup> de section*

Pour éviter que les échantillons ne cassent pendant la découpe, le disque tourne à très faible vitesse. De la sorte, pour effectuer la découpe d'une seule tranche d'échantillon, il faut environ 20 minutes. La préparation des échantillons est donc une étape très chronophage.

Autre difficulté lors de cette étape, il est difficile de fixer l'échantillon pour l'étape de découpe en tranches. La dent est un objet irrégulier qu'il est complexe de maintenir. La solution retenue est de coller une face de la couronne préalablement aplanie à une plaque métallique à l'aide de colle cyanoacrylate.

Malgré les précautions prises, on constate un taux important de casse lors de cette étape.

Cette étape serait plus aisée avec une scie venant par le dessus de la dent, celle-ci étant posée sur une surface plane et ne nécessitant qu'une simple rotation à 90°.

### 3.3.6. Fixation des échantillons pour les tests de traction

La très faible taille des échantillons ( $1\text{mm} \times 1\text{mm} \times \approx 7\text{mm}$ ) rend la fixation dans la machine complexe et requiert une manipulation très délicate. Dans la littérature, différents dispositifs spécifiques sont employés à cette fin (81) tels que le :

- Dispositif Multi-T de Bencor (cf. fig. 36): il oppose deux surfaces planes sur des cylindres d'acier.
- Dispositif de Ciucchi (Ciucchi's jig) (cf. fig. 36): plus petit que le précédent, il oppose deux surfaces coplanaires sur lesquelles sont collés l'un des grand côté de l'échantillon.
- Dispositif de Geraldeli (Geraldeli's jig)

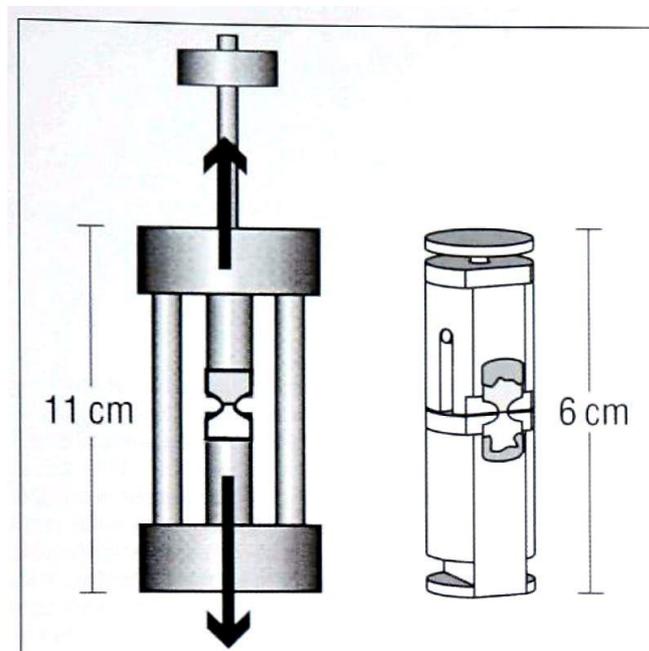


Figure 36 : Illustration schématique de deux dispositifs de test.  
Le dispositif Multi-T de Bencor (à gauche) et le dispositif de Ciucchi (à droite).  
D'après Pashley et Carvalho ; 1999 (81)

Ces dispositifs ont pour but d'assurer une distribution des forces en traction pure par rapport à l'interface de collage, ainsi qu'une répartition homogène des contraintes. Les échantillons sont collés à ces dispositifs au moyen de colle cyanoacrylate.

L'utilisation de colle cyanoacrylate implique que les échantillons doivent être soigneusement dégraissés à l'alcool car lors de la phase de découpe, ceux-ci tombent dans le bain lubrifiant de la scie vitesse lente.

Ces dispositifs ne sont pas commercialisés et doivent être fabriqués pour les besoins du test. De la sorte, certains sont des « améliorations » de dispositifs existants (86).

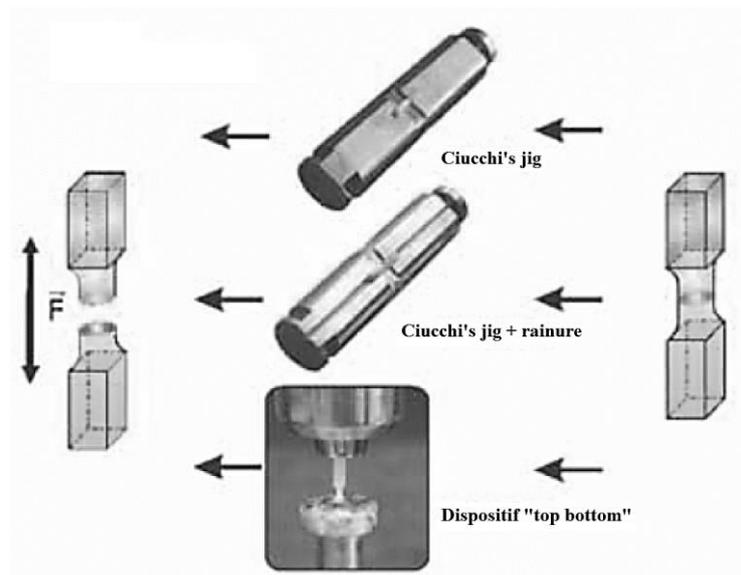


Figure 37 : Différents dispositifs de montage des échantillons pour des tests de traction.

- Le dispositif de Ciucchi
  - Le dispositif de Ciucchi avec une rainure pour augmenter la surface de collage de l'échantillon par la colle cyanoacrylate
  - Le dispositif « top bottom », proche du dispositif Multi-T de Bencor
- D'après Poitevin et De Munck ; 2007 (85)

Le L.I.O.A.D. ne possède pas ce genre de dispositifs. Plusieurs manières de monter les échantillons dans la machine de test ont donc été tentées afin de se rapprocher des paramètres imposés par de tels dispositifs :

- En maintenant les deux extrémités du bâtonnet par des mors.
- En collant avec de la colle cyanoacrylate les extrémités des bâtonnets sur une surface plane – soit au niveau de la section de l'échantillon (cf. fig. 38A), soit sur des surfaces coplanaires au niveau d'un des grand côté de l'échantillon (mimant le dispositif de Ciucchi) (cf. fig. 38B).
- En combinant une extrémité collée et une extrémité maintenue par des mors.
- En ajoutant de la colle cyanoacrylate au niveau des mors.

