

Optimisation des procédures de collage de résines composites sur la dentine humaine par application de plasma à pression atmosphérique : étude in vitro

Thibault CANCEILL^{1,2,3}, Rodolphe BISTON¹, Djakaou IYA-SOU^{1,4}, Antoine DUBUC^{3,5}, Sarah COUSTY^{1,3,5}, Nofel MERBAHI¹

¹ LAPLACE, Université de Toulouse, CNRS, INPT, UPS, 118 Route de Narbonne, 31062 Toulouse, France. ² InCOMM (Intestine ClinicOralomics Microbiota & Metabolism), UMR1297 Inserm/University of Toulouse, French Institute of Metabolic and Cardiovascular Diseases (i2MC), 1 avenue Jean Poulhès, 31400 Toulouse, France. ³ Toulouse University Hospital, Dental and Oral Medicine department, 3 chemin des Maraichers, 31400 Toulouse, France. ⁴ Department of Chemical Engineering, School of Chemical Engineering and Mineral Industries, University of Ngaoundere, BP 454, Ngaoundéré, Cameroon. ⁵ I2SO Institut de Simulation en Santé Orale - Institute of Simulation in Oral Healthcare, University of Toulouse, 3 chemin des Maraichers, 31400 Toulouse, France.

RESUME - Cette étude explore l'utilisation d'un jet plasma à pression atmosphérique pour améliorer l'adhésion des résines composites sur la dentine humaine. Le plasma est appliqué sur la surface dentinaire pour modifier ses propriétés physico-chimiques. Nos résultats montrent une augmentation significative de la résistance au cisaillement à permettant de définir des distances et durées d'application optimales. Ces observations sont corroborées par des modifications morphologiques de la surface, notamment une ouverture plus importante des tubuli dentinaires, confirmées par microscopie électronique à balayage. Cette technique prometteuse pourrait améliorer la durée de vie des restaurations dentaires.

Mots-clés—Plasma ; Biomatériaux dentaires ; Dentine ; Odontologie.

1. INTRODUCTION

La dent est un organe complexe composé principalement d'une matrice minérale. Parmi les tissus qui la composent, on retrouve la dentine, structure perméable faite de cristaux d'hydroxyapatite et de fibres de collagène, le tout agencés autour de tubules [1]. Lors de la survenue d'une atteinte carieuse, une destruction tissulaire se produit et conduit à la création d'une cavité sur la dent. Lors de la mise en œuvre d'un traitement restaurateur, le chirurgien-dentiste peut choisir d'appliquer une résine composite dont le protocole de mise en œuvre est rigoureux. Après curetage de la carie, les surfaces de tissus sont mordancées à l'acide orthophosphorique puis une résine adhésive est appliquée pour servir de liant entre la dent et la résine composite de restauration. Cet adhésif, en imprégnant le réseau de collagène et les tubules, forme un réseau tridimensionnel de polymères ancré mécaniquement sur la surface tissulaire [2]. Les restaurations en résine composite sont très esthétiques et suffisamment résistantes pour supporter les charges occlusales dans la cavité. Cependant, malgré le strict respect des étapes d'application, la survie au long cours de ces biomatériaux montre des limites, l'apparition de caries secondaires étant la principale cause d'échec. Plusieurs solutions ont déjà été envisagées pour tenter d'enrayer ce phénomène comme l'utilisation d'inhibiteurs enzymatiques de la dégradation du collagène ou l'utilisation d'adhésifs

antibactériens. Une des solutions émergentes et prometteuses pour tenter d'améliorer l'adhésion de l'interface dentine/résine est l'application de plasma froid à pression atmosphérique (abrégé CAP pour « *Cold Atmospheric Plasma* ») sur la surface dentinaire. Considéré comme le 4^{ème} état de la matière, le plasma est généré par application d'un apport d'énergie – généralement électrique – dans un milieu gazeux, afin de le charger en espèces ioniques, électrons à haute énergie ou encore radicaux libres. Son utilisation sous forme de jet implique la circulation d'un gaz (hélium ou argon en général) dans un tube contenant deux électrodes métalliques. Une d'entre-elles est connectée à la tension et l'autre à la terre de façon à générer une différence de potentiel qui permette d'ioniser le gaz. L'application de ce plasma sur la dentine respecte une température inférieure à 37,5°C donc est très compatible avec la santé des tissus humains. Les premières publications déjà parues concernant l'utilisation d'un tel dispositif sur la dentine montrent que le plasma peut modifier la surface du tissu sans causer de dommages [3-5].

