



**HAL**  
open science

# Prévention de la coloration dentaire induite par le vin à l'aide du sodium hexamétaphosphate

Dorian Du Verdier

► **To cite this version:**

Dorian Du Verdier. Prévention de la coloration dentaire induite par le vin à l'aide du sodium hexamétaphosphate. Chirurgie. 2014. dumas-00989860

**HAL Id: dumas-00989860**

**<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-00989860v1>**

Submitted on 20 May 2014

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Université de Bordeaux  
Collège des Sciences de la Santé  
U.F.R. des Sciences Odontologiques

Année 2014

N°25

Thèse pour l'obtention du  
DIPLOME d'ETAT de DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE

Présentée et soutenue publiquement

Par **Dorian DU VERDIER**

Né le 10 Août 1988 à BORDEAUX

le 05 Mai 2014

**Prévention de la coloration dentaire induite par le vin à  
l'aide du sodium hexamétaphosphate**

Directeur de thèse

**Docteur Yves DELBOS**

Membres du Jury

Président	Mlle. M.J. BOILEAU	Professeur des Universités
Directeur	Mr. Y. DELBOS	Maître de Conférences des Universités
Rapporteur	Mr. V. HEIN	Assistant Hospitalo-Universitaire
Assesseur	Mr. J.M. MARTEAU	Maître de Conférences des Universités

## UNIVERSITE DE BORDEAUX

<i>Président</i>	M. Manuel TUNON de LARA	
<b>UNITE DE FORMATION ET DE RECHERCHE D'ODONTOLOGIE</b>		
<i>Directeur</i>	M. Jean-François PELI	58-01
<i>Directeur Adjoint – Chargé de la Formation initiale</i>	M. Yves DELBOS	56-01
<i>Directeur Adjoint – Chargé de la Recherche</i>	M. Jean-Christophe FRICAIN	57-02
<i>Directeur Adjoint - Chargé des Relations Internationales</i>	M. Jean-François LASSERRE	58-02

### ENSEIGNANTS DE L'UFR

#### PROFESSEURS DES UNIVERSITES

Mme Caroline	BERTRAND	Prothèse dentaire	58-02
Mlle Marie-José	BOILEAU	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
M. Jean	DAVID	Prothèse dentaire	58-02
Mme Véronique	DUPUIS	Prothèse dentaire	58-02
M. J-Christophe	FRICAIN	Chirurgie buccale – Pathologie et thérapeutique	57-02

#### MAITRES DE CONFERENCES DES UNIVERSITES

Mlle Élise	ARRIVÉ	Prévention épidémiologie – Économie de la santé – Odontologie légale	56-03
Mme Cécile	BADET	Sciences biologiques	57-03
M. Étienne	BARDINET	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
M. Michel	BARTALA	Prothèse dentaire	58-02
M. Cédric	BAZERT	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
M. Jean-Pierre	BLANCHARD	Prothèse dentaire	58-02
M. Christophe	BOU	Prévention épidémiologie – Économie de la santé – Odontologie légale	56-03
Mlle Sylvie	BRUNET	Chirurgie buccale – Pathologie et thérapeutique	57-02
M. Sylvain	CATROS	Chirurgie buccale – Pathologie et thérapeutique	57-02
M. Stéphane	CHAPENOIRE	Sciences anatomiques et physiologiques	58-03
M. Jacques	COLAT PARROS	Sciences anatomiques et physiologiques	58-03
M. Reynald	DA COSTA NOBLE	Parodontologie	57-01

M. François	DARQUE	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
M. François	DE BRONDEAU	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
M. Yves	DELBOS	Odontologie pédiatrique	56-01
M. Raphaël	DEVILLARD	Odontologie conservatrice- Endodontie	58-01
M. Emmanuel	D'INCAU	Prothèse dentaire	58-02
M. Bruno	ELLA NGUEMA	Sciences anatomiques et physiologiques	58-03
M. Dominique	GILLET	Odontologie conservatrice – Endodontie	58-01
M. Jean-François	LASSERRE	Prothèse dentaire	58-02
M. Yves	LAUVERJAT	Parodontologie	57-01
Mme Odile	LAVIOLE	Prothèse dentaire	58-02
M. Jean-Marie	MARTEAU	Chirurgie buccale – Pathologie et thérapeutique	57-02
Mme Javotte	NANCY	Odontologie pédiatrique	56-01
Mme Dominique	ORIEZ	Odontologie conservatrice – Endodontie	58-01
M. Jean-François	PELI	Odontologie conservatrice – Endodontie	58-01
M. Philippe	POISSON	Prévention épidémiologie – Économie de la santé – Odontologie légale	56-03
M. Patrick	ROUAS	Odontologie pédiatrique	56-01
Mlle Maud	SAMPEUR	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
M. Cyril	SEDARAT	Parodontologie	57-01
Mlle Noélie	THEBAUD	Sciences biologiques	57-03
M. Éric	VACHEY	Odontologie conservatrice – Endodontie	58-01
<b><u>ASSISTANTS</u></b>			
M. Terence	BARSBY	Odontologie conservatrice – Endodontie	58-01
Mme Aurélie	BARSBY-EL-KHODER	Prothèse dentaire	58-02
Mme Mélanie	BOES-HULLMAN	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
M. Julien	BROTHIER	Prothèse dentaire	58-02
Mlle Caroline	CHANE-FANE	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
M. Mathieu	CLINKEMAILLIE	Prothèse dentaire	58-02
M. Mathieu	CONTREPOIS	Prothèse dentaire	58-02
M. Guillaume	CRESTE	Prothèse dentaire	58-02

Mme Hélène	DENOST	Prévention épidémiologie – Économie de la santé – Odontologie légale	56-03
Mlle Aurélie	DUARTE	Odontologie conservatrice – Endodontie	58-01
M. Guillaume	FENOUL	Odontologie conservatrice – Endodontie	58-01
Mlle Géraldine	FERRERO-MOURGUES	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
M. Nicolas	GLOCK	Sciences anatomiques et physiologiques	58-03
Mlle Sandrine	GROS	Orthopédie Dento-Faciale	56-02
Mlle Amandine	LAVAUD	Odontologie pédiatrique	56-01
Mlle Alice	LE NIR	Sciences anatomiques et physiologiques	58-03
Mme Karine	LEVET	Prévention épidémiologie – Économie de la santé – Odontologie légale	56-03
Mlle Maria-Gabriela	MARC	Odontologie conservatrice – Endodontie	58-01
M. Matthieu	MEYER	Chirurgie buccale – Pathologie et thérapeutique	57-02
Mlle Darrène	NGUYEN	Sciences biologiques	57-03
Mlle Virginie	PANNEREC	Chirurgie buccale – Pathologie et thérapeutique	57-02
Mlle Candice	PEYRAUD	Odontologie pédiatrique	56-01
M. Jean-Philippe	PIA	Prothèse dentaire	58-02
M. Mathieu	PITZ	Parodontologie	57-01
M. Cyril	VIDAL	Odontologie conservatrice – Endodontie	58-01
M. François	VIGOUROUX	Parodontologie	57-01

---

# **REMERCIEMENTS**

---

**À Madame le Professeur Marie-José BOILEAU,**

Président du jury,

- Professeur des Universités – Praticien Hospitalier
- Docteur en Chirurgie Dentaire
- Docteur d'État en Odontologie
- Docteur en Sciences Odontologiques
- C.E.S. d'Orthopédie Dento-Faciale
- C.E.S. d'Anthropologie
- C.E.S. d'Informatique médicale et générale
- D.E.R.S.O (Diplôme d'Étude et de Recherche en Odontologie)
- Responsable de la sous-section d'Orthodontie Dento-Faciale
- Responsable de l'enseignement du C.E.C.S.M.O et du D.U.O
- Responsable de l'Unité Médicale du Pôle d'Odontologie de l'Hôpital Pellegrin

Je tiens à vous remercier d'avoir accepté de tenir la présidence de ce jury de thèse.

Je tiens également à vous remercier pour l'humanité, la bonne humeur et la disponibilité de tous les instants dont vous faites preuve au sein de l'hôpital Pellegrin, ainsi que pour votre enseignement, donné en partage sans attente en retour.

**À Monsieur le Docteur Yves DELBOS,**

Directeur de la thèse

- Maître de Conférences des Universités – Praticien Hospitalier
- Doctorat de l'Université Bordeaux 2 Mention Sciences Biologiques et Médicales Option Sciences Odontologiques
- Docteur en Chirurgie Dentaire
- C.E.S. de Technologies des Matériaux
- C.E.S. d'Odontologie Légale
- C.E.S. d'Odontologie Chirurgicale
- C.E.S. d'Odontologie Pédiatrique
- Maîtrise de biologie humaine
- Certificat international d'écologie humaine (Bordeaux 1)
- Expert de la Cour d'appel de Bordeaux
- D.U. d'Hypnose Médicale

Recevez ma gratitude pour avoir accepté la direction de cette thèse.

À vous qui m'avez fait confiance malgré mon inexpérience, sachez garder l'éternel témoignage de ma reconnaissance.

Je ne vous remercierai jamais assez pour la disponibilité dont vous avez fait preuve ; étudiant au Québec à 7000 km de Bordeaux vous n'avez pas hésité à prendre en charge ma thèse et à répondre aux questions que je me posais quant à la direction à lui donner.

Sans vous et la confiance que vous m'avez accordée je n'en serais pas là aujourd'hui, être votre élève fut un privilège.

**À Monsieur le Docteur Vincent HEIN,**

Rapporteur de la thèse,

- Assistant Hospitalo-Universitaire
- Docteur en Chirurgie Dentaire
- Lauréat de l'Académie Nationale de Chirurgie-Dentaire
- C. E. S. de biologie buccale
- C. E. S. de Chirurgie Buccale
- C. E. S. de Prothèse Dentaire option Prothèse Amovible Partielle
- C. E. S de Prothèse Dentaire option Prothèse Amovible Totale
- D. U. d'Implantologie de Paris 6
- D. I. U. de Lasers et Médecine

Je vous remercie d'avoir accepté d'être mon rapporteur de thèse.

Merci pour le temps que vous avez passé à corriger mon travail.

Je vous serai également à jamais reconnaissant pour l'aide que vous avez pu m'apporter en tant qu'assistant à l'hôpital Pellegrin, sans vous mes demi journées m'auraient semblé bien plus longues et monotones, et malgré le harcèlement que vous subissiez de la part des étudiants qui vous réclamaient vous avez toujours réussi à garder votre calme et votre bonne humeur.

Veillez accepter mes plus sincères remerciements et mon profond respect.

**À Monsieur le Docteur Jean-Marie MARTEAU,**

Assesseur de la thèse

- Maître de Conférences des Universités – Praticien Hospitalier
- Doctorat de l'Université Bordeaux 2 Mention Sciences Biologiques et Médicales Option Sciences Odontologiques
- Docteur en Chirurgie Dentaire
- Docteur d'État en Odontologie
- C.E.S. d'Odontologie Chirurgicale

Je vous remercie d'avoir accepté de siéger dans ce jury et vous témoigne mon immense reconnaissance.

Merci pour l'ensemble des connaissances que vous avez pu apporter à moi et à ma binôme Alexia. Vous n'avez jamais été avare de votre temps pour nous proposer des cas cliniques intéressants ; c'est sous votre tutelle que j'ai pu réaliser ma première élongation coronaire.

Un grand merci pour le professionnalisme et la disponibilité dont vous avez fait preuve pour soigner mon père à l'hôpital Pellegrin.

## **À ma famille,**

Papa, maman, Chloé je vous dédie cette thèse.

**Papa, maman,** merci de m'avoir soutenu dans mes choix ; d'avoir accompagné mes décisions, bonnes ou mauvaises, tout au long de ma vie. Merci de m'avoir conseillé et remonté le moral quand j'en avez besoin. Merci d'avoir été présent dans les moments difficiles comme dans les moments plus agréables et joyeux. Merci de m'avoir fait découvrir des pays magiques comme peu de personnes ont pu en voir tout au long de leur vie. Merci de m'avoir donné tout l'amour dont vous étiez capable sans concession ni mesure. Papa merci de m'avoir donné tes mollets qui m'empêchent de m'habiller comme je le souhaite mais qui me tiennent chaud l'hiver, maman merci de m'avoir donné ton caractère qui m'a occasionné quelques soucis mais qui, j'en suis certain, me rendra service un jour ou l'autre. Vous avez été très généreux pour moi comme pour ma sœur, nous ne l'oublierons jamais. Une très grosse pensée pour notre pichou, qui malgré ses énormes défauts, m'a lui aussi donné tout l'amour dont il était capable et qui m'a toujours faire rire et remonté le moral dès qu'il le pouvait, je ne l'oublierai jamais.

**Chloé,** tu es ma sœur unique, je sais que tu seras toujours présente pour moi dans les bons comme dans les moments plus difficiles. Tes premières expériences professionnelles liées à la coiffure, nous ont permis de découvrir ta fibre artistique, ton cher frère servant de cobaye. Tu as réussi à créer un magnifique petit cocon familial que tout le monde rêverait d'avoir. Je suis très heureux que l'on ait pu accueillir Eric au sein de notre famille, c'est un mari très généreux qui prendra soin de vous. Je vous souhaite tout le bonheur du monde dans vos projets futurs qui, je n'en doute pas, se comptent déjà par centaines.

**Charlize,** la petite dernière, seulement quelques mois et elle nous fait déjà tourner en bourrique. Je suis très fière que l'on m'ait proposé de devenir son parrain. Elle pourra compter sur moi, je serai toujours présent pour elle ; surtout pour aller voir les nouveaux dessins animés sortis au cinéma. Ces beaux petits yeux feront chavirer plus d'un cœur.

**Léopoldine,** merci pour ces années très intenses et chargées d'émotions que nous avons passé côte à côte. Merci pour le soutien que tu m'as apporté dans les moments les plus difficiles, merci pour ta générosité. Tu resteras pour toujours la personne la plus mignonne et attachante au monde, une vraie petite poupée avec un caractère de Mme Patate. Et comme dirait notre ami buzz : « vers l'infini et au delà ».

**À toute la famille DU VERDIER** comme ANNEY, un gros bisou. Merci de toujours avoir été présent pour moi.

**À mes amis,**

**La famille Rapinas**, vous êtes ma deuxième famille, merci de m'avoir supporté depuis plus de 25 ans. Les Noël que nous avons pu passer ensemble resteront parmi les meilleurs moments de ma vie, même après avoir appris que ce bon vieux père Noël n'existait pas. Je sais que je pourrai toujours compter sur vous.

**Jean-baptiste**, merci pour tous les moments inoubliables que nous avons pu passer à l'internat : nos journées commérages, une longue vue collée à l'œil ou assis sur un banc. Les liens d'amitiés que nous avons pu tisser sont toujours restés intacts malgré la distance qui nous sépare depuis plusieurs années. Ton humour, ta bonne humeur et ta générosité font que tu garderas toujours une place dans mon cœur. Un gros bisou au futur maire de Cazaubon.

**Suzanne**, tu es ma meilleure amie et une des personnes les plus attachante que je puisse connaître. Nos débuts n'ont pas été de tout repos (étant un bisounours je suppose que tout est de ta faute), mais je suis très heureux que nous ayons réussi à passer outre nos engueulades quotidiennes pour nous apprécier d'autant plus aujourd'hui. Tu es une des personnes les plus intelligente que je connaisse, je sais que tu réussiras à t'épanouir dans la vie.

**Benjamin**, ces quelques années que nous avons pu passer en tant que colocataires ont été de la pure folie et je me demande encore maintenant comment nous avons pu réussir nos études. Je n'oublierai jamais nos soirées improvisées, à nos dépend, et nos grandes conversations philosophiques sans queues ni têtes. Une petite pensée pour ton peignoir et pour les magnifiques réveils que tu me faisais subir les semaines d'exams, en chantant à tu tête avec 3 litres de red bull dans le sang.

**Benoit**, toujours partant pour m'accompagner boire un verre, fracasser des pintes sur le bar, et voir des films pourris au cinéma. Toi aussi tu as pu assister impuissant à ces TP où l'ambiance et la bonne humeur étaient souvent absentes. Il me restera toujours en mémoire cette magnifique soirée Ouzo, qui aurait pu mieux finir si nous avions été plus agile de nos doigts et si une certaine « light and music » ne nous avait pas vrillé les tympans toujours prête à nous motiver.

**Florent**, alias « bouboule le bon vivant », merci d'avoir été présent dans ce groupe A maléfique. Je n'oublierai jamais les soirées que nous avons passé vautrés dans tes fauteuils inconfortables à refaire le monde, ni tes matchs de rugby héroïques « tous avec moi ». Ta situation entre moi et tes amies était parfois inconfortable mais tu t'en es toujours tiré avec classe, finesse et brio. Un jour je te battrai au bras de fer, un jour...

**Martin**, amoureux des bêtes, sauveurs des lapins, des chatons et des boubous démoniaques. Le joueur à qui j'ai toujours rêvé de faire une passe pour qu'il aille marquer un essai, le Arsène lupin des temps modernes toujours prêt à disparaître en cours de soirée pour rejoindre sa moitié. J'espère que nous garderons toujours des occupations aussi saines que celles consistant à observer (espionner) les clochards par la fenêtre.

**Romain**, ta franchise et ton absence de pudeur sont un véritable délice. Chaque personne devrait avoir un ami comme toi pour lui remonter le moral et égayer ses soirées. Poète, comique, troubadour, mannequin ; l'homme couteau suisse, toutes les femmes reverraient de t'avoir (les JB aussi).

**Alexia**, binôme de choc, félicitation pour m'avoir supporté moi et ma bonne humeur pendant deux longues années. Merci d'avoir toujours été là pour moi dans les bons comme dans les moments plus difficiles. J'espère te retrouver bientôt sur le grand écran en tant que comédienne du siècle, j'ai déjà pu avoir un aperçu de tes talents et ça ne rigolait pas...

**Hadrien**, nous avons partagé les mêmes galères mais également de très bons moments. Nos longues discussions, si on peut réellement parler de discussions, sur les bancs du lycée resteront parmi mes meilleurs passes temps. Encore une fois merci pour l'accueil inoubliable que j'ai pu recevoir à Boston, et pour avoir fait office de traducteur quand j'en ai eu le besoin. Et félicitation pour ton parcours scolaire, ça en jette quand je dis que j'ai un pote au MIT.

**Jéjé**, qu'est ce qu'on a pu rigoler pendant deux ans dans la même chambre, à maltraiter ce malheureux Bernaté, à subir the Thing et sa mauvaise odeur. Sans ces bons moments à décompresser je ne sais pas comment nous aurions pu tenir pendant ces trois longues années de lycée. J'ai pu constater lors de mon passage à NY que ton hygiène de vie n'avait pas changée depuis la fac et les soirées durant lesquelles nous attendions ton retour de l'entraînement avec Louba, Chapo et Goeller. Ça sera toujours un plaisir de passer du temps avec toi. Petite pensée pour murette.

**Benoit-Marion**, vous n'allez pas l'un sans l'autre, nous nous connaissons maintenant depuis de nombreuses années et je suis très heureux de vous compter parmi mes amis. J'ai passé mes plus belles nuits en compagnie de ce très chère Burel, qui m'a donné du fil à retordre pour que je puisse m'endormir, surtout la veille de mes contrôles de math. Une grosse pensée pour la famille LTDT, les étés beignets – Lacanau font parti des plus belles expériences de ma vie.

**Sandrine**, merci pour l'accueille que tu as pu me réserver au Québec, sans toi mon expérience n'aurait pas du tout était la même. Tu m'as fait découvrir un nouveau pays, une nouvelle culture, et très rapidement nous sommes devenus amis.

**À Thomas Drouineau et à toute l'équipe du laboratoire d'œnologie du CVBG,**

Un grand merci pour l'accueil que vous m'avez réservé, pour le temps que vous avez passé à m'expliquer le fonctionnement du laboratoire, pour le matériel que vous m'avez prêté ainsi que pour les matinées gâteaux et de chocolats.