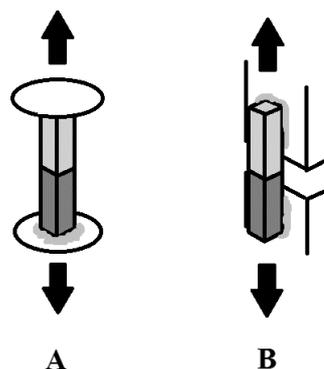


Figure 38 : deux méthodes testées pour fixer les échantillons au moyen de colle cyanoacrylate dans la machine de test.

### 3.3.7. Réalisation des tests de traction

Les valeurs d'adhésion maximales habituellement mesurées lors des tests de micro-tension se situent en moyenne aux alentours de 40 à 50 MPa (méga pascal) (37).

L'appareil utilisé pour réaliser les tests de traction est un analyseur de texture capable d'effectuer toutes sortes de tests mécaniques (TA.HDplus Texture Analyzer, Stable Micro Systems, cf. fig. 33). Cet appareil, d'après les spécifications techniques contenues dans le manuel, est capable d'une force maximale de 750 kg (soit 7,5 kilo Newton kN) avec le capteur adéquat, avec une résolution de force (c'est-à-dire une sensibilité) de 0,1g. Les contraintes peuvent être exercées par l'appareil selon une vitesse allant de 0,01 à 20 mm.s<sup>-1</sup>

$$1 \text{ MPa} = 10^6 \text{ Pa} = 1\,000\,000 \text{ Pa} = 1\,000\,000 \text{ N}\cdot\text{m}^{-2} = 1 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-2}$$

$$750 \text{ kg} = 7500 \text{ N} \rightarrow 100 \text{ g} = 1 \text{ N}$$

La force requise pour nos tests est donc au maximum de 40 à 50 N (la surface de collage ou BSU étant approximativement d'1 mm<sup>2</sup>) soit une force de 4 à 5 kg ce qui est largement à la portée de l'appareil.

Avant de pratiquer les tests de traction, il faut vérifier la calibration de la force de l'appareil au moyen de poids étalons et des instruments de calibration. Si la valeur affichée diffère de plus d'1% de l'étalon, il faut effectuer une nouvelle calibration.

La procédure est simple. Il suffit de mettre en place les instruments de calibration et de lancer la calibration depuis le logiciel Exponent (logiciel associé à l'appareil, entièrement en anglais) (cf. fig. 39).

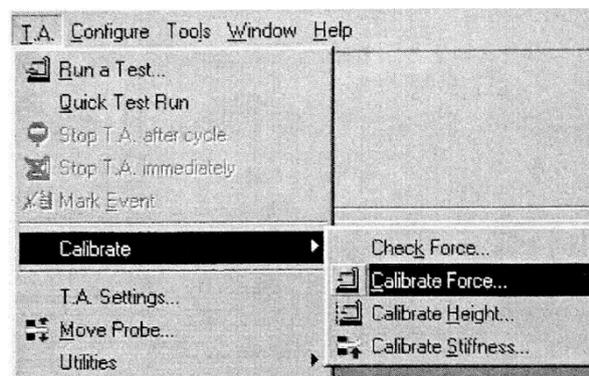


Figure 39 : Capture d'écran du logiciel Exponent montrant le lancement de la procédure de calibration de force du TA.HDplus

S'ensuit un écran demandant si la calibration doit rétablir les paramètres d'usine, ou bien si elle doit se faire selon un poids étalon choisi par l'utilisateur et mis en place dans l'appareil. La calibration s'effectue ensuite automatiquement.

Une fois l'appareil calibré, il faut définir les paramètres du test. Pour ce faire, il suffit de cliquer sur « T.A. Settings... » dans le menu T.A. (cf. fig. 39). La fenêtre suivante apparaît :

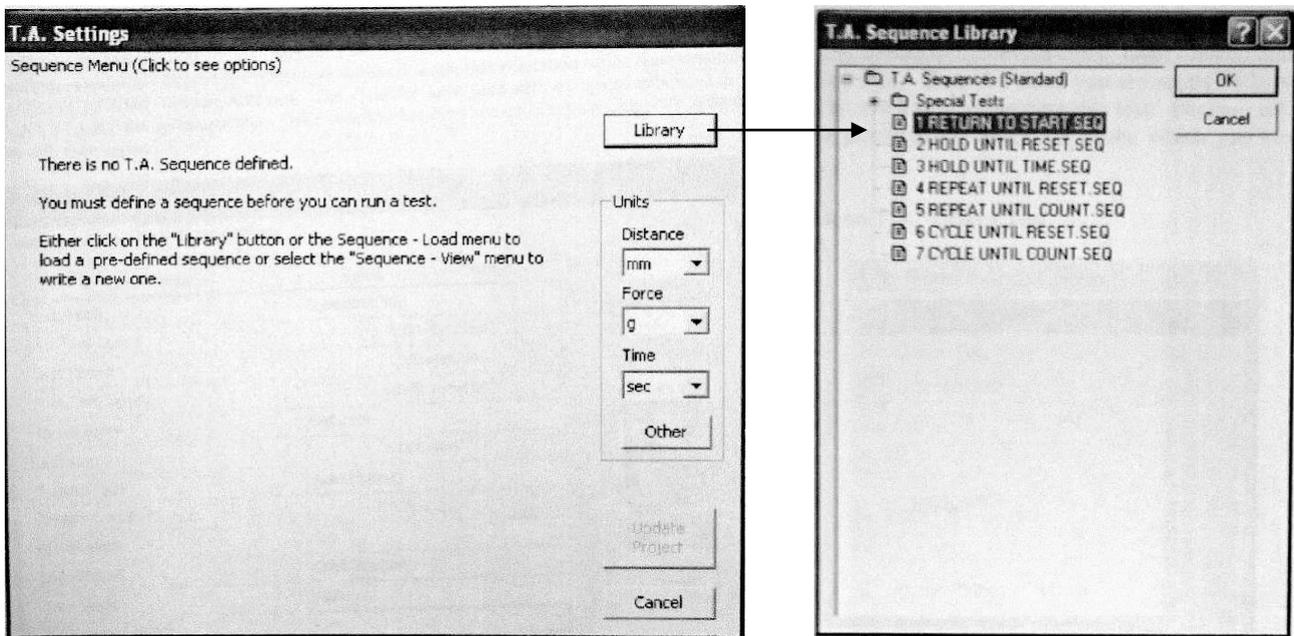


Figure 40 : Capture d'écran du logiciel Exponent montrant le choix de séquences de test pré-paramétrées

De nombreux tests pré-paramétrés sont disponibles dans la bibliothèque du logiciel (bouton Library). Une description du fonctionnement et de la finalité de chacun de ces tests est disponible dans le menu « Help – Library Tests Available ».