L'objectif de cette étude est donc d'étudier l'influence sur l'adhésion dent/matériau de l'application d'un jet plasma sur des surfaces dentinaires. L'hypothèse nulle est que l'application de CAP sur la dentine ne modifie pas la résistance de l'interface dent/restauration.

2. MATERIELS ET METHODES

2.1 Traitement plasma

Un dispositif de jet plasma miniaturisé, conçu au laboratoire LAPLACE (CNRS/Université de Toulouse, Toulouse, France) a été utilisé dans le cadre de cette étude. Le plasma est généré par le passage, via un tube en quartz de 22mm de long et de 4mm de diamètre, d'un flux d'Hélium entre deux électrodes en aluminium de dimensions 10x20mm a été utilisé pour traiter des surfaces de dentine (Tableau 1).

Tableau 1. Conditions d'application du plasma sur la dentine humaine.

Gaz	Paramètres du générateur	Temps d'application	Distance d'application
Hélium (3L par minute)	Tension 10 kV Fréquence : 9.69 kHz Impulsions : 1µs	De 15 à 180s	De 5 à 20mm

2.2. Résistance au cisaillement

Cent vingt molaires humaines saines, extraites au CHU de Toulouse (Toulouse, France) pour raisons orthodontiques ou parodontales, ont été collectées en accord avec la réglementation établie par la banque tissulaire de récupération des déchets opératoires de l'hôpital. Les dents ont été conservées dans une solution de chloramine à 1% pour maintenir leur hydratation et leur intégrité [6]. Pour pouvoir être utilisées dans le cadre de l'étude, les dents ne devaient présenter aucune fêlure, fracture, restauration ou carie. Un plateau de dentine a été exposé sur chacune des dents en utilisant une scie diamantée à basse vitesse sous irrigation (Isomet 2000, Buehler, Allemagne) puis les dents ont été fixées sur des socles cylindriques en plâtre dur adaptés aux futurs tests de cisaillement. Selon les conditions d'application du plasma sur les plateaux dentinaires, 8 groupes ont été constitués (n=15 dans chaque). Hormis l'application du jet de plasma, tous les échantillons ont été traités de la même façon selon un protocole standard similaire à celui appliqué en clinique pour le collage de restaurations en résines composites. Après 15 secondes de mordancage à l'acide orthophosphorique à 35% (Ultra-Etch 35% orthophosphoric acid, Ultradent, USA), rinçage et séchage doux, les surfaces ont été traitées par jet plasma à une distance de 20mm pendant 30 secondes (groupe F1), 60 secondes (groupe F2), 120 secondes (groupe F3), 180 secondes (groupe F4), ou à une distance de 5mm pendant 15 secondes (groupe F5), 30 secondes (groupe F6), 60 secondes (groupe F7). Le groupe contrôle F0 n'a pas été exposé au plasma. Suite à ces procédures d'application ou non du plasma, les surfaces dentinaires ont été recouvertes avec un adhésif universel utilisé selon le monde M&R2 (mordancage-rinçage en 2 étapes) (Futurabond U, VOCO, Allemagne) qui a été photopolymérisé 10 secondes à une puissance de 1200mW/cm² (D-Light Pro, GC Europe, Belgique). Chaque échantillon a été positionné sur un support spécifique à la machine de cisaillement (UltraTester Bond Strength Testing Machine, Ultradent, USA) pour recevoir un plot en résine composite (Estelite Asteria, Tokuyama Dental Corporation, Japon) de dimensions calibrées et photopolymérisé 20 secondes à la puissance de 1200mW/cm². Enfin, chaque échantillon (constitué du socle en plâtre, de la dent et de son plot en résine composite) a été positionné horizontalement sur la plateforme du testeur universel et le test de cisaillement entrepris à une vitesse de 2mm/min jusqu'à ce que la résine soit séparée de la dent. La valeur de la résistance relevée lors de la fracture a été enregistrée (en MPa).