**À Julien Daniel, responsable de la production des poudres d'hydroxyapatite ou sein de l'entreprise SAI,**

Merci pour votre disponibilité et pour m'avoir fourni si gracieusement de la poudre d'hydroxyapatite nécessaire au bon déroulement de mes expériences.

---

# **SOMMAIRE**

---

<u>Introduction</u> .....	17
<u>I. Problématique et objectifs</u> .....	19
<u>II. État des connaissances actuelles</u> .....	22
<u>II.1 Le sodium hexamétaphosphate (1 ; 2)</u> .....	23
<u>II.1.1 Composition / Propriétés physiques et chimiques</u> .....	23
<u>II.1.2 Identification des dangers</u> .....	24
<u>II.1.3 Informations toxicologiques</u> .....	24
<u>II.2 Méthodes d'évaluation de la couleur dentaire</u> .....	25
<u>II.2.1 Mesures par colorimètre et spectrophotomètre</u> .....	25
<u>II.2.2 Analyse d'images</u> .....	26
<u>II.3 Applications médicales</u> .....	26
<u>II.3.1 Utilisation du sodium hexamétaphosphate dans le traitement des</u> <u>maladies parodontales</u> .....	26
<u>II.3.1.1 Innocuité du sodium hexamétaphosphate</u> .....	27
<u>II.3.1.2 Efficacité du sodium hexamétaphosphate</u> .....	28
<u>II.3.1.3 Résumé et conclusion</u> .....	29
<u>II.3.2 Capacité du sodium hexamétaphosphate à limiter la production acide</u> <u>dans le biofilm oral</u> .....	30
<u>II.3.3 Le Sodium hexamétaphosphate dans la composition d'un</u> <u>dentifrice au fluorure stanneux</u> .....	31
<u>II.3.3.1 Action du sodium hexamétaphosphate sur le tartre</u> .....	31
<u>II.3.3.2 Action externe blanchissante</u> .....	32
<u>II.3.4 Le sodium hexamétaphosphate dans la composition d'un chewing-gum</u> .....	32
<u>II.3.4.1 Données in vitro</u> .....	33
<u>II.3.4.2 Essais cliniques</u> .....	33
<u>II.4 Les composés phénoliques</u> .....	34
<u>II.4.1 Les composés phénoliques du raisin</u> .....	35
<u>II.4.1.1 Les composés non flavonoïdes</u> .....	35
<u>II.4.1.2 Les composés flavonoïdes</u> .....	35
<u>II.4.1.3 Conclusion</u> .....	37
<u>II.4.2 La composition phénolique des vins</u> .....	38
<u>II.4.2.1 Phénomènes chimiques : réactions d'addition</u> <u>des anthocyanes et des tanins</u> .....	38
<u>II.4.2.2 Interactions moléculaires</u> .....	39
<u>II.5 Conclusion</u> .....	40
<u>III. Matériels et méthodes</u> .....	41
<u>III.1 Matériels</u> .....	42

<u>III.1.1 Vins</u> .....	42
<u>III.1.2 Le Sodium hexamétaphosphate</u> .....	43
<u>III.1.3 Dents extraites</u> .....	43
<u>III.1.4 Hydroxyapatite en poudre (3)</u> .....	43
<u>III.1.5 Prise de vue</u> .....	45
<u>III.1.6 Le traitement informatique des données</u> .....	46
<u>III.2 Méthodes</u> .....	46
<u>III.2.1 Description</u> .....	46
<u>III.2.2 Les essais</u> .....	47
<u>III.2.2.1 Essais sur les dents extraites</u> .....	47
<u>III.2.2.2 Essais sur de la poudre d'hydroxyapatite</u> .....	52
<u>III.2.2.3 Essai in vivo</u> .....	57
<u>IV. Discussion et perspectives</u> .....	61
<u>IV.1 Bilan</u> .....	62
<u>IV.2 Biais perfectibles</u> .....	62
<u>IV.3 Perspectives</u> .....	64
<u>Conclusion</u> .....	65
<u>Bibliographie</u> .....	67
<u>Webographie</u> .....	74
<u>Annexes</u> .....	76

---

# INTRODUCTION

---

La quantité de produits d'éclaircissement disponible pour le patient a augmenté de façon dramatique ces dernières années. Alors que le peroxyde est le premier agent retrouvé dans les produits de blanchiment pour éliminer les sources intrinsèques de coloration dentaire, divers ingrédients sont incorporés dans les formules pour éliminer et inhiber les sources extrinsèques.

Récemment, un ingrédient agissant sur le tartre et permettant de prévenir la coloration extrinsèque des dents a été introduit : le sodium hexamétaphosphate.

Cette longue chaîne de phosphates, élimine chimiquement les taches et les colorants présents à la surface dentaire et inhibe l'absorption de nouveaux chromogènes.

Nous avons donc décidé de mettre en évidence l'efficacité du sodium hexamétaphosphate dans la prévention de la coloration des dents induite par le vin.

À travers cette thèse, nous allons dans un premier temps revenir sur l'état des connaissances en ce qui concerne le sodium hexamétaphosphate (sa nature, ses utilisations passées et les bénéfices qu'il apporte), les colorants présents dans le vin puis nous décrirons quelques systèmes permettant d'évaluer la couleur des dents.

Dans un deuxième temps, nous décrirons le matériel et les méthodes utilisés pour les essais afin de déterminer la concentration idéale en sodium hexamétaphosphate prévenant la coloration dentaire induite par le vin.

Avant de terminer cette thèse, nous ferons le bilan en mettant en évidence les limites de notre démarche, notamment en ce qui concerne l'absence de tests représentatifs in vivo puis nous étudierons les perspectives de développement du produit et l'intérêt qu'il pourrait susciter en particulier dans le milieu de l'œnologie.

---

# **PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS**

---

La demande des patients pour avoir des dents plus blanches a montré une croissance sans précédent ces dernières années. Pour conseiller efficacement les patients sur les différentes options qui se présentent à lui pour « blanchir » les dents, il est important de comprendre la nature de la décoloration.

La couleur des dents est la résultante de propriétés internes et externes. La coloration intrinsèque des dents se réfère aux chromogènes se situant en dessous de l'émail et est souvent associée au vieillissement naturel de la dentition, à la fluorose, à la tétracycline ou aux années de consommation de tabac. Cette coloration est plus efficacement traitée avec des systèmes à base de peroxyde [1].

Les chromogènes contribuant à la coloration de surface ont pour origine les aliments (café, thé, vin rouge), le tabac ou certaines thérapies orales (chlorhexidine) ; les colorations externes peuvent également avoir une origine bactérienne. Trois classes de composés sont communément incorporées dans les produits de soins dentaires pour contrôler la coloration extrinsèque : peroxyde, abrasifs, et agents chimiques. Alors que l'efficacité du blanchiment dentaire est établie dans certains systèmes, l'utilisation de peroxyde dans les dentifrices est un challenge, en cause les différents composants présents dans le dentifrice et la durée de traitement limitée.

Les particules abrasives sont des composants insolubles qui sont ajoutés dans les formules des dentifrices et des pâtes prophylactiques pour éliminer physiquement les colorations dentaires [2 ; 3]. Des substances telles que les oxydes de métaux (oxyde d'aluminium), les sels minéraux (pyrophosphate de calcium, carbonate de calcium, carbonate de sodium) les particules de silice et la pierre ponce.

Les agents de la troisième classe tirent leurs effets blanchissants de mécanismes chimiques. Les molécules les plus couramment utilisées dans les dentifrices blanchissants sont les polyphosphates [2 ; 4 ; 5]. Ces agents peuvent se lier aux phosphates de calcium de la surface amélaire ou dentinaire [6 ; 7] et potentiellement dissoudre les protéines colorées de la plaque dentaire [8 ; 9]. Le sodium hexamétaphosphate est formé de la répétition d'unités pyrophosphates, ce qui lui confère une grande attraction pour la surface dentaire. Le sodium hexamétaphosphate peut altérer la plaque dentaire, ce qui non seulement contribue à sa capacité à éliminer les chromogènes qui se retrouvent à la surface dentaire, mais également, permet de prévenir l'absorption de nouveaux chromogènes par les protéines présentes dans la plaque dentaire [10].

Nous avons tous pu remarquer que la teinte de nos dents était modifiée à la suite de la prise de vin rouge. Cette modification de teinte va varier en fonction du vin consommé, mais également, en fonction des individus et du temps de contact vin-dent.

Comme souvent dans le domaine de l'odontologie l'aspect préventif est peu abordé, le rôle du chirurgien dentiste va, pour la plupart du temps, se limiter à une action curative. Plusieurs procédés s'offrent à lui, pour permettre à la dent dyschromiée, de retrouver sa teinte d'origine (détartrage, peroxyde d'hydrogène) ou du moins une teinte se rapprochant au maximum de celle d'origine.

Ainsi, existe-t'il un produit permettant la prévention de la coloration des dents induite par le vin, qui soit utilisable au quotidien par le patient, les œnologues, ou toute personne ayant connaissance d'une future consommation de vin et voulant prévenir une coloration de ses dents ?

Nous nous sommes donc fixés comme objectifs :

- la mise en évidence de l'efficacité du sodium hexamétaphosphate, dans la prévention de la coloration dentaire induite par le vin rouge.
- la détermination de la concentration optimale en sodium hexamétaphosphate, en réalisant des tests in vitro sur des dents extraites, et de la poudre d'hydroxyapatite associés à une analyse informatisée de clichés.
- la mise en évidence de l'efficacité du sodium hexamétaphosphate dans un essai in vivo.

---

**ÉTAT DES CONNAISSANCES  
ACTUELLES**

---

## **II. ÉTAT DES CONNAISSANCES ACTUELLES**

### **II.1 Le sodium hexametaphosphate (1 ; 2)**

Le sodium hexamétaphosphate, appelé également glassy ou sel de Graham, a été découvert en 1833 par Graham. Pendant près d'un siècle ce sel demeura une curiosité scientifique, jusqu'à ce qu'Hall l'utilise comme un agent de conditionnement de l'eau et qu'il soit commercialisé. Bien qu'on reconnaisse encore le sodium hexamétaphosphate comme un agent chimique de traitement des eaux, de nombreuses autres utilisations ont été développées depuis, dans les branches du secteur industriel ou encore médical. Il est utilisé pour ses qualités de dispersant, séquestrant, il peut servir de détergent et peut également être utilisé dans la fabrication de dentifrice, de chewing-gum, de céramique et dans le traitement de l'argile et du kaolin [11].

#### **II.1.1 Composition / Propriétés physiques et chimiques**

Nom du produit : sodium hexamétaphosphate.

Formule moléculaire :  $\text{Na}_6\text{P}_6\text{O}_{18}$

Structure moléculaire [12] (Annexe 1, Figure n°1).

CAS# : 10124-56-8

Masse molaire : 611.77 g.mol<sup>-1</sup>

Etat physique : solide.

Forme : poudre.

Couleur : blanc.

Odeur : nulle.

pH : 7.

Température de fusion : environ 550°C.

Température d'ébullition : 1500°C

Solubilité :

- dans l'eau : > 500g/L à 25°C.
- dans les solvants organiques : non déterminée.

Hygroscopicité : produit hygroscopique.

Stabilité : stable à température ambiante et dans les conditions normales d'emploi.

Réactivité, réactions dangereuses :

- conditions à éviter : pas de réaction dangereuse connue dans les conditions normales d'emploi.
- matières à éviter : pas de réaction dangereuse connue avec les produits usuels.

Dégradation abiotique :

- hydrolyse : hydrolyse lente au contact de l'eau.
- autres réactions physico-chimiques : dans l'environnement aquatique, se transforme en (PO4) Sels.

Biodégradabilité : substance totalement bioassimilable.

Synonyme : Calgon, HMP, Medi-Calgon, SHMP, Sodium polyphosphates, Glassy, Sodium Polymétaphosphate, Sodium phosphate glass, Polyphosphoric Acids, Sodium salts.

### **II.1.2 Identification des dangers**

#### ➤ **Risques spécifiques**

Ce produit n'est pas classé comme «substance dangereuse» selon les critères CE.

#### ➤ **Effets néfastes sur la santé**

Les poussières peuvent être irritantes pour les voies respiratoires, elles peuvent également provoquer une légère irritation des muqueuses oculaires par effet mécanique.

Le sodium hexamétaphosphate est légèrement irritant pour la peau.

#### ➤ **Effets sur l'environnement**

Il ne présente pas de risque particulier pour l'environnement, sous réserve de respecter les recommandations relatives à l'élimination ainsi que les prescriptions réglementaires nationales ou locales pouvant s'appliquer.

### **II.1.3 Informations toxicologiques**

#### ➤ **Toxicité aiguë**

Dose létale médiane (DL50) orale (souris) : 3700 mg/kg.

#### ➤ **Effets locaux**

Poussières : légèrement irritant pour les voies respiratoires.

Produit sec : peut provoquer une irritation légère et passagère, par contact avec la peau.

Par effet mécanique : peut provoquer une irritation légère et passagère des muqueuses oculaires.  
Peut provoquer une irritation du tractus digestif.

## **II.2 Méthodes d'évaluation de la couleur dentaire**

Les méthodes pour mesurer la teinte des dents font appel à des techniques subjectives, utilisant une comparaison visuelle à l'aide de teintiers, et des techniques objectives comme les spectrophotomètres, les colorimètres et les techniques informatisées d'analyse d'images. Une méthode objective est recommandée pour mesurer la couleur dentaire en laboratoire et en clinique. On peut ainsi éviter la fatigue oculaire et les biais liés à l'observateur, souvent relatés dans les techniques subjectives [13].

### **II.2.1 Mesures par colorimètre et spectrophotomètre**

Deux des systèmes les plus utilisés pour décrire la couleur dentaire sont le système colorimétrique de Munsell, et le système de la commission internationale de l'éclairage (CIE). [14]

Le système de Munsell a été développé par Albert H. Munsell en 1909, et classe les couleurs en fonction des leurs teintes, valeurs (luminosité) et chromacités. Il décrit les couleurs dans un système tridimensionnel. Il compare la couleur perçue d'un objet avec des valeurs colorimétriques standardisées. Dans ce système, la teinte représente une nuance de couleurs ; la chromacité représente la pureté d'une couleur basée sur la perception visuelle, d'où le nom « chromacité » et non « saturation » qui représente la saturation réelle, et la valeur représente la luminosité perçue.

Dans le système CIE, toutes les couleurs peuvent être retrouvées en mélangeant les trois couleurs primaires : rouge (X), vert (Y) et bleu (Z). Les valeurs X, Y et Z peuvent être converties en données CIE Lab et exprimées dans l'espace colorimétrique CIE Lab.  $L^*$  représente la luminosité de la couleur, il va de 0 (noir parfait) à 100 (blanc parfait).  $a^*$  représente les couleurs vertes et rouges ; quand  $a^*$  est supérieur à 0 il correspond au rouge, quand  $a^*$  est inférieur à zéro il correspond au vert.  $b^*$  représente les couleurs jaunes et bleues, quand  $b^*$  est positif il correspond au jaune et quand  $b^*$  est négatif il correspond au bleu [14].

De nombreux instruments, tels que les spectrophotomètres ou les colorimètres, sont utilisés dans les études in vitro et in vivo pour l'évaluation et la quantification des couleurs. Le spectrophotomètre mesure la réflexion et la transmission d'un objet pour chaque longueur d'onde, il pourra ainsi calculer les valeurs numériques des couleurs [14]. Le colorimètre mesure la lumière réfléchié selon le système colorimétrique CIE, qui utilise trois capteurs ayant des filtres de la même sensibilité que l'œil humain

[15]. Il est conçu pour mesurer les surfaces planes ; la mesure des surfaces non planes, comme les surfaces dentaires, peut donc être sujette à erreurs [16].

## **II.2.2 Analyse d'images**

L'analyse d'images numériques peut être utilisée pour mesurer la couleur des surfaces planes et des dents extraites in vitro [17]. Une étude a comparé un spectrophotomètre avec un nouveau système d'analyse d'images numériques. On a utilisé un appareil photo numérique réflex équipé d'une lentille macro Elicar de 90mm. L'éclairage était composé de quatre tubes émettant une lumière naturelle. Chaque spécimen mesuré a été placé sur un fond gris, l'image a ensuite été transférée, puis analysée à l'aide du programme Adobe Photoshop©. Le programme a permis de déterminer la valeur moyenne  $L^*$  des pixels dans la zone qui nous intéressait. On a ainsi pu déterminer que l'analyse d'images numériques était une méthode fiable pour la quantification des couleurs, si de bonnes conditions étaient réunies [18].

## **II.3 Applications médicales du sodium hexamétaphosphate**

### **II.3.1 Utilisation du sodium hexamétaphosphate dans le traitement des maladies parodontales**

Albright, Sulkowitch et Chute [19] ont décrit une méthode non-chirurgicale, faisant appel au sodium hexamétaphosphate, pour éliminer les calculs rénaux. Cette méthode a donné les meilleurs résultats lorsque les calculs étaient de type phosphate. Henry Field a alors émis l'hypothèse selon laquelle le sodium hexamétaphosphate lutterait contre le dépôt de tartre sur la surface dentaire, en dissolvant les calculs de phosphate de calcium.

On a vu que le sodium hexamétaphosphate était également utilisé dans l'industrie, comme l'ont rapporté Hatch et Rice, pour prévenir les dépôts de carbonate de calcium (calcaire), sur les surfaces en contact avec l'eau, des condensateurs ou des échangeurs thermiques et dans les conduites d'eau [11].

Hatch et Rice ont montré que le sodium hexamétaphosphate présentait des propriétés qui avaient un intérêt considérable dans les réactions colloïdales. Il a, entre autre, la capacité de former des complexes solubles avec de nombreux cations multivalents ainsi, leur concentration est suffisamment basse pour que leur agglomération ne puisse plus se faire. Ils rapportent que 1 à 5 particules par million de sodium hexamétaphosphate peut prévenir le dépôt de carbonate de calcium d'une eau contenant pourtant plusieurs centaines de particules par million de carbonate de calcium.

Rice et Partridge [20] ont montré que non seulement la formation de complexes est réduite par l'addition d'une petite quantité de sodium hexamétaphosphate, mais également que les complexes qui s'étaient déjà déposés étaient éliminés.

Le sodium hexamétaphosphate doit donc être efficace dans la réduction de dépôt de tartre dans la cavité buccale.

### **II.3.1.1 Innocuité du sodium hexamétaphosphate**

#### **➤ Procédure**

Avant que le sodium hexamétaphosphate puisse être utilisé dans la cavité buccale, il était nécessaire de déterminer quel était l'impact qu'il pouvait avoir sur les dents et les matériaux d'obturation.

L'impact a été déterminé par la procédure suivante :

- 1 : immersion de dents extraites dans du sodium hexamétaphosphate à concentration croissante, incluant une solution saturée, pour des périodes allant de 1 semaine à 6 mois.
- 2 : immersion de dents extraites présentant des obturations au silicate dans des solutions aux mêmes concentrations pour les mêmes intervalles de temps.
- 3 : immersion de matériaux à base de silicate sur la même période.
- 4 : comme Albright, Sulkowitch et Chute [19] avaient rapporté que le sodium hexamétaphosphate pouvait être toléré par la muqueuse rénale, il était raisonnable de penser que la muqueuse orale présenterait une aussi bonne tolérance. Aucune expérience n'a donc été menée pour évaluer l'effet sur les muqueuses, excepté Henry Field qui a utilisé du sodium hexamétaphosphate dans sa propre bouche pendant plusieurs mois sans relever d'effets notoires sur sa muqueuse.

