



**HAL**  
open science

# Étude expérimentale par spectrométrie Raman du degré de conversion de 10 composites “ Bulk-Fill ”

Marine Riccardi

► **To cite this version:**

Marine Riccardi. Étude expérimentale par spectrométrie Raman du degré de conversion de 10 composites “ Bulk-Fill ”. Médecine humaine et pathologie. 2017. dumas-01503936

**HAL Id: dumas-01503936**

**<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-01503936>**

Submitted on 7 Apr 2017

**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.

**ÉTUDE EXPÉRIMENTALE PAR SPECTROMÉTRIE  
RAMAN DU DEGRÉ DE CONVERSION  
DE 10 COMPOSITES « BULK-FILL »**

Année 2017

Thèse n° 42-57-17-11

**THÈSE**

Présentée et publiquement soutenue devant la Faculté de  
Chirurgie Dentaire de Nice  
Le 14 Mars 2017 par

**Madame Marine RICCARDI**  
Née le 16 08 1990 à Hyères (France)

Pour obtenir le grade de :

**DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE (Diplôme d'État)**

Examineurs :

Monsieur le Professeur  
Madame le Docteur  
Madame le Docteur  
Madame le Docteur  
Monsieur le Docteur

Etienne MEDIONI  
Nathalie BRULAT-BOUCHARD  
Clara JOSEPH  
Laura DUVERNEUIL  
Antoine OUDIN

Président de jury  
Directeur de thèse  
Assesseur  
Assesseur  
Invité

## CORPS ENSEIGNANT

### **56<sup>ème</sup> section : DEVELOPPEMENT, CROISSANCE ET PREVENTION**

#### **Sous-section 01 : ODONTOLOGIE PEDIATRIQUE**

Professeur des Universités : Mme MULLER-BOLLA Michèle  
Maître de Conférences des Universités : Mme JOSEPH Clara  
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme PIERRE Audrey

#### **Sous-section 02 : ORTHOPEDIE DENTO-FACIALE**

Professeur des Universités : Mme MANIERE-EZVAN Armelle  
Assistante Associée-Praticien Associé : Mme OUEISS Arlette  
Assistant Hospitalier Universitaire : M. BUSSON Florian

#### **Sous-section 03 : PREVENTION, EPIDEMIOLOGIE, ECONOMIE DE LA SANTE, ODONTOLOGIE LEGALE**

Professeur des Universités : Mme LUPI-PEGURIER Laurence  
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme SOSTHE Anne Laure  
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme BORSA Leslie

### **57<sup>ème</sup> section : SCIENCES BIOLOGIQUES, MEDECINE ET CHIRURGIE BUCCALE**

#### **Sous-section 01 : PARODONTOLOGIE**

Maître de Conférences des Universités : M. CHARBIT Yves  
Maître de Conférences des Universités : Mme VINCENT-BUGNAS Séverine  
Assistant Hospitalier Universitaire : M. BORIE Gwenaël  
Assistant Hospitalier Universitaire : M. RATHELOT Benjamin

#### **Sous-section 02 : CHIRURGIE BUCCALE, PATHOLOGIE ET THERAPEUTIQUE, ANESTHESIE ET REANIMATION**

Professeur des Universités Associées : Mme MERIGO Elisabetta  
Maître de Conférences des Universités : M. COCHAIS Patrice  
Maître de Conférences des Universités : M. SAVOLDELLI Charles  
Assistant Hospitalier Universitaire : M. PAUL Adrien

#### **Sous-section 03 : SCIENCES BIOLOGIQUES**

Professeur des Universités : Mme PRECHEUR-SABLAYROLLES Isabelle  
Maître de Conférences des Universités : Mme RAYBAUD Hélène  
Maître de Conférences des Universités : Mme VOHA Christine

### **58<sup>ème</sup> section : SCIENCES PHYSIQUES ET PHYSIOLOGIQUES ENDODONTIQUES ET PROTHETIQUES**

#### **Sous-section 01 : ODONTOLOGIE CONSERVATRICE, ENDODONTIE**

Professeur des Universités : Mme BERTRAND Marie-France  
Professeur des Universités : M. MEDIONI Etienne  
Professeur Emérite : M. ROCCA Jean-Paul  
Maître de Conférences des Universités : Mme BRULAT-BOUCHARD Nathalie  
Maître de Conférences Associé des Universités : M. CEINOS Romain  
Assistant Hospitalier Universitaire : M. MORKOWSKI-GEMMI Thomas  
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme DUVERNEUIL Laura  
Assistant Hospitalier Universitaire : M. GANDJIZADEH GHOUCHANI Mir-Payam

#### **Sous-section 02 : PROTHESES**

Professeur des Universités : Mme LASSAUZAY Claire  
Maître de Conférences des Universités : M. ALLARD Yves  
Maître de Conférences des Universités : M. LAPLANCHE Olivier  
Maître de Conférences des Universités : Mme POUYSSEGUR-ROUGIER Valérie  
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme CERETTI Léonor  
Assistant Hospitalier Universitaire : M. OUDIN GENDREL Antoine  
Assistant Hospitalier Universitaire : M. SABOT Jean-Guy  
Assistant Hospitalier Universitaire : M. SAMMUT Arnaud

#### **Sous-section 03 : SCIENCES ANATOMIQUES ET PHYSIOLOGIQUES**

Professeur des Universités : M. BOLLA Marc  
Professeur des Universités : M. MAHLER Patrick  
Maître de Conférences des Universités : Mme EHRMANN Elodie  
Maître de Conférences des Universités : M. LEFORESTIER Eric  
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme AZAN Cindy

## REMERCIEMENTS

### **A Monsieur le Professeur Etienne MEDIONI**

Docteur en Chirurgie Dentaire

Docteur de l'université de Nice Sophia-Antipolis

Professeur des Universités

Praticien hospitalier sous-section Odontologie conservatrice et endodontie

Veillez accepter mes remerciements, pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury et pour tout ce que vous m'avez apporté au cours de mes études. J'ai eu la chance de pouvoir travailler à vos côtés, de vous assister et les enseignements que j'en ai retirés sont très précieux. Permettez-moi de vous faire part de l'estime profonde que j'ai pour vous et vos connaissances. Ainsi que de vous remercier une fois de plus pour la confiance que vous m'avez accordée tout au long de mes études. Veuillez trouver dans ce travail toute la gratitude et le grand respect que j'ai pour vous.

### **A Madame le Docteur Nathalie BRULAT-BOUCHARD**

Docteur en Chirurgie Dentaire

Docteur de l'Université de Nice Sophia-Antipolis

Maître de conférences des Universités

Praticien hospitalier sous-section Odontologie conservatrice et endodontie

Je vous remercie de m'avoir fait l'honneur d'accepter de diriger cette thèse. Veuillez également accepter tous mes remerciements pour l'enseignement que vous m'avez prodigué au cours des travaux pratiques. J'ai eu le plaisir de vous assister de nombreuses fois à l'hôpital et d'acquérir de la maturité à vos côtés. Je me souviendrai de votre sympathie, simplicité et bonne humeur. Ainsi que des moments passés chez vous ou à Montpellier permettant l'aboutissement de ce projet.

### **A Madame le Docteur Clara JOSEPH**

Docteur en Chirurgie Dentaire

Docteur de l'Université de Nice Sophia-Antipolis

Maître de conférences des Universités

Praticien hospitalier sous-section Pédodontie

Votre présence au sein de ce jury est un immense plaisir et honneur pour moi. Je vous remercie pour les nombreuses connaissances et l'assurance que j'ai acquise durant mes études grâce à vous, en particulier auprès des plus jeunes. Ce fut un réel bonheur de travailler à vos côtés, source de joie avec votre gaieté, humour et sympathie. Je vous prie d'accepter mes amitiés et remerciements les plus sincères.

**A Madame le Docteur Laura DUVERNEUIL**  
Docteur en Chirurgie Dentaire  
Docteur de l'Université de Nice Sophia-Antipolis  
Praticien hospitalier sous-section Odontologie conservatrice et endodontie

Je vous remercie pour votre présence ce soir au sein de mon jury. La spontanéité avec laquelle vous avez accepté de participer à ma thèse m'a beaucoup touché. Votre sourire, joie et bonne humeur sont un réel bonheur que j'ai eu la chance de partager à vos côtés. Votre sympathie et bienveillance sont de vos indéniables qualités. Vous trouverez dans cet ouvrage l'expression de ma plus grande estime et amitié.

**A Monsieur le Docteur Antoine OUDIN-GENDREL**  
Docteur en Chirurgie Dentaire  
Docteur de l'Université de Nice Sophia-Antipolis  
Praticien hospitalier sous-section Prothèse

Je vous exprime la joie que vous me faites d'être parmi nous aujourd'hui. Vous avez égayé mes études par votre sympathie permanente, votre humour constant et votre amitié que je n'oublierai jamais. A tous nos bons moments passés ensemble en travaux pratiques, en clinique à l'hôpital ou en dehors des heures de travail. Je vous remercie pour tout ce que vous m'avez appris professionnellement au cours de ces années passées à vos côté : efficacité et plaisir. Veuillez accepter l'expression de mon profond respect et de mes sincères amitiés.

# Table des matières

I-	Introduction.....	9
II-	Les Composites « Bulk-Fill » (CBF).....	11
A-	Approche historique.....	11
B-	Définition.....	12
C-	Composition .....	13
1-	Composants organiques.....	13
a-	Matrice résineuse.....	13
b-	Les abaisseurs de viscosité ou diluants .....	15
c-	Les activateurs/amorceurs de polymérisation.....	15
d-	Les inhibiteurs de prise.....	17
2-	Les charges .....	17
a-	Définition.....	17
b-	Propriétés en fonction de leur quantité et de leur qualité .....	18
3-	Agents de couplages organo-minéraux.....	20
4-	Les modulateurs de tension .....	20
D-	Classification.....	21
E-	Avantages des composites Bulk-Fill.....	22
1-	Diminution de la rétraction de polymérisation .....	22
a-	Définition.....	22
b-	Intérêt des CBF .....	22
-	Diminution de stress de polymérisation .....	22
-	Indication de substitue dentinaire .....	23
2-	Augmentation de la profondeur de polymérisation .....	23
a-	Définition.....	23
b-	Intérêts des CBF.....	23
-	Propriétés mécaniques appréciables et résistance à la fracture : .....	23
-	Diminution de l'effet de pollution au sein du matériau.....	23
-	Profondeur de polymérisation augmentée et facilitation d'utilisation .....	24
-	Etanchéité du joint marginal .....	24
-	Stabilité dans le temps .....	24
F-	La profondeur de polymérisation.....	25

1-	La polymérisation .....	25
a-	Chémopolymérisation .....	25
b-	Photopolymérisation .....	26
2-	La mesure de la profondeur de polymérisation .....	26
a-	Méthodes indirectes.....	26
	Le microscope optique .....	26
	« Scraping-test » : .....	27
	Microdureté : .....	27
b-	Méthodes directes par estimation du DC .....	27
	La spectrométrie infra rouge à Transformer de Fourier (FTIR) : .....	27
	La spectrométrie Raman: Sir Ramân découvre en 1928 l'effet Raman. ....	27
3-	Le degré de conversion .....	27
III-	Etude expérimentale du degré de conversion par spectrométrie RAMAN .....	29
A-	Matériel .....	30
1-	Les composites CBF étudiés et le témoin .....	30
a-	Les composites de basse viscosité recouvrables par un autre composite .....	30
-	Filtek Bulk-Fill™ fluide commercialisé par 3M ESPE™ (St Paul, MN, USA) (58) .....	30
-	Venus™ Bulk-Fill commercialisé par Heraeus™ (South Bend USA) (18,59).....	31
-	Composite Surefil SDR™ par Dentsply™ (Konstanz, Germany) (17).....	31
-	L'X-tra Base™ de Voco™ (Anton-Flettner, Germany) (60).....	32
b-	Les composites de haute viscosité non recouvrables : .....	33
-	QuiXfil™ de Dentsply™ (De Trey, Konstanz, Germany) (15,61).....	33
-	L'X-tra fil™ de Voco™, (Anton-Flettner, Germany) (62) .....	34
-	SonicFill® de Kerr® (Washington D.C, USA) (63).....	34
-	Filtek™ Bulk-Fill postérieur par 3M ESPE™ (St Paul, MN, USA) (64,65).....	35
-	Tétric EvoCeram™ BF par Ivoclar Vivadent™ (Schaan, Liechtenstein) (66) .....	37
-	Tétric EvoCeram™ (Témoin) par Ivoclar Vivadent™(Schaan, Liechtenstein) (67) .....	38
c-	Tableaux récapitulatifs des composites utilisés .....	39
2-	Lampe de photopolymérisation .....	41
3-	Microscope confocal Raman .....	41
4-	Logiciels informatiques.....	42
B-	Méthode .....	42
1-	Préparation des échantillons cylindriques de composite .....	42
2-	Traitement des échantillons par spectrométrie Raman .....	45

a-	Définition de la spectrométrie Raman .....	45
b-	L'effet Raman : la transition vibrationnelle .....	46
c-	Le Spectre Raman .....	47
-	Les informations fournis par le spectre .....	47
-	Détermination du DC à partir du spectre .....	48
3-	Etude du degré de conversion des différents échantillons .....	50
a-	Analyse spectrale et recueil des données .....	50
b-	Calcul du degré de conversion en fonction de la profondeur de l'échantillon .....	52
c-	Analyse Statistique .....	54
C-	Résultats .....	55
D-	Discussion .....	58
1-	Matériel .....	58
a-	Les composites utilisés .....	58
b-	La lampe à photopolymériser .....	60
2-	Méthode .....	60
a-	Méthode d'étude des échantillons par spectrométrie Raman .....	60
b-	Le temps et puissance de photopolymérisation .....	61
c-	Le temps et conditions de stockage .....	62
3-	Résultats .....	63
a-	DC cliniquement acceptable .....	63
b-	DC de surface .....	63
c-	DC en fonction de la teinte (Filtek BF U et A2) .....	64
d-	Confrontation de nos résultats à ceux de la littérature .....	65
E-	Synthèse .....	70
IV-	Conclusion .....	71
	Annexe .....	72
	Table des figures .....	84
	Bibliographie .....	86

## Abréviations :

CBF : composite « Bulk-Fill »

CC : composite « conventionnel »

DC : degré/taux de conversion

LED : Diode électroluminescente

FTIR : Infra-rouge à transformé de Fourier

SDR : Stress Decreasing Resin

DMAB : Di-méthylaminobenzoïde acide éthyle ester

Ba-Al-F : Baryum bore fluoro-alumino-silicate

YbF<sub>3</sub> : Ytterbium trifluoride

DDDMA : Dodécane DMA

BisEMA : Diméthacrylate de bisphénol A éthoxylé

BisGMA : Diméthacrylate glycidique de bisphénol A

TMPTMA : Triméthylolpropane triméthacrylates

TEGDMA : Tri-éthylène glycol di-méthacrylate

UDMA : Uréthane diméthacrylate

EBPADMA : Diméthacrylate Bisphénol A éthoxylé

AUDMA : Dérivé de monomère di-méthacrylate de haut poids moléculaire

S : secondes

μm : micromètres

nm : nanomètre

## I- Introduction

Les restaurations conservatrices en résine composite occupent une place importante dans la pratique quotidienne de l'omnipraticien. Moins invasives elles offrent une alternative aux amalgames. Elles sont considérées plus esthétiques et moins mutilantes : le choix des teintes est large, les phénomènes électrochimiques sont atténués et la nécessité de créer des rétentions mécaniques est moindre, diminuant ainsi les risques de fragilisation de la dent (1,2). Les matériaux types composites ne cessent d'évoluer, améliorant la pérennité des reconstitutions postérieures en technique directe (3). Tout est mis en œuvre pour améliorer l'esthétique, les performances mécaniques, physiques et chimiques ainsi que l'étanchéité de la restauration à long terme.