2.3. Mesure de l'angle de contact

Afin d'évaluer l'influence du jet de plasma sur la mouillabilité de la surface dentinaire, 91 molaires humaines saines ont été collectées et préparées comme décrit précédemment. Les surfaces dentinaires ont été mordancées, rincées et séchées doucement avant de recevoir une application de plasma à une distance de 20mm pendant 30 secondes, 60 secondes, 120

secondes ou à une distance de 5mm pendant 15 secondes, 30 secondes et 60 secondes. Le groupe contrôle n'a pas été exposé au jet de plasma. L'angle de contact de l'eau distillée sur la surface dentinaire a été mesurée selon la technique du dépôt de gouttelette à l'aide d'un goniomètre (Surftens Contact angle measuring instrument, OEG GmbH, Allemagne). Une gouttelette de 2µL d'eau distillée a été déposée à la seringue au centre de la surface dentinaire et des photographies ont été réalisées immédiatement pour ensuite être analysées avec le logiciel Surftens4 (OEG GmbH, Allemagne).

2.4. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

Deux molaires humaines ont été observées au microscope électronique à balayage (FEI Quanta FEG 250, ThermoFisher Scientific, USA) après métallisation au platine (Leica EM MED020, Leica Microsystems GmbH, Allemagne). Les dents ont préalablement été mordancées et seule l'une d'elle a été exposée au plasma (à une distance de 5mm pendant 30 secondes).

2.5. Analyses statistiques

Les variables quantitatives sont présentées sous la forme moyenne $\pm$ écart type. La comparaison entre les groupes a été réalisée avec une analyse Anova après vérification de la normalité de la distribution des valeurs ainsi que de l'égalité des variances. Dans les situations où cette double vérification n'a pas abouti, un test non-paramétrique de Kruskal-Wallis a été appliqué. Des tests post-hoc de Tukey ont été appliqués suite à l'Anova pour comparer les groupes par paires. La base de données a été compilée sur un tableur Excel (Microsoft 365, Microsoft, USA), les analyses menées sur le logiciel Stata 13 (Stata Corp. USA) et les figures montées sur GraphPad Prism 5 (GraphPad Software, USA).

3. RESULTATS

3.1. Résistance au cisaillement

Une augmentation significative de la résistance au cisaillement a été observée pour les groupes traités à une distance de 5 mm pendant 15 secondes (20,88 $\pm$ 5,1MPa) et à une distance de 5mm pendant 30 secondes (24,49 $\pm$ 7,26MPa), représentant une amélioration respectivement de 42% et 69% par rapport au groupe contrôle sans traitement plasma (14,48 $\pm$ 4,47MPa ; p<0,01) (Figure 1). Les valeurs moyennes de résistance au cisaillement varient selon le temps et la distance d'application du jet plasma. La valeur d'adhésion la plus faible est retrouvée pour le groupe non traité par plasma et correspond aux valeurs retrouvées dans les groupes traités à une distance de 20mm. Pour les échantillons traités à une distance de 5mm, il est notable qu'un temps d'exposition de 60 secondes (19,96 $\pm$ 4,97MPa) ne permet pas d'améliorer davantage la résistance au cisaillement en comparaison avec les temps de traitement plus courts. Cela n'indique pas pour autant si une exposition prolongée au plasma présente des effets délétères sur la structure de la dentine ou des modifications défavorables de ses propriétés chimiques.

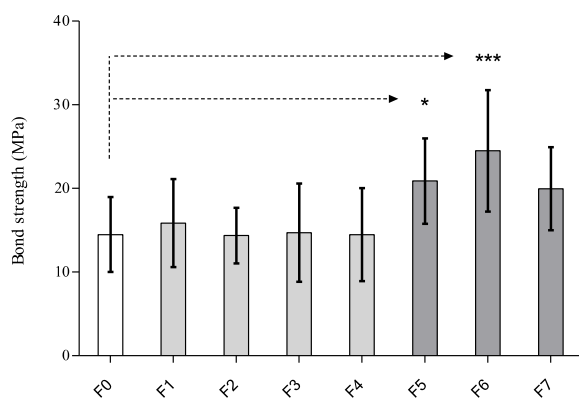


Fig. 1. Résistance au cisaillement (Shear bond strength) de restaurations en résine composite collées sur des surfaces dentinaires préalablement mordancées et traitées (F1 à F7) ou non (F0) par plasma. Le jet de plasma a été appliqué à 20mm pendant 30s (F1) ; 60s (F2) ; 120s (F3) ; 180s (F4) ou à 5mm pendant 15s (F5) ; 30s (F6) et 60s (F7).