#### **➤ Résultats**

D'après les tests il a été montré que :

- il n'y avait pas de changements observables dans la structure dentaire. La surface de l'émail reste dure, lisse et n'est pas déformée quand elle est griffée par un instrument aiguisé en métal.
- les matériaux d'obturation au silicate avaient subi une désintégration complète après une période de 3 à 5 semaines. Le matériau d'obturation était toujours retenu dans la cavité mais il était de consistance semi-fluide, et il pouvait être éliminé au lavage à l'eau courante ou par agitation vigoureuse de la solution.

- les masses d'obturation au silicate isolées s'étaient désintégrées rapidement, quelque soit le pourcentage en sodium hexamétaphosphate, laissant un précipité granuleux.

Après avoir démontré que la structure dentaire n'était pas altérée par l'immersion dans des solutions de sodium hexamétaphosphate de concentrations variables pour des périodes supérieures à 6 mois, nous sommes prêts à mettre en évidence les effets sur les dépôts de tartre.

### **II.3.1.2 Efficacité du sodium hexamétaphosphate**

#### **➤ Procédure in vitro**

Des dents ayant été extraites et présentant des dépôts modérés à élevés de tartre à leurs surfaces, ont été brossées avec une brosse à dent ordinaire, puis immergées dans des solutions de sodium hexamétaphosphate de concentrations croissantes, incluant une solution saturée. Les dents ont été laissées au repos dans ces solutions pendant des durées différentes.

#### **➤ Résultats**

In vitro les solutions faiblement concentrées en sodium hexamétaphosphate ont peu d'effets.

Dans les solutions saturées, le tartre supra gingival a été complètement éliminé en 10 à 15 jours. Le tartre sous gingival a été partiellement éliminé en 10 à 15 jours, mais un intervalle de temps plus important aurait été nécessaire pour permettre la dissolution complète du tartre.

La matrice organique dans laquelle les sels de calcium se sont déposés est toujours présente, à moins que l'on réalise un brossage ou que l'on secoue vigoureusement la solution.

Après une immersion de quelques jours des dents dans les solutions de sodium hexamétaphosphate, la plupart des taches, présentes sur la surface dentaire avant l'immersion, sont facilement éliminées par brossage.

D'après ces observations, on peut supposer qu'une solution saturée en sodium hexamétaphosphate, utilisée comme bain de bouche et dentifrice, peut être efficace dans la prévention de la formation des dépôts de tartre sur la dent.

#### **➤ Procédure in vivo**

Pour déterminer l'effet du sodium hexamétaphosphate sur la formation du tartre, on a sélectionné un groupe de 10 patients qui suivaient un traitement parodontal. Tous les patients sont

connus pour accumuler une grande quantité de tartre sur une courte période. On a donné à chaque patient une solution saturée en sodium hexamétaphosphate à utiliser, en bain de bouche et en dentifrice, une fois par jour. Les patients ont été suivis sur une période allant de quelques semaines à quelques mois.

### ➤ **Résultats**

Tous les patients utilisant quotidiennement le sodium hexamétaphosphate ont cessé d'avoir des dépôts de tartre entre chaque rendez-vous, séparés d'une semaine. Les intervalles entre les rendez-vous ont ensuite été augmentés à un mois, il a été montré que les mêmes patients qui avaient une quantité importante de tartre, qui s'était déposée en une semaine, ne présentaient maintenant plus de tartre.

Ces résultats étaient toujours observables lorsque l'intervalle était étendu à 6 semaines.

Une réduction de la coloration dentaire était également à noter sur la même période. Les dents présentaient une exceptionnelle apparence de propreté.

Si le sodium hexamétaphosphate, utilisé en bain de bouche et en dentifrice, était arrêté durant 1 à 2 semaines, les colorants s'accumulaient et le tartre se déposait à nouveau.

Chez certains patients le dépôt de tartre pouvait être prévenu par l'utilisation de sodium hexamétaphosphate tous les 2 jours.

### **II.3.1.3 Résumé et conclusion**

Un rapport préliminaire sur l'utilisation du sodium hexamétaphosphate comme aide dans le traitement parodontal indique que :

- le sodium hexamétaphosphate dans une solution saturée, n'a pas d'effets délétères pour la dent.
- il provoque la dissolution rapide des obturations au silicate.
- le tartre supragingival est partiellement éliminé des dents extraites en utilisant une solution saturée, utilisée sur une période allant de 10 à 15 jours. L'élimination complète pourra prendre quelques jours de plus. Les solutions non saturées auront une faible action sur le tartre.
- l'utilisation d'une solution saturée de sodium hexamétaphosphate comme bain de bouche et comme dentifrice, prévient le dépôt de tartre pour une période de 6 semaines et plus.
- grâce à son action détergente, l'accumulation de colorations dentaires est également inhibée.

Le sodium hexamétaphosphate doit donc être une aide valable dans le traitement des maladies parodontales en prévenant le dépôt de tartre et de colorants.

### **II.3.2 Capacité du sodium hexamétaphosphate à limiter la production acide dans le biofilm oral**

Différents complexes de phosphate, dont le sodium hexamétaphosphate, ont été étudiés en laboratoire [21] pour leurs actions sur les processus carieux.

Les complexes de phosphate peuvent réduire la prévalence des caries en réduisant la solubilité acide des hydroxyapatites, en inhibant la production d'acides par les bactéries orales [22 ; 23], en modifiant, ou en diminuant les liaisons qui peuvent apparaître entre les protéines salivaires et l'émail et donc, en interférant avec l'intégrité et la formation du biofilm oral [24].

Un certain nombre de procédés a été employé pour évaluer les propriétés cariogéniques de la nourriture et des boissons. Ceux-ci ont été testés en laboratoire sur des animaux, et dans des études réalisées sur l'homme au cours desquelles la capacité des bactéries à produire des acides à partir de produits alimentaires ou de boissons a été mesurée : plus la production d'acides est importante plus la cariogénicité est élevée.

Le sodium hexamétaphosphate a été incorporé dans un certain nombre de boissons disponibles dans le commerce, et il se peut que cette inclusion réduise la capacité du biofilm oral à produire les acides issus de la fermentation des sucres ajoutés dans les boissons.

Les potentielles propriétés inhibitrices des complexes de phosphate, incluant le sodium hexamétaphosphate, sur la physiologie des bactéries suggèrent, dans chaque étude où on les retrouve, qu'ils réduisent la cariogénicité des aliments, ou des boissons dans lesquels ils ont été ajoutés, en réduisant leur acidité.

Un article a examiné l'effet de l'inclusion de sodium hexamétaphosphate, dans des boissons disponibles dans le commerce, sur la production d'acide par le biofilm oral en contrôlant les concentrations salivaires en acide lactique.

Les résultats montrent que tous les glucides provenant des boissons sont éliminés de la salive 15 minutes après consommation. La comparaison de deux boissons avec la même quantité de sucres, mais avec des concentrations en sodium hexamétaphosphate différentes, suggère que le sodium hexamétaphosphate n'a aucun effet significatif sur la production d'acides.

En conclusion, d'après cette étude clinique, nous pouvons affirmer que le sodium hexamétaphosphate, incorporé à des boissons, n'a pas permis de diminuer la production d'acides à partir des sucres présents dans ces boissons [25].

### **II.3.3 Le Sodium hexamétaphosphate dans la composition d'un dentifrice au fluorure stanneux**

Les dentifrices ont toujours joué un rôle clé dans le maintien d'une bonne hygiène bucco-dentaire, et ont permis la promotion d'une meilleure santé orale. De nouveaux agents, apportant des bénéfices thérapeutiques et cosmétiques, ont été ajoutés aux habituels composés permettant le nettoyage dentaire [26 ; 27]. Deux exemples clés sont, la mise sur le marché en 1955 du premier dentifrice fluoré dont l'action contre les caries était cliniquement prouvée (Crest® Cavity Protection), et le lancement du premier dentifrice permettant un meilleur contrôle du dépôt de tartre (Crest® Tartar Control) au milieu des années 1980. Pour continuer à étendre les bénéfices offerts par un unique dentifrice, une multitude d'agents a été examinée au cours des 20 dernières années [28, 29].

En 2000 et 2001, le sodium hexamétaphosphate a été introduit dans la formule des dentifrices contenant 0.243 % de fluorure de sodium (Crest® MultiCare® Advanced Cleaning, Crest® Dual Action Whitening). L'efficacité de l'effet blanchissant du fluorure de sodium / sodium hexamétaphosphate a été prouvée dans de nombreuses études in vitro et in vivo.

Le dentifrice Crest® Pro-Health combine les bénéfices de 0.454% de fluorure stanneux avec les bénéfices du sodium hexamétaphosphate à 7% (Annexe 1, Figure n°2).

#### **II.3.3.1 Action du sodium hexamétaphosphate sur le tartre**

La principale action du sodium hexamétaphosphate sur le tartre est l'inhibition de la minéralisation de la plaque, par inhibition de la formation de cristaux et inhibition de leur croissance [30]. Des études menées par White et coll. montrent une réduction significative de la croissance des cristaux et de la minéralisation de la plaque, quand le sodium hexamétaphosphate est délivré à partir d'une solution aqueuse, ou d'un dentifrice. Ces résultats ont été corroborés dans des études cliniques, dans lesquelles le dentifrice au sodium hexamétaphosphate a permis une réduction significative de la formation de tartre, lorsqu'il était utilisé sur une longue période [31 ; 32].

L'efficacité sur le tartre de Crest® Pro-Health rapportée par Schiff et coll. a été évaluée dans une étude randomisée, en double aveugle, sur une période de 6 mois. [33] Dans cette étude, Crest® Pro-Health a été comparé à un dentifrice contrôle (triclosan / copolymère). À la fin de l'essai, la quantité de tartre avec le nouveau dentifrice était 56% plus basse que dans le groupe traité au dentifrice triclosan / copolymère ( $P < .01$ ) (Annexe 1, Figure n°3).

### **II.3.3.2 Action externe blanchissante**

En plus de permettre une réduction significative de la formation de tartre, le sodium hexamétaphosphate blanchit par un contrôle chimique des colorants. Son action est composée d'une prévention de la coloration dentaire mais également, d'une élimination des taches déjà présentes. En raison de sa forte affinité pour le tartre dentaire, le phosphate de calcium de l'émail et de la dentine, le sodium hexamétaphosphate possède une grande influence sur la chimie de l'absorption / désabsorption des chromogènes de la plaque, et sur le détachement des bactéries se liant à la plaque couvrant les tissus durs [34 ; 35]. Ces effets viennent étayer la théorie de l'efficacité du sodium hexamétaphosphate dans le contrôle des colorations dentaires, grâce à ses chaînes de polymères qui interagissent, par une réaction chimique, avec les colorants présents dans la plaque. Des preuves cliniques de l'action positive du sodium hexamétaphosphate sur le contrôle des taches, ont été présentées dans un certain nombre d'études décrites par Baig et coll. [36].

Les effets de Crest® Pro-Health sur le contrôle de la couleur extrinsèque des dents ont été évalués à travers une série d'études in vitro, cliniques, et sur des consommateurs. Au cours d'une étude réalisée sur 6 mois, la couleur extrinsèque de la face vestibulaire des 12 dents antérieures a été évaluée à l'aide de l'index de couleur de Lobene [33]. À 3 et 6 mois, ni le dentifrice Crest® Pro-Health, ni le dentifrice au triclosan / copolymère n'ont permis le développement de colorations sur la surface dentaire.

L'évaluation des colorations a également été réalisée au cours d'une étude impliquant 30 cabinets dentaires. Les praticiens, tout comme les patients, n'ont pas pu observer une différence de coloration des dents traitées par le dentifrice au sodium hexamétaphosphate / fluorure stanneux, et le dentifrice de contrôle triclosan / copolymère à 4 et 6 mois [36]. Rappelons que le fluorure stanneux, bien qu'ayant une action bénéfique pour l'hygiène orale, provoque une coloration des dents ; cette coloration étant annulée par l'emploi du sodium hexamétaphosphate. Ces résultats sont en accord avec ceux précédemment rapportés sur l'efficacité du contrôle de la coloration dentaire par le sodium hexamétaphosphate.

### **II.3.4 Le sodium hexamétaphosphate dans la composition d'un chewing-gum**

Même si le dentifrice reste le principal système permettant la libération d'agents cosmétiques ou thérapeutiques pour la santé orale, de nouveaux véhicules sont apparus ces dernières années. Le chewing-gum est une alternative attirante, grâce à sa grande portabilité et à sa consommation élevée dans certains pays [37].

En se servant des résultats que l'on a pu observer avec les dentifrices, le sodium hexamétaphosphate a été ajouté à la formule d'un chewing-gum (Orbit® White), donnant ainsi une autre alternative au patient souhaitant contrôler ses colorations dentaires externes. Plusieurs études ont été menées pour valider l'impact positif du sodium hexamétaphosphate sur la couleur dentaire, lorsqu'il était présent dans la formule d'un chewing-gum.

#### **II.3.4.1 Données in vitro**

Les études in vitro préliminaires ont démontré que le chewing-gum contenant du sodium hexamétaphosphate inhibait le dépôt de colorants provenant du thé sur la poudre d'hydroxyapatite (représentant l'émail et la dentine), par rapport à l'eau et à un chewing-gum placebo [38].

Dans ces études, de la salive a été collectée à partir de sujets après qu'ils aient mâché deux granules de chewing-gum placebo, ou deux granules de chewing-gum au sodium hexamétaphosphate. La poudre d'hydroxyapatite a ensuite été exposée à la salive des sujets ou à de l'eau. La poudre traitée a ensuite été exposée à une solution de thé filtrée, et enfin la poudre a été séchée.

Les résultats montrent que la consommation de chewing-gum au sodium hexamétaphosphate permet une diminution significative de la coloration de la surface de la poudre d'hydroxyapatite par rapport à l'utilisation d'un chewing-gum placebo.

#### **II.3.4.2 Essais cliniques**

Une étude faite sur deux périodes, randomisée, en double aveugle, contrôlée par placebo, a été menée pour comparer l'efficacité de l'élimination et de la prévention de la coloration dentaire par un chewing-gum contenant 7.5 % de sodium hexamétaphosphate, à l'efficacité d'un chewing-gum placebo [39].

Chaque traitement a duré deux jours, ces deux jours sont séparés par un minimum de 72 heures de rinçage. À l'inscription, les sujets ont subi un assainissement dentaire limité aux 12 dents antérieures. La couleur des dents a été évaluée par l'analyse numérique de photos prises au premier rendez-vous, et à la fin des premier et deuxième jours de visite.

Le protocole consiste en un premier rinçage de 60 secondes avec 10ml d'une solution de chlorhexidine à 0.12%, puis de la mastication de deux granules de chewing-gum (le placebo ou le chewing-gum à 7.5 % en sodium hexamétaphosphate) pendant 5 minutes, et finalement du rinçage avec 10ml d'une solution de thé froid pendant 60 secondes. Aucune hygiène orale n'est permise si ce n'est l'utilisation des produits testés. Chaque sujet suit le même régime 8 fois, une fois par heure, pendant toute la journée au cours des deux périodes de traitement. À la fin du premier jour (8 cycles),

les sujets ayant mâché le chewing-gum au sodium hexamétaphosphate avaient des dents significativement plus blanches, ils présentaient une amélioration de 23% de la blancheur de leurs dents en se basant sur le  $\Delta L^*$ , par rapport aux sujets mâchant le chewing-gum placebo.

Une amélioration significative a également été observée à la fin du deuxième jour (16 cycles au total) pour le chewing-gum au sodium hexamétaphosphate.

Un deuxième essai clinique a étudié la prévention de la coloration de la surface dentaire à l'aide d'un chewing-gum contenant 3% de sodium hexamétaphosphate, un chewing-gum placebo, et aucun chewing-gum [40]. L'étude randomisée, contrôlée, en double aveugle, a été réalisée sur une période de 4 semaines, avec 2 jours de traitement séparés par 3 à 5 jours de rinçage. Les phases de traitement ont été conduites, en utilisant une conception similaire à celle décrite dans l'étude ci-dessus.

À la fin de la phase de 2 jours (16 cycles au total), la différence de coloration, chez les sujets ne consommant aucun chewing-gum et ceux consommant un chewing-gum placebo, était statistiquement significative ; on pouvait observer une augmentation de 12.4% de la luminosité des dents des patients utilisant un chewing-gum placebo.

De plus, la différence de coloration chez les sujets ne consommant aucun chewing-gum et ceux consommant un chewing-gum à 2% en sodium hexamétaphosphate était statistiquement significative ; on pouvait observer une augmentation de 29.7% de la luminosité des dents des patients utilisant un chewing-gum à 2%.

Enfin, la différence de coloration chez les sujets consommant un chewing-gum placebo et ceux consommant un chewing-gum à 2% en sodium hexamétaphosphate était également significative ; on pouvait observer une diminution de 19.8% de la luminosité des dents des patients utilisant un chewing-gum placebo.

Les traitements aux chewing-gums à 2 ou 3% en sodium hexamétaphosphate ne présentent pas de différence significative.

#### **II.4 Les composés phénoliques**

Les constituants phénoliques revêtent une grande importance en œnologie, eu égard au rôle qu'ils jouent directement ou indirectement sur la qualité des vins. En effet, ils sont à l'origine de la couleur et de l'astringence, cette dernière étant attribuée, en particulier à la présence de tanins. De plus selon leur nature, ils peuvent avoir un intérêt nutritionnel et pharmacologique.

D'un point de vue chimique, les composés phénoliques sont caractérisés par un noyau benzénique portant un ou plusieurs groupements hydroxyles. Leur classification est basée sur la distinction entre composés non flavonoïdes et flavonoïdes. Le terme polyphénols inclut aussi les dérivés (esters, méthyl-éthers, glycosides, etc.), résultant des substitutions de la structure de base. La

réactivité de ce type de molécule est due à la fois à la présence de la fonction phénol qui, par la mobilité de son atome hydrogène, présente un caractère acide et au noyau benzénique qui peut subir des substitutions électrophiles.

Le raisin contient essentiellement des composés non flavonoïdes dans la pulpe et des flavonoïdes dans les pellicules, les pépins et les rafles.

## **II.4.1 Les composés phénoliques du raisin**

### **II.4.1.1 Les composés non flavonoïdes**

Cette dénomination regroupe les acides phénols, divisés en acides benzoïques (C6-C1) et acides cinnamiques, porteurs d'une chaîne latérale insaturée (C6-C3), mais aussi d'autres dérivés phénoliques comme les stilbènes.

### **II.4.1.2 Les composés flavonoïdes**

Les flavonoïdes sont caractérisés par un squelette de base à 15 atomes de carbone (C6-C3-C6) de type 2-phényl benzopyrone (Annexe 2, Figure n°1).

Cette grande famille est divisée en plusieurs sous classes qui se distinguent par le degré d'oxydation de leur noyau pyrane. Les flavonoïdes au sens strict, basés sur la structure phényl-2-benzopyrone, sont principalement représentés dans le raisin par les flavonols, tandis que les flavonoïdes au sens large comprennent également les anthocyanes et les flavanes 3-ols (3-flavanols). On trouve aussi dans le raisin d'autres groupes de moindre importance, comme les dihydroflavonols (flavanonols), et, dans les feuilles, les flavones.

Parmi les flavonoïdes, les anthocyanes et les flavanes 3-ols (3-flavanols) sont particulièrement importants en œnologie, puisqu'ils constituent respectivement les pigments rouges du raisin et les tanins.

#### **➤ Les anthocyanes**

Les anthocyanes représentent une part importante, tant au niveau qualitatif que quantitatif, des flavonoïdes de la baie de raisin rouge. Localisées dans la pellicule et dans les 3 ou 4 premières assises cellulaires de l'hypoderme, elles contribuent de manière prépondérante à la couleur des espèces rouges. Ces pigments sont aussi rencontrés au sein de la pulpe dans les cépages teinturiers. Au niveau

subcellulaire, leur présence dans la vacuole, où elles peuvent être incluses dans des organelles « spécialisées » définies comme anthocyanoplastes, est aujourd'hui démontrée [41].