Cependant, lors de la réalisation d'une restauration postérieure de volume important, la rétraction de prise qui a lieu lors de la polymérisation du matériau et la profondeur de polymérisation sont des facteurs limitant. La rétraction de prise entraîne des défauts d'adaptation marginale, l'apparition de percolation au niveau du joint entre la résine et la dent, de sensibilités postopératoires ou encore des fractures du matériau. En ce qui concerne la profondeur de polymérisation il a été démontré que le placement par incréments de 2 mm d'épaisseur est nécessaire pour polymériser le matériau dans sa totalité (4,5). De plus l'incrément oblique permet de diminuer le nombre de surfaces collées sur le nombre de surface non collées, c'est à dire le Facteur C (6). Ainsi la méthode adéquate pour une polymérisation optimisée et un résultat clinique optimal est l'incrément oblique par couche de 2mm (7). Cette technique est plutôt chronophage et l'envie des praticiens d'insérer en masse ces résines composites est toujours très présente. C'est pourquoi les fabricants développent des composites de restauration en un temps pour les cavités volumineuses. En effet ; après l'échec des composites compactables, nous assistons depuis une dizaine d'année à l'arrivée de « nouvelles » résines composites d'obturation en masse : les composites « Bulk-Fill » (CBF). Leur polymérisation en masse est rendue possible grâce à la modification de la matrice organique, l'adjonction de photo-initiateurs et de modulateurs de tension ainsi que l'augmentation de la translucidité. La mise en place de la restauration, qui se fait sur une épaisseur de 4mm, est facilitée ; elle est plus ergonomique et rapide, réduisant ainsi les risques de pollution au niveau des interfaces du matériau.

Dans un premier temps au travers d'une analyse bibliographique nous décrivons les composites CBF. Puis nous reviendrons sur le fonctionnement du mécanisme de polymérisation de ces matériaux ainsi que sur la manière de déterminer la profondeur de polymérisation notamment à travers de l'étude du degré de conversion (DC). Ce dernier est révélateur de la qualité de polymérisation de la matrice organique dont dépendent les propriétés physiques et mécaniques du matériau ainsi que sa biocompatibilité. Puis dans un second temps une étude expérimentale est menée et a pour objectif de déterminer la profondeur de polymérisation au travers de la mesure du degré de conversion (DC) de 10 composites CBF photopolymérisables, et d'un composite conventionnel qui sera pris comme référence. Pour mesurer le degré de conversion à différentes profondeurs la méthode retenue est celle de la spectrométrie par microscope Raman qui permet une approche sans destruction de l'échantillon. Nous étudierons la profondeur de polymérisation à travers le degré de conversion à 0,1 mm, 1 mm, 2 mm, 4mm, 5mm et 6 mm de profondeur de 10 composites « Bulk-Fill » (Tetric EvoCeram™ BF, Filtek™ BF postérieur, QuixFil™, X-tra Fil™, Sonic Fill™, X-tra Base™, SDR™, Filtek™ BF fluide teinte A2 et teinte Universelle) ainsi que d'un composite conventionnel qui nous sert de témoin (Tetric Evo Ceram™ CC) .

Le but de l'étude est d'évaluer la profondeur de polymérisation jusqu'à 6 mm, par une technique de spectrométrie Raman, de 10 composites CBF et d'un composite « conventionnel ». Il existe une dizaine d'études différentes des CBF, cependant aucune n'inclut tous ces matériaux.

## II- Les Composites « Bulk-Fill » (CBF)

### A- Approche historique

Les fabricants développent les matériaux en fonction des besoins cliniques et des attentes des praticiens.

Dès les années 50 les résines composites apparaissent sur le marché et offrent une alternative aux amalgames dentaires. On peut citer trois étapes marquantes des années 1950 aux années 1960. Tout d'abord l'incorporation de charges de quartz dans les résines époxy en 1953. Puis en 1955, Buoconore révolutionne le collage avec l'introduction de la notion de mordantage<sup>(8,9)</sup>. Et enfin en 1962 Bowen brevète le Bis-GMA, ou Di-méthacrylate glycidique de bisphénol A, permettant ainsi de diminuer la contraction de polymérisation et augmentant la viscosité des résines composites<sup>(10)</sup>.

Puis dans les années 1970, les résines composites deviennent photopolymérisables avec l'introduction de la camphorquinone et des lampes à lumière visible bleue <sup>(1,2,11,12)</sup>.

Puis dans les années 1990 apparaissent les composites fluides. Peu de temps après les composites compactables sont mis sur le marché mais ils aboutissent rapidement à un échec. Plus récemment, 3MESPE introduit le silane dans la formule des résines et change profondément la polymérisation. La configuration particulière de cette molécule diminue l'effet de contraction de prise <sup>(13)</sup>.

On compte aujourd'hui sur le marché plus de 210 composites produits par près d'une quarantaine de fabricants différents <sup>(14)</sup>.

Pour les pertes de substance volumineuses, les techniques de mise en œuvre avec des résines composites restent « longues ». C'est pourquoi les fabricants tentent d'augmenter la profondeur de polymérisation de ces résines afin de simplifier la procédure de mise en œuvre. Ainsi c'est en 2003 que le premier composite Bulk-Fill (CBF), ou composite d'obturation en masse pour les restaurations postérieures profondes, est proposé par Dentsply™ (le QuiXfil™). La concentration en photo-initiateur et en catalyseur DMAB est ajustée permettant une polymérisation sur épaisseur de 4,4 mm <sup>(15)</sup>.

En 2009 Dentsply™ introduit sur le marché le premier CBF fluide : le SDR™<sup>(16)</sup>. Il a une plus faible contraction de prise grâce à une nouvelle technologie (SDR) incorporé à l'UDMA<sup>(17)</sup>. Il s'agit d'un modulateur de tension amortissant le stress de polymérisation lors de la réticulation du polymère.

En 2011 Haraeus Dental™ met sur le marché le Vénus™ Bulk-Fill avec une contraction de prise diminuée, une profondeur de polymérisation augmentée par rapport aux autres composites fluides ainsi qu'un temps de travail amélioré<sup>(18)</sup>.

En 2012 Kerr Dental™ sort le Sonicfill™ avec sa pièce à main « sonic-activated » possédant un pourcentage de charges important et annonçant un retrait de polymérisation d'1,6% diminuant ainsi les risques iatrogènes liés à la polymérisation. De plus il offre la possibilité de remplissage d'une cavité par incréments de 5 mm <sup>(19)</sup>.

En 2014, une deuxième génération de CBF compactable, mais plus fluide que les préexistants, est commercialisée par 3M ESPE™ avec le Filtek™ CBF Postérieur.

De plus en plus de CBF apparaissent sur le marché. On en dénombre aujourd'hui un peu plus d'une dizaine.

## B- Définition

Un composite est un assemblage non homogène (d'au moins 2 composants). Les liaisons entre les composants sont soit : mécaniques, physiques ou chimiques. Leur cohésion est régie par des mécanismes complexes pouvant avoir différentes origines : intrinsèques au matériau (auto-polymérisable) ou d'origine extérieure (activable par la lumière ou la chaleur) ou bien encore un mélange des deux mécanismes (20).

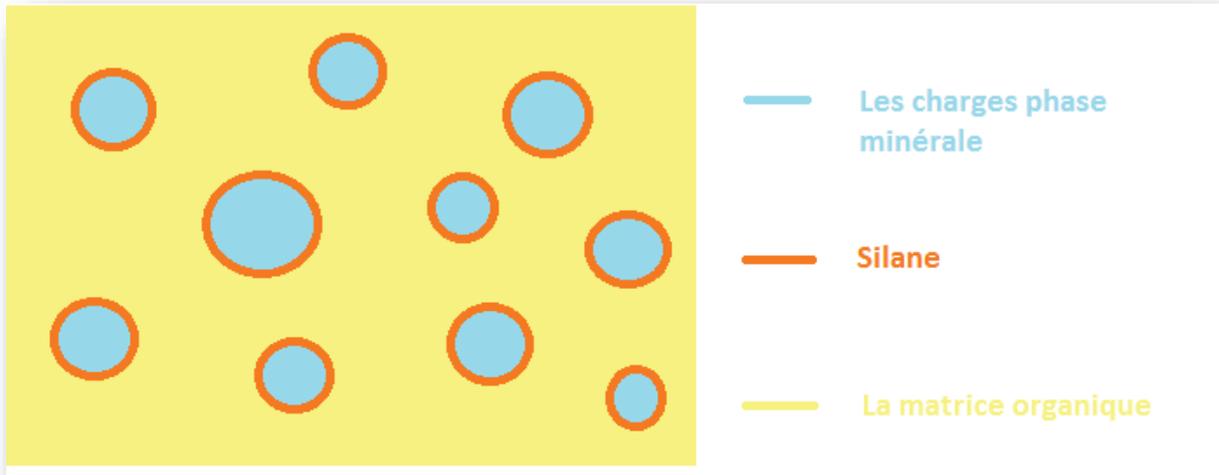
Ainsi la qualité des résines composites dentaires dépend de la cohésion entre la matrice, qui correspond à la phase organique du matériau, et les charges qui sont la partie minérale. Elle est permise par un agent de couplage qui lie l'ensemble et assure le durcissement optimal du matériau.

Cependant certains facteurs négatifs tels que la contraction de polymérisation et la profondeur de polymérisation imposent une technique de mise en œuvre incrémentale. Cette technique de mise en œuvre des composites fait débat entre : la nécessité d'incrémenter en couche successive oblique, horizontale ou l'utilisation d'une méthode d'insertion en masse des composites. Pour faciliter la mise en place pour les restaurations de profondeur importante, les laboratoires ont créé les composites CBF polymérisables sur 4 à 5 mm.

Le composite « Bulk-Fill » (CBF) ou encore littéralement composite « à insertion en masse » repose sur un principe « fast-track »: polymériser sur une profondeur d'au moins 4 mm sans que cela n'ait un effet négatif sur la contraction de prise, l'adaptation du matériau à la cavité ainsi que le degré de conversion du matériau (21,22). La manipulation clinique est facilitée, pour les cas de restaurations conservatrices directes de volume important, avec une épaisseur d'incrémentation divisée par deux. De même le risque de pollution du matériau diminue de façon significative. La polymérisation en masse est rendue possible avec la modification de la matrice organique, l'adjonction de photo-initiateurs et de modulateurs de tension ainsi que l'augmentation de la translucidité. Dans les mêmes conditions de mise en œuvre l'obturation de la cavité est plus rapide avec un composite CBF qu'avec un composite conventionnel.

## C- Composition

Les matériaux composites sont constitués d'une matrice organique renforcée par des charges liés par un agent de couplage. Les composites CBF sont composés d'une matrice et de monomères similaires à ceux des composites conventionnels.



*Figure 1 : Représentation simplifiée d'une résine composite*

### 1- Composants organiques

La partie organique constitue 25 à 50% de la résine. Elle comprend majoritairement la matrice résineuse. La partie organique est aussi composée de contrôleurs de viscosité, agents de polymérisation, de pigments et d'inhibiteurs de prises. On trouve en plus dans la composition des CBF : des modulateurs de tension qui diminuent la contraction de prise et des photosensibilisateurs plus actifs (23).

#### a- Matrice résineuse

Elle est souvent constituée d'un mélange de monomères dérivés de méthacrylates actifs (R-di-méthacrylates) et qui rendent possible l'adhésion de tous les composites entre eux ainsi qu'avec les adhésifs. Les monomères possèdent à chaque extrémités une double liaison vinylique ( $\text{CH}_2=\text{CH-R}$ ) qui s'ouvre, permettant l'allongement du polymère. Ces monomères fluides s'additionnent pour former un polymère rigide. Les molécules de la matrice résineuse sont du Bis-GMA et des polyuréthanes UDMA ou leurs dérivés (BisEMA, EBADMA...) (24).

- Le **BisGMA** et ses dérivés (BisEMA, EBADMA) ont une synthèse permise par l'addition de deux réactions : une réaction d'estérification et une réaction d'addition du produit de l'estérification avec du Bisphénol A aboutissant à la formation de BisGMA.

Sa composition chimique permet une bonne viscosité de la matrice non polymérisée et de diminuer le stress de polymérisation.

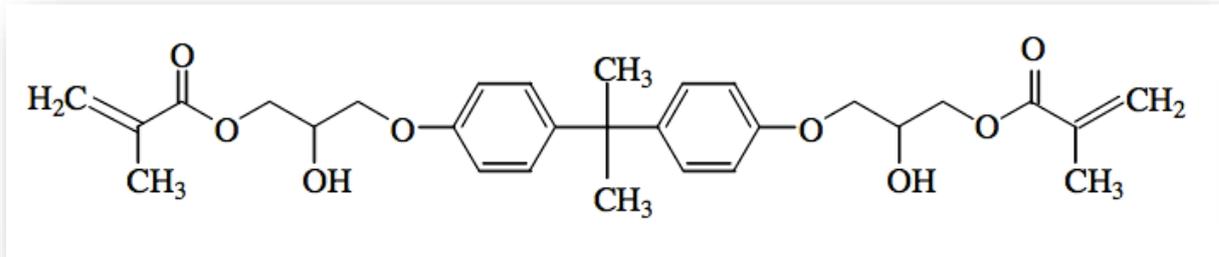


Figure 2 : Molécule de Bis-GMA

- L'**UDMA** est une molécule à poids moléculaire élevé.

Il est plus fluide que le BisGMA. Cependant son coefficient de rétraction de prise est plus important. En l'absence de liaison ester le risque d'hydrolyse de la matrice est diminué par rapport à celui du BisGMA.