3.2. Angle de contact

L'application de plasma a réduit l'angle de contact de l'eau distillée sur la dentine dès 30 secondes d'exposition à 20mm ($21.44 \pm 3.99^\circ$, $p < 0.001$) ou 15 secondes à 5mm ($21.04 \pm 4.36^\circ$, $p < 0.001$) (Figure 2). Cette modification est statistiquement significative avec une diminution d'environ trois fois par rapport au groupe contrôle ($58.35 \pm 5.46^\circ$).

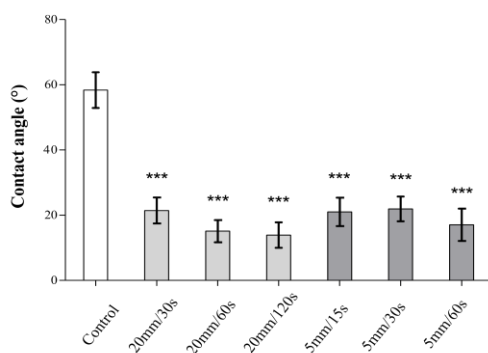


Fig. 2. Mesure de l'angle de contact sur les surfaces dentinaires avec ou sans application de plasma (n=13 par groupe). Une * indique une p-value inférieure à 0,05 et *** indiquent une p-value inférieure à 0,001.

3.3. Microscopie Electronique à Balayage

Les observations au MEB confirment une ouverture plus marquée des tubuli dentinaires après exposition au plasma, avec une diminution de la quantité de boue dentinaire à la surface (Figure 3).

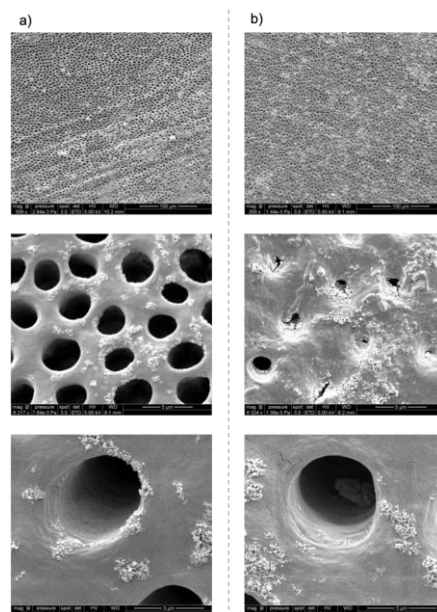


Fig. 3. Observations en Microscopie Electronique à Balayage à des grossissements de x350 à x14400. (a) Surface dentinaire mordancée pendant 20 secondes et exposée au plasma pendant 30 secondes à une distance de 5mm. (b) Surface dentinaire mordancée pendant 20 secondes et non exposée au plasma.

4. DISCUSSION

Les résultats de cette étude démontrent que le jet plasma à pression atmosphérique améliore significativement les propriétés adhésives de la dentine humaine pour des conditions de traitement à 5mm pendant 15 ou 30 secondes.

Le nettoyage observé des surfaces dentinaires en Microscopie Electronique à Balayage pourrait s'expliquer par l'action des espèces réactives de l'oxygène et de l'azote (RONS) qui contribuent à la dégradation des résidus organiques y compris en profondeur dans les tissus [7-8]. Nos observations nécessitent d'être corroborées par des analyses de surface comme la spectroscopie Raman et l'XPS pour déterminer si elles sont uniquement liées au nettoyage de la surface dentinaire ou également à des modifications structurales des cristaux apatitiques et/ou des fibres de collagène. L'XPS permettrait d'étudier le signal de l'azote et des groupes aminés en général pour évaluer si des changements significatifs sont retrouvés avec ou sans application de plasma. Une analyse plus poussée des groupements protonés serait même intéressante au vu du contenu en protons du plasma. De plus, si une action est anticipée sur les composés organiques de la matrice dentinaire, il serait intéressant de savoir si la réticulation du collagène a été modifiée par l'application de plasma ainsi que sa structure en triple hélice.