D'un point de vue général, les anthocyanes correspondent à des glycosides de noyau flavylum polyhydroxylé et / ou méthoxylé. Les formes aglycones sont nommées anthocyanidols.

Les anthocyanes se différencient par leurs niveaux d'hydroxylation et de méthylation, par la nature, le nombre et la position des oses liés à la molécule mais aussi par la nature et le nombre des acides estérifiant les sucres. La variabilité engendrée par ces diversités de structure et la coexistence de ces différentes molécules au sein d'une même plante, permettent de discriminer genre et espèce [42].

Les anthocyanidols du genre *Vitis* sont le cyanidol, le péonidol, le pétunidol, le delphinidol et le malvidol, (Annexe 2, Figure n°2) mais la teneur et la composition en anthocyanes dans le raisin varient grandement en fonction de l'espèce et de la variété [42].

La couleur et la stabilité des anthocyanes sont directement liées à leur structure.

La couleur des anthocyanes en solution dépend de leur environnement. En effet, les anthocyanes existent en solution sous diverses formes en équilibres, de couleurs différentes. Ces équilibres sont régis par le pH de la solution [43]. À pH inférieur à 2, la forme flavylum colorée en rouge, stabilisée par résonance, domine largement.

De plus, les interactions des anthocyanes entre elles et avec les autres constituants du milieu (copigmentation) et la formation de complexes avec les ions métalliques, se traduisent par des modifications de la couleur. Ainsi, au sein de la vacuole, la forme prédominante des molécules anthocyaniques, et donc leur couleur, dépendent non seulement du pH (voisin de 2,7 pour les vacuoles des cellules sous-épidermiques de la variété de chaunac) mais aussi de l'établissement de ces interactions.

### ➤ **Les flavanes 3-ols (3-flavanols)**

Les flavanes 3-ols sont présents dans le raisin à l'état de monomères et sous des formes plus ou moins polymérisées qui constituent les tanins catéchiques. Au sein de la baie de raisin, ils sont localisés principalement dans les pépins et les pellicules, bien que des traces de monomères et dimères aient été décelées dans la pulpe [44].

Des études récentes ont mis en évidence la présence d'amas de tanins dans les vacuoles de certaines cellules de la pellicule. Ces cellules à vacuole tannique sont particulièrement nombreuses

dans les couches externes de l'hypoderme, et se raréfient au voisinage de la pulpe [45]. En plus des tanins présents sous forme libre dans le suc vacuolaire, des tanins liés aux polysaccharides de la paroi cellulaire ont été observés dans les pellicules [46]. Lecas [47] a noté la présence de tanins dans le matériel pariétal isolé de la pellicule de carignan et de chardonnay. De même, la facilité d'extraction des tanins à partir du pépin suggère leur localisation dans les couches superficielles [48].

Les structures des flavanols monomères du raisin sont présentées dans la Figure n°3.

Les principaux 3-flavanols monomères du raisin sont la (+)-catéchine et son isomère le (-)-épicatechine, ce dernier pouvant être rencontré sous forme d'ester gallique. La gallocatéchine, le 3-gallate de catéchine et le 3-gallate de gallocatéchine ont également été signalés, mais ils semblent spécifiques de certaines variétés du genre *Vitis*.

Le terme de tanins par lequel les oligomères et polymères de flavanols sont généralement désignés fait référence à leur capacité d'interagir avec les protéines. En outre, ces molécules possèdent la propriété de libérer des anthocyanidols, en milieu acide et à chaud, par rupture des liaisons intermonomériques [49], ce qui est à l'origine de leur nom de proanthocyanidols.

#### ➤ **Les flavonols**

Ces flavanoïdes sont présents uniquement dans les pellicules,

Dans le raisin, huit flavanols monoglycosides et trois diglycosides ont été caractérisés.

Les formes glucosylées sont les plus abondantes, mais on trouve également des quantités importantes de glucuronides.

#### ➤ **Les flavanonols et flavones**

Les composés appartenant à cette famille ont été identifiés dans la pellicule de raisin blanc, il ne nous apparaît pas nécessaire dans faire la description dans le cadre de cette thèse.

### **II.4.1.3 Conclusion**

Les raisins du genre *Vitis* sont relativement riches en composés phénoliques par rapport à d'autres fruits comestibles. L'importance quantitative des proanthocyanidols et des anthocyanidols est remarquable.

Le 3-glucoside de malvidol est l'anthocyane majeur de tous les cépages rouges.

Les tanins du raisin sont des polymères de 3-flavanols. Constitués par une proportion majoritaire d'épicatéchine, ils se caractérisent par une large distribution en masse ; de nombreuses possibilités structurales coexistent, des dimères jusqu'à des polymères de masse moléculaire pouvant dépasser 24 000.

#### **II.4.2 La composition phénolique des vins**

La comparaison de la composition phénolique du raisin et du vin montre qu'à côté des molécules directement issues de la baie, d'autres polyphénols apparaissent dans le vin. Ces constituants spécifiques du vin comprennent en particulier des composés issus des étapes fermentaires, mais aussi de nombreux produits résultant de l'évolution des polyphénols natifs de la baie de raisin. En effet, au cours de la vinification et du vieillissement, ces derniers participent à divers types de réactions, donnant naissance à une multiplicité de structures nouvelles. De plus, dans les vins ayant séjourné en fût, on peut noter la présence de constituants extraits à partir du bois utilisé lors de l'élevage.

En fait, les procédés de vinification conduisent à des milieux (moût, vin) en perpétuelle évolution. Ainsi, la composition polyphénolique du vin dépend à la fois de la matière première et du mode de vinification adopté. Ces deux éléments vont influencer, d'une part, sur des phénomènes physiques (comme la diffusion des composés des parties solides vers le moût ou l'extraction de composés à partir des fûts) d'autre part, sur les phénomènes biochimiques et chimiques dans lesquels sont impliqués les polyphénols (oxydation, dégradation, condensation)

##### **II.4.2.1 Phénomènes chimiques : réactions d'addition des anthocyanes et des tanins**

La couleur, l'astringence et l'amertume d'un vin sont essentiellement dues aux substances phénoliques et aux produits de leurs réactions. Dans les vins rouges, la couleur évolue constamment au cours de la maturation et du vieillissement, passant progressivement du rouge violacé à une teinte tuilée. Ces modifications visuelles, qui s'accompagnent d'une perte d'astringence, sont imputées à des phénomènes d'addition, transformant les composés phénoliques du raisin (anthocyanes et flavanols notamment) en d'autres espèces moléculaires.

L'absence de corrélation entre l'intensité de la couleur et le dosage des anthocyanes libres a attiré l'attention de nombreux chercheurs [50 ; 51 ; 52]. Au pH du vin, et pour une teneur œnologique en SO<sub>2</sub> (20 mg.L<sup>-1</sup>), seulement 15% des formes libres sont colorées. De plus, malgré la dégradation de ces molécules instables au cours de la vinification et du vieillissement, le vin garde une couleur rouge sombre à rouge tuilé. La persistance de cette coloration, moins sensible à l'effet du pH et des

sulfites que celle des vins jeunes, indique que des formes plus stables sont apparues. D'après les travaux de Somers [51], les formes libres, qui constituent la totalité des pigments du raisin, sont peu à peu remplacées par des formes colorées polymériques contribuant pour 50% à la couleur d'un vin après un an de conservation et pour 85% à celle d'un vin de dix ans. Ainsi, si l'on excepte les phénomènes de copigmentation, la couleur du vin est due à la présence, en plus des anthocyanes libres, de combinaisons « polyphénol – anthocyanes » et plus particulièrement de type « tanin – anthocyanes » et de tanins condensés bruns [50 ; 53].

#### **II.4.2.2 Interactions moléculaires**

Différents phénomènes résultant de l'établissement de liaisons de faible énergie entre les divers constituants du vin jouent un rôle important en œnologie. En particulier, les interactions des cations flavyliums avec les autres composés phénoliques contribuent à l'intensité et à la stabilité de la couleur des vins rouges, par un processus de copigmentation. Par ailleurs, l'interaction des tanins avec les protéines est à l'origine de la sensation d'astringence caractéristique de ces molécules. Cette interaction peut également participer au développement de troubles et de précipités, préjudiciables à la qualité des vins.

Trois mécanismes peuvent être impliqués dans la formation des complexes : les interactions hydrophobes, les liaisons hydrogènes et les liaisons ioniques [54]. Cependant, il semble que, dans le cas de la copigmentation [55] comme dans celui des interactions entre tanins et protéines salivaires [56], l'association résulte principalement d'interaction hydrophobes, stabilisées éventuellement par des liaisons hydrogènes, l'intervention des liaisons ioniques étant négligeable [54]. Notons également que les complexes réversibles ainsi formés évoluent généralement vers des associations irréversibles, par formation de liaisons covalentes.

#### **➤ Copigmentation**

La couleur des pigments anthocyaniques dépend du pH, mais aussi de leurs interactions avec d'autres molécules du milieu. Ainsi, dans un vin jeune, la présence d'autres composés phénoliques induit des phénomènes de copigmentation qui se traduisent par un effet bathochrome (déplacement vers les longueurs d'ondes plus élevées : du rouge au violet) et une intensification de la couleur [57]. Ces phénomènes sont régis principalement par des interactions hydrophobes, bien que des liaisons hydrogènes puissent dans certains cas intervenir [55]. Ils sont dépendants du pH et plus généralement du milieu. La copigmentation n'est pas observée en l'absence d'eau, et toute perturbation apportée au milieu réduit l'importance de la réaction. Dans le moût et le vin, le pH est optimum pour la copigmentation et la présence d'éthanol dû à la fermentation en tant que co-solvant n'exerce pas

forcément une influence négative [58]. Il semble toutefois que ces associations soient présentes dans un vin jeune seulement [59]. La (-)-épicatechine est le meilleur copigment flavonoïde du vin en ce qui concerne l'intensité de la couleur, mais les flavonols et les acides phénols ont une constante d'association plus forte avec les cations flavylum [60]. De plus, ce phénomène favorise le rapprochement des entités sujettes à la condensation [61 ; 62].

### ➤ **Phénomènes d'interactions entre tanins et protéines**

La propriété physicochimique prédominante des tanins est leur capacité à se lier avec les protéines en solution aqueuse et à les précipiter. En particulier, les interactions avec les protéines salivaires produisent une sensation de dessèchement dans toute la cavité buccale, désignée par le terme d'astringence [49]. De plus, la formation de complexes entre les tanins, les protéines et les polysaccharides induit souvent l'apparition de trouble dans les boissons. Cependant, cette propriété peut être mise à profit par les opérations technologiques de collage protéique, pour précipiter et éliminer les composés phénoliques indésirables. En raison de leur grande importance, les interactions entre tanins et protéines ont fait l'objet de très nombreux travaux [63 ; 64 ; 65]. Notons simplement que le phénomène de complexation dépend de la structure et de la conformation de la protéine, ainsi que de la taille et de la flexibilité du polyphénol.

## **II.5 Conclusion**

À travers cette partie, nous avons pu mettre en évidence les propriétés et les avantages que pouvaient nous apporter l'utilisation du sodium hexamétaphosphate dans le milieu buccal. Nous avons également décrit les composés présents dans le vin, susceptibles de se déposer à la surface des dents.

Par lien de cause à effet, nous pouvons supposer que les effets positifs notés lors de l'utilisation du sodium hexamétaphosphate sont également présents lorsqu'il s'agit de prévenir le dépôt des chromogènes présents dans le vin.

À l'aide d'une série d'expériences, nous allons chercher à répondre aux objectifs que nous nous sommes précédemment fixés à savoir, la mise en évidence de l'efficacité du sodium hexamétaphosphate, et la recherche d'une concentration idéale permettant la prévention de la coloration dentaire induite par le vin rouge.

---

# **MATÉRIELS ET MÉTHODES**

---

## **III.MATÉRIELS ET MÉTHODES**

### **III.1 Matériels**

#### **III.1.1 Vins**

➤ **Vin 1**

Vin rouge Alicante du sud de la France.

Année : 2013.

PH : 3.32.

Degré d'alcool : 10,96 °.

➤ **Vin 2**

Vin rouge Alicante.

Année : 2013.

PH : 3.65.

Degré d'alcool : 12,57 °.

➤ **Vin 3**

Vin rouge Bordeaux.

Année : 2012.

PH : 3,36.

Degré d'alcool : 12.83 °.

➤ **Vin 4**

Mélange de lie de vin avec du vin 2 dans les proportions : 50/50.

➤ **Vin 5**

Mélange de lie de vin avec du vin rouge de Bordeaux dans les proportions : 50/50.

Vin rouge Bordeaux.

Année : 2012.

Degré d'alcool : 12°.

### **III.1.2 Le Sodium hexamétaphosphate**

➤ **Quantité**

Commande de 1kg de sodium hexamétaphosphate.

➤ **Fournisseur**

Sodium hexamétaphosphate commandé à l'entreprise Minerals-water.ltd

Minerals-water.ltd.

Gabriela Sojka

17 Quarry Mews

Essex

RM191GR

United Kingdom

Téléphone : 01708861924

E-mail : gabriela.sojka@seznam.cz

Numéro d'enregistrement de la société : 7620446

### **III.1.3 Dents extraites**

Nous réalisons une partie de nos essais sur des dents extraites dont 2 incisives centrales et une prémolaire.

Ces dents ont été désinfectées à l'aide d'une solution d'hypochlorite puis placées dans du sérum physiologique jusqu'à leur utilisation.

### **III.1.4 Hydroxyapatite en poudre (3)**

Poudre commandée auprès de l'entreprise SAI (Science applications industries).

### ➤ **Présentation de l'entreprise**

La réputation européenne du laboratoire SAI est fondée sur de longues années d'expérience dans la fabrication de poudre synthétique à base de phosphates de calcium, dédiée au domaine des implants orthopédiques, des ciments dentaires et l'industrie pharmaceutique.

Grâce à une politique d'investissement permanent, SAI est aujourd'hui équipée d'une structure de pointe pour développer, contrôler et fabriquer en quantité importante des poudres synthétiques pour le monde entier.

La compétence de ses équipes permet d'accompagner ensuite le client dans l'adaptation de la poudre sur ses installations.

Le laboratoire de SAI, lui permet également d'exercer des contrôles à tous les stades de fabrication de la poudre et de proposer des services à des clients désireux d'effectuer des tests et des contrôles à des coûts très compétitifs.

### ➤ **Présentation des produits**

Spécialiste de l'industrie parachimique et médicale, SAI produit de l'hydroxyapatite, ou HAP, qui est utilisée pour la fabrication des revêtements sur implants orthopédiques. L'HAP est aussi utilisée pour la fabrication de substituts osseux et de ciments orthopédiques.

Cette poudre synthétique, qui a une composition chimique similaire à celle de l'os humain, permet, dans certaines pathologies ou applications, de se substituer à l'os.

La poudre est obtenue par mélange de Nitrate de calcium et de Phosphate d'ammonium en milieu aqueux. De cette synthèse naît un matériau pâteux qui va devenir une poudre sphérique et pure au cours d'un processus de fabrication parfaitement maîtrisé.

L' HAP présente trois intérêts principaux qui sont : une parfaite biocompatibilité, un potentiel ostéoconducteur, une similitude avec la composante minérale de l'os.

### ➤ **Normes et qualité**

La poudre fabriquée par SAI répond à des caractéristiques de base en terme de composition, mais présente également des points forts en matière de pureté chimique garantis par des contrôles de fabrication. Elle est caractérisée à divers stades de sa fabrication, de plus une contre-expertise systématique de chaque lot de matière première permet d'assurer la qualité de la pureté chimique du produit fini. Un contrôle des impuretés potentiellement introduites est réalisé sur chaque lot ; une apatite d'une grande pureté chimique est ainsi obtenue. Les éléments de traces dosés sont inférieurs aux limites fixées par l'ASTM F1185 sur l'HAP et les caractéristiques permettent d'obtenir des

revêtements conformes aux ISO 13779 et aux exigences de la FDA.

Le conditionnement en bidon polyéthylène permet de conserver la pureté chimique des poudres, contrairement aux emballages métalliques. La poudre obtenue par le procédé S.A.I. est sphérique et comporte une microporosité qui peut être adaptée en fonction des besoins ; la dimension des microporosités est voisine du  $\mu\text{m}$ . Au delà d'une production de pointe, c'est toute la société qui est engagée dans une démarche productive de qualité, certifiée par la norme NF EN ISO 13485 version 2004 et en conformité aux exigences du 21 CFR 820.

➤ **Poudre utilisée**

Composition chimique :  $2(\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH})$

Ca/P : 1,667 +/- 0,03

Index de cristallinité : > 95 %

Densité : 1,2 +/- 0,4 g/cm<sup>3</sup>

Granulométrie : 50 – 110 micromètre.

Morphologie : sphérique.

Biofonctionnalité / Biocompatibilité : bonne.

**III.1.5 Prise de vue**

➤ **Appareil photo**

Appareil photo PANASONIC DMC-TZ30

**Réglages :**

Valeur d'ouverture : F 5.0

Vitesse ISO : ISO-100

Mode macro

Zoom numérique X 3

Flash Automatique

Mode A (priorité à l'ouverture)

➤ **Scanner**

Scanner Epson perfection 4990 photo.

### Caractéristiques techniques :

Numérisation couleur à 48 bits à des résolutions atteignant 4 800 x 9 600 dpi.

Reproduction des tons remarquable avec densité optique de 4.0 DMax.

Retrait automatique de la poussière et des éraflures avec Digital ICE™.

Prévisualisation et récupération des images avec les logiciels de création Epson.

### **III.1.6 Le traitement informatique des données**

Nous faisons appel à un logiciel de traitement d'image appelé The GIMP®, version 2.8, disponible en téléchargement gratuit sur [www.01net.com](http://www.01net.com). Ce logiciel nous permet de détourer et d'analyser la couleur des clichés pris.

Nous utilisons également le logiciel de segmentation et de quantification DirtyTooth® développé par le Dr Gélibert Léopoldine avec l'aide de son équipe d'ingénieur [66].

Les courbes et graphiques ont été réalisés à l'aide du logiciel Excel® : Mac Version 2008 (Microsoft™).

## **III.2 Méthodes**

### **III.2.1 Description**

On déterminera 3 temps opératoires :

- mise en contact du sodium hexamétaphosphate (à différentes concentrations) puis du vin avec les dents extraites, prise de vue des dents et traitement informatique des images obtenues.
- mise en contact du sodium hexamétaphosphate (à différentes concentrations) puis du vin avec de la poudre d'hydroxyapatite, scannage des poudres et traitement informatique des images obtenues.
- essai in vivo de la concentration idéale en sodium hexamétaphosphate déterminée à partir des deux premiers temps opératoires.

Une première série d'essais a été effectuée sur des dents extraites. Suite à ces essais, nous avons pu mettre en évidence des difficultés opératoires quant à la standardisation des prises de vues, ce qui a probablement provoqué des biais photographiques. De plus, les résultats étaient difficilement comparables, en effet les dents avaient des morphologies, des teintes, des états de surface de base très différents.

Il nous est donc apparu nécessaire de réaliser une deuxième série d'essais sur de la poudre d'hydroxyapatite, ce qui nous a permis de travailler avec des échantillons ayant la même teinte de base, et également de faire appel au scanner pour la prise de vue, limitant ainsi les biais opérateurs dépendants.

Il nous paraissait essentiel, une fois la concentration idéale en sodium hexamétaphosphate déterminée à partir des deux premiers temps opératoires, de tester in vivo le produit sur un sujet pour évaluer les bénéfices esthétiques apportés.

### **III.2.2 Les essais**

#### **III.2.2.1 Essais sur les dents extraites**

##### **➤ Protocole de prises de vue**

Pour chaque dent nous prenons une photographie pré-opératoire, après l'avoir nettoyée avec une brosse à dent électrique et du dentifrice.