Comme base de travail pour nos tests, nous choisirons la séquence « 1 RETURN TO START SEQ ». Pour notre expérimentation, certains des paramètres préétablis doivent être modifiés dans les cases correspondantes (cf. fig. 41). Le paramètre « test mode » doit être réglé sur « traction », et le paramètre « test speed » doit être réglé à  $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ . Les unités de forces qui s'afficheront sur le graphique doivent être réglées sur « Newton » (il est possible de demander d'afficher les mesures en MPa, mais il faut paramétrer la surface testée, soit en théorie  $1 \text{ mm}^2$ ). Les autres paramètres peuvent être laissés tels quel.

Une fois le paramétrage effectué, cliquer sur « Update Project ». Tout est désormais prêt pour effectuer le test. Le lancement du test se fait via le menu « T.A. – Run a Test » ou bien en appuyant simplement sur F2, en ayant pris soin de placer au préalable l'échantillon dans la machine grâce aux divers dispositifs vus précédemment (cf. 3.3.6).

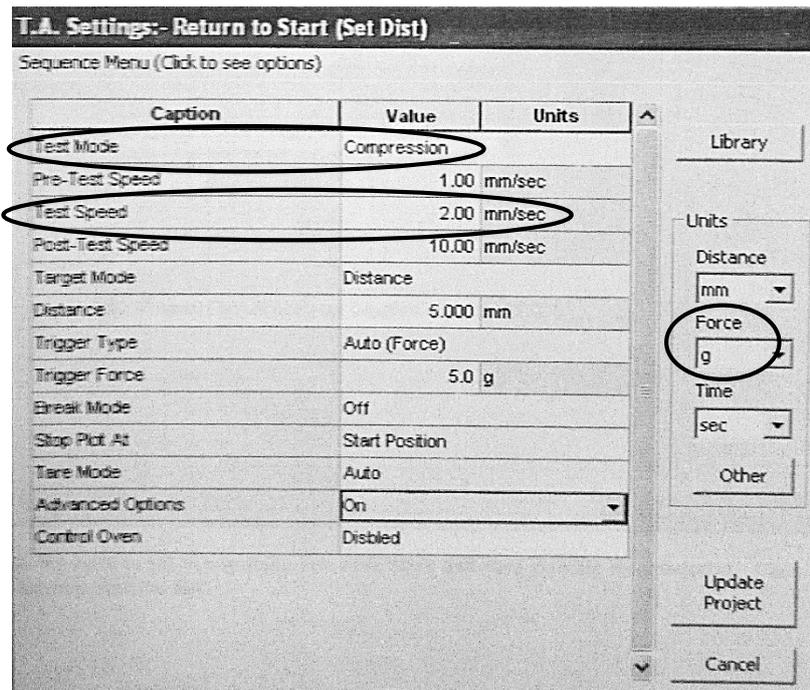


Figure 41 : Capture d'écran du logiciel Exponent montrant la fenêtre de réglage des paramètres de la séquence de test.

Un écran apparaît permettant de définir un titre à l'expérience, ainsi que l'emplacement de la sauvegarde. Une fois cela fait, cliquer sur OK. Le test se lance alors, et un graphique mesurant la force (en N ou en MPa) en fonction du temps commence à se tracer simultanément.

Les deux parties de la machine vont s'écarter à la vitesse programmée d'1 mm.min<sup>-1</sup> jusqu'à atteindre un écartement de 5 mm. Une fois cet écartement atteint (la fracture de l'échantillon doit s'être produite avant d'atteindre les 5 mm d'écartement), l'appareil revient dans sa position de départ. D'autres tests peuvent être menés à la suite, les enregistrements de forces se superposant alors sur le même graphique.

Pour plus détails concernant l'utilisation du TA.HDplus, se référer au manuel disponible dans le laboratoire ou bien sur le site internet de Stable Micro Systems.

### **3.4. Résultats attendus et discussion**

#### **3.4.1. Résultats attendus**

Etant donné les nombreuses difficultés rencontrées, en particulier en ce qui concerne la fixation des échantillons de manière convenable dans la machine de test, cette expérimentation n'a pu être menée à son terme.

Compte tenu de la quantité d'articles et de protocoles analysés afin de mettre en place cette expérimentation, il est tentant de faire des conjectures quant aux résultats attendus.

En effet, le haut pouvoir discriminant du test de micro-tension (37) a mis en évidence une influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage (42,54) et nous serions donc en droit de nous attendre à de tels résultats. A cela, on peut ajouter que la littérature a démontré l'absence d'influence d'un temps d'exposition prolongé à l'eugénol sur la réduction des valeurs d'adhésion (42,67).

De plus, le protocole élaboré pour la phase d'imprégnation d'après le résultats de Hume WR (2), permet, en théorie, d'obtenir des concentrations dentinaire en eugénol plus proches de la réalité clinique et donc une plus grande chance de révéler une influence néfaste de l'eugénol sur le collage

Néanmoins, nous avons vu que, pour de nombreux auteurs, la réduction des valeurs d'adhésion pouvait être, au moins en partie, imputable aux restes de ciment qui polluent la surface dentinaire (57–59,72,73). Or, l'expérimentation élaborée ici élimine ce paramètre fondamental et il n'a été trouvé aucun article dans la littérature faisant de même. Il n'est donc pas possible de prédire quels seraient les résultats obtenus par cette manipulation dont l'objectif est d'évaluer l'influence de l'eugénol seul.