En parallèle de ces observations, certains auteurs ont également évoqué la possibilité de ne pas traiter les tissus dentaires mais également les biomatériaux pour en modifier les propriétés et les rendre plus propices au collage [9-10]. Les radicaux libres oxygénés présents dans le jet plasma seraient susceptibles d'interagir avec les monomères de la résine composite au même titre que les radicaux libres créés lors de l'excitation des photo-initiateurs durant la photopolymérisation. Dans les résultats attendus viendrait donc la modification du taux de conversion du matériau de restauration.

Cependant, avant d'envisager une extension de l'utilisation des dispositifs plasma à la pratique clinique de l'odontologie, le

frein de la miniaturisation des dispositifs doit encore être levé pour permettre la création d'une machine financièrement accessible en cabinet, facile à utiliser et entretenir, compatible avec une utilisation sécurisée en bouche (milieu humide et contaminé), facile à décontaminer et à l'embout suffisamment petit pour être appliqué au contact d'une dent chez un patient.

5. CONCLUSIONS

L'application de plasma à pression atmosphérique constitue donc une approche prometteuse pour améliorer l'adhésion des résines composites sur la dentine humaine. Cette méthode pourrait réduire l'incidence des caries secondaires et améliorer la durée de vie des restaurations. Un temps de traitement de 15 à 30 secondes à une distance de 5mm des tissus semble donc être une option prometteuse pour améliorer l'adhésion des résines composites aux tissus dentaires, bien que le vieillissement de ces restaurations optimisées par plasma n'ait pas été évalué dans le cadre de cette étude.

6. REFERENCES

- [1] Spencer P, Ye Q, Park J, Topp E M, Misra A, Marangos O, Wang Y, Bohaty B S, Singh V, Sene F, Eslick J, Camarda K and Katz J L 2010 Adhesive/Dentin Interface: The Weak Link in the Composite Restoration Ann Biomed Eng 38 1989–2003.
- [2] Mokeem L S, Garcia I M and Melo M A 2023 Degradation and Failure Phenomena at the Dentin Bonding Interface Biomedicines 11 1256.
- [3] Zhong R Q, Zhu M Q, Li Y L and Pan J 2023 [Antibacterial effect of low-temperature plasma on Enterococcus faecalis in dentinal tubules in vitro] Beijing Da Xue Xue Bao Yi Xue Ban 55 38–43.
- [4] Ma X-R, Zhu X-M, Li J, Qi X, Li H-P and Tan J 2022 Characterization of cold atmospheric plasma-modified dentin collagen Dent Mater J 41 473–80
- [5] Thammajak P, Louwakul P and Srisuwan T 2021 Effects of cold atmospheric pressure plasma jet on human apical papilla cell proliferation, mineralization, and attachment Clin Oral Investig 25 3275–83
- [6] Mobarak E.H, El-Badrawy W, Pashley D.H, Jamjoom H. 2010. Effect of Pretest Storage Conditions of Extracted Teeth on Their Dentin Bond Strengths. J. Prosthet. Dent. 104, 92–97.
- [7] Omran A.V, Busco G, Dozias S, Grillon C, Pouvesle J.M, Robert E. 2019. Distribution and penetration of reactive oxygen and nitrogen species through a tissue phantom after Plasma Gun treatment. 24th International Symposium on Plasma Chemistry (ISPC24) Napoli, Italy.
- [8] Jha N, Ryu J.J, Choi E.H, Kaushik NK. 2017. Generation and Role of Reactive Oxygen and Nitrogen Species Induced by Plasma, Lasers, Chemical Agents, and Other Systems in Dentistry. Oxid Med Cell Longev. 75, 425-440
- [9] Chen M, Zhang Y, Sky Driver M, et al (2013) Surface modification of several dental substrates by non-thermal, atmospheric plasma brush. Dental Materials 29:871–880.
- [10] Younes AA, Kamel MS, Shakal MA, Fahmy AE (2015) The effect of various fiber reinforced composite post surface treatments on its bond strength to root canal dentin. Tanta Dental Journal 12:S15–S21.

La soumission se fait en ligne à partir du site électronique de la conférence : <http://sge2025.sciencesconf.org/> (voir la rubrique 'Soumission en ligne des communications').

Le fichier soumis sera préalablement converti au format PDF avec les polices incorporées et ne devra pas excéder la taille maximale de 3.5 Mo.