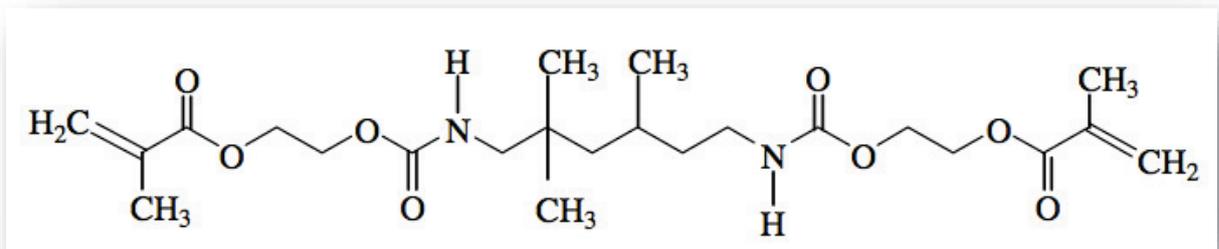


Figure 3 : Molécule de l'UDMA

## b- Les abaisseurs de viscosité ou diluants

La matrice résineuse est très visqueuse. Afin d'abaisser la viscosité des monomères l'ajout de contrôleur de viscosité est nécessaire :

- MMA (Méthacrylate de méthyle)
- EGDMA (Ethylène Glycol Di-Méthacrylate)
- DEGMA (Di-Ethylène Glycol Di-Méthacrylate)
- TEGDMA qui est le plus fréquent (Tri-Ethylène glycol Di-Méthacrylate).

Des inconvénients à l'utilisation de ces abaisseurs de viscosité sont relevés, dont la diminution de la résistance à l'abrasion du produit et un stress de polymérisation augmenté.

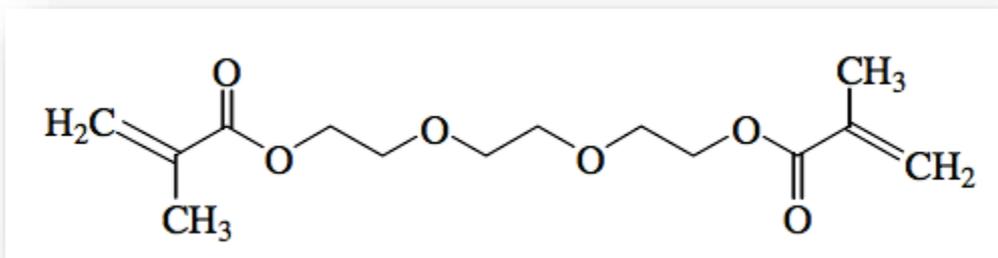


Figure 4 : Molécule TEGDMA

## c- Les activateurs/amorces de polymérisation

Il s'agit d'activateurs qui vont décomposer l'amorceur en radicaux libres. Ces radicaux libres initient l'ouverture des liaisons des monomères permettant leur addition et la réticulation du polymère.

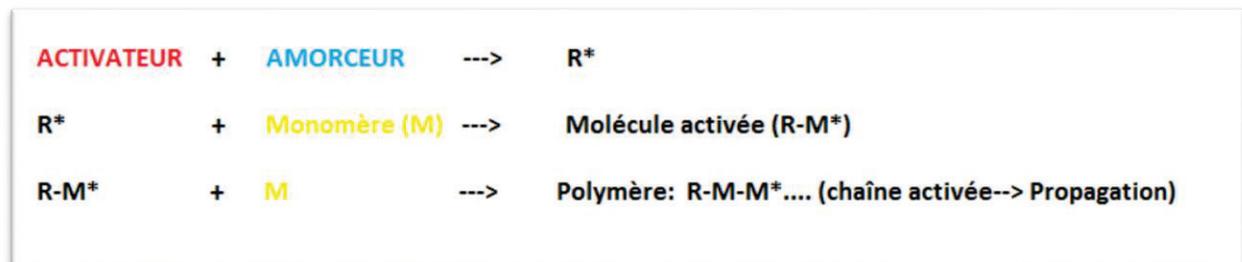


Figure 5 : Schématisation mécanisme de photopolymérisation

Les agents de photopolymérisation sont différents de ceux de chimopolymérisations. Les activateurs de la photopolymérisation sont les photons émis par la source lumineuse. On retrouve des photosensibilisateurs tel que : la Camphorquinone, Le Lucirin , l'Ivocérin et le Phénylpropanodione.

Les amorceurs de photopolymérisations sont des amines tertiaires (DMAEMA) associées aux photosensibilisateurs. Après action de la lampe à photopolymériser un complexe Photosensibilisateur – Amine se forme, générant un radical libre.

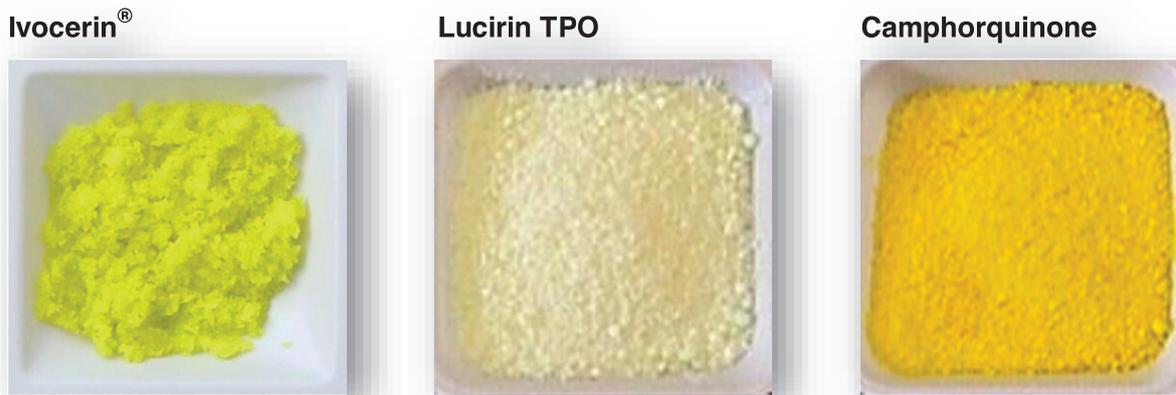


Figure 6 : Trois photosensibilisateurs retrouvés dans la composition des composites : l'Ivocérin, Lucirin et la camphorquinone

Le taux d'absorption lumineuse et la profondeur de polymérisation est fonction du type de photosensibilisateur. L'Ivocérin® montre un meilleur coefficient d'absorption censé aboutir à une polymérisation plus en profondeur. De même la longueur d'onde émise optimale est différente, pour chacun des trois types de photosensibilisateurs.

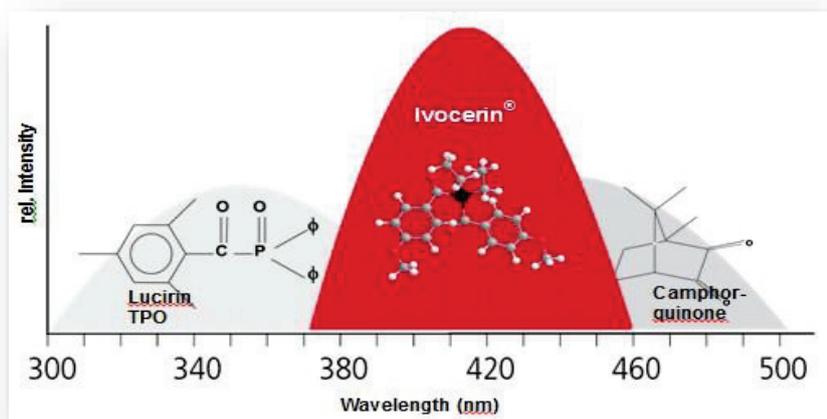


Figure 7 : Graphique du taux d'absorption des différents photosensibilisateurs en fonction de la longueur d'onde

## d- Les inhibiteurs de prise

Dans le but d'éviter la polymérisation spontanée lors du stockage des résines composite des inhibiteurs de polymérisation sont présents, tous dérivés du phénol :

- Hydroquinone (qui n'est plus utilisée car elle crée des dyschromies)
- Monométhyle éther d'hydroquinone (MEHQ),
- Butyl-hydroxy-toluène (BHT).

## 2- Les charges

### a- Définition

La phase minérale est composée de charges représentant en volume de 20 à 77% et en poids de 35 à 90%. Ce taux est dépendant de la quantité, de la taille et formes des charges présentent.

En fonction du composite : la nature, la taille, la forme et le taux en poids et volume des charges peuvent varier (1,2).

- La nature des charges est : soit minérale, soit organique et soit organo-minérale. La plus fréquente est la Silice, minérale, on la retrouve soit sous forme cristalline (quartz), soit sous forme amorphe (verre). La radio-opacité des composites est explicable par la présence des charges de verres de métaux lourds (baryum, zinc, zirconium, strontium, ytterbium trifluoride).
- La forme des charges peut être fonction de la taille et du procédé de fabrication : anguleuse, arrondie ou sphérique.
- La taille des charges varie de 1 nm à 100 µm :
  - Les **macrocharges** font de 1 à 100 µm et sont composées de verre de silicate et de verres de métaux lourds. Les seules charges des premiers composites chémo-polymérisables été ces macrocharges, ils ont été abandonnés à cause du manque d'esthétique. De plus la forme de ces charges est anguleuse ce qui les rend abrasives pour les dents antagonistes. Pour pallier à ces inconvénients, ces charges sont fragmentées et on obtient des **midicharges** de 1 à 10 µm et des **minicharges** de 0.1 à 1 µm. Ces dernières sont retrouvées dans la composition des composites hybrides pour les midicharges et microhybride pour les minicharges.
  - Les **microcharges** font de 0.04 µm à 40 nm et sont constituées de silice (SiO<sub>2</sub>). Leur présence améliore la résistance à l'usure et l'état de surface des composites. Cependant la viscosité du composite augmente au contraire de la stabilité qui diminue.

- Les **nanocharges** elles font de 1 à 10 nm, composée de silice (SiO<sub>2</sub>). Des charges négatives sont ajoutées à la surface entraînant l'éloignement des particules entre elles. La viscosité est donc plus faible se rapprochant de celle d'un « liquide ».

Le mélange de ces différentes charges permet de combiner les avantages de chacune. De plus pour optimiser l'occupation de l'espace la présence de charges de diamètre différents est intéressante : le vide entre les plus grosses particules peut être comblé par les petites. De là naissent différents types de composite: macrochargé, microchargé, hybride (macrocharges, midicharges, minicharges, microcharges), microhybride, mycrohybride nanochargé (minicharges, nanocharges)<sup>(3)</sup>. Ce sont les composites microhybrides nanochargés les plus fréquemment utilisés de nos jours en clinique.

### *b- Propriétés en fonction de leur quantité et de leur qualité*

Si on augmente la quantité de charges on améliore :

- Les propriétés mécaniques : résistance à la fracture et à l'abrasion, résistance à la traction, flexion et compression, module d'élasticité et dureté.
- La stabilité dimensionnelle : avec une diminution de la contraction de prise et de l'absorption hydrique et l'amélioration du coefficient d'expansion thermique.
- La viscosité du matériau et manipulation plus facile : en fonction de la texture désirée il faut ainsi moduler la quantité de charges présentes.

Mais cela se fait au détriment du facteur esthétique.

Si on diminue la taille des charges on améliore:

- L'esthétique : avec un meilleur état de surface
- Diminution de la rugosité
- La résistance à l'usure

Mais cela se fait au détriment de la viscosité du matériau qui est augmentée.

Pour un résultat esthétique optimal, un état de surface amélioré et une résistance à l'usure augmentée il faut augmenter le pourcentage de charges mais diminuer leur taille. En augmentant la quantité et diminuant la taille on se rapproche du composite « idéal ».

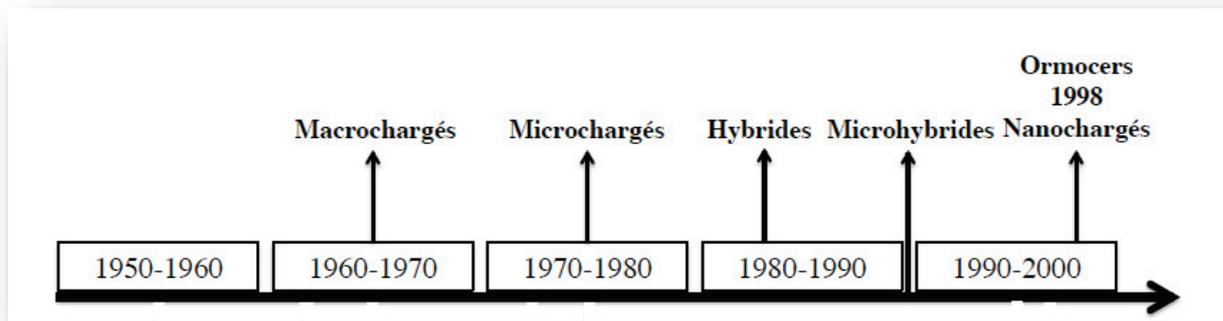


Figure 8 : Evolution des charges au sein des résines composites au cours du temps (14)

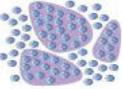
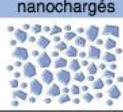
Famille	Pourcentage de charges		Distribution des charges
<b>Macrochargés</b> 	78,0	67,0	1 à 40 $\mu\text{m}$
<b>Microchargés</b> Homogènes 	55,0	35,0	0,04 $\mu\text{m}$
Hétérogènes 	57,1	44,5	0,04 $\mu\text{m}$ 10 à 50 $\mu\text{m}$
<b>Hybrides</b> 	85,3	68,5	1 à 1,5 $\mu\text{m}$ 10 à 15 $\mu\text{m}$
<b>Microhybrides</b> 	77,5	59,7	0,6 à 1 $\mu\text{m}$ 0,04 $\mu\text{m}$
<b>Microhybrides nanochargés</b> 	77,4	61,0	< 0,4 $\mu\text{m}$ 1 à 20 nm

Figure 9 : Classification des charges au sein des composite qui permet une classification des composites eux même (3)

### 3- Agents de couplages organo-minéraux

C'est une molécule qui permet la cohésion entre les charges et la phase organique. On peut citer le Silane qui n'est pas présent dans toutes les résines.

A une extrémité de la molécule de Silane un atome de Silicium (Si) se lie aux groupements OH qui interagissent avec les OH situés à la surface de la charge. Situé à l'autre extrémité de la molécule de Silane un groupement méthacrylate interagit avec la matrice organique pendant la polymérisation.