Puis nous prenons une photographie de la dent après que celle-ci ait été mise au contact du vin pendant 15 minutes.

Il était nécessaire que les images soient similaires pour que l'on puisse les comparer, on a donc choisi une angulation et un positionnement reproductible.

Distance par rapport à la dent : le grossissement est à son maximum à une distance de 4,5cm.

Paramètres des prises de vue : la dent est placée sur une feuille de papier canson noire, toujours dans la même position. L'appareil photo est lui placé sur la table pour ne pas subir de mouvements parasites, les clichés sont pris toujours dans la même angulation (orthogonale à la dent).

Une fois le cliché réalisé, nous brossons la dent à l'aide d'une brosse à dent électrique et d'un dentifrice, afin d'éliminer les taches apparues sur la surface dentaire.

##### **➤ Dent témoin**

Avant de commencer toute expérience avec le sodium hexamétaphosphate, il nous est apparu essentiel de déterminer quelle était la durée nécessaire pour que le vin colore visiblement et significativement une dent.

Nous nous sommes donc servis d'une dent témoin que nous avons laissé dans le vin 1 ; nous avons sorti la dent à 5, 10, 20, 30 et 40 minutes. À chaque fois que nous avons retiré la dent du vin, nous l'avons rincé, séché et prise en photo (prise de vue standardisée, avec une distance dent-objectif de 4,5cm).

Nous avons ainsi pu déterminé que 30 minutes suffisaient pour que l'on puisse observer une coloration des dents visible à l'œil nu.

### ➤ **Préparation des solutions de sodium hexamétaphosphate**

Mesure de la masse de sodium hexamétaphosphate à l'aide d'une balance électronique OHAUS® ; pour une solution à 50%, nous pesons 25g de sodium hexamétaphosphate.

Prélèvement de 25ml d'eau distillée à l'aide d'une pipette graduée.

Mise en contact du sodium hexamétaphosphate avec l'eau distillée, et agitation à l'aide d'un barreau aimanté et d'un agitateur magnétique jusqu'à homogénéisation complète de la solution.

Le même protocole sera appliqué pour réaliser les différentes solutions à 50, 40, 30, 20 et 10%, en sodium hexamétaphosphate.

Nous n'avons pas réalisé de solution de concentration supérieure à 50%, en effet il était déjà très difficile de diluer le sodium hexamétaphosphate à 50%, la solution atteignait sa saturation.

### ➤ **Protocole pour les dents n°1 et n°2**

Nettoyage des dents (brosse à dent électrique-dentifrice).

Prise d'une photo pré-opératoire, avec une distance dent objectif de 4,5 cm et un grossissement maximum.

Mise en place des dents dans la solution pendant 15 minutes sur vibreur.

Rinçage à l'eau distillée.

Mise en place des dents dans le vin rouge pendant 30 minutes.

Rinçage à l'eau distillée.

Séchage à l'air libre.

Prise d'une photo post opératoire, avec une distance dent objectif de 4,5 cm et un grossissement maximum. La dent est mise dans la même position que celle utilisée pour la photo pré opératoire.

Nettoyage des dents pour éliminer les colorations induites par le vin (brosse à dent électrique-dentifrice).

Rinçage.

Séchage à l'air libre.

L'expérience est de nouveau réalisée avec une solution de concentration différente.

➤ **Traitement des photographies : détourage et analyse colorimétrique.**

Nous faisons appel à un logiciel de traitement d'image appelé The GIMP®, version 2.8, disponible en téléchargement gratuit sur [www.01net.com](http://www.01net.com).

Puis nous utilisons le logiciel DirtyTooth®, qui est un logiciel de segmentation et de quantification de la couleur [66].

On notera deux étapes dans le traitement des photographies : le détourage et l'analyse colorimétrique.

Le détourage permet de limiter la surface de la dent à analyser à sa couronne, en effet on ne souhaitait pas que la teinte des racines entre en jeu dans l'analyse colorimétrique. Nous réalisons cette manipulation à l'aide du logiciel The GIMP®.

Une fois le détourage effectué nous pouvons passer à l'analyse colorimétrique.

Dans l'étude mettant en évidence l'efficacité du sodium hexamétaphosphate contenu dans le chewing-gum les chercheurs comparaient la luminosité des dents ( $\Delta L^*$ ) en analysant les photographies de ces dents [12]. Or une image est la somme de nombreuses données (teinte, saturation, luminosité). Une dent peut très bien paraître plus rouge sans être pour autant moins lumineuse, on ne pouvait donc pas se limiter à la luminosité pour comparer les dents et ainsi montrer l'efficacité du sodium hexamétaphosphate dans la prévention de la coloration des dents par le vin rouge.

- **Analyse de la moyenne RVB**

Dans un premier temps nous avons exploité les valeurs numériques fournies par l'histogramme des couleurs pour faire une analyse des photographies des dents précédemment détourées. Il nous suffisait d'ouvrir l'image de la dent détourée avec The GIMP®, de sélectionner l'onglet Couleur puis Informations et enfin Histogramme.

L'histogramme présentait les courbes Rouge Vert Bleu, leurs moyennes, leurs déviations standard et leurs médianes.

Rouge vert bleu, abrégé RVB, est un format de codage des couleurs. Ces trois couleurs sont les couleurs primaires en synthèse additive. Elles correspondent à peu près aux trois types de cônes de l'œil humain. Ces couleurs sont codées sur 8 bits ce qui permet 256 niveaux d'intensité, de 0 pour une intensité la plus faible, à 255 pour une intensité maximale. Par exemple, si l'on considère seulement la couleur rouge, plus on se rapproche de 0 plus le rouge sera noir, plus on se rapproche de 255 plus

l'intensité du rouge augmentera, et se rapprochera donc du rouge très clair. Ce format de couleurs est aujourd'hui utilisé en éclairage, en vidéo, pour l'affichage sur les écrans et par les logiciels d'imagerie.

- **Résultats**

Nous relevons quelques données contradictoires lorsque l'on analyse la valeur moyenne RVB en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate :

- Dent n°1 : plus la concentration en sodium hexamétaphosphate de la solution, avec laquelle la dent était traitée avant d'être mise en contact avec le vin, diminue, plus la valeur moyenne RVB diminue. La dent préopératoire présente une couleur plus claire (moyenne RVB 128,7) que la dent non traitée par le sodium hexamétaphosphate (moyenne RVB 104,8). On peut tout de même observer une légère augmentation de la valeur moyenne RVB à 40% et à 10%.
- Dent n°2 : nous observons une courbe décroissante de la valeur moyenne RVB, de la dent préopératoire à 30%, puis une courbe croissante de 30% à 0%. De plus, la dent pré opératoire présente une couleur plus sombre (moyenne RVB 131,4) que la dent non traitée par le sodium hexamétaphosphate (moyenne RVB 137,5).
- Dent témoin : plus le temps de contact dent-vin augmente, plus la valeur moyenne RVB diminue. On peut tout de même noter une incohérence, puisque la valeur moyenne RVB à 5 minutes de contact vin-dent (moyenne RVB 116,4) est inférieure à la valeur moyenne RVB à 10 minutes (moyenne RVB 131,5).

- **Biais**

Nous expliquons ces contradictions par :

- un manque de standardisation dans la prise des clichés ; même si les dents sont placées, dans les mêmes conditions, la position ne peut être exactement la même. De ce fait les clichés ne peuvent plus être comparables les uns avec les autres.
- le fait que nous réutilisons la même dent pour comparer l'efficacité des différentes concentrations en sodium hexamétaphosphate. Nous nettoyons la dent au maximum entre chaque concentration pour nous rapprocher le plus possible de l'état de la dent pré-opératoire, mais l'état de surface et la teinte ne seront jamais identiques à ceux que nous avons avec la dent pré-opératoire.
- un détournage des dents à l'aide du logiciel The GIMP®, qui ne sera pas toujours identique ; en effet l'outil de sélection Ciseaux intelligents ne sélectionnera pas exactement la même surface dentaire d'un cliché à l'autre.

Pour remédier à ces problèmes, ou du moins atténuer les biais, nous avons développé une deuxième méthode.

- **Mode Reds and Purples (Annexe 3 Figure n°4)**

Comme nous avons pu le voir précédemment dans les vins rouges, la couleur évolue constamment au cours de la maturation et du vieillissement, passant progressivement du rouge violacé à une teinte tuilée.

La couleur des vins est donc comprise entre le rouge-orange et le violet, nous avons donc décidé de nous concentrer sur ces couleurs et leurs nuances, pour évaluer l'influence du vin sur la couleur des dents.

Après avoir ouvert la photographie de la dent détournée à l'aide du programme The GIMP®, nous sélectionnons l'onglet Image, puis Mode et Couleurs indexées (au lieu du mode RVB que nous utilisions précédemment).

Nous pouvons alors utiliser une palette de couleurs personnalisées, qui va s'appliquer à la photographie. Nous sélectionnons la palette « Reds And Purples ». La photographie va maintenant apparaître en nuances de rouges et de violets.

Dans un premier temps, nous appliquons ce filtre sur la photographie de la dent préopératoire, ce qui nous a permis de mettre en évidence les niveaux de rouge qui n'étaient pas liés à l'action du vin. Nous relevons les caractéristiques RVB de ces niveaux de rouge à l'aide de la pipette.

Puis, nous appliquons ce filtre de couleur sur les photographies des dents qui sont traitées avec le sodium hexamétaphosphate de 50 à 0%. Grâce à l'outil pipette, nous avons pu repérer les valeurs de rouge et de violet qui n'étaient pas liées au vin puisque déjà présentes dans la photographie de la dent préopératoire.

Une fois ces valeurs sélectionnées nous les colorons en blanc.

- **Quantification**

Nous ouvrons chaque photographie précédemment traitée par The GIMP®, avec le logiciel DirtyTooth®.

Nous allons pouvoir déterminer la surface dentaire colorée par rapport à la surface totale de la dent, ainsi nous allons obtenir un rapport surface colorée de la dent sur surface totale pour chaque cliché.

Nous réalisons cette quantification pour les dents n°1 et n°2, pour chaque concentration et pour la dent témoin.

- **Résultats (Annexe 3 Figures n°5, 6, 7)**

Il nous apparaît que, plus la concentration en sodium hexamétaphosphate, de la solution avec laquelle la dent a été traitée est faible, plus la surface dentaire rouge de la dent est importante.

L'efficacité maximale de la solution en sodium hexamétaphosphate est obtenue pour une concentration de 50%.

Nous relevons encore une fois des contradictions, puisque lorsque les dents n°1 et n°2 sont traitées par une solution à 20% la surface dentaire rouge est plus importante que lorsque la dent est traitée par une solution à 10% en sodium hexamétaphosphate.

- **Biais**

Nous attribuons une nouvelle fois les biais :

- au manque de standardisation lors de la prise des clichés.
- au détournage des dents à l'aide du logiciel The GIMP® ; en effet l'outil de sélection Ciseaux intelligents ne sélectionnera pas exactement la même surface d'un cliché à l'autre.
- à la difficulté de retrouver une dent équivalente à la dent préopératoire après le test d'une solution de sodium hexamétaphosphate ; même après un nettoyage intensif de la dent pour éliminer les colorations apparues à la surface dentaire.

Pour limiter au maximum les biais liés aux différences de teintes, morphologies, états de surface des dents, à la prise des clichés et à la sélection des zones à analyser, nous avons décidé de travailler sur de la poudre d'hydroxyapatite (teinte, morphologie identiques quelque soit l'échantillon) et d'utiliser le scanner pour la prise de vue.

### **III.2.2.2 Essais sur de la poudre d'hydroxyapatite**

#### **➤ Préparation des solutions de sodium hexamétaphosphate**

Nous préparons les solutions de sodium hexamétaphosphate à 50, 40, 30, 20, 10 et 0% de la même façon que dans les essais réalisés sur les dents extraites.

#### **➤ Échantillons de poudre d'hydroxyapatite**

Chaque échantillon a une masse de 3 grammes.

Cette masse est mesurée à l'aide balance électronique OHAUS®.

### ➤ **Protocole appliqué à la poudre d'hydroxyapatite**

Mise en contact et agitation de la poudre d'hydroxyapatite avec la solution de sodium hexamétaphosphate pendant 10 minutes.

Filtration de la solution à l'aide de papier filtre de granulométrie 10-20 micromètres de la marque Filtres Fioroni.

Récupération de la poudre d'hydroxyapatite.

Rinçage de la poudre à l'eau distillée pour éliminer le sodium hexamétaphosphate qui n'a pas adhéré aux particules d'hydroxyapatite.

Nouvelle filtration.

Prélèvement de 10ml de vin à l'aide d'une pipette graduée.

Mise en contact et agitation de la poudre d'hydroxyapatite avec le vin :

- contact de 10 minutes avec le vin 1 (Alicante pur).
- contact de 35 minutes avec le vin 2 (Alicante pur).
- contact de 45 minutes avec le vin 3 (Bordeaux pur).
- contact de 65 minutes avec le vin 4 (Alicante 50% - Lie de vin 50%).

Filtration de la solution poudre-vin à l'aide du papier filtre.

Rinçage de la poudre d'hydroxyapatite à l'eau distillée, pour éliminer les colorants qui se sont déposés à la surface de la poudre, sans avoir adhéré.

Filtration de la solution poudre-eau distillée pour ne récupérer que la poudre.

Séchage de la poudre à l'air libre.

### ➤ **Protocole de prises de vue**

Pour chaque vin, nous plaçons les poudres sur la surface vitrée du scanner Epson perfection 4990 photo.

De haut en bas, nous plaçons la poudre pure qui n'a pas été mise en contact avec la solution de sodium hexamétaphosphate ni avec le vin, puis la poudre traitée par une solution de sodium hexamétaphosphate à 50%, jusqu'à la poudre mise en contact avec le vin sans avoir été traitée par la solution de sodium hexamétaphosphate.

Nous mettons une feuille noire sur les poudres, puis nous refermons le scanner. Le fond noir nous permet d'avoir un bon contraste entre les poudres et l'arrière plan.

Nous scannons alors les 7 monticules de poudres pour chaque vin.

### ➤ **Traitement des clichés pris par le scanner (Annexe 3 Figure n°8)**

Nous ouvrons chaque cliché avec le logiciel The GIMP®.

Nous relevons les caractéristiques colorimétriques des sept monticules de poudre d'hydroxyapatite présentés pour chaque vin.

Nous sélectionnons Pipette à couleurs dans l'onglet Outils.

Grâce à la rubrique Option des outils, que l'on peut faire apparaître en la sélectionnant dans l'onglet Fenêtre, nous allons pouvoir faire varier le rayon de la zone d'évaluation de la pipette. La pipette fera ensuite une moyenne de cette zone.

En cochant la case Utiliser la fenêtre d'informations, nous faisons apparaître la fenêtre d'Information de la Pipette à couleurs lorsque nous sélectionnons une zone de poudre d'hydroxyapatite à évaluer.

Cette fenêtre nous donne les valeurs :

- RVB en pourcentage.
- RVB de 0 à 255.
- TSV : teinte en degrés, saturation en pourcentage et valeur en pourcentage.
- CMJN : cyan, magenta, jaune et noir en pourcentage.

### ➤ **Résultats (Annexe 3 Figures n°9 à n°18)**

Les biais que nous avons pu relevé lorsque nous évaluons la couleur des dents, ne sont plus présents, en effet la prise de vue est standardisée ; en faisant appel au scanner nous plaçons les poudres dans les mêmes conditions. De plus les poudres sont comparables, puisqu'elles présentent la même couleur et le même état de surface initial.

Les résultats que nous obtenons sont donc comparables les uns par rapport aux autres.

#### • **RVB (Annexe 3 Figures n°9, 10, 11, 12)**

Pour rappel plus la moyenne RVB se rapproche de 255, plus on se rapproche du blanc, et plus cette moyenne tend vers 0, plus on se rapproche du noir.

Nous pouvons observer que plus la concentration de la solution en sodium hexamétaphosphate, avec laquelle la poudre a été traitée, diminue plus la moyenne RVB des poudres diminue et ce quel que soit le vin avec lequel les poudres ont été mises en contact.

La valeur de la moyenne RVB est maximale (254) pour la poudre pure et minimale pour la poudre mise en contact avec le vin sans avoir été traitée préalablement par la solution.

Pour les poudres mises en contact avec le vin la moyenne RVB est maximale, et donc les poudres sont les plus blanches, lorsqu'elles sont traitées avec une solution à 50% en sodium hexamétaphosphate.

- **CMJN (Annexe 3 Figures n°13, 14, 15, 16)**

Le RVB est utilisé pour l'affichage de nos écrans. On peut donc constater qu'un même code couleur RVB aura un rendu différent sur deux écrans.

Le CMJN, appelé plus techniquement quadrichromie, est un standard colorimétrique pour l'imprimerie permettant de reproduire un large spectre de couleurs. Ces couleurs sont créées en mélangeant trois encres de bases : le cyan, le magenta et le jaune auxquels on ajoute le noir.

Le cyan, le magenta et le jaune sont les trois couleurs primaires en synthèse soustractive, contrairement au rouge, vert et bleu (Cf. RVB) qui le sont en synthèse additive.

Le noir est utilisé pour obtenir les gris qui seraient plus difficiles à obtenir en mélangeant les trois couleurs primaires. L'ajout du noir permet surtout de mieux contraster les images et de produire des textes plus nets. Le noir étant une couleur moins coûteuse à fabriquer que les autres teintes, son utilité est non seulement d'ordre esthétique mais aussi économique : à chaque fois que le mélange des trois couleurs donne une nuance de noir ou de gris, la séparation quadri retire les couleurs CMJ et les remplace par du noir. On appelle cette substitution le « retrait de sous-couleur ».

Pour évaluer l'influence du vin sur la couleur des poudres d'hydroxyapatite, nous nous limitons à l'évaluation du magenta et du noir.

Nous pouvons observer que, plus la concentration de la solution en sodium hexamétaphosphate avec laquelle la poudre a été traitée diminue, plus les valeurs magenta et noir des poudres augmentent, et ce, quel que soit le vin avec lequel les poudres ont été mises en contact.

Comme on a pu l'observer avec l'évaluation des valeurs moyennes RVB, les poudres ayant été mises en contact avec le vin présentent des valeurs magenta et noir minimales (les poudres sont donc les plus blanches), lorsqu'elles sont traitées avec une solution à 50% en sodium hexamétaphosphate.

- **Teinte**

La teinte correspond à ce qu'on nomme « couleur » dans le langage courant. Elle est définie sous la forme d'un cercle où les trois couleurs primaires RVB sont réparties (arbitrairement) aux angles 0° pour le rouge, 120° pour le vert et 240° pour le bleu. Bien qu'il présente une ressemblance avec le spectre de la lumière visible, il n'y est pas relié. On peut d'ailleurs constater que la répartition

des couleurs y est différente, et que la partie du cercle chromatique comprise environ entre 300° et 360° est absente du spectre.

Nous n'exploiterons pas les données des teintes dans le cadre de notre thèse.

- **Saturation (Annexe 3 Figure n°17)**

Dans la théorie des couleurs, la saturation ou pureté est l'intensité d'une teinte spécifique. Elle est fondée sur la pureté de la couleur ; une teinte hautement saturée a une couleur vive et intense, tandis qu'une teinte moins saturée paraît plus terne et grise. Sans aucune saturation, une teinte devient un niveau de gris.

Nous pouvons observer que, plus la concentration de la solution en sodium hexamétaphosphate, avec laquelle la poudre a été traitée diminue, plus la saturation augmente, et ce, quel que soit le vin avec lequel les poudres ont été mises en contact.

La saturation est minimale pour la poudre pure (0%), et maximale lorsque la poudre n'est pas traitée par du sodium hexamétaphosphate (entre 4 et 6% suivant le vin).