### 3.4.2. Discussion

Un premier point discutable touche au substrat de collage. Dans un souci d'uniformité, il a été choisi d'élaborer un protocole n'utilisant que des dents saines et donc de ne faire des tests d'adhésion que sur de la dentine occlusale saine. Or, en situation clinique, la plupart des restaurations occlusales sont réalisées sur de la dentine affectée, voire sclérotique (dentine tertiaire) différente de la dentine saine (34). Le modèle d'expérimentation s'éloigne donc déjà de la réalité clinique.

D'après les méta-analyses réalisées sur la question des tests d'adhésion, le test de micro-tension fait office de référence (37,81,84). Malgré la minutie requise à sa mise en œuvre, il était donc indispensable que le protocole élaboré se base sur ce type de test. Ces mêmes méta-analyses démontrent que plus que tout autre facteur, c'est le manipulateur qui a la plus grande influence sur les résultats obtenus. N'ayant jamais fait ce type d'étude expérimentale auparavant et le protocole étant très complexe à mettre en œuvre, il est probable que de nombreuses erreurs de manipulations aient pu fausser les résultats. Il serait donc préférable que les manipulations soient réalisées par une personne ayant plus d'expérience dans le domaine des tests de laboratoire.

En ce qui concerne la technique d'imprégnation, si, en théorie, elle permet d'obtenir des concentrations dentinaire en eugénol plus proches de la réalité clinique, l'expérience n'ayant pu être menée à son terme, il n'a pas été possible d'effectuer l'analyse spectrométrique qui aurait permis de valider ou d'invalidier ce modèle expérimental.

L'absence de reconstitution du phénomène de "pulpal outflow" constitue aussi un manque du protocole. Or nous avons vu que celui-ci pouvait avoir une incidence (56,80). Le fluide transdentinaire contaminé ne s'écoule pas en direction de la cavité occlusale ce qui amène deux problèmes :

- Ce fluide participe en temps normal au maintien de la trame collagénique mise à nu par le mordantage, à l'instar du primaire d'adhésion. Bien que l'importance de ce phénomène ait été amenuisée avec les progrès constants fait dans le domaine des systèmes adhésifs, on peut supposer que la perte de cette action conduit à un léger affaissement du réseau collagénique et donc à une diminution des valeurs d'adhésion par réduction de l'épaisseur de la couche hybride.

- En condition de contamination par de l'eugénol, ce fluide n'est pas présent pour polluer la trame collagénique mise à nu. Cela peut conduire à légèrement améliorer l'adhésion de la résine composite à la dentine

Bien entendu, ces questions concernant le « pulpal outflow » ne se posent que pour des adhésifs en etch-and-rinse, puisque les systèmes auto-mordançants n'éliminent pas les boues dentinaires et laissent les orifices tubulaires obstrués par celles-ci.

## 4. Conclusion

L'eugénol est capable de quitter le ZOE, principalement sous l'action de l'hydrolyse que lui impose le fluide transdentinaire qui, en situation Clinique, vient baigner l'interface dentine/ZOE.

Ce fluide transdentinaire se retrouve donc chargé en eugénol selon un gradient de concentration allant d'une saturation en eugénol au contact du ZOE, soit  $1,5 \cdot 10^{-2}$  mol/L, à une concentration de l'ordre de  $10^{-4}$  mol/L dans l'espace pulpaire. C'est ce gradient de concentration qui est responsable des propriétés pharmaceutiques qui font de l'eugénol un matériau quasi incontournable dans la pratique dentaire, et ce depuis 1875.

L'élution de l'eugénol depuis un ZOE vers la dentine est maximale à 1 jour après sa mise en place, ce qui implique que le fluide transdentinaire est rapidement saturé en eugénol.

Il est prouvé que l'eugénol altère la polymérisation du méthacrylate de méthyle contenu dans les résines composites ainsi que dans les systèmes adhésifs, et ce sur une profondeur de quelque dizaines de micromètres, ce qui est bien au-delà de l'épaisseur moyenne de la couche hybride.

Si en théorie tout concorde à conclure à une influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage, en pratique il n'en est rien, et la multiplicité des paramètres à prendre en compte dans l'élaboration d'une expérimentation a conduit la littérature à produire de très nombreux résultats contradictoires.

En élaborant un protocole se basant sur les résultats obtenus par Hume en matière de concentration d'eugénol dans la dentine, en éliminant le facteur de l'influence des restes de ciment, et en évaluant la qualité du collage grâce aux tests de micro-tension qui sont les plus performants à ce jour pour ce type d'étude, le but était de voir de quel côté penche réellement la balance.

Malheureusement et par la faute d'un protocole plus complexe à mettre en œuvre qu'escompté, le travail reste à accomplir et la question reste en suspens : l'eugénol seul, à une concentration dentinaire en théorie similaire à celle relevée au contact d'un ZOE, a-t-il une influence significativement néfaste sur le collage d'une restauration composite réalisée dans des conditions les plus proches possible de la situation clinique ?

S'il s'avère que dans ces conditions expérimentales, l'eugénol a bel et bien une influence significativement néfaste sur le collage, alors la suite du travail sera de déterminer quels sont les moyens à mettre en œuvre pour éviter ce type d'interaction préjudiciable à la qualité des restaurations collées, qu'elles touchent le domaine de l'odontologie restauratrice, de la prothèse fixée, ou encore, de l'endodontie.