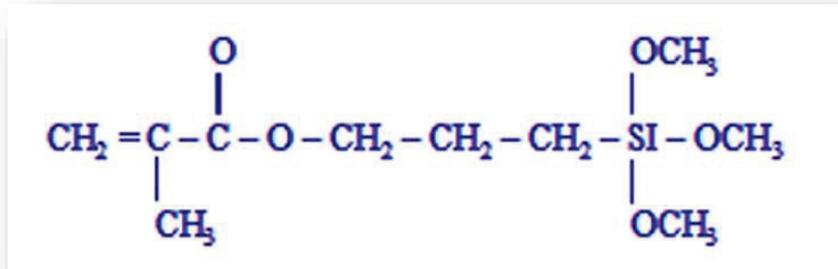


Figure 10 : Formule du Silane

### 4- Les modulateurs de tension

Il s'agit d'une molécule présente dans certains composites CBF (SDR™ et Tétric EvoCeram™).

La molécule du SDR™ possède une partie centrale flexible qui atténue la contraction de prise.

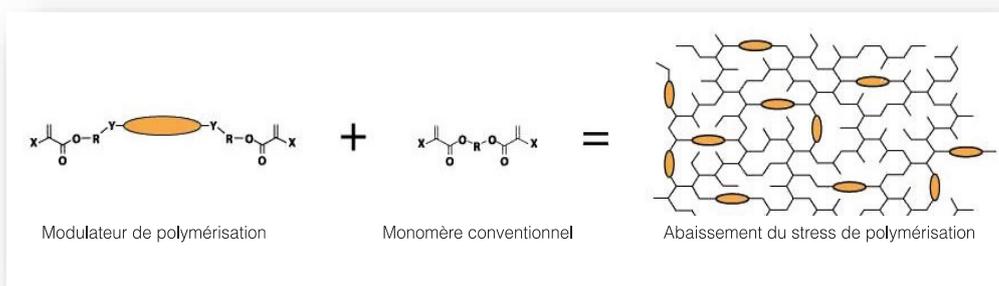


Figure 11 : Molécule SDR avec son modulateur de tension

Dans le Tétric EvoCeram™ BF on retrouve aussi des modulateurs de tension qui servent à réduire le module d'élasticité. Ils vont avoir le rôle de ressort pouvant se tendre et se relâcher pendant et après la polymérisation.

## D- Classification

De nombreuses classifications coexistent. Il en existe qui classent les composites en fonction de la viscosité, du type de polymérisation, de l'indication clinique ou encore de la taille des charges.

Nous nous sommes surtout intéressés à la classification des composites CBF en fonction de leur viscosité et donc de leurs indications cliniques.

On classe les composites Bulk-Fill en fonction de leur viscosité (plus ou moins chargés) et donc de leur aptitudes cliniques (25,26):

- Basse viscosité, composite flow recouvrable. Dont l'utilisation clinique se limitera à son utilisation en fond de cavité sur 4 à 5 mm en substitue dentinaire. Il nécessite en protection l'application d'un second incrément d'au moins 2 mm d'un autre composite de plus haute viscosité. En effet il est très difficile d'obtenir une anatomie occlusale fonctionnelle avec les composites de basse viscosité très peu chargés. De même leur tolérance aux forces occlusales est limitée. Exemples de CBF basse viscosité dont la mise en place se fait en 2 temps : SDR™, Venus™, Filtek™ BF, X-tra Base™.

- Haute viscosité, composite compactable, « régular ». Ils tolèrent bien les contraintes occlusales et ne nécessitent pas le recouvrement occlusal. Il polymérise sur 4 à 5 mm de profondeur. Le placement d'un composite de plus faible viscosité en fond pourra être envisagé en fonction des conditions cliniques. Exemple de CBF compactables utilisable en 1 temps : Tetric EvoCeram™, Filtek™ BF postérieur, X-Tra Fil™, QuiXfil™, Sonicfill™.

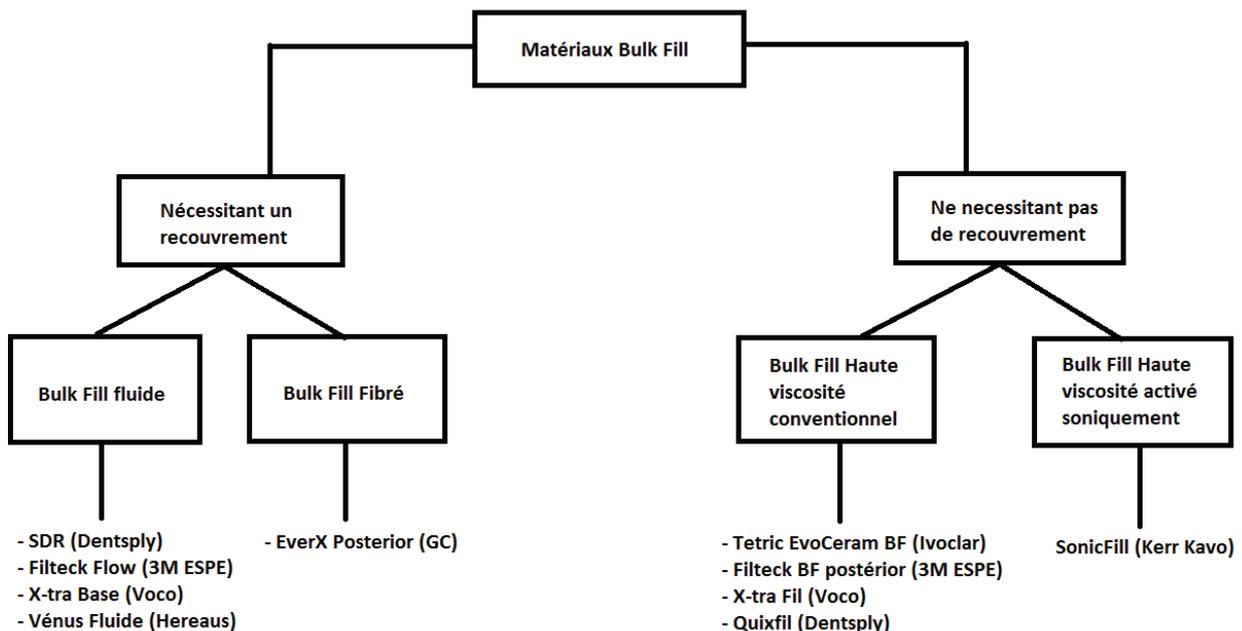


Figure 12 : Classification des CBF (J. SABBAG et al. 2016)

## E- Avantages des composites Bulk-Fill

### 1- Diminution de la rétraction de polymérisation

#### a- Définition

La rétraction ou contraction de polymérisation correspond à la réduction du volume qu'occupe le matériau. Elle est due à une diminution de la distance entre les atomes lors de l'intégration des monomères à la chaîne polymère. Lorsqu'ils sont isolés ils se trouvent à 4 Å de distance (liaison Van der Waals) puis se rapprochent lors de la formation du polymère pour former des liaisons covalentes de 1,5 Å.

Cette rétraction de polymérisation engendre un stress de polymérisation. Ce dernier correspond aux tensions exercées sur la dent et le matériau. Les contraintes, créées par la contraction, ne sont pas compensées par la déformation élastique du matériau. Le passage de l'état « liquide » à l'état solide, lorsque le polymère se forme, correspond à une augmentation de la densité de la résine jusqu'à ce qu'elle devienne rigide et indéformable. A l'état liquide les monomères sont « libres » et encore solubles rendant la relaxation élastique possible. A l'état solide le réseau polymère est dense et le matériau rigide. Entre temps il y a un moment appelé point de gélification où la déformation plastique ne peut plus compenser les forces de contraction du polymère en cours de formation. Pour compenser il y a formation d'un vide, créé par le déchirement au niveau du joint matériau-dent. Le hiatus se forme au détriment de la dent ou du composite (27).

Cette altération de l'interface composite-dent créée par ce stress de polymérisation est responsable d'infiltrations avec perte d'étanchéité, de dyschromies, de caries secondaires et de sensibilités postopératoires (28).

#### b- Intérêt des CBF

##### - Diminution de stress de polymérisation

Il a été étudié que certains composites CBF présentent un stress de polymérisation réduit comparé à des CC notamment ceux de basses viscosité (29,30). Ce qui permet une atténuation des effets négatifs se produisant lors de la polymérisation (contraintes et retrait de polymérisation) qui induisent des sensibilités post opératoires (31). L'importance du retrait est notamment fonction de la composition en charges et du degré de conversion de la matrice organique obtenue lors de la polymérisation (32).

- Indication de substitue dentinaire

La technique qui consiste à utiliser un CBF en fond de cavité sur 4 mm recouvert par un incrément de résine conventionnelle fait ses preuves. En effet elle offre une solution stable dans le temps avec une diminution des sensibilités post opératoires observable. En effet l'atténuation du stress de polymérisation les rend moins iatrogènes par rapport aux CC, l'agression de la pulpe dentaire est diminuée. Les composites CBF font de bons substituts dentinaires (33,34).

## 2- Augmentation de la profondeur de polymérisation

### a- Définition

La profondeur de polymérisation correspond à la profondeur à laquelle le matériau présente un réseau de polymères suffisamment dense lui procurant des propriétés mécaniques « optimales ».

La profondeur de polymérisation optimale permet d'éviter un matériau « sous polymérisé » dans les couches les plus profondes ce qui engendrerait une diminution de la résistance mécanique et de la force d'adhésive. En DC elle est estimée à 50% et en microdureté elle correspond aux profondeurs ayant une dureté Vickers égale ou supérieure à 80% de celle de surface. Avec les CC, une polymérisation optimale sur toute la hauteur du composite nécessite une incrémentation oblique ou horizontale par couche de 2mm. Cette méthode peut paraître longue et fastidieuse en particulier pour les cavités postérieures profondes qui font jusqu'à 8 mm de profondeur.

### b- Intérêts des CBF

- Propriétés mécaniques appréciables et résistance à la fracture :

Des études expérimentales tendent à montrer que les propriétés mécaniques des composites CBF sont comparables (module d'élasticité, de flexion) à celles des composites à incrémentation multiple (29). Les composites CBF présentent une résistance à la rupture comparable, avec une déflexion cuspidienne similaire, à celle des CC(35,36,37).

- Diminution de l'effet de pollution au sein du matériau

Le placement des CBF en incrément de 4 mm diminue les risques d'incorporation de bulles ou autres éléments étrangers (34). En effet l'intégrité des joints marginaux est une condition absolue à la pérennité des restaurations. Ainsi plusieurs recherches mettent en valeur l'intégrité marginale des composites CBF (8,38,39). Certaines études montrent l'absence d'effets délétères sur l'adaptation marginale de la reconstitution lors de la mise en œuvre de ces composites.

- Profondeur de polymérisation augmentée et facilitation d'utilisation

Pour les CBF la profondeur de polymérisation est supérieure à celle des CC (40,41). En effet leur translucidité améliore la conversion en profondeur grâce à une meilleure pénétration de la lumière (23,42). De plus, l'ajout de photosensibilisateurs augmente la profondeur de polymérisation.

La manipulation est facilitée pour l'opérateur en raison de la possibilité d'incrémentation sur une profondeur supérieure avec une polymérisation optimale sur plus de 4mm. Ainsi les CBF apportent un gain de temps et une manipulation plus facile.

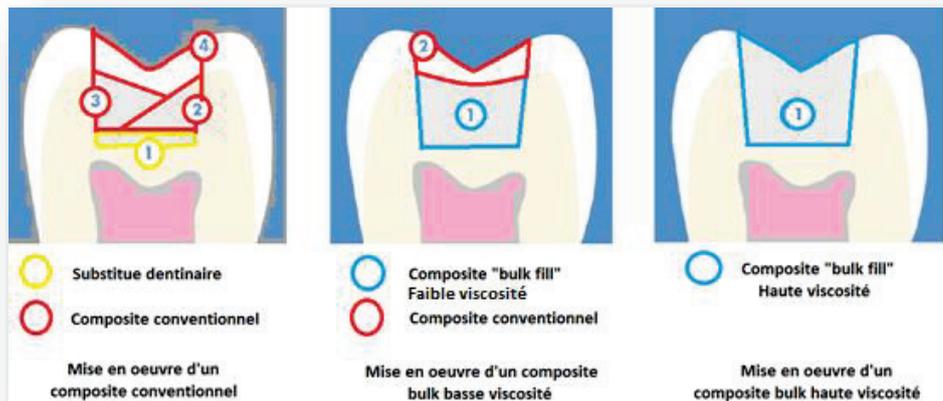


Figure 13 : Illustration de la mise en œuvre d'un composite conventionnel, d'un CBF basse viscosité et d'un CBF haute viscosité

- Étanchéité du joint marginal

C'est Kidd en 1976 qui décrit le phénomène de pénétration bactérienne au niveau du joint marginal dent-matériau de la restauration (33). Ce manque d'étanchéité entraîne ; une augmentation du risque d'apparition de sensibilités, de colorations du joint et de récurrences de lésions carieuses, influençant la pérennité de la restauration. Les CBF sont garants de cette étanchéité avec une profondeur de polymérisation augmentée et une rétraction de polymérisation faible.

- Stabilité dans le temps

Certaines études montrent une stabilité clinique dans le temps similaire entre des CBF et des résines conventionnelles sur une durée d'étude de 2 à 5 ans (33,43). D'autres études récentes ont montré des résultats cliniques comparables entre une restauration avec un CBF en couche de 4 mm et celle avec un CC hybride en couche de 2 mm (44,45,46).

Cependant des inconvénients sont liés au CBF notamment le manque de recul clinique et beaucoup ne sont développés qu'en teinte translucide atténuant les résultats esthétiques.

# F- La profondeur de polymérisation

## 1- La polymérisation

Plusieurs types de polymérisation sont différenciables. On distingue : la photopolymérisation, la chémopolymérisation et la thermopolymérisation. Seule la première nous intéresse dans notre expérience.

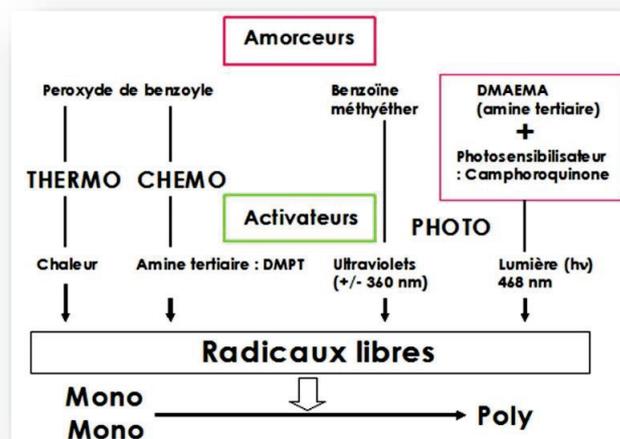


Figure 14 : Les principaux modes de polymérisation selon Raskin (14)

### a- Chémopolymérisation

Le principe repose sur le mélange pâte-pâte d'un amorceur et d'un activateur.