Nous pouvons tout de même noter plusieurs plateaux ; ainsi au cours de l'expérience faisant appel au vin 1, nous pouvons par exemple observer une même saturation (6%), que la poudre soit traitée avec une solution à 20, 10 ou 0% en sodium hexamétaphosphate.

- **Valeur / Luminosité (Annexe 3 Figure n°18)**

Nous pouvons observer que, plus la concentration de la solution en sodium hexamétaphosphate, avec laquelle la poudre a été traitée, diminue plus la luminosité diminue et ce quel que soit le vin avec lequel les poudres ont été mises en contact.

La luminosité est maximale pour la poudre pure (100%), et minimale lorsque la poudre n'est pas traitée par du sodium hexamétaphosphate (entre 89 et 78% suivant le vin).

Nous pouvons noter plusieurs plateaux : les luminosités sont les mêmes à 50 et 40% pour les vins 1, 3 et 4 ainsi qu'à 40 et 30% pour le vin 2 et à 30 et 20% pour le vin 3.

- **Conclusion**

À travers le relevé des données colorimétriques, à savoir les valeurs RVB, Magenta, Noir, la saturation et la luminosité, il nous apparaît que la concentration idéale en sodium hexamétaphosphate nécessaire à la prévention de la coloration de la poudre d'hydroxyapatite est de 50%.

### **III.2.2.3 Essai in vivo**

Les expériences in vitro précédentes nous ont permis de déterminer la concentration idéale en sodium hexamétaphosphate nécessaire à la prévention de la coloration dentaire induite par le vin.

Il nous reste maintenant à montrer qu'une solution à 50% en sodium hexamétaphosphate est également efficace in vivo.

#### ➤ **Préparation de la solution de sodium hexamétaphosphate**

Nous préparons une solution de sodium hexamétaphosphate à 50% de la même façon que dans les essais réalisés sur les dents extraites.

#### ➤ **Protocole de prises de vue**

- **Préparation du patient à la prise de vue**

Le fauteuil est mis en position assise, le patient en contact avec le dossier et la tête appuyée sur la tête. Des écarteurs simples ou doubles sont mis en bouche.

- **Prise de vue**

Nous utilisons l'appareil photo PANASONIC DMC-TZ30 en mode A macro.

Le grossissement est à son maximum. Nous faisons une mise au point jusqu'à obtenir une image nette. Le cliché obtenu se rapprochera du rapport 1/1.

Nous nous plaçons orthogonalement par rapport à la surface dentaire.

#### ➤ **Protocole opératoire**

- **Évaluation de la coloration induite par le vin sans traitement préalable des dents**

Dans un premier temps, nous réalisons une prophylaxie dentaire pour éliminer la plaque et le tartre présents à la surface des dents.

Puis, nous prenons des photographies des arcades dentaires en occlusions, de face et de côté.

Le patient effectue ensuite un bain de bouche avec le vin 5 pendant 30 minutes.

Puis, il se rince la bouche avec de l'eau pendant 30 secondes, pour éliminer les dépôts non adhérents.

Nous prenons des photographies des arcades dentaires en occlusions, de face et de côté pour évaluer l'influence du vin.

Enfin, nous réalisons une nouvelle prophylaxie pour éliminer les colorations induites par le vin.

- **Évaluation de la coloration induite par le vin après traitement avec une solution à 50% en sodium hexamétaphosphate**

Nous revoyons le patient une semaine après.

Nous réalisons de nouveau une prophylaxie dentaire.

Puis, nous prenons des photographies des arcades dentaires en occlusions, de face et de côté.

Le patient effectue ensuite un bain de bouche avec la solution à 50% en sodium hexamétaphosphate pendant 5 minutes.

Puis, il se rince la bouche avec de l'eau pendant 30 secondes.

Le patient effectue de nouveau un bain de bouche avec le vin 5 pendant 30 minutes.

Il se rince ensuite la bouche avec de l'eau pendant 30 secondes, pour éliminer les dépôts non adhérents.

Nous prenons des photographies des arcades dentaires en occlusions, de face et de côté pour évaluer l'influence du vin.

Enfin, nous réalisons une nouvelle prophylaxie pour éliminer les colorations induites par le vin.

➤ **Traitement des photographies : détournage et analyse colorimétrique**  
**(Annexe 3 Figures n°19 à n°23)**

Nous utilisons une fois de plus le logiciel The GIMP®, ainsi que le logiciel DirtyTooth®.

Le détournage permet de limiter la surface des dents à analyser à leurs couronnes, en effet, nous ne voulions pas que la teinte des muqueuses ou de la gencive entrent en jeu.

Sur les clichés des secteurs antérieurs, nous avons détournés les 12 dents antérieures, à savoir de canine à canine.

Sur les clichés des secteurs gauche et droit, nous avons détourné de la face mésiale de la canine maxillaire à la face distale de la première molaire maxillaire, et de la moitié de la canine mandibulaire à la face distale de la première molaire mandibulaire.

Dans un premier temps, nous avons voulu appliquer la même technique que celle utilisée dans l'analyse colorimétrique des dents n°1 et n°2 avec l'utilisation du mode Reds and Purples à l'aide du

logiciel The GIMP®. Il nous est vite apparu que certaines taches présentes sur la surface dentaire n'étaient pas mises en évidence avec ce mode.

En effet, ce mode possède un nombre limité de variantes du rouge. Ainsi, une couleur se rapprochant trop d'une autre sera assimilé au même rouge.

Nous avons donc développé une nouvelle technique.

Nous avons utilisé l'outil Sélection par couleur de The GIMP®, ainsi nous avons pu évaluer les surfaces dentaires colorées par le vin.

Pour chaque cliché (de face, secteur droit, secteur gauche), nous avons voulu déterminer la surface tachée dent par dent.

Nous avons donc sélectionné les dents une à une, à l'aide de l'outil Sélection à main levée.

Puis, pour chaque dent, nous avons sélectionné les surfaces tachées à l'aide de l'outil Sélection par couleur. Cet outil nous a permis de sélectionner toute la surface dentaire de couleur similaire à celle sélectionnée. Puis, nous avons rempli la sélection avec du rouge.

- **Quantification**

Nous effectuons le même protocole que nous avons précédemment utilisé pour réaliser la quantification des dents n°1 et n°2.

Nous ouvrons donc chaque photographie précédemment traitée par The GIMP®, avec le logiciel DirtyTooth®.

Celui-ci va réaliser la quantification du cliché.

Nous pouvons ainsi déterminer la surface dentaire colorée, par rapport à la surface totale l'arcade dentaire.

Nous réalisons cette quantification pour les clichés des arcades dentaires mises en contact avec le vin pendant 30 minutes et pour les clichés des arcades mises également en contact avec le vin pendant 30 minutes, mais après avoir été traitées par une solution à 50% en sodium hexamétaphosphate.

- **Résultats**

Lorsque les arcades dentaires ne sont pas traitées avec la solution à 50% en sodium hexamétaphosphate 7,68% de l'arcade dentaire est tachée par le vin.

Lorsque les arcades dentaires sont traitées avec la solution à 50% en sodium hexamétaphosphate 0,61% de l'arcade dentaire est tachée par le vin.

La surface dentaire tachée est donc 12,6 fois plus importante lorsque les dents ne sont pas traitées par le sodium hexamétaphosphate.

- **Biais**

Des biais liés au détournage manuel des arcades dentaires, à la sélection manuelle des zones tachées et à la prise des clichés demeurent présents.

- **Conclusion**

Un bain de bouche réalisé pendant 5 minutes avec une solution à 50% en sodium hexamétaphosphate permet de diminuer la surface dentaire colorée par le vin de 7,07 %.

---

## **DISCUSSION ET PERSPECTIVES**

---

## **IV. Discussion et perspectives**

### **IV.1 Bilan**

Les résultats obtenus sont encourageants, puisque nous avons atteint les objectifs fixés dans le cadre de cette thèse.

À l'aide de précédentes recherches réalisées sur la prévention de la coloration dentaire, nous avons pu déterminer que le sodium hexamétaphosphate était une molécule capable de diminuer la coloration dentaire induite par des chromogènes exogènes.

Nous avons ensuite cherché à savoir si l'efficacité de cette molécule était proportionnelle à sa concentration, et si celle-ci était efficace pour prévenir la coloration induite par le vin.

Dans un premier temps, nous avons donc réalisé une série d'expériences sur dents extraites, mais nous avons pu relever plusieurs résultats contradictoires que nous avons imputés à un certain nombre de biais.

Pour résoudre ces problèmes nous avons alors utilisé de la poudre d'hydroxyapatite et un scanner, nous avons ainsi pu déterminer que la solution la plus efficace pour prévenir la coloration dentaire induite par le vin était celle à 50% en sodium hexamétaphosphate.

Il nous est ensuite apparu essentiel de réaliser un essai *in vivo*, pour évaluer l'efficacité de la solution dans le milieu buccal. Les résultats que nous avons pu en tirer sont encourageants, même si nous ne pouvons pas en tirer de conclusion, la taille de l'échantillon étant trop réduite.

### **IV.2 Biais perfectibles**

Des difficultés se sont présentées à nous lors de la prise des clichés, mais également lors du traitement informatisé de ces clichés à l'aide du logiciel The GIMP®.

Comme nous l'avons déjà mentionné, l'intervention de l'être humain pour prendre des clichés était une source d'erreurs, en effet les clichés ne pouvaient pas être pris exactement dans les mêmes conditions, de ce fait ils ne pouvaient donc pas être comparables.

#### ➤ **Index de Lobene**

De nombreuses études *in vivo* comparant la coloration dentaire de sujets font appel à l'index de Lobene. Cet index ne nécessite pas la prise de clichés ni l'analyse informatisée de ces clichés.

Il mesure l'intensité et la surface des colorations dentaires externes présentes sur les faces vestibulaires et linguales des 12 dents antérieures ; ces surfaces sont divisées en deux régions : la gencive et le corps de la dent.

Valeur en fonction de la surface colorée :

- 0 = aucune coloration détectée.
- 1 = coloration sur moins de 1/3 de la surface dentaire.
- 2 = coloration sur moins de 2/3 de la surface dentaire.
- 3 = coloration sur plus de 2/3 de la surface dentaire.

Valeur en fonction de l'intensité des taches :

- 0 = pas de coloration.
- 1 = coloration claire – jaune.
- 2 = coloration modérée – marron.
- 3 = coloration intense – noire.

Nous avons choisi de ne pas utiliser cet index, car encore une fois, il faisait appel à une évaluation subjective de la couleur dentaire. Mais cet index présente l'avantage d'être une méthode simple et rapide pour réaliser une étude sur un grand échantillon.

### ➤ **Le spectrophotomètre**

C'est selon nous la méthode la plus fiable pour évaluer et comparer différentes couleurs.

De nombreuses expériences évaluant la couleur de dents extraites, de céramiques ou de composites déterminent les données CIE Lab à l'aide de spectrophotomètres, ce qui nous permet de calculer la différence de couleur entre deux échantillons à l'aide de l'équation  $\Delta E = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$

L'utilisation d'un spectrophotomètre du type PR-670 SpectraScan ou CM-3500d fournit des résultats fiables, mais demande du matériel qui n'était pas à notre disposition, de plus les protocoles mis en places dans l'utilisation de ces spectrophotomètres sont beaucoup plus longs et complexes que ceux que nous avons pu développé au cours de cette thèse.

Nous pensons que notre méthode est un bon compromis entre facilité d'application et d'interprétation et justesse des résultats, du moins en ce qui concerne les essais réalisés sur la poudre d'hydroxyapatite.

Il serait tout de même intéressant d'effectuer une étude in vitro comme nous avons pu faire sur dents extraites mais cette fois avec un échantillon plus important et en utilisant un spectrophotomètre.

### **IV.3 Perspectives**

Comme nous avons pu l'aborder plus haut, il faudrait dans un premier temps mener une étude in vivo sur un groupe plus important pour que les résultats soient exploitables et représentatifs. De plus, cette étude aurait l'avantage de mettre en évidence les contres indications, ainsi que les effets secondaires liés à la prise de cette molécule, mais des autorisations pour tester cette molécule sur l'être humain seraient nécessaires.

Il faudrait, pour réaliser une telle étude, développer une méthode permettant de diminuer les biais liés à la non standardisation de la prise de clichés, au détournage manuel des arcades dentaires et à la sélection manuelle des zones tachées ou utiliser un spectrophotomètre.

Il faudrait déterminer sous quelle forme serait développée et/ou commercialisée la molécule de sodium hexamétaphosphate (bain de bouche, chewing-gum, dentifrice), et déterminer si l'efficacité de la molécule serait la même quelque soit le véhicule permettant sa libération. Ainsi un chewing-gum contenant 50% de sodium hexamétaphosphate sera peut être moins efficace qu'un dentifrice, ou qu'un bain de bouche, à la même concentration.

D'autres protocoles d'utilisation pourraient être déterminés en fonction du véhicule délivrant le principe actif.

Il faudrait également évaluer la durée d'efficacité du produit, qui pourrait être variable en fonction de la salive, de l'état de la surface amélaire, ou de la quantité de tartre/plaque du sujet.

Enfin, il serait intéressant de réaliser un questionnaire pour connaître l'avis direct des œnologues sur l'utilité d'un tel produit, mais également sur l'altération du gout qu'il pourrait occasionner et qui serait nuisible à leur travail.

---

## **CONCLUSION**

---

La coloration dentaire induite par le vin est un problème d'ordre esthétique que les œnologues rencontrent quotidiennement. Il nous apparaissait donc essentiel d'y apporter une solution et, plutôt que de proposer une action curative nous avons privilégié l'aspect préventif.

L'ensemble de nos recherches a permis de mettre en évidence l'efficacité du sodium hexamétaphosphate dans le contrôle de la coloration dentaire, et dans le contrôle de l'hygiène orale.

Nous avons pu remarquer que, les études mettant en évidence l'efficacité de la molécule se limitaient à l'étude de produits présentant une faible concentration en sodium hexamétaphosphate, généralement comprise entre 1 et 10%. Nous avons alors cherché à savoir si l'efficacité de la molécule augmentait lorsque l'on augmentait sa concentration.

D'après les expériences réalisées sur la prévention de la coloration dentaire induite par le vin, il nous est apparu que l'efficacité du sodium hexamétaphosphate dépendait de la concentration à laquelle on l'utilisait. Ainsi, nous avons pu montrer que son efficacité était maximale lorsque l'on utilisait cette molécule dans une solution à 50%.

Des biais dans nos expériences demeurent présents, de plus un essai in vivo sur un plus large échantillon reste nécessaire pour affirmer que cette molécule présente une efficacité maximale à une telle concentration, et pour évaluer les effets secondaires qu'elle pourrait engendrer.

Nous espérons que notre étude ouvrira la voie à de nouvelles recherches visant à développer un produit présentant une grande utilité dans le milieu de l'œnologie.

---

## **BIBLIOGRAPHIE**

---

- [1] GERLACH R. W. Whitening paradigms 1 year later: introduction of a novel professional tooth-bleaching system. *Compend Cont Educ Dent*. 2002; 23(1A): 4-8.
- [2] WHITE D. J. Development of an improved whitening dentifrice based upon "stain-specific soft silica" technology. *J Clin Dent*. 2001; 12: 25-29.
- [3] RICE D. E., DHABHAR D. J., WHITE D. J. Laboratory stain removal and abrasion characteristics of a dentifrice based upon a novel silica technology. *J Clin Dent*. 2001; 12: 34-37.
- [4] PICKLES M. J. Tooth wear. *Monogr Oral Sci*. 2006; 19: 86-104.
- [5] WHITE D. J. A new and improved "dual action" whitening dentifrice technology sodium hexametaphosphate. *J Clin Dent*. 2002; 131: 1-5.
- [6] WHITE D. J. Tartar control dentifrices: current status and future prospects. In: Embery G, Rolla G, eds. *Clinical and Biological Aspects of Dentifrices*. Oxford: Oxford University Press; 1994: 277-291.
- [7] MCGAUGHERY C. Binding of polyphosphate and phosphate to hydroxyapatite, subsequent hydrolysis, phosphate exchange and effects on demineralization, mineralization and microcrystal aggregation. *Caries Res*. 1983; 17: 229-4.
- [8] RYKKE M., ROLLA G. Desorption of acquired enamel pellicle in vivo by pyrophosphate. *Scand J Dent Res*. 1990; 98: 211-4.
- [9] RYKKE M., ROLLA G., SONJU T. Effect of pyrophosphate on protein adsorption to hydroxyapatite in vitro and on pellicle formation in vivo. *Scand J Dent Res*. 1998; 96: 517-522.
- [10] VAN DER MEI H. C., KAMMINGA-RASKER H. J., DE VRIES J. The influence of a hexametaphosphate-containing chewing gum on the wetting ability of salivary conditioning films in vitro and in vivo. *J Clin Dent*. 2003; 14: 14-18.
- [11] HATCH G. B., AND RICE O. Surface-Active Properties of Hexametaphosphate. *Indust and Eng Chem*. 1939; 31: 51.
- [12] BAIG A., HE T., BUISSON J., SAGEL L., SUSZCZYNSKY MEISTER E., WHITE D. J. Extrinsic whitening effects of sodium hexametaphosphate--a review including a dentifrice with stabilized stannous fluoride. *Compend Contin Educ Dent*. 2005 Sep; 26(9 Suppl 1): 47-53.

- [13] TUNG F. F., GOLDSTEIN G. R., JANG S., HITTELMAN E. The repeatability of an intraoral dental colorimeter. *J Prosthet Dent.* 2002; 88: 585-90.
- [14] BERNS R. S., BILLMEYER F. W., SALTZMAN M. Billmeyer and Saltzman's principles of color technology. 3rd ed. New York: John Wiley and Sons. 2000: 1-105.
- [15] MINOLTA CORPORATION. Precise color communication. Minolta Co., Ltd. 1994, Ramsey, NJ
- [16] VAN DER BURGT T. P., TEN BOSCH J. J., BORSBOOM P. C. F., KORTSMIT W. J. P. M. A comparison of new and conventional methods for quantification of tooth color. *J Prosthet Dent.* 1990; 63: 155-62.
- [17] GUAN Y. H., LATH D. L., LILLEY T. H., WILLMOT D. R., MARLOW I. Brook AH. The measurement of tooth whiteness by image analysis and spectrophotometry: a comparison. *J Oral Rehabil.* 2005; 321: 7-15.
- [18] LATH D. L., JOHNSON C., SMITH R. N., BROOK A. H. Measurement of stain removal in vitro: a comparison of two instrumental methods. *Int J Dent Hyg.* 2006; 43: 129-32.
- [19] ALBRIGHT, F., SULKOWITCH, H. W., CHUTE, R. Nonsurgical Aspects of the Kidney Stone Problem. *J.A.M.A.* 1939; 113: 2049.
- [20] RICE AND PARTRIDGE E. P., Threshold Treatment. Elimination of Calcium Carbonate Deposits from Industrial Waters. *Indust and Eng Chem.* 1939; 31: 58.
- [21] MC GAUGHEY C., STOWELL E. C. Effects of polyphosphates on the solubility and mineralization of HA: relevance to a rationale for anticaries activity. *Journal of Dental Research.* 1977; 56: 579-87.
- [22] KONIG KG, MATHALER T. M., MUHLEMANN H. R. Effects of some phosphates in a short-period rat caries experiment. *Archives Oral Biology.* 1961; 3: 258-70.
- [23] HARRIS R. S., NIZEL A. E., WALSH N. B. The effect of phosphate structure on dental caries development in rats. *Journal of Dental Research.* 1967; 46: 290-4.