# Figures

Figure 1 : <i>Syzygium aromaticum</i> .....	13
Figure 2 : La molécule d'eugénol .....	14
Figure 3 : Tracé de la vitesse de libération de l'eugénol tritié depuis le ZOE dans une solution aqueuse par rapport au temps.....	17
Figure 4 : Représentation schématique du modèle expérimentale élaboré par Hume WR pour son travail de 1984.....	18
Figure 5 : Surface de dentine coronaire après curetage d'une lésion carieuse, vue en microscopie électronique à balayage.....	22
Figure 6 : Schématisation de la surface dentinaire après mordantage acide vue en coupe.....	23
Figure 7 : Surface de dentine mordancée à l'acide phosphorique vue en microscopie électronique à balayage. ....	23
Figure 8 : Coupe réalisée au niveau de la couche hybride, vue en microscopie électronique à balayage .....	24
Figure 9 : Schéma réalisé sur la base de la figure 8 mettant en évidence les différentes zones autour de la couche hybride. ....	24
Figure 10 : Représentation schématique de la polymérisation en chaîne ou polymérisation radicalaire.....	29
Figure 11: Phase d'initiation de la réaction de chémozopolymérisation. ....	30
Figure 12 : Exemple de thermogramme représentant la polymérisation d'un échantillon de MMA initiée par du PBO en présence d'eugénol à 0,2 mol% (E) ou sans eugénol (C).....	33
Figure 13: Description des différentes phases de la polymérisation d'un échantillon de MMA initiée par du BPO en présence d'eugénol à 0,2 mol%.....	35
Figure 14: Tracé du taux initial de polymérisation (IRP) en fonction de la concentration en eugénol (%mol) dans le système AIBN ou dans le système BPO .....	36
Figure 15 : Tracé de la période d'induction (IPt-IPc) en fonction de la concentration en eugénol (%mol) dans le système AIBN ou dans le système BPO .....	36
Figure 16 : Cartes de contour du module d'élasticité de deux échantillons, l'un issu du groupe témoin, l'autre d'un groupe test .....	38
Figure 17 : Schéma montrant les variations de densité des tubuli dentinaires en fonction de la localisation .....	39
Figure 18 : Comparaison des valeurs d'adhésion immédiates et après protocole de vieillissement, obtenues par les différents systèmes adhésifs. ....	43

Figure 19 : Conditionnement du Sealite® Regular, .....	56
Figure 20 : Conditionnement du Tubliseal®,.....	56
Figure 21 : Conditionnement du Tubliseal® en seringue auto mélangeuse pâte/pâte .....	56
Figure 22 : Quantité d'eugénol (en nmoles/mg de dentine sèche) de groupes exposés à un ZOE à diverses périodes et après traitement à l'acide phosphorique (H3PO4) ou à l'EDTA.....	66
Figure 23 : Déroulement de l'expérimentation .....	72
Figure 24 : Scie à disque diamantée faible vitesse.....	74
Figure 25 : Echantillon sectionné sous la jonction émail/cément. ....	74
Figure 26 : Echantillons préparés, avant la phase d'imprégnation .....	74
Figure 27 : Echantillons en phase d'imprégnation.....	75
Figure 28 : Conditionnement en dose unitaire du Scotchbond™ Universal Adhesive; Adper™ 3M ESPE .....	76
Figure 29 : Protocole de collage Scotchbond™ Universal Adhesive; Adper™ 3M ESPE .....	76
Figure 30 : Conditionnement du Filtek™ Bulk Fill; Adper™ 3M ESPE .....	77
Figure 31 : Schémas expliquant la préparation des échantillons pour les tests de traction avec : .....	77
Figure 32 : bâtonnets de section d'1mm prêts pour les tests de traction. ....	78
Figure 33 : Analyseur de texture permettant de faire les tests de traction .....	78
Figure 34 : Découpe des échantillons en tranches d'1mm d'épaisseur .....	82
Figure 35 : Découpe des échantillons en bâtonnets d'1mm <sup>2</sup> de section .....	82
Figure 36 : Illustration schématique de deux dispositifs de test. ....	83
Figure 37 : Différents dispositif de montage des échantillons pour des tests de traction. ....	84
Figure 38 : deux méthodes testées pour fixer les échantillons au moyen de colle cyanoacrylate dans la machine de test.....	84
Figure 39 : Capture d'écran du logiciel Exponent montrant le lancement de la procédure de calibration de force du TA.HDplus .....	85
Figure 40 : Capture d'écran du logiciel Exponent montrant le choix de séquences de test pré- paramétrées .....	86
Figure 41 : Capture d'écran du logiciel Exponent montrant la fenêtre de réglage des paramètres de la séquence de test.....	87

# Tableaux

Tableau 1 : Elution de l'eugénol (en nmoles/min) depuis le ZOE à la surface salivaire VS dans l'espace pulpaire sur dent humaine in vitro .....	19
Tableau 2: période d'induction corrigée (IPt-IPc) et taux initial de polymérisation (IRP) du MMA par le BPO et l'AIBN en présence d'eugénol. NP : pas de polymérisation après 6h de temps. ....	34
Tableau 3 : Comparaison des propriétés mécaniques des résines composites à différentes distances de l'interface ZOE-Résine. ....	38
Tableau 4: Auteurs concluants à l'absence d'influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en odontologie conservatrice. ....	45
Tableau 5: Auteurs concluants à une influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en odontologie conservatrice. ....	46
Tableau 6: Auteurs concluants à une influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en prothèse fixée. ....	52
Tableau 7 : Auteurs concluants à l'absence d'influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en prothèse fixée. ....	53
Tableau 8 : Auteurs concluants à une influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en endodontie. ....	58
Tableau 9 : Auteurs concluants à l'absence d'influence significativement néfaste de l'eugénol sur le collage en endodontie. ....	60
Tableau 10 : Liste des paramètres à déterminer dans l'élaboration d'un protocole expérimental visant à évaluer la qualité d'un collage dentinaire. ....	69

# Références Bibliographiques

**1. FLAGG JF.**

Dental pathology and therapeutics.  
Dent Cosm. 1876; **18**:1-6.

**2. HUME WR.**

An analysis of the release and the diffusion through dentin of eugenol from zinc oxide-eugenol mixtures.  
J Dent Res. 1984; **63**(6):881-4.

**3. MERR L, PERRY LM.**

Syzygium aromaticum.  
Köhler's Medizinal-Pflanzen, Gustav Pabst, 1887.

**4. LAWLESS J.**

The illustrated encyclopedia of essential oils: the complete guide to the use of oils in aromatherapy and herbalism. New edition.  
Shaftesbury, Element Books, 1998, 256 p.

**5. O'NEIL MJ.**

The Merck index: an encyclopedia of chemicals, drugs, and biologicals.  
Whitehouse Station, NJ: Merck and Co. Inc., 2006, 665 p.

**6. MP BIOMEDICALS.**

Eugenol [Internet].  
<http://www.mpbio.com/product.php?pid=02106376&country=73>

**7. YALKOWSKY SH, HE Y, JAIN P.**

Handbook of aqueous solubility data. 2ème ed.  
Boca Raton, CRC Press, 2010, 1622 p.

**8. GILLOAO, HOLLEY RA.**

Disruption of Escherichia coli, Listeria monocytogenes and Lactobacillus sakei cellular membranes by plant oil aromatics.  
Int J Food Microbiol. 2006; **108**(1):1-9.