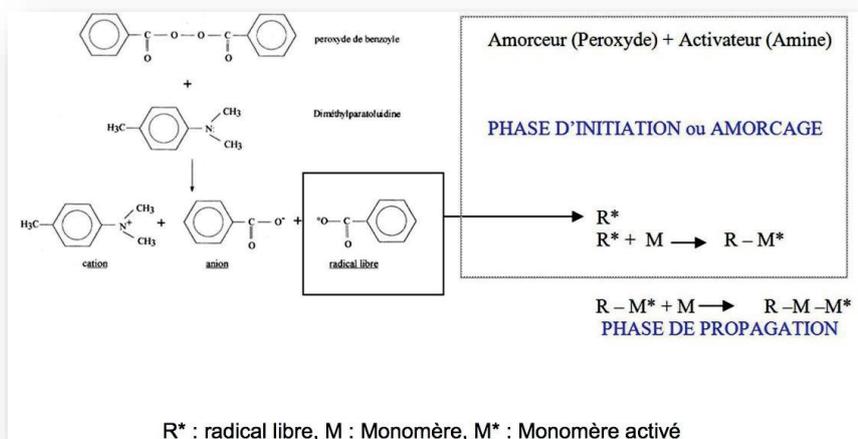


Figure 15 : représentation de la chémopolymérisation d'après Raskin (14)

## b- Photopolymérisation

La rigidification des résines composites a lieu grâce à l'activation de monomères qui en s'associant vont permettre la formation d'un polymère ramifié. Cette réaction est rendue possible grâce à un activateur. Dans le cas de la photopolymérisation il correspond à la lumière émise par la lampe de photopolymérisation. Ce sont les photons émis par cette source lumineuse qui activent l'amorceur photopolymérisable contenu dans le composite (souvent camphorquinone associée à une amine tertiaire). L'amorceur libère des radicaux libres. Ces derniers ouvrent les doubles liaisons vinyliques du monomère ce qui aboutit à la réticulation et l'agrandissement des chaînes polymères. Il y a ainsi conversion des monomères en polymères. Cependant la rigidification de la résine entraîne une atténuation de la mobilité des monomères. Une partie de ces derniers ne peuvent plus réagir avec d'autre liaison et n'intégreront donc jamais le polymère. C'est pour cela que nous retrouverons toujours des monomères « seuls », non assemblés au sein du réseau polymère. C'est sur ce principe que se base notre recherche, elle appréhendera le taux de conversion des monomères en polymères.

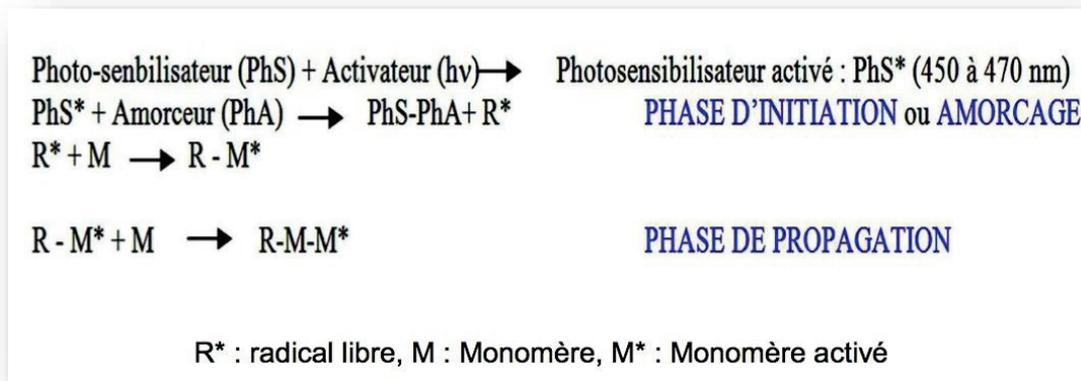


Figure 16 : Représentation schématique de la photopolymérisation des résines composites (14)

## 2- La mesure de la profondeur de polymérisation

La détermination et mesure de la profondeur de polymérisation peut se faire au travers de méthodes directes ou indirectes. Les différentes méthodes ne mesurent pas les mêmes variables mais tendent toutes à estimer la profondeur sur laquelle le composite a polymérisé.

### a- Méthodes indirectes

Le microscope optique: permet la détermination de la profondeur de polymérisation de façon indirecte par la détection du changement de translucidité. On observe la profondeur où la translucidité devient différente, elle marque la limite entre matériau polymérisé et matériau non polymérisé.

« Scraping-test » : le principe repose sur l'évaluation de la résistance à l'abrasion. Cette méthode se fait par « grattage » du matériau. Elle consiste à gratter de la face la moins polymérisée à la face la plus polymérisée (celle exposée à la lumière). On la gratte jusqu'à arriver à une profondeur où la résine est assez résistante à l'abrasion, cela détermine la profondeur de polymérisation.

Microdureté : elle repose sur l'évaluation de la microdureté à différentes profondeurs. Elle permet la mesure indirecte de la profondeur de polymérisation par appréciation des propriétés mécaniques du matériau. On considère, en général, que le matériau est polymérisé de façon optimale lorsque la microdureté est égale ou supérieur à 80% de la microdureté de surface.

#### *b- Méthodes directes par estimation du DC*

La spectrométrie infra rouge à Transformée de Fourier (FTIR) : Il s'agit d'une méthode vibrationnelle qui étudie l'absorption de la lumière par le matériau. Ce dernier absorbe le rayonnement infra-rouge, le spectromètre évalue la longueur d'onde absorbée et l'intensité de l'absorption. On obtient alors des bandes d'absorption caractéristiques de la composition chimique du matériau.

La spectrométrie Raman: Sir Ramân découvre en 1928 l'effet Raman. Il s'agit d'une méthode vibrationnelle qui étudie la diffusion de la lumière par un matériau. C'est cette méthode qui nous permettra de déterminer le taux de conversion dans notre étude expérimentale.

### 3- Le degré de conversion

Le DC correspond au taux de conversion des monomères en polymères. Au cours de la polymérisation les doubles liaisons vinyliques [C=C] des monomères s'ouvrent et se convertissent en liaisons simples [C-C], pour s'assembler et former le polymère. Il faut donc comparer les taux de fonctions vinyliques présentes après polymérisation et avant polymérisation pour obtenir le DC (47).

Il n'est jamais de 100%. En effet il y a des monomères qui, immobilisés lors de la rigidification du réseau polymère, ne s'assembleront jamais. De plus l'efficacité de polymérisation diminue progressivement avec la profondeur (absorption et dispersion de la lumière). Ce problème est rencontré sous une certaine profondeur de polymérisation dite « optimale/adéquate ». Par convenance la profondeur optimale est déterminée lorsque le DC est égale ou supérieur à 50%. Les CC présentent habituellement un DC de 50 à 75% qui diminue rapidement au-delà de 2 à 3 mm d'épaisseur à cause de l'atténuation lumineuse, de l'insuffisance de l'activation du système photo-initiateur. De même les CBF présentent un degré de conversion très acceptable qui concurrence celui des CC : de 50 à 79% et qui est observé jusqu'à 4/5 mm de profondeur(48).

De nombreuses études ont été menées et montrent la relation entre propriétés mécaniques ou biologiques et degré de conversion comme celles de Ruyter et Svendsen(49), Asmussen (50), McKinney et Wu(51), Ferracane et Greener (52), Ferracane en 1985 (53) et Eliades et al. (54). Elles montrent que les performances mécaniques et la biocompatibilité d'une résine sont des propriétés dépendantes du taux

de conversion au sein du matériau. Le module d'élasticité, la micro dureté, la solubilité du matériau ainsi que la biocompatibilité peuvent directement être mis en relation avec le DC (55,56). Un DC adéquat réduit la déflexion cuspidienne et implique la présence plus importante de polymères ce qui apporte de meilleures propriétés physiques (35,36,57). De plus la présence réduite de monomères au sein d'un matériau polymérisé diminuerait sa cytotoxicité pour les tissus biologiques.

Le DC dépend de multiples facteurs tels que : la composition chimique en charges et matrice, la teinte du matériau, ses conditions de polymérisation (puissance de la source lumineuse, temps de stockage et d'irradiation) (45,46). Par exemple à puissance équivalente, une même source photonique permettra de polymériser une plus grande épaisseur de matériau (3,28). Il est aussi fonction du mode de polymérisation : chimopolymérisable < photopolymérisable < thermopolymérisation.

### III- Etude expérimentale du degré de conversion par spectrométrie RAMAN

Nous avons pour objectif dans cette étude de déterminer la profondeur de polymérisation au travers de la mesure du taux de conversion de 10 composites CBF différents (Filtek™ BF de 3M ESPE™ teinte A2 et U, le Venus® BF commercialisé par Heraeus®, Surefil SDR™ fluide par Dentsply™, L'X-tra Base™ fluide de Voco™, L'X-tra Fil™ de Voco™, Quixfil™ de Dentsply™, SonicFill® de Kerr, Filtek Bulk-Fill postérieur™ par 3M ESPE™, TETRIC EvoCeram™ Bulk par Ivoclar Vivadent™) et d'un composite conventionnel témoin CC (TETRIC EvoCeram™ par Ivoclar Vivadent™) à différentes profondeurs du matériau (0.1, 1, 2, 4, 5 et 6 mm) avec un panel de 10 cylindres tests pour chaque composite étudié. Cette investigation nous permettra de connaître la qualité de polymérisation au sein du matériau.

Dans un premier temps nous déterminerons le taux de conversion des composites étudiés grâce à la méthode de spectrométrie Raman.

Nos résultats sont exprimés sous forme de moyenne et un écart type du degré de conversion pour chaque composite utilisé à chaque profondeur du matériau.

## A- Matériel

### 1- Les composites CBF étudiés et le témoin

Nous avons utilisés au cours de cette expérience 10 composites différents. Tous sont photopolymérisables ainsi que radio-opaques et nous les classerons en deux catégories :

#### a- Les composites de basse viscosité recouvrables par un autre composite

- Filtek Bulk-Fill™ fluide commercialisé par 3M ESPE™ (St Paul, MN, USA) (58)

Il s'agit d'un matériau CBF de viscosité fluide, photopolymérisable sur 4 mm, à utiliser en base dans le cas de reconstitution directe postérieure type Classe I et Classe II. Il nécessite la mise en place d'une couche de 2 mm de composite conventionnel par-dessus. Il est aussi utilisable en scellement de sillon. Son temps de polymérisation est différent en fonction des teintes et du type de lampe utilisée variant de 10 à 40 s.

Sa matrice est composée de Bis-GMA, de Bis-EMA et UDMA.

Il a une concentration en charge de 64% en poids 43% en volume. La taille des charges varie de 0.01 à 5 µm. Il s'agit d'une combinaison de zircone/silice et de YbF<sub>3</sub>.

Il existe en teinte : A1, A2, A3 et Universelle (U). **Nous étudierons la teinte A2 et U dans notre expérience.**



Figure 17 : Filtek® Bulk-Fill fluide de 3M®

- Venus™ Bulk-Fill commercialisé par Heraeus™ (South Bend USA) (18,59)

Le Venus™ BF est de viscosité plutôt basse, photopolymérisable, utilisable en fond de cavité postérieure qui nécessite un recouvrement sur 2 mm par un CC lors de son utilisation sur dent définitive. Le recouvrement par CC n'est pas nécessaire lors de son utilisation sur dents temporaires. Heraeus déclare à propos des propriétés physiques de ce matériau une profondeur de polymérisation atteignant 5 mm minimum et pouvant atteindre 6.2 mm avec un degré de conversion allant de 62 à 68% avec un temps de polymérisation de 20 s avec une puissance de 500mW/cm<sup>2</sup>.

Sa matrice est composée d'UDMA et EBPADMA.

En poids la part des charges représente 65% et 41% en volume avec une taille de charges variant de 0.02 à 5 µ. Les particules présentes sont des charges de verre de : baryum aluminium fluor (Ba-Al-F), trifluorure d'ytterbium (YbF<sub>3</sub>) et de dioxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>).

Existe en teinte Universelle.



Figure 18 : Venus® Bulk-Fill

- Composite Surefil SDR™ par Dentsply™ (Konstanz, Germany) (17)

Il s'agit d'un composite nanochargé de faible viscosité. Il est à placer en incrément de 4 mm en fond de cavités profondes postérieures de classe I et II. On peut aussi l'utiliser en scellement de sillon. La polymérisation est estimée par le fabricant 4.1mm de profondeur. Son temps de polymérisation est de 20 s avec une lampe de 500mW/cm<sup>2</sup>.

C'est un composite de basse viscosité dont la composition de la matrice organique comprend de l'UDMA modifié (SDR), EBPADMA, TEGDMA. Il contient un système de relaxation des tensions « SDR » à haut poids moléculaire. Ce dernier permettrait de diminuer la rétraction de polymérisation de 20% et le stress de polymérisation de 80% en comparaison à des composites « fluide conventionnels ». La technologie SDR n'affecterait ni le DC final, ni la vitesse de réaction, ni la vitesse de développement du module d'élasticité.

En poids la part des charges se rapproche des 68% et en volume de 44%. Les charges font en moyenne 4.5 µ et sont composées de : de baryum bore fluoro-alumino-silicate et de verre de strontium fluoro-amino-silicate.

Existe en teinte : U, en A1, A2 et A3. Pour notre étude nous avons utilisé la teinte universelle

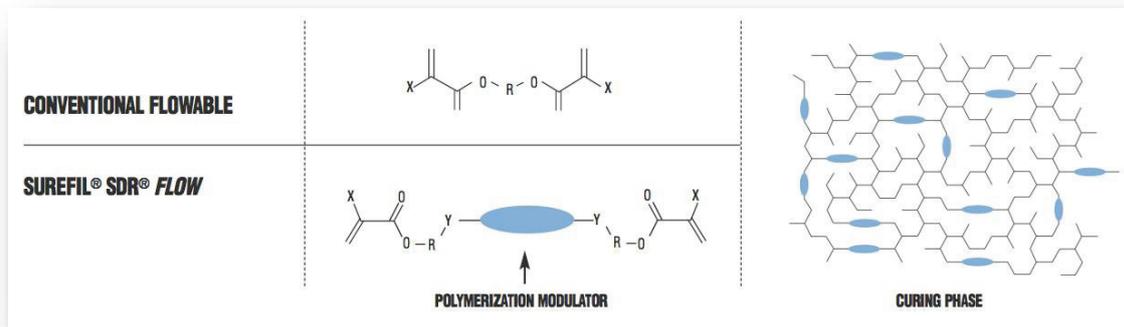


Figure 19 : Modulateur de polymérisation du SDR



Figure 20 : SDR® de Dentsply®

- L'X-tra Base™ de Voco™ (Anton-Flettner, Germany) (60)

Il s'agit d'un composite fluide hybride à insertion en masse dit CBF destiné à remplir des cavités de classe I et II recouvert d'un incrément de 2 mm d'un CC ainsi que des cavités de classe III et V. Le fabricant indique une polymérisation sur 4 mm de profondeur en moins de 10s pour la teinte universelle et 40 s pour la teinte A2.