- [24] FOSDICK L. S., KROB E. J. Effect of phosphates on the acid fermentation of sugar saliva mixtures. *Journal of Dental Research*. 1960; 39: 638.
- [25] MURPHY J., BEIGHTON D., CLARK D., BARTLETT D. The potential for sodium hexametaphosphate (SHMP) found in common children drinks to limit acid production in the oral biofilm. *J Dent*. 2007; 35(3): 214-7
- [26] MUHLER J. C., RADIKE A. Effect of a dentifrice containing stannous fluoride on dental caries in adults. II. Results at the end of two years of unsupervised use. *J Am Dent Assoc*. 1957; 55: 196-198.
- [27] JACKSON R. J. Dentifrices for the treatment of dentine hyper sensitivity. In: Embery G, Rolla G, eds. *Clinical and Biological Aspects of Dentifrices*. Oxford, UK: Oxford University Press; 1992: 337-344.
- [28] FISHMAN S. L., TRUELOVE R. B., HART R. The laboratory and clinical safety evaluation of a dentifrice containing hydrogen peroxide and baking soda. *J Clin Dent*. 1992; 3: 104-110.
- [29] VOLPE A. R., PETRONE M. E., DEVIZIO W et al. A review of plaque, gingivitis, calculus and caries clinical efficacy studies with a dentifrice containing triclosan and PVM/MA copolymer. *J Clin Dent*. 1993; 4(spec no): 31-41.
- [30] WHITE D. J., COX E. R., SUSZYNSKY-MEISTER E. M. et al. In vitro studies of the anticalculus efficacy of a sodium hexametaphosphate whitening dentifrice. *J Clin Dent*. 2002; 13: 33-37.
- [31] LIU H., SEGRETO V. A., BAKER R. A. et al. Anticalculus efficacy and safety of a novel whitening dentifrice containing sodium hexametaphosphate: a controlled six-month clinical trial. *J Clin Dent*. 2002; 13: 25-28.
- [32] WHITE D. J., GERLACH R. W. Anticalculus effects of a novel, dual-phase polypyrophosphate dentifrice: chemical basis, mechanism, and clinical response. *J Contemp Dent Pract*. 2000; 1(4): 1-19.
- [33] SCHIFF T., SALETTA L., BAKER R. A. et al. Anticalculus efficacy and safety of a stabilized stannous fluoride/sodium hexametaphosphate dentifrice. *Compend Cont Educ Dent*. 2005; 26(suppl 1): 29-34.

- [34] BAIG A. A., KOZAK K. M., COX E. R. et al. Laboratory studies on the chemical whitening effects of a sodium hexametaphosphate dentifrice. *J Clin Dent*. 2002; 13: 19-24.
- [35] VAN DER MEI H. C., WHITE D. J., COX E. R. et al. Bacterial detachment from salivary conditioning films by dentifrice supernates. *J Clin Dent*. 2002; 13: 44-49.
- [36] BAIG A., HE T., BUISSON J. et al. Extrinsic whitening effects of sodium hexametaphosphate a review including a dentifrice with stabilized stannous fluoride. *Compend Cont Educ Dent*. 2005; 26(suppl 1): 47-53.
- [37] LINGSTROM P., IMFELD T., ZERO D. Symposium: chewing-gum and oral health [abstract]. *J Dent Res*. 2001; 80(spec iss). Abstract 538.
- [38] PALMER P. C., BAIG A. A., SUSZCYNKY-MEISTER E. M. et al. In vitro evaluation of extrinsic stain prevention capability of a hexametaphosphate chewing gum [abstract]. *J Dent Res*. 2003; 82(spec iss). Abstract 1695.
- [39] BIESBROCK A. R., WALTERS P., BARTIZEK R. D. A chewing gum containing 7.5% sodium hexametaphosphate inhibits stain deposition relative to a placebo chewing gum. *Compend Contin Educ Dent*. 2004; 25: 253-264.
- [40] BIESBROCK A. R., WALTERS P., BARTIZEK R. D. The prevention of induced stain using two levels of sodium hexametaphosphate in chewing gum. *J Clin Dent*. 2003; 14: 77-81.
- [41] PECKET R. C., SMALL C. J. Occurrence, location and development of anthocyanoplasts. *Phytochem*. 19: 2571.
- [42] MAZZA G., MINIATI E. Grapes. Anthocyanins in fruits, vegetables and grains. *C.R.C Press*. 149-199.
- [43] BROUILLARD R. Chemical structure of anthocyanins. In : Markakis P (1982). Anthocyanins as food color. *Academic Press*. 1982; 1-40.
- [44] BOURZEIX M., WEYLAND D., HEREDIA N. Étude des catéchines et des procyanidols de la grappe de raisin, du vin et d'autres dérivés de la vigne. *Bull OIV*. 669-670: 1171-1253.

- [45] PARK H. S., FOUGERE-RIFOT M., BOUARD J. Les tanins vacuolaires de la baie de *Vitis vinifera* L var. Merlot à maturité. *œnologie* 95. 115-118.
- [46] AMRANI-JOUTEI K., GLORIES Y., MERCIER M. Localisation des tanins dans la pellicule de baie de raisin. *Vitis*. 33: 133-138.
- [47] LECAS M. Composition et structure des polymères constitutifs des parois cellulaires de la pellicule de la baie de raisin. Applications d'enzymes fongiques liquéfiant les parois à fins d'extraction des substances colorantes. *Thèse, Doctorat de l'université Joseph Fourier - Grenoble I*.
- [48] THORNGATE J. H., SINGLETON V. L. Localization of procyanidins in grape seeds. *Am J Enol Vitic*. 45(2): 259-227.
- [49] BATE-SMITH E. C. Astringency in foods. *Food*. 23: 124.
- [50] GLORIES Y. Recherche sur la matière colorante des vins rouges. *Thèse, université de Bordeaux II*.
- [51] SOMERS T. C. The polymeric nature of wine pigments. *Phytochem*. 10: 2175-2186.
- [52] TIMBERLAKE C. F., BRIDLE P. Flavylium salts, anthocyanidins and anthocyanins. II. Reactions with sulphur dioxide. *J Sci Food Agric*. 18: 473-478.
- [53] RIBEREAU-GAYON P. The anthocyanins of grappes and wines. In : Markakis P (1982). Anthocyanins as food colors. *Academic Press*. 1982; 209-244.
- [54] MCMANUS J. P., DAVIS K. G., BEART J. E., GALFFNEY S. H., LILLEY T. H., HASLAM E. Polyphenol interactions. Part 1. Introduction ; some observations on the réversible complexation of polyphenols with proteins and polysaccharides. *J Chem Soc Perkin Trans*. II: 1429-1438.
- [55] BROUILLARD R., MAZZA G., SAAD Z., ALBRECHT-GARY A. M., CHEMINAT A. The copigmentation réaction of anthocyanins : a microprobe for the structural study of aqueous solutions. *J Am Chem Soc*. 111: 2604-2610.
- [56] MURRAY N. J., WILLIAMSON M. P., LILLEY T. H., HASLAM E. Study of the interaction between salivary proline-rich proteins and a polyphenol by H-NMR spectroscopy. *Eur J biochem*. 219: 923-935.

- [57] TIMBERLAKE C. F., BRIDLE P. Colour in beverages. In : Williams AA, Atkin RK (1983). Sensory quality in foods and beverages. *Chichesters Ellis Horwood*. 1983; 140-154.
- [58] DANGLES O., WIGAND M. C., BROUILLARD R. Polyphenols in plant pigmentation : the copigmentation case. *JIEP*. 16(2): 209-216.
- [59] SOMERS T. C., VERETTE E. Phenolic composition of natural wine types. In : Jackson HFL (1988). Modern methods of plant analysis, *News series Springer Verlag*. 1988; 6: 219-257.
- [60] BROUILLARD R., WIGAND M. C., DANGLES O., CHEMINAT A. pH and solvent effects on the copigmentation réaction of malvin with polyphenols, purine and pyrimidine derivatives. *J Chem Soc Perkin Trans. 2*: 1235-1241.
- [61] LIAO H., CAI Y., HASLAM E. Polyphenol interactions. Anthocyanins : co-pigmentation and color changes in red wines. *J Sci Food Agric*. 22: 299-305.
- [62] BROUILLARD R., DANGLES O. Anthocyanin molecular interactions : the first step in the formation of new pigments during wine aging. *Food Chemistry*. 51: 365-371.
- [63] HASLAM E., LILLEY T. H. Natural astringency in foodstuffs. A molecular interprétation. *CRC Crit Rev Food Sci Nutr*. 27: 1-40.
- [64] HAGERM N A. E. Chemistry of tannin-protein complexation. In : Hemingway RW, Karchesy JJ (1989). Chemistry and significance of condensed tannins. *Plenum Press*. 1989; 323-331.
- [65] HASLAM E., LILLEY T. H., WARMINSKI E., LIAO H., CAI Y., MARTIN R., GAFFNEY S. H., GOULDING P. N., LUCK G. Polyphenol complexation. In : Ho C-T, Lee CY, Huang M-T (1992). Phenolic compounds in food and their effects on health. *ACS Symposium Series*. 1992; 8-50.
- [66] GELIBERT L. Détermination d'une méthode informatisée de quantification de la plaque dentaire identifiée par les colorants révélateurs. *Thèse, université de Bordeaux II*. 2013.

---

## **WEBOGRAPHIE**

---

- (1) [http://www.dpmf.fr/pdf/FDS\\_Hexametaphosphate\\_Sodium.pdf](http://www.dpmf.fr/pdf/FDS_Hexametaphosphate_Sodium.pdf) [Réf. du 26 janvier 2014]
- (2) <http://candmz04.brenntag.ca/MSDS/Fr/00065868.pdf> [Réf. du 26 janvier 2014]
- (3) <http://www.s-a-i.net> [Réf. du 01 décembre 2013]

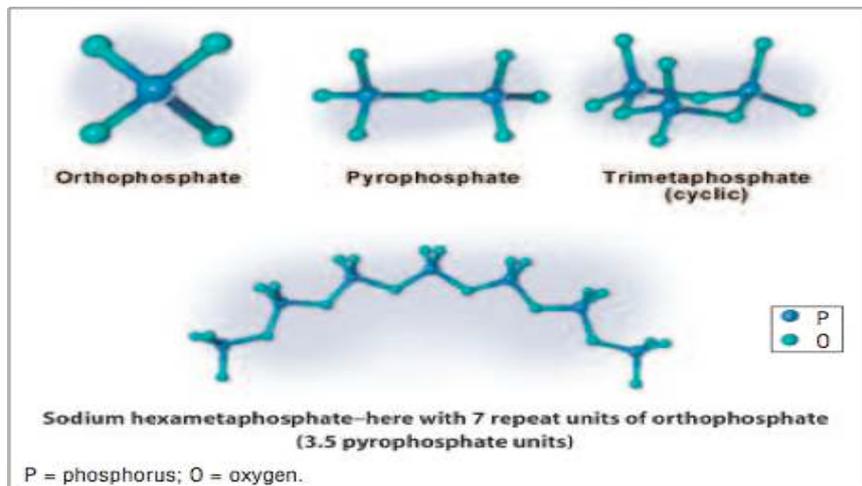
---

# ANNEXES

---

# Annexe 1 : Sodium hexamétaphosphate

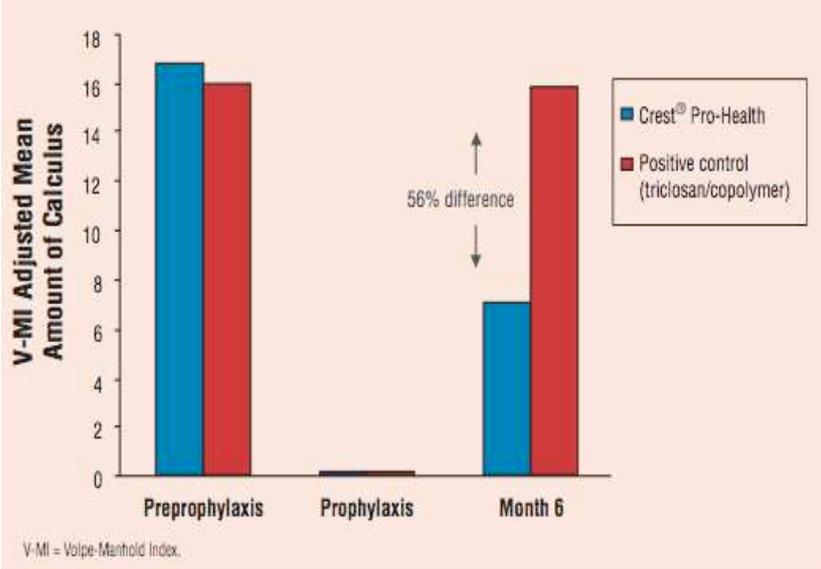
**Figure n°1 :** Structure moléculaire de l'orthophosphate, pyrophosphate, trimetaphosphate, et du sodium hexamétaphosphate.



**Figure n°2 :** Bénéfices apportés par le fluorure stanneux et le sodium hexamétaphosphate.

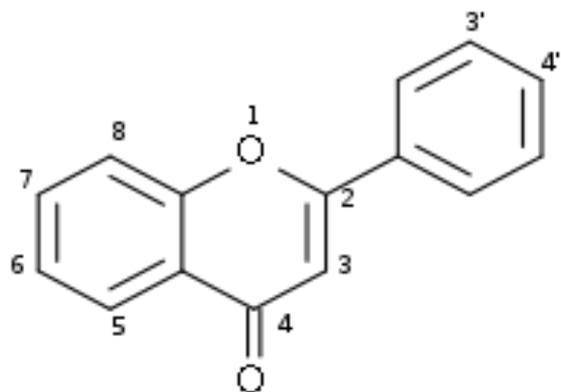
Fluorure stanneux	Sodium hexamétaphosphate
Tue les bactéries associées à la plaque dentaire, et inhibe les mauvaises odeurs.	Inhibe la formation de tartre.
Combat le dépôt de plaque dentaire.	Blanchit les dents en éliminant les colorations externes.
Combat les gingivites.	Inhibe la formation de nouvelles colorations.
Protège des hypersensibilités dentaires.	
Protège des caries.	

**Figure n°3** : Inhibition de la formation de tartre par Crest® Pro-Health vs dentifrice triclosan / copolymère.

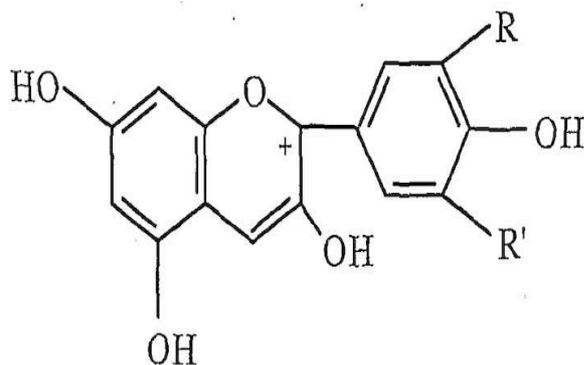


# Annexe 2 : Les composés phénoliques du raisin

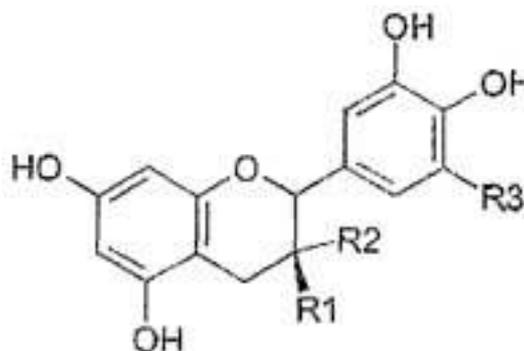
**Figure n°1 :** Les flavonoïdes



**Figure n°2 :** Les anthocyanidols



**Figure n°3 :** Les flavanes 3-ols

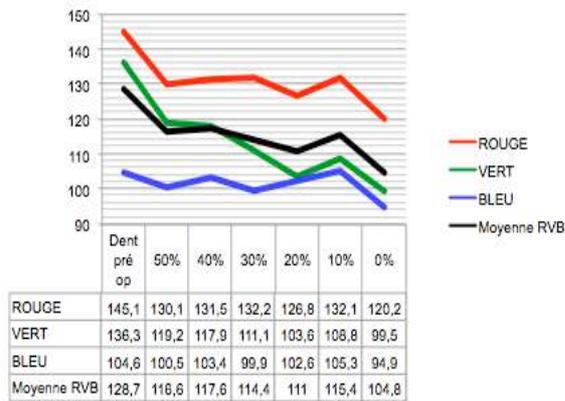


Anthocyanidols	R	R'
Cyanidol	OH	H
Péonidol	OCH3	H
Delphinidol	OH	OH
Pétunidol	OCH3	OH
malvidol	OCH3	OCH3

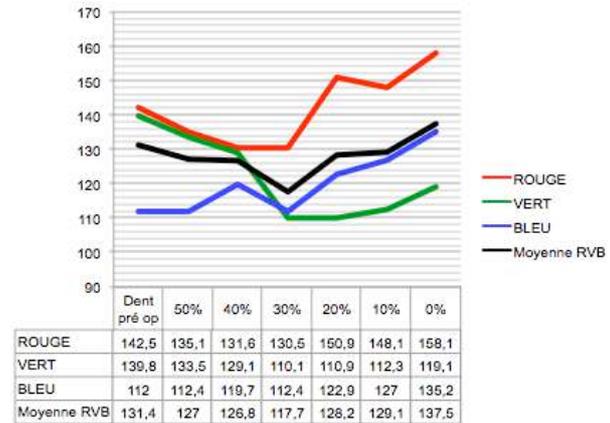
Monomères	R1	R2	R3
Catéchine	OH	H	H
Gallocatechine	OH	H	OH
Epicatéchine	H	OH	H
Epigallocatechine	H	OH	OH

# Annexe 3 : Matériel et Méthodes

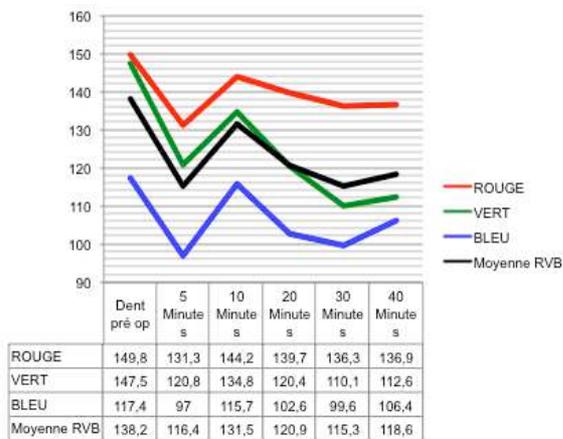
**Figure n°1 :** Évolution RVB, relevée sur la dent n°1, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



**Figure n°2 :** Évolution RVB, relevée sur la dent n°2, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



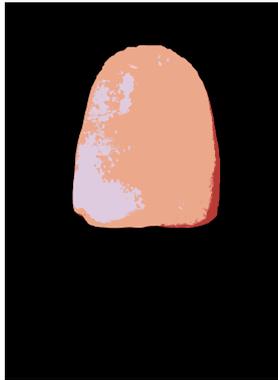
**Figure n°3 :** Évolution RVB, relevée sur la dent témoin, en fonction du temps de contact dent-vin.



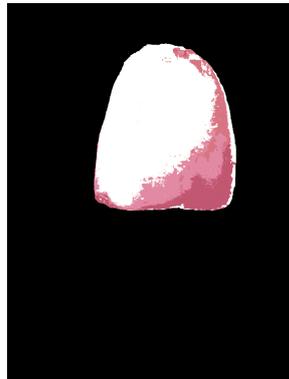
**Figure n°4 :** Application du mode Reds and Purples sur la dent n°1 et quantification.