**9. BURT S.**

Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods - a review.  
Int J Food Microbiol. 2004; **94**(3):223-53.

**10. COLAT-PARROS J, JORDANA F, CHOSSAT P.**

Les ciments dentaires.  
Livre de la Société Francophone des Biomatériaux Dentaires (SFBD); 2011.  
<http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap19/site/html/cours.pdf>

**11. HUME WR.**

In vitro studies on the local pharmacodynamics, pharmacology and toxicology of eugenol and zinc oxide-eugenol.  
Int Endod J. 1988; **21**(2):130-4.

- 12. WILSON AD, BATCHELOR RF.**  
Zinc oxide-eugenol cements: II. Study of erosion and disintegration.  
J Dent Res. 1970; **49**(3):593–8.
- 13. BECKER RM, HUME WR, WOLINKSY LE.**  
Release of eugenol from mixtures of ZOE in vitro.  
J Pedod. 1983; **8**(1):71–7.
- 14. NEWMAN MG, HULEM C, COLGATE J, ANSELMO C.**  
Antibacterial susceptibility of plaque bacteria.  
J Dent Res. 1979; **58**(7):1722–32.
- 15. HUME WR.**  
Effect of eugenol on respiration and division in human pulp, mouse fibroblasts, and liver cells in vitro.  
J Dent Res. 1984; **63**(11):1262–5.
- 16. GLASS RL, ZANDER HA.**  
Pulp healing.  
J Dent Res. 1949; **28**(2):97–107.
- 17. HENSTEN-PETTERSEN A, HELGELAND K.**  
Evaluation of biologic effects of dental materials using four different cell culture techniques.  
Scand J Dent Res. 1977; **85**(4):291–6.
- 18. OZEKI M.**  
The effects of eugenol on the nerve and muscle in crayfish.  
Comp Biochem Physiol C. 1975; **50**(2):183–91.
- 19. KOZAM G.**  
The effect of eugenol on nerve transmission.  
Oral Surg Oral Med Oral Pathol. 1977; **44**(5):799–805.
- 20. TROWBRIDGE H, EDWALL L, PANOPOULOS P.**  
Effect of zinc oxide-eugenol and calcium hydroxide on intradental nerve activity.  
J Endod. 1982; **8**(9):403–6.
- 21. DEWHIRST FE.**  
Structure-activity relationships for inhibition of prostaglandin cyclooxygenase by phenolic compounds.  
Prostaglandins. 1980; **20**(2):209–22.
- 22. AWAJA F, GILBERT M, KELLY G et coll.**  
Adhesion of polymers.  
Prog Polym Sci. 2009; **34**(9):948–68.
- 23. GORACCI C, GRANDINI S, BOSSU M et coll.**  
Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: a review.  
J Dent. 2007; **35**(11):827–35.

- 24. VAN MEERBEEK B, VARGAS S, INOUE S et coll.**  
Adhesives and cements to promote preservation dentistry.  
Oper Dent. 2001; (Supplement 6):119–44.
- 25. VAN MEERBEEK B, DE MUNCK J, YOSHIDA Y et coll.**  
Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges.  
Oper Dent Univ Wash. 2003; **28**(3):215–35.
- 26. DEGRANGE M.**  
Les systèmes adhésifs amélo-dentinaires.  
Réal Clin. 2005; **16**(4):327–48.
- 27. PASHLEY DH, CARVALHO RM.**  
Dentine permeability and dentine adhesion.  
J Dent. 1997; **25**(5):355–72.
- 28. WATANABE I, NIKAIDO T, NAKABAYASHI N.**  
Effect of adhesion promoting monomers on adhesion to ground dentin.  
Shika Zair Kikai J. 1990; **9**(6):888–93.
- 29. RASKIN A, SALOMON JP, SABBAGH J.**  
Les résines composites.  
Livre de la Société Francophone des Biomatériaux Dentaires (SFBD); 2011.  
<http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap10/site/html/cours.pdf>
- 30. TAIRA J, IKEMOTO T, YONEYA T, HAGI A et coll.**  
Essential oil phenyl propanoids. Useful as .OH scavengers?  
Free Radic Res Commun. 1992; **16**(3):197–204.
- 31. TANG YZ, LIU ZQ.**  
Insight into the free-radical-scavenging mechanism of hydroxyl-substituent Schiff bases in the free-radical-induced hemolysis of erythrocytes.  
Cell Biochem Funct. 2007; **25**(6):701–10.
- 32. FUJISAWA S, KADOMA Y.**  
Action of eugenol as a retarder against polymerization of methyl methacrylate by benzoyl peroxide.  
Biomaterials. 1997; **18**(9):701–3.
- 33. HE LH, PURTON DG, SWAIN MV.**  
A suitable base material for composite resin restorations: zinc oxide eugenol.  
J Dent. 2010; **38**(4):290–5.
- 34. MARSHALL GW, MARSHALL SJ, KINNEY JH, BALOOCH M.**  
The dentin substrate: structure and properties related to bonding.  
J Dent. 1997; **25**(6):441–58.
- 35. LABORATOIRE DENTSPLY.**  
Mode d'emploi de l'IRM. 2006.  
Dentsply International, York
- 36. VREVEN J, RASKIN A, SABBAGH J et coll.**  
Résines composites.  
Encycl Med Chir (Paris), Odontologie, 23-065-E-10, 2005.