La matrice organique est composée d'UDMA, Bis-EMA et de Bis-GMA.

Les charges inorganiques représentent 75% en poids et 58% en volume du matériau. C'est le matériau CBF fluide le plus chargé de notre étude.

Teintes : Universelle et A2. Dans notre étude nous avons pris la teinte Universelle.



Figure 21 : X-tra base® de Voco

## b- Les composites de haute viscosité non recouvrables :

- QuiXfil™ de Dentsply™ (De Trey, Konstanz, Germany) (15,61)

Il s'agit d'un composite hybride de haute viscosité, type CBF, adapté à des cavités sur dents postérieures. Le fabricant indique une polymérisation optimale sur 4.4 mm de profondeur (lampe de 500 à 800mW/cm<sup>2</sup> pendant 20 s ou lampe > 800mW/cm<sup>2</sup> pendant 10 s) avec une contraction de polymérisation en volume de 1,73%.

Sa matrice est à base de: Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, TMPTMA, TCB. Le TCB donne une haute cohésion au produit. De plus il rend le matériau moins hydrophobe améliorant ainsi sa manipulation. Le photo-initiateur est la camphorquinone.

Il est composé de 86% de charge en poids et 66% en volume. On retrouve en majorité des charges de 10 µm et des charges de 1 µm entraînant une réduction de la contraction de polymérisation. Les charges sont du phosphate silicate au fluorure de strontium, d'aluminium et de sodium.

Existe en teinte Universelle.



Figure 22 : QuiXfil™ de Dentsply™

- L'X-tra fil™ de Voco™, (Anton-Flettner, Germany) (62)

Il s'agit d'un composite hybride à viscosité élevée et à insertion en masse. Le fabricant propose une polymérisation optimale sur 4 mm en 10 s avec une lampe de 800mW/cm<sup>2</sup>.

Sa matrice est composée de BisGMA, d'UDMA et de TEGMDA.

Sa phase minérale est composée de charges multi-hybrides représentant 70% en volume et 86 % en poids du matériau. Des photo-initiateurs sont combinés avec ces charges, permettant de diminuer la contraction de prise et d'améliorer la profondeur de polymérisation matériau.

Il existe seulement en teinte universelle.



Figure 23: QuiX fil® de Densply®

- SonicFill® de Kerr® (Washington D.C, USA) (63)

Il s'agit d'un CBF nanohybride à utiliser pour les cavités postérieures. Il possède d'après le fabricant la capacité d'être polymérisé de façon optimale sur 5 mm après polymérisation de 20 à 40 s en fonction du mode. Kerr estime qu'à 6 mm de polymérisation il y a 91% des molécules du matériau converties. Le composite SonicFill™ s'utilise avec sa pièce à main SonicFill™. Cette dernière permet son activation par ultrasons. Le fabricant estime à 1,5% la rétraction de prise.

Sa phase organique est composée de : MSPMA, EBPADMA, BisGMA, TEGDMA.

Les charges sont composées de silicates et de verre de baryum et d'oxyde. Elles représentent de 83% en poids et 83% en volume du matériau.

Il existe en différentes teintes toutes dites « semi-translucides » pour une amélioration pénétration de la lumière: A1, A2, A3, B1. Nous l'utilisons en teinte A2 dans notre expérience.



Figure 24 : Sonic™ de Kerr™ avec sa pièce à main

- Filtek™ Bulk-Fill postérieur par 3M ESPE™ (St Paul, MN, USA) (64,65)

Il s'agit d'un composite fluide permettant les restaurations de Classe I et II. Le fabricant l'indique aussi pour les scellements de sillons et les restaurations antérieures. Il se polymérise jusqu'à 5 mm de profondeur, ne nécessitant pas de recouvrement. Son temps de polymérisation est de 20 s pour une puissance de lampe à 1000 mW/cm<sup>2</sup>. Le fabricant déclare un retrait de polymérisation de 1.7%.

Sa matrice est composée de monomères méthacrylates dont : l'AUDMA et l'UDMA, qui diminueraient le stress de polymérisation en réduisant la concentration en doubles liaisons et le DDDMA qui permettrait une faible viscosité. Il possède aussi 2 monomères AFM méthacrylates qui vont, par leur synergie, réduire le stress de polymérisation et le taux de contraction sans diminuer la résistance à l'usure du matériau. Ils vont pouvoir s'intégrer au polymère et l'agrandir mais aussi s'en détacher facilement grâce à la présence d'un site sécable. La fracture qui aura lieu au niveau de ce dernier permettra de diminuer le stress de polymérisation au moment de la réaction. 3M promet 50% de résistance mécanique supplémentaire et 2 fois plus de résistance à l'usure du Filtek™ BF par rapport à d'autre CBF.

Il est composé de 76.5% de charges en poids (silice, zircone et trifluoride d'ytterbium) et de 58.4% en volume. La taille des particules peut aller de 0.1 à 0.01 µm. Ses charges sont de plus petites tailles et représentent une fraction moins importante du composite comparées aux autres CBF haute viscosité de notre étude.

Il existe en teinte A1, A2, A3, B1 et C2. Nous utilisons la teinte A2 pour notre expérience.



Figure 25: Filtek Bulk-Fill postérieur™ par 3M ESPE™

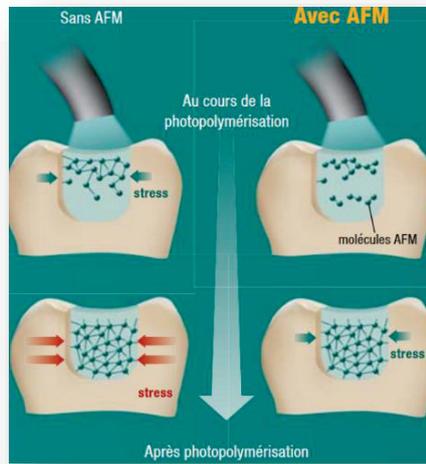


Figure 26 :: Illustration de la réaction de polymérisation du matériau avec AFM et sans AFM

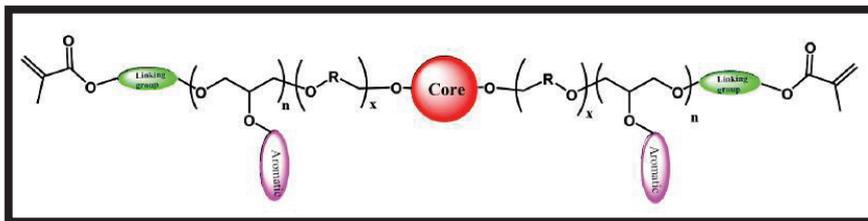


Figure 27: Molécule d'AUDMA

- Tetric EvoCeram™ BF par Ivoclar Vivadent™ (Schaan, Liechtenstein) (66)

Composite nano-hybride de haute viscosité permettant les restaurations de classe I II et V ainsi que des scellements de sillons. Il doit être incrémenté en couche de 4 mm maximum. Sa polymérisation est permise par une lampe de 1200mW/cm<sup>2</sup> et se fait en 10 s.

Sa matrice est principalement composée de Bis-GMA, Bis-EMA, d'UDMA et de TEGDMA.

Sa composition en charge représente 62% en poids et 80% en volume. Elle comprend du verre de baryum, trifluoride d'ytterbium, de l'oxyde mixte et des pré-polymères (fractionnement de micro charge).

Il a été équipé d'un réducteur de stress qui compense la contraction de polymérisation, et d'un nouveau système de photo-initiation (Ivocerin®) qui demande un système de lampe de photopolymérisation spécifique.

Le fabricant estime à 1,7% le taux de rétraction.

Existe en teinte : B1, A2, B2 et universelle. Nous l'étudions en teinte Universelle.



Figure 28: Tetric EvoCeram Bulk-Fill™ par Ivoclar Vivadent™

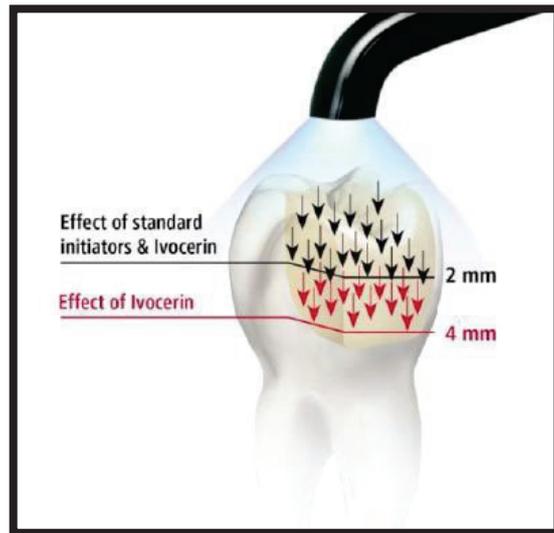


Figure 29 : Effet de l' Ivocerin® lors de la polymérisation

- [Tétric EvoCeram™ \(Témoin\) par Ivoclar Vivadent™\(Schaan, Liechtenstein\) \(67\)](#)

Composite nano-hybride conventionnel de viscosité élevée permettant les restaurations postérieures, antérieures et cervicales. Sa mise en œuvre nécessite plusieurs incréments de 1,5 à 2 mm (en fonction de la teinte) à polymériser au fur et à mesure. Sa polymérisation se fait pendant 10 à 1000mW/cm<sup>2</sup> ou 20 s à 550mW/cm<sup>2</sup>. Le fabricant estime à 1.7% le taux de rétraction.

La matrice est composée de : Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, et pré polymères.

Il est composé de charges de : verre de baryum, du trifluoride d'ytterbium, de l'oxyde mixte. Le taux en charge représente 76% en poids et 55% en volume du matériau pour les teintes émail et dentines. Les pourcentages pour les teintes blanchissement sont légèrement supérieurs (respectivement 80% et 60%). Leur taille varie entre 0.04 à 30 µm pour une moyenne de 0.6 µm.

Il existe en 22 teintes : des teintes émail, dentine et de blanchissement. Nous l'étudions en teinte A2.



Figure 30 : Tétric EvoCeram™ par Ivoclar Vivadent™

c- Tableaux récapitulatifs des composites utilisés

	Fabricant	Bulk ou Conventionnel	Viscosité	Composition Organique	Composition minérale	Mise en œuvre /Incrémentation	Indications clinique (Classe)
<b>Téric Evocéram™ (Témoïn)</b>	<b>Ivoclar Vivadent™</b>	<b>Conventionnel</b>	<b>Elevée</b>	BisGMA BisEMA UDMA	Verre de baryum YbF3 Oxydes mixtes Pré-polymères 75% en poids 60% en volume De 0,04 à 30 µ	Succession d'incréments de 1,5 à 2 mm	Restaurations postérieures ( I et II ) Restaurations antérieures Restaurations cervicales (V) Restauration des dents temporaires Scellement étendu des sillons Facettes en technique directe Contention des dents mobiles Comblement des contre-dépouilles Réparations des facettes en composite et en céramique
<b>Téric Evocéram™ BF</b>	<b>Ivoclar Vivadent™</b>	<b>Bulk Fill</b>	<b>Elevée</b>	BisGMA BisEMA UDMA Ivocérine	Verre de baryum YbF3 Oxydes mixtes Pré-polymères 80% en poids 60% en volume De 0,04 à 30 µ	1 incrément cavité de 5 mm ou moins	Restaurations postérieures (I et II) Restaurations cervicales ( V ) Reconstitution de faux-moignons Scellement de sillons Restauration des dents temporaires
<b>Filteck™ BF Postérieur</b>	<b>3M ESPE™</b>	<b>Bulk Fill</b>	<b>Elevée</b>	AFM AUDMA UDMA DDDMA	Verre de baryum YbF3 Sillice Zirconia 76% en poids 58% en volume 0,01 à 0,1 µ	1 incrément de 5 mm ou moins	Restaurations postérieures (I et II) Restaurations antérieures Scelllements fissures et sillons Substitue dentinaire Réparations céramique Restaurations dents temporaires Restaurations indirects
<b>SonicFill™</b>	<b>Kerr®</b>	<b>Bulk Fill</b>	<b>Elevée</b>	MSPMA EBPADMA BisGMA TEGDMA	Sillice 83% en poids 83% en volume	1 incrément de 5 mm ou moins	Restaurations postérieures (I et II)
<b>Quixfil™</b>	<b>Dentsply™</b>	<b>Bulk Fill</b>	<b>Elevée</b>	Bis-GMA UDMA TEGDMA TMPTMA TCB Camphorquinone	Phosphate-silicate silané au fluorure de strontium, d'aluminium et de sodium 86% en poids 66% en volume 1 à 10 µ	1 incrément de 4 mm ou moins	Restaurations postérieures ( I et II )
<b>L'X-tra fil™</b>	<b>Voco™</b>	<b>Bulk Fill</b>	<b>Elevée</b>	Bis-GMA UDMA TEGDMA	Charges multi-hybrides 86% en poids 70% en volume	1 incrément de 4 mm ou moins	Restaurations postérieures (I et II) Reconstitution de faux moignons
<b>Filteck™ BF Fluide</b>	<b>3M™</b>	<b>Bulk Fill</b>	<b>Faible</b>	Bis-GMA Bis-EMA UDMA Procrilate	Zircone Silice Verre de YbF3 64% en poids 43% en volume 0.01 à 5 µ	2 incréments : 1 incréments sur 4mm recouvert par 1 incrément d'au moins 2mm de composite haute viscosité	Substitue dentinaire pour restauration postérieures ( I et II ) Scelllements des puits et sillons Restauration de cavités nécessitant une préparation peu invasive Restaurations de classe III et V Comblement des contre-dépouilles Réparation de petits défauts d'émail et des petits défauts de reconstitutions indirectes esthétiques
<b>Venus™ BF</b>	<b>Heraeus™</b>	<b>Bulk Fill</b>	<b>Faible</b>	UDMA EBADMA	Verre de Ba-Al-F Verre de YbF3 65% en poids 38% en volume 0,02 à 5 µ	2 incréments : 1 incréments sur 4 à 5 mm recouvert par 1 incrément d'au moins 2mm de composite haute viscosité	Substitue dentinaire pour Restauration postérieures ( I et II )
<b>Surefil SDR™</b>	<b>Dentsply™</b>	<b>Bulk Fill</b>	<b>Faible</b>	EBPADMA TEGDMA UDMA modifié SDR Camphorquinone	Verre de Ba-Al-F Verre de strontium fluoro- amino-silicate 68 % en poids 45% en volume 4.5 µ en moyenne	2 incréments : 1 incréments sur 4 mm recouvert par 1 incrément d'au moins 2mm de composite haute viscosité	Substitue dentinaire pour restauration postérieures ( I et II ) Scellement des puits et sillons
<b>X-tra Base™</b>	<b>Voco™</b>	<b>Bulk Fill</b>	<b>Faible</b>	UDMA Bis-GMA Bis-EMA	75% en poids 58% en volume	2 incréments : 1 incréments sur 4 mm recouvert 1 incrément d'au moins 2mm de composite haute viscosité	Substitue dentinaire pour restauration postérieures ( I et II ) Restaurations de très faible volume Scellement des puits et sillons Restaurations de Classe III et V Comblement des contre-dépouilles Reconstitution de faux moignons