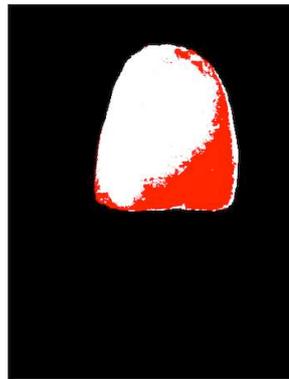
Dent n°1 pré opératoire



Dent n°1 traitée à 10%

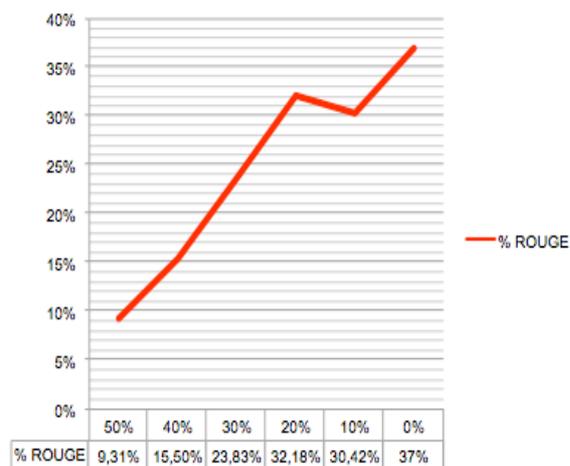


Dent n°1 traitée à 10%, après application du mode Reds and Purples, sur laquelle les couleurs présentes sur le cliché de la dent préopératoire ont été remplacées par du blanc.

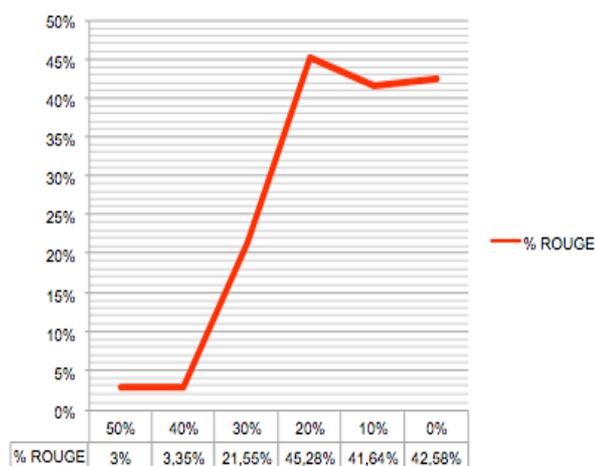


Segmentation/Quantification de la couleur rouge sur le dent n°1, à l'aide du logiciel DirtyTooth.

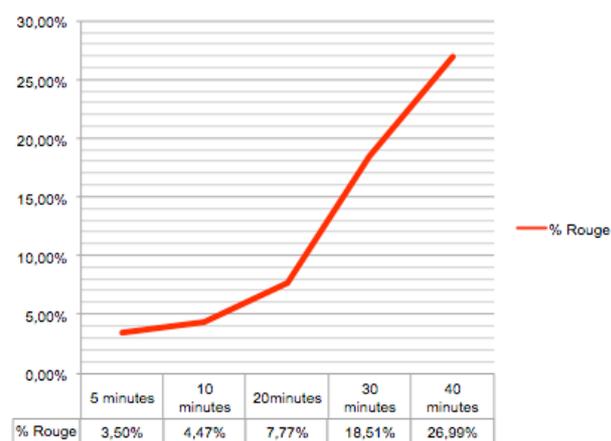
**Figure n°5 :** Évolution du pourcentage de coloration de la surface de la dent n°1 en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



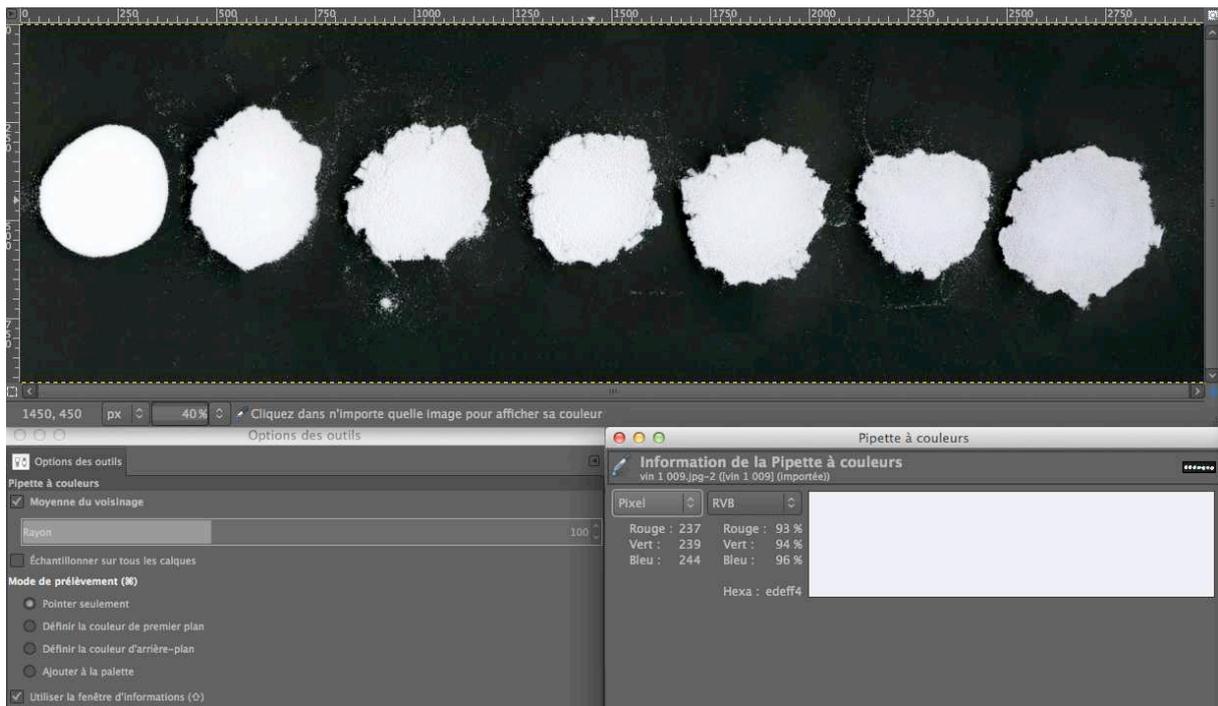
**Figure n°6 :** Évolution du pourcentage de coloration de la surface de la dent n°2 en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



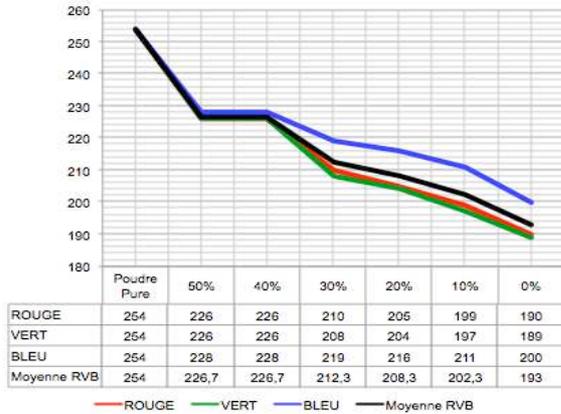
**Figure n°7 :** Évolution du pourcentage de coloration de la surface de la dent témoin en fonction du temps de contact vin-dent.



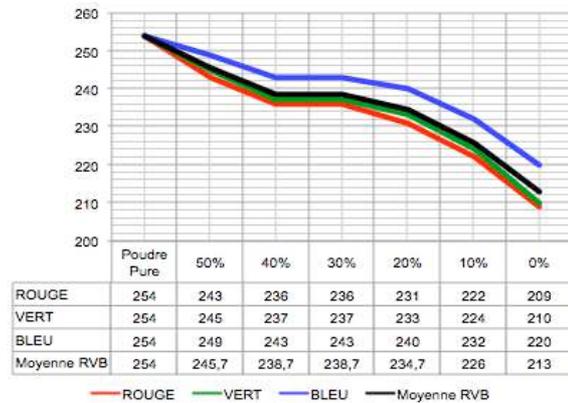
**Figure n°8 :** Traitement d'un cliché à l'aide du logiciel The Gimp®.



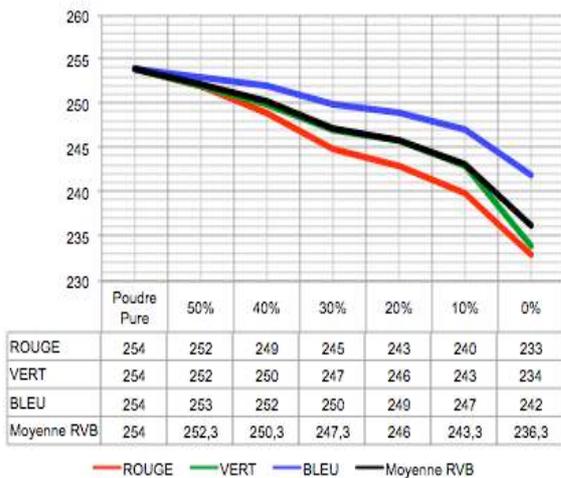
**Figure n°9 :** Évolution RVB, relevée avec le vin 1, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



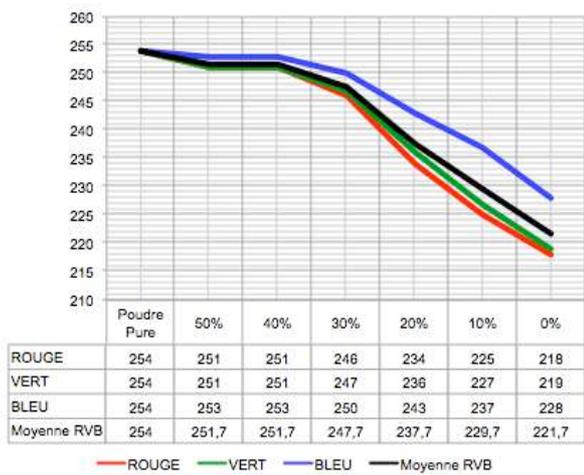
**Figure n°10 :** Évolution RVB, relevée avec le vin 2, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



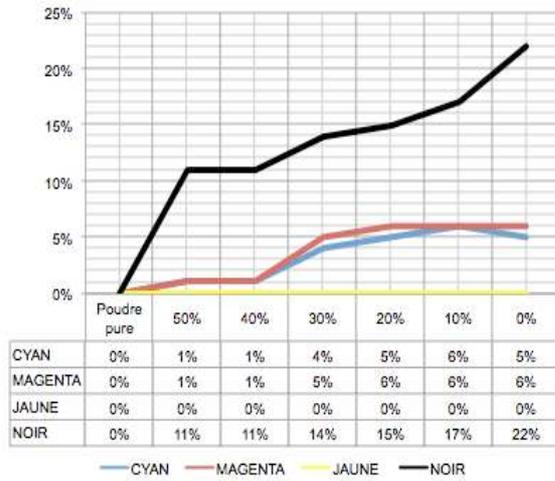
**Figure n°11 :** Évolution RVB, relevée avec le le vin 3, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



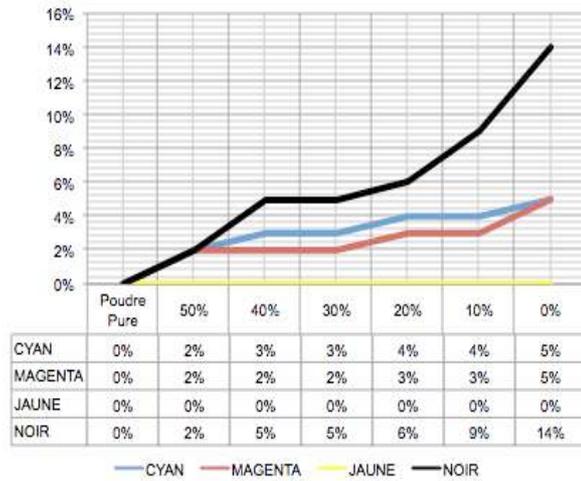
**Figure n°12 :** Évolution RVB, relevée avec le vin 4, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



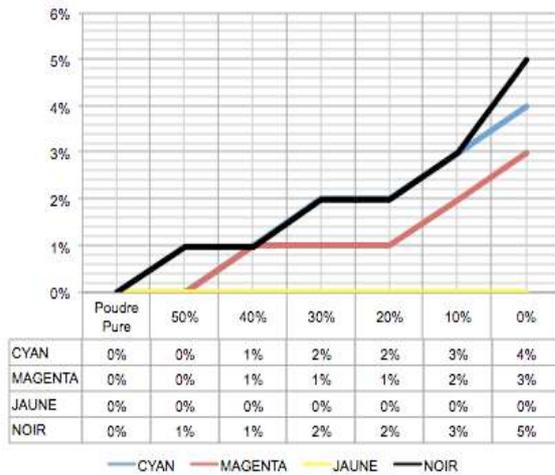
**Figure n°13 :** Évolution CMJN, relevée avec le vin 1, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



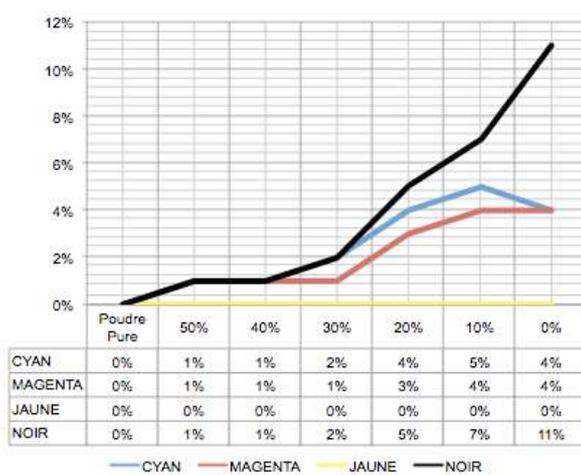
**Figure n°14 :** Évolution CMJN, relevée avec le vin 2, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



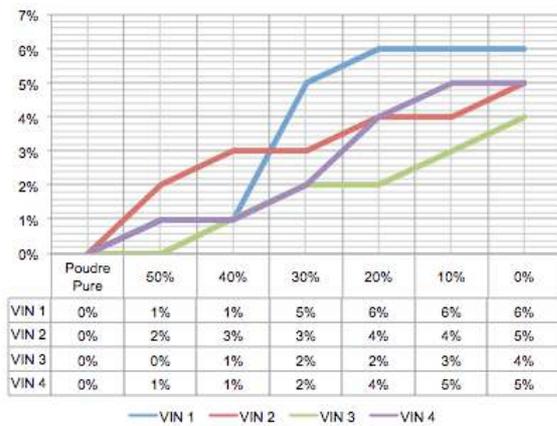
**Figure n°15 :** Évolution CMJN, relevée avec le vin 3, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



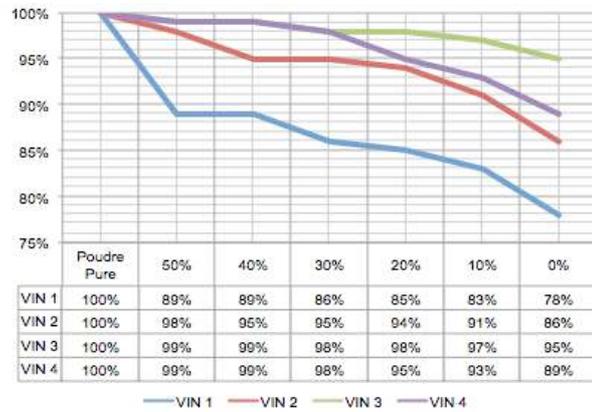
**Figure n°16 :** Évolution CMJN, relevée avec le vin 4, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



**Figure n°17 :** Évolution de la saturation, pour chaque vin, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



**Figure n°18 :** Évolution de la valeur, pour chaque vin, en fonction de la concentration en sodium hexamétaphosphate.



**Figure n°19 :** Clichés des arcades dentaires après prophylaxie.



**Figure n°20 :** Clichés des arcades dentaires après un bain de bouche avec le vin 5 pendant 30 minutes.



**Figure n°21** : Détourage et mise en évidence des taches présentes à la surface dentaire lorsqu'elles n'ont pas été traitées par la solution de sodium hexamétaphosphate.



**Figure n°22** : Clichés des arcades dentaires traitées par la solution à 50% en sodium hexamétaphosphate après un bain de bouche avec le vin 5 pendant 30 minutes.



**Figure n°23** : Détourage et mise en évidence des taches présentes à la surface dentaire lorsqu'elles ont été traitées par la solution de sodium hexamétaphosphate.



## SERMENT D'HIPPOCRATE

En présence de mes Maîtres et de mes condisciples,

Je promets et je jure

D'être fidèle aux lois de l'honneur et de la probité

Dans l'exercice de l'art dentaire

Je donnerai mes soins gratuits à l'indigent

Et n'exigerai jamais un honoraire au dessus de mon travail.

Ma langue taira les secrets qui me seront confiés.

Admis à l'intérieur des maisons,

Mes yeux ne verront pas ce qui se passe.

Mes connaissances et mon état

Ne serviront ni à diffuser des propos non avérés,

Ni à corrompre les mœurs, ni à favoriser le crime.

Je ne permettrai pas que des conditions

De croyance, de nation et de race

Viennent s'interposer entre mon devoir et mon patient.

Je promets et je jure

De conformer strictement ma conduite professionnelle aux principes

Et aux règles prescrits par le Code de déontologie

Si je remplis ce serment sans l'enfreindre,

Qu'il me soit donné de jouir heureusement de la vie et de ma profession,

Honoré à jamais parmi les hommes.

Si je le viole et que je parjure,

Puissé-je avoir un sort contraire.

Vu, le Président du Jury,

Date, Signature :

Vu, le Directeur de l'U.F.R. des Sciences Odontologiques de Bordeaux,

Date, Signature :

Vu, le Président de l'Université Bordeaux,

Date, Signature :



### **Prévention de la coloration dentaire induite par le vin à l'aide du sodium hexamétaphosphate**

Résumé : Nous avons tenté de démontrer l'efficacité du sodium hexamétaphosphate dans la prévention de la coloration dentaire induite par le vin rouge.

Nous avons abouti à un protocole comportant trois grandes étapes : au cours de la première étape nous avons utilisé des dents humaines extraites que nous avons mises en contact avec des solutions de sodium hexamétaphosphate de concentrations variables, puis nous avons mis en contact les dents avec du vin rouge. Dans une seconde étape nous avons réalisé le même protocole mais en utilisant de la poudre d'hydroxyapatite, enfin nous avons testé in vivo la solution de sodium hexamétaphosphate de concentration idéale déterminée à partir des deux premières étapes.

À chaque étape une série de prises de clichés a été effectuée et un traitement des clichés a été mené à l'aide du logiciel The GIMP® et du logiciel DirtyTooth®.

### **Red wine teeth staining prevention using sodium hexametaphosphate**

Abstract : We investigated sodium hexametaphosphate efficiency in red wine teeth staining prevention. We developed a three-step protocol. The first step consists in immersing extracted human teeth in sodium hexametaphosphate solutions with different concentrations. The teeth were then put in contact with red wine. The second step is similar to the first one, a hydroxyapatite powder being used instead of extracted teeth. Finally, we carried out in vivo experiments using the sodium hexametaphosphate solution of ideal concentration, determined from the first two steps. At each step, a series of pictures was taken. The pictures were processed using The GIMP® and DirtyTooth®.

Mots clés: Sodium hexamétaphosphate, vin rouge, prévention.

Key words: Sodium hexametaphosphate, red wine, prevention.

Discipline : Odontologie Conservatrice – Endodontie

#### Jury:

Président	Pr. M.J. BOILEAU	Professeur des Universités
Directeur	Dr. Y. DELBOS	Maître de Conférences des Universités
Rapporteur	Dr. V. HEIN	Assistant Hospitalo-Universitaire
Assesseur	Dr. J.M. MARTEAU	Maître de Conférences des Universités

Université de Bordeaux  
UFR des Sciences Odontologiques  
16-20 Cours de la Marne  
33082 Bordeaux Cedex