- 37. DE MUNCK J, MINE A, POITEVIN A et coll.**  
Meta-analytical review of parameters involved in dentin bonding.  
J Dent Res. 2012; **91**(4):351–7.
- 38. PEUTZFELDT A, ASMUSSEN E.**  
Influence of eugenol-containing temporary cement on bonding of self-etching adhesives to dentin.  
J Adhes Dent. 2006; **8**(1):31–4.
- 39. LEIRSKAR J, NORDBØ H.**  
The effect of zinc oxide-eugenol on the shear bond strength of a commonly used bonding system.  
Endod Dent Traumatol. 2000; **16**(6):265–8.
- 40. PEUTZFELDT A, ASMUSSEN E.**  
Influence of eugenol-containing temporary cement on efficacy of dentin-bonding systems.  
Eur J Oral Sci. 1999; **107**(1):65–9.
- 41. GANSS C, JUNG M.**  
Effect of eugenol-containing temporary cements on bond strength of composite to dentin.  
Oper Dent. 1998; **23**(2):55–62.
- 42. KOCH T, PEUTZFELDT A, MALINOVSKII V et coll.**  
Temporary zinc oxide-eugenol cement: eugenol quantity in dentin and bond strength of resin composite.  
Eur J Oral Sci. 2013; **121**(4):363–9.
- 43. SILVA JPL, QUEIROZ DM, AZEVEDO LH et coll.**  
Effect of eugenol exposure time and post-removal delay on the bond strength of a self-etching adhesive to dentin.  
Oper Dent. 2011; **36**(1):66–71.
- 44. CARVALHO CN, DE OLIVEIRA BAUER JR, LOGUERCIO AD, REIS A.**  
Effect of ZOE temporary restoration on resin-dentin bond strength using different adhesive strategies.  
J Esthet Restor Dent. 2007; **19**(3):144–53.
- 45. SALAMA FS.**  
Influence of zinc-oxide eugenol, formocresol, and ferric sulfate on bond strength of dentin adhesives to primary teeth.  
J Contemp Dent Pract. 2005; **6**(3):14–21.
- 46. YAPAUJ, SHAH KC, LOH ET et coll.**  
Influence of ZOE temporary restorations on microleakage in composite restorations.  
Oper Dent. 2002; **27**(2):142–6.
- 47. YAPAU, SHAH KC, LOH ET et coll.**  
Influence of eugenol-containing temporary restorations on bond strength of composite to dentin.  
Oper Dent. 2001; **26**(6):556–61.
- 48. SANTOS GC, SANTOS MJMC.**  
Selecting a temporary cement: a case report.  
Dent Today. 2012; **31**(3):96–9.

- 49. CAMPS J, ABOUT I, GOUIRAND S, FRANQUIN JC.**  
Dentin permeability and eugenol diffusion after full crown preparation.  
Am J Dent. 2003; **16**(2):112–6.
- 50. CHERON R, DEGRANGE M.**  
Colles et ciments. S’y retrouver et choisir.  
Inf Dent. 2007; **89**(4):127–36.
- 51. HAUTE AUTORITE DE SANTE.**  
Reconstitution d’une dent par matériau incrusté (Inlay-Onlay).  
Rapport d’évaluation technologique. 2009 Juil.  
[http://www.has-sante.fr/portail/upload/docs/application/pdf/2009-10/texte\\_court\\_inlay\\_onlay.pdf](http://www.has-sante.fr/portail/upload/docs/application/pdf/2009-10/texte_court_inlay_onlay.pdf)
- 52. DEJOU J.**  
Comprendre les composites de scellement et de reconstitution.  
Clinic (Paris). 2006; **27**(5):23–6.
- 53. HASHIEH IA, CAMPS J, DEJOU J, FRANQUIN JC.**  
Eugenol diffusion through dentin related to dentin hydraulic conductance.  
Dent Mater. 1998; **14**(4):229–36.
- 54. RIBEIRO JCV, COELHO PG, JANAL MN et coll.**  
The influence of temporary cements on dental adhesive systems for luting cementation.  
J Dent. 2011; **39**(3):255–62.
- 55. FIORI-JÚNIOR M, MATSUMOTO W, PORTO-NETO ST et coll.**  
Effect of temporary cements on the shear bond strength of luting cements.  
J Appl Oral Sci. 2010; **18**(1):30–6.
- 56. PAUL SJ, SCHÄRER P.**  
Effect of provisional cements on the bond strength of various adhesive bonding systems on dentine.  
J Oral Rehabil. 1997; **24**(1):8–14.
- 57. BAGIS B, BAGIS YH, HASANREISOĞLU U.**  
Bonding effectiveness of a self-adhesive resin-based luting cement to dentin after provisional cement contamination.  
J Adhes Dent. 2011; **13**(6):543–50.
- 58. ERKUT S, KÜÇÜKESMEN HC, EMINKAHYAGIL N et coll.**  
Influence of previous provisional cementation on the bond strength between two definitive resin-based luting and dentin bonding agents and human dentin.  
Oper Dent. 2007; **32**(1):84–93.
- 59. ABOHAMAR S, FEDERLIN M, HILLER K, FRIEDL K, SCHMALZ G.**  
Effect of temporary cements on the bond strength of ceramic luted to dentin.  
Dent Mater. 2005; **21**(9):794–803.
- 60. SIMON S, MACHTOU P, PERTOT W.**  
Endodontie  
CdP, Rueil Malmaison, 2015, 1347 p.

- 61. JORDANA F, CHOSSAT P, COLAT-PARROS J.**  
Les ciments de scellement canalaire.  
Livre de la Société Francophone des Biomatériaux Dentaires (SFBD); 2011.  
<http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap21/site/html/cours.pdf>
- 62. LEE K-W, WILLIAMS MC, CAMPS JJ, PASHLEY DH.**  
Adhesion of endodontic sealers to dentin and gutta-percha.  
J Endod. 2002; **28**(10):684–8.
- 63. ZHOU H, SHEN Y, ZHENG W et coll.**  
Physical properties of 5 root canal sealers.  
J Endod. 2013; **39**(10):1281–6.
- 64. LABORATOIRES PIERRE ROLLAND.**  
Mode d'emploi du Sealite Regular.  
Acteon Pharma, Mérignac, 2015.
- 65. ALEISA K, ALGHABBAN R, ALWAZZAN K, MORGANO SM.**  
Effect of three endodontic sealers on the bond strength of prefabricated fiber posts luted with three resin cements.  
J Prosthet Dent. 2012; **107**(5):322–6.
- 66. CECCHIN D, FARINA AP, SOUZA MA et coll.**  
Effect of root canal sealers on bond strength of fibreglass posts cemented with self-adhesive resin cements.  
Int Endod J. 2011; **44**(4):314–20.
- 67. DIAS LLL, GIOVANI AR, SILVA SOUSA YTC et coll.**  
Effect of eugenol-based endodontic sealer on the adhesion of intraradicular posts cemented after different periods.  
J Appl Oral Sci Rev FOB. 2009; **17**(6):579–83.
- 68. MENEZES MS, QUEIROZ EC, CAMPOS RE et coll.**  
Influence of endodontic sealer cement on fibreglass post bond strength to root dentine.  
Int Endod J. 2008; **41**(6):476–84.
- 69. HAGGE MS, WONG RDM, LINDEMUTH JS.**  
Retention strengths of five luting cements on prefabricated dowels after root canal obturation with a zinc oxide/eugenol sealer: 1. Dowel space preparation/cementation at one week after obturation.  
J Prosthodont. 2002; **11**(3):168–75.
- 70. NGOH EC, PASHLEY DH, LOUSHINE RJ et coll.**  
Effects of eugenol on resin bond strengths to root canal dentin.  
J Endod. 2001; **27**(6):411–4.
- 71. AGGARWAL V, SINGLA M, MIGLANI S, KOHLI S.**  
Effect of different root canal obturating materials on push-out bond strength of a fiber dowel.  
J Prosthodont. 2012; **21**(5):389–92.
- 72. MANICARDI CA, VERSIANI MA, SAQUY PC, PECORA JD, DE SOUSA-NETO MD.**  
Influence of filling materials on the bonding interface of thin-walled roots reinforced with resin and quartz fiber posts.  
J Endod. 2011; **37**(4):531–7.