Figure 31: Tableau récapitulatif des composites étudiés : composition, technique de mise en œuvre et indications cliniques (19,17,18,58,59,60,61,62,63,64,65,66,67)

Composite	Fabricant	Profondeur de polymérisation annoncée	Temps en seconde et puissance de photopolymérisation
<b>Tétric Evocéram™ (Témoin)</b>	<b>Ivoclar Vivadent™</b>	2 mm teinte émail 1,5 mm teinte dentine	10s à 1000mW/cm <sup>2</sup> 20s à 500mW/cm <sup>2</sup>
<b>Tétric Evocéram™ BF</b>	<b>Ivoclar Vivadent™</b>	4 mm	10s à >1200mW/cm <sup>2</sup>
<b>Filtek™ BF Postérieur</b>	<b>3M ESPE™</b>	4 mm à 5 mm	20s en occlusal entre 1000 et 2000 mW/cm <sup>2</sup> +10s en proximal
<b>SonicFill™</b>	<b>Kerr™ Dental</b>	5 mm	20s en occlusal >550mW/cm <sup>2</sup> +10 s en proximal
<b>Quixfil™</b>	<b>Dentsply™</b>	4,4 mm	20s à < 800 mW/cm <sup>2</sup> 10s à 1000 mW/cm <sup>2</sup>
<b>L'X-tra fill™</b>	<b>Voco™</b>	4 mm	10s à > 800 mw/cm <sup>2</sup>
<b>Filtek™ BF Fluide</b>	<b>3M ESPE™</b>	4 mm	10s (U) et 20 s (A1,A2,A3) entre 1000 et 2000 mW/cm <sup>2</sup>  ou 20s (U) et 40s (A1,A2,A3) entre 550 et 1000mW/cm <sup>2</sup>
<b>Venus™ BF</b>	<b>Heraeus™</b>	4 à 5 mm	20s à > 500 mW/cm <sup>2</sup>
<b>Surefil SDR™</b>	<b>Dentsply™</b>	4 mm	20s à > 500 mW/cm <sup>2</sup>
<b>X-tra Base™</b>	<b>Voco™</b>	4 mm	10s et 20s (A1,A2,A3) à 800 mW/cm <sup>2</sup>

Figure 32: Tableau récapitulatif des composites CBF étudiés et les recommandations de polymérisation (temps et puissance de la lampe) en fonction des teintes ainsi que la profondeur de polymérisation donnée par le fabricant (19,17,18,58,59,60,61,62,63,64,65,66,67)

## 2- Lampe de photopolymérisation

Lors de notre étude nous avons utilisé une lampe **Bluephase™ 20i d'Ivoclar Vivadent**®. Il s'agit d'une diode électroluminescente (DEL) de troisième génération. Sa longueur d'onde est comprise entre 380 à 515 nm. Elle propose 4 programmes à choisir en fonction des situations cliniques : Turbo (2000mW/cm<sup>2</sup>), High Power (1100mW/cm<sup>2</sup> pendant 10 s), Power et Soft Stars de faible intensité lumineuse pour diminuer la contraction de prise et les sensibilités post-opératoires. Cette lampe permet de photopolymériser toutes sortes de composites, indifféremment du type de photo-initiateur.

Nous avons opté pour le mode « High Power » dans notre expérience afin de se rapprocher des conditions de photopolymérisation les plus fréquentes en clinique. De plus certains composites (tel que le Tétric EvoCeram) sont composés d'Ivocérin qui est un photoactivateur activé avec une longueur d'onde spécifique (450 nm). Ainsi le choix de la lampe est primordial, la lampe doit couvrir le spectre d'activation du photo-initiateur contenu dans le matériau.



Figure 33 : Bluephase™ 20i d'Ivoclar Vivadent

## 3- Microscope confocal Raman

Le Microscope Confocal Raman choisis pour l'enregistrement des spectres est le WITec® Alpha 300R (Witec GmbH, Ulm, Germany). C'est au pôle d'odontologie de Montpellier dans la section dédiée à la recherche que nous avons pu travailler avec cet appareil. Ce microscope possède une résolution optique maximale de 200 nm latéralement et de 500 verticalement ainsi qu'une résolution optique inférieure à 4cm<sup>-1</sup>.

La source lumineuse d'excitation est un laser Hélium-Néon. La longueur d'onde de ce laser est de 632,8 nm et sa puissance de 35mW. Le microscope Raman est contrôlé par le logiciel Witec associé. Les spectres ont été acquis en centrant sur la longueur d'onde à  $1600\text{ cm}^{-1}$  (68).

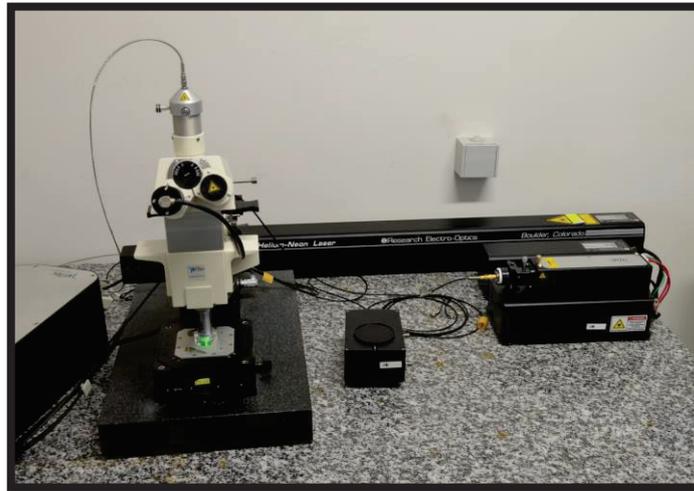


Figure 34: Photo du Microscope confocal Raman du pôle odontologie de Montpellier utilisé pour notre expérience

## 4- Logiciels informatiques

WiTec Projet est un logiciel permet l'acquisition des courbes ainsi que leurs études. Ce logiciel sert notamment à recueillir les différentes coordonnées des courbes nécessaires au calcul du degré de conversion.

Excel est utilisé dans un premier temps afin d'entrer les coordonnées et de calculer la hauteur de la médiane des courbes. Dans un second temps il nous permet d'obtenir le degré de conversion de chaque composite aux différentes profondeurs. Puis les analyses statistiques sont réalisées avec Stat Viewer.

## B- Méthode

### 1- Préparation des échantillons cylindriques de composite

On prépare 10 cylindres de 10 mm de profondeur et 4 mm de diamètre pour chaque composite étudié. Nous obtenons au final 100 cylindres de composite polymérisé.

Un seul et même opérateur, avec des conditions de température et pression identiques, réalise ces cylindres grâce à un moule en téflon. Ce moule est étanchéifié à la base à l'aide d'une plaque en verre de 1 mm sur fond noir. Ce dernier permet d'éviter la réflexion de la lumière.

L'opérateur effectue l'injection de composite sur 10 mm par l'autre extrémité puis recouvre l'extrémité d'une plaque de verre de 1 mm en exerçant une pression.

Le composite est photopolymérisé, pendant 40 s à l'aide de la lampe Bluephase 20i d'Ivoclar-Vivadent®. La polymérisation s'effectue de manière perpendiculaire à la surface du matériau.

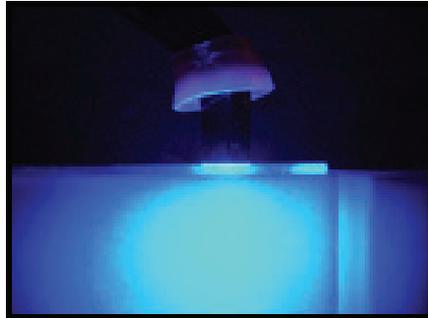


Figure 35 : photo de la photopolymérisation des composites au cours de notre étude

Le radiomètre permet de vérifier l'intensité de la lampe à polymériser.



Figure 36 : le radiomètre

Enfin l'opérateur vérifie la conformité des cylindres (homogénéité, absence de pollution).

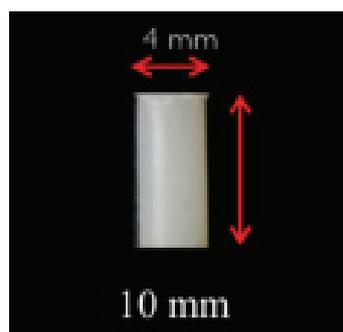


Figure 37 : Cylindre de composite utilisé pour notre expérience

Les différents cylindres sont marqués afin que l'on puisse les différencier et sont immergés dans l'eau déminéralisée.

Les échantillons sont stockés dans de l'eau déminéralisée et mis en étuve pendant 24 heures à 37,5°C en absence de toute lumière.

Après collage des cylindres, l'opérateur polit mécaniquement avec la polisseuse Mecatech 334<sup>®</sup> pendant 20 s, avec 4 disques de granulométrie décroissante (p300, p1200, p3000, p4000). Les cylindres sont polis jusqu'à moitié dans le sens de la largeur. Nous obtenons au final des demi-cylindres.



Figure 38: Polisseuse Mecatech 334<sup>®</sup> utilisée lors de notre expérience

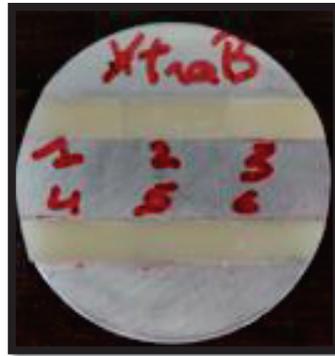


Figure 39: Exemple de plot obtenu qui passer au microscope Raman pour notre expérience

## 2- Traitement des échantillons par spectrométrie Raman

### a- Définition de la spectrométrie Raman

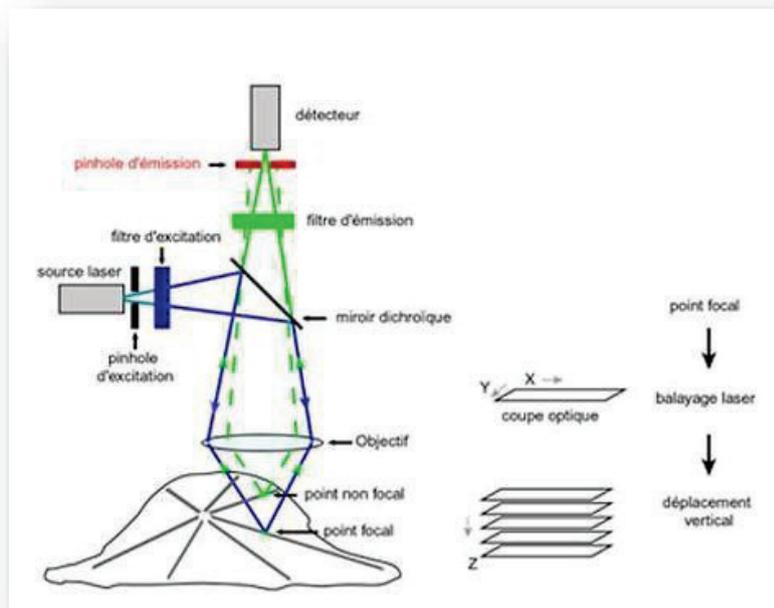


Figure 40: illustration du principe du microscope confocal (47)

Notre étude vise à évaluer la profondeur de polymérisation des composites au travers de la mesure du DC. La méthode directe choisie est celle de la spectrométrie Raman qui s'utilise via un microscope confocal. C'est une méthode vibrationnelle, d'observation et non destructive du matériau, qui capte les changements de polarisation qui ont lieu lors de l'interaction entre une lumière monochromatique (type laser) émise par le microscope et les molécules du composite.

Ainsi le principe repose sur la rencontre entre les photons émis par une source laser et les molécules du composite. En effet lors de cette rencontre certains photons sont transmis dans le matériau alors que d'autres vont diffuser inélastiquement (photons Raman). Cette diffusion se produit avec perte ou gain d'énergie qui correspond et est entraînée par la vibration des liaisons entre atomes (Anti Stockes ou Stockes). Entre photon exciteur et diffusé, on observe une différence d'énergie qui renseigne sur la composition chimique de la molécule à l'origine de la diffusion (47). Seul 1 photon sur 1 million correspond à la diffusion inélastique Raman. Il existe d'autres photons qui vont diffuser sans différence d'énergie: il s'agit de la diffusion Raleigh qui ne nous intéresse pas dans cette étude.

Un spectre Raman présente l'intensité Raman diffusée en fonction de la variation de fréquence entre photons incidents et photons diffusés.

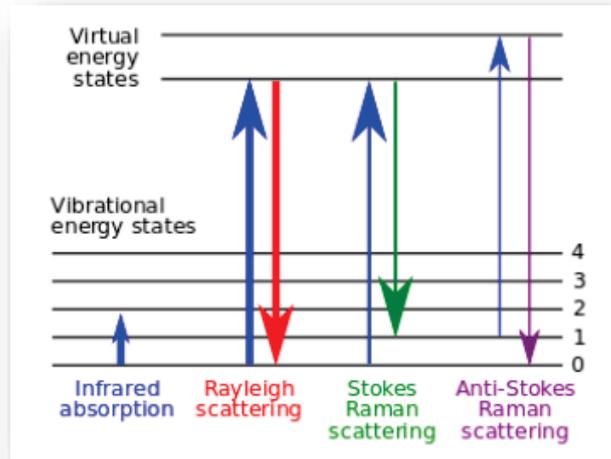


Figure 41 : Diagramme des énergies vibrationnelles (68)

b- L'effet Raman : la transition vibrationnelle

Les photons, émis par la source lumineuse, excitent les molécules de la matière qui passent d'un niveau d'énergie fondamental ( $E=0$ ) à un niveau d'énergie supérieur ( $E=i$ ). Lorsque la lumière absorbée se situe dans l'infrarouge c'est une excitation vibrationnelle des molécules qui est observée. En effet il existe un deuxième type d'excitation : c'est l'excitation électronique des électrons. Avec la spectrométrie infra-rouge les particules restent dans leur état électronique fondamental et seule l'excitation vibrationnelle est observable. Les modifications vibrationnelles des molécules analysées correspondent à des mouvements périodiques des atomes. Les atomes oscillent autour de leur position et la distance séparant les noyaux d'atome varie. On quantifie les distances entre noyaux, elles correspondent aux niveaux d'énergie vibrationnelle (69).