- 73. DEMIRYÜREK EO, KÜLÜNK S, YÜKSEL G et coll.**  
Effects of three canal sealers on bond strength of a fiber post.  
J Endod. 2010; **36**(3):497–501.
- 74. SCHWARTZ RS, MURCHISON DF, WALKER WA.**  
Effects of eugenol and noneugenol endodontic sealer cements on post retention.  
J Endod. 1998; **24**(8):564–7.
- 75. ZHENG T, HUANG C, ZHANG Z et coll.**  
Influence of storage methods on microtensile bond strength of dentin adhesive system.  
Shanghai Kou Qiang Yi Xue. 2005; **14**(2):147–50.
- 76. TERATA R, NAKASHIMA K, OBARA M, KUBOTA M.**  
Characterization of enamel and dentin surfaces after removal of temporary cement - effect of temporary cement on tensile bond strength of resin luting cement.  
Dent Mater J. 1994; **13**(2):148–54.
- 77. CHAIYABUTR Y, KOIS JC.**  
The effects of tooth preparation cleansing protocols on the bond strength of self-adhesive resin luting cement to contaminated dentin.  
Oper Dent. 2008; **33**(5):556–63.
- 78. FRANKENBERGER R, LOHBAUER U, TAY FR et coll.**  
The effect of different air-polishing powders on dentin bonding.  
J Adhes Dent. 2007; **9**(4):381–9.
- 79. PETERS O, GÖHRING TN, LUTZ F.**  
Effect of eugenol-containing sealer on marginal adaptation of dentine-bonded resin fillings.  
Int Endod J. 2000; **33**(1):53–9.
- 80. KIELBASSA AM, ATTIN T, HELLWIG E.**  
Diffusion behavior of eugenol from zinc oxide-eugenol mixtures through human and bovine dentin in vitro.  
Oper Dent. 1997; **22**(1):15–20.
- 81. PASHLEY DH, CARVALHO RM, HIDEHIKO S et coll.**  
The microtensile bond strength: a review.  
J Adhes Dent. 1999; **1**(4):299–309.
- 82. DELLA BONA A, VAN NOORT R.**  
Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic.  
J Dent Res. 1995; **74**(9):1591–6.
- 83. SIRISHA K, RAMBABU T, SHANKAR YR, RAVIKUMAR P.**  
Validity of bond strength tests: a critical review: part I.  
J Conserv Dent JCD. 2014; **17**(4):305–11.
- 84. FRANCE.**  
Code de l'éducation. Article L. 124-6 Créé par LOI n° 2014-788 du 10 juillet 2014 article 1.  
JORF n°0159 du 11 juillet 2014 p. 11491

**85. POITEVIN A, DE MUNCK J, VAN LANDUYT K et coll.**

Influence of three specimen fixation modes on the micro-tensile bond strength of adhesives to dentin.

Dent Mater J. 2007; **26**(5):694–9.

**86. SIRISHA K, RAMBABU T, RAVISHANKAR Y, RAVIKUMAR P.**

Validity of bond strength tests: a critical review: part II.

J Conserv Dent JCD. 2014; **17**(5):420–6.

**87. PASHLEY DH, SANO H, CIUCCHI B et coll.**

Adhesion testing of dentin bonding agents: a review.

Dent Mater. 1995; **11**(2):117–25.

**PIGEON (Valentin).** – Eugénol et collage : interactions – X f. ; 41 ill. ; 10 tabl. ; 87 ref. ; 30 cm.  
(Thèse : Chir. Dent. ; Nantes ; 2015)

**RESUME :**

Depuis 1875, l'eugénol est un produit couramment utilisé en pratique dentaire, principalement sous la forme de ciments oxyde de zinc-eugénol (ZOE).

Les composites, associés à des adhésifs, sont eux aussi des matériaux incontournables depuis ces dernières décennies, et ce dans de nombreux domaines tels que l'odontologie restauratrice, l'endodontie ou la prothèse fixée.

Les situations dans lesquelles on peut être amené à coller une résine composite sur un substrat pollué par de l'eugénol sont donc nombreuses.

Or, s'il est prouvé que l'eugénol inhibe la réaction de polymérisation des composites, les études menées sur ce sujet ne permettent pas d'établir un consensus quant à une interaction significativement néfaste de l'eugénol avec le collage en situation clinique.

Ceci est dû à la grande variété d'expérimentations menées.

Il était donc intéressant d'élaborer un protocole faisant la synthèse des paramètres expérimentaux afin d'évaluer l'influence de l'eugénol sur le collage.

**RUBRIQUE DE CLASSEMENT :** Odontologie restauratrice

**MOTS CLES MESH :**

Collage Dentaire / Dental Bonding

Eugénol / Eugenol

Résistance à la Traction / Tensile Strength

Résines Composites / Composites Resins

Ciment Eugénol-Oxyde de Zinc / Zinc Oxide-Eugenol Cement

**JURY :**

Président : Professeur WEISS P.

Assesseur : Docteur JORDANA F.

Directeurs : Docteur MARION D.

Docteur BODIC F.

**ADRESSE DE L'AUTEUR :**

21 Quai Magellan, 44000, NANTES

[la\\_paloma@hotmail.fr](mailto:la_paloma@hotmail.fr)