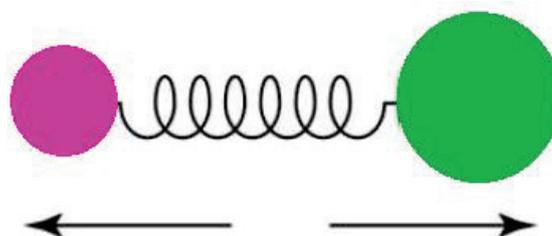


Figure 42 : Schématisation de la distance entre deux noyaux : agit comme un ressort (69)

A chaque niveau d'énergie vibrationnelle est associée une amplitude de vibration, chacune est représentée par une bande du spectre Raman et correspond à un type de liaison. De même, la quantité de photons représentée par chaque bande Raman est proportionnelle à la concentration de la molécule au sein du matériau.

### C- Le Spectre Raman

La collecte et l'analyse par un spectromètre des photons diffusés par les matériaux nous fournissent les spectres Raman des échantillons.

Ainsi on obtiendra une matérialisation de la différence de fréquence sous forme d'un spectre Raman de raies pour chaque échantillon de composite aux différentes profondeurs. Il s'agit d'une série de pics/bandes/raies qui décrivent une courbe à leur sommet. Ce spectre est analysé dans notre étude afin d'en extirper le DC de chaque cylindre. L'axe des abscisses correspond à la variation d'énergie entre photons diffusés et incidents. Cette dernière est exprimée en nombre d'onde (en  $\text{cm}^{-1}$ ) (70).

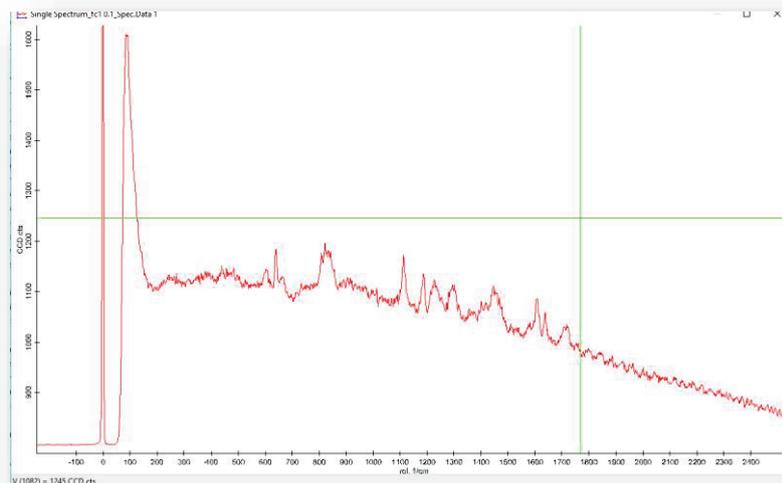


Figure 43 : Spectre Raman du cylindre numéro 1 à 0.1 mm de profondeur du Filtek BF

#### - Les informations fournis par le spectre

Le spectre Raman nous renseigne sur plusieurs caractéristiques du matériau (71) :

- la position des raies correspond les espèces chimiques trouvées dans l'échantillon,
- le volume des bandes nous donne des informations sur la structure,
- il y a corrélation entre l'intensité des bandes et la concentration de l'espèce,

Ainsi toutes les liaisons chimiques sont associées à une raie de position qui leur est propre. Des bases de référence répertorient la correspondance entre les raies et les liaisons qui leur sont associés. On apprécie la valeur qualitative de l'échantillon mais aussi la valeur quantitative avec l'intensité des raies qui est dépendante de la concentration des liaisons au sein du matériau. Ainsi il faudra mesurer la hauteur des pics pour connaître la concentration de la liaison au sein du matériau.

- Détermination du DC à partir du spectre

La détermination du DC se fait au travers du calcul du le ratio des aires qui se situent :

- au niveau du pic à  $1640\text{ cm}^{-1}$  et qui représente la partie des monomères non polymérisés de BisGMA, UDMA et dérivés. Il nous permet de quantifier les doubles liaisons C=C vinyliques présentes.

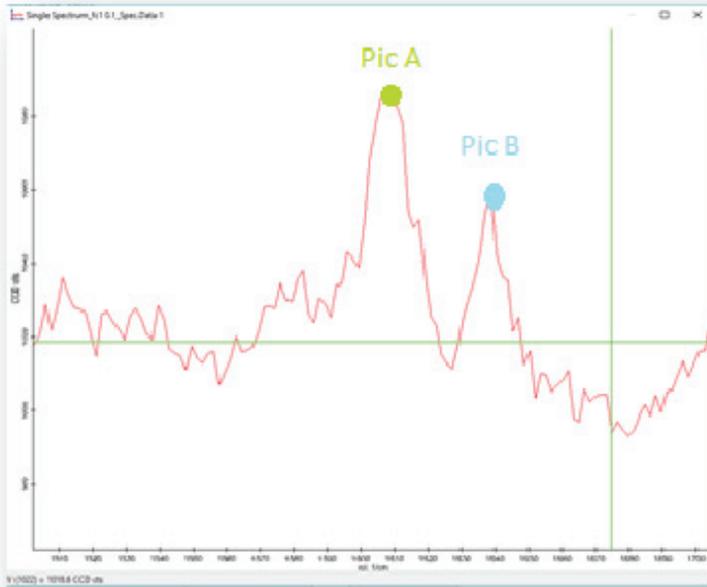
- et celle au niveau du pic à  $1610\text{ cm}^{-1}$  qui quantifie les liaisons à C=C aromatiques qui sont toujours présentent, ne réagissent jamais et nous servent de référence.

Remarques :

- Ainsi plus le composite est polymérisé, plus la bande de  $1640\text{cm}^{-1}$  sera faible en comparaison à celle du même matériau non polymérisé.

- La bande prédominante pour le matériau polymérisé est celle du pic A alors que pour le matériau non polymérisé c'est la bande B.

- En ce qui concerne les matériaux ne contenant pas de Bis-GMA mais plus de TEGDMA le pic de référence se situera plutôt aux alentours de  $1600/1605\text{ cm}^{-1}$  (SDR™ et Filtek™ post BF).



Matériau polymérisé



Matériau non polymérisé

Figure 44 : Illustration de l'inversion de la hauteur des pics entre matériau Filtek BF polymérisé à 0.1 mm de profondeur du cylindre 1 et matériau non polymérisé.

### 3- Etude du degré de conversion des différents échantillons

#### a- Analyse spectrale et recueil des données

Dans un premier temps il s'agit d'analyser le spectre obtenu à l'aide du logiciel WiTec. Pour déterminer le DC de chaque cylindre de chaque composite il faut commencer par déterminer la proportion des doubles liaisons vinyliques présentes au sein du matériau polymérisé et du non polymérisé. Pour cela il s'agit de calculer l'aire sous la courbe du pic  $1640\text{ cm}^{-1}$  du matériau polymérisé et du matériau non polymérisé. Nous avons pris les doubles liaisons aromatiques (C=C) comme référence, leur bande correspond au pic  $1610\text{ cm}^{-1}$ . En effet les doubles liaisons aromatiques ne réagissent jamais puisqu'elles sont comprises au sein des cercles aromatiques. Pour calculer la proportion de ces liaisons au travers des bandes nous avons choisis la «Standard Baseline method» qui consiste à calculer la médiane (AI) qui se trouve sous les deux courbes d'intérêt (72).

Nous allons ainsi relever les coordonnées des points se situant aux extrémités des courbes nous intéressant grâce au curseur manager du logiciel WiTec. A l'aide des coordonnées des 3 points formant un triangle il s'agit de calculer la hauteur de la médiane partant du pic  $1610\text{ cm}^{-1}$  et celle partant du pic  $1640\text{ cm}^{-1}$ .

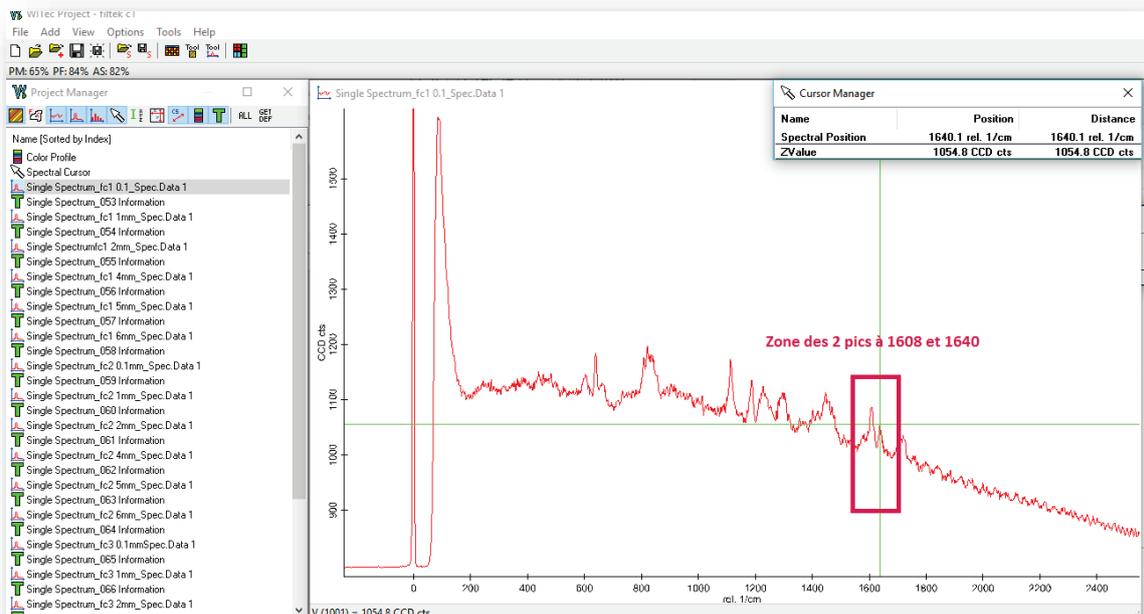


Figure 45: capture d'écran logiciel WiTec du spectre du composite filtek (1er cylindre test). Le curseur vert fluo nous permet d'obtenir l'abscisse et l'ordonnée d'un point précis grâce au « cursor manager ».

Name	Position	Distance
Spectral Position	1640 rel. 1/cm	-43.524 rel. 1/cm
ZValue	1044.2 CCD cts	56.079 CCD cts

Figure 46 : le curseur manager nous permet de relever chaque coordonnée

Nous allons en relevant les coordonnées (A, B et C) dans Excel des points d'extrémité des courbes, calculer la hauteur de la médiane (AI) des angles formés par les différents pics grâce à la formule suivante :

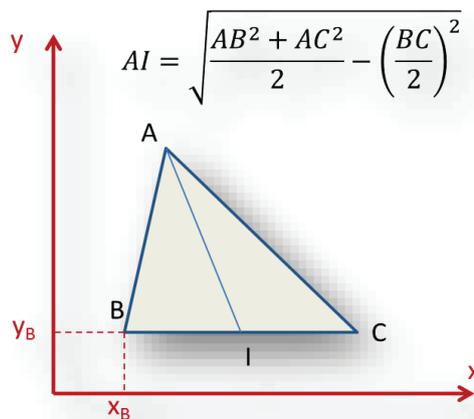


Figure 47: Formule nous permettant d'obtenir la valeur de la médiane (AI)

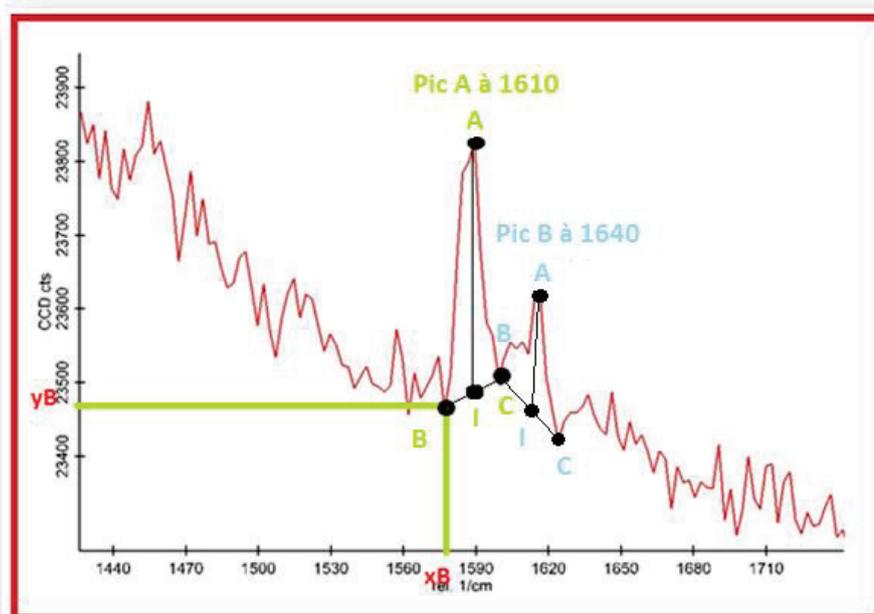


Figure 48 : Zoom sur la courbe en regard des 2 pics et application de la formule nous permettant de relever les coordonnées des points marquants et d'obtenir la hauteur de la médiane

Pic A - Référence Echantillon : 0,1mm						Pic B - Référence Echantillon : 0,1					
Point B	Xb	1591	AB			Point B	Xb	1627	AB		
	Yb	1022		65,520989			Yb	1010		49,4772675	
Point A	Xa	1609	AC		AI	Point A	Xa	1639	AC		AI
	Ya	1085		75,9275971	68,5018248		Ya	1058		57,4891294	52,0024038
Point C	Xc	1626	BC			Point C	Xc	1652	BC		
	Yc	1011		36,6878727			Yc	1002		26,2488095	
Pic A - Référence Echantillon : 1mm						Pic B - Référence Echantillon : 1mm					
Point B	Xb	1593	AB			Point B	Xb	1625	AB		
	Yb	1003		70,8307843			Yb	988		52,8866713	
Point A	Xa	1609	AC		AI	Point A	Xa	1639	AC		AI
	Ya	1072		83,5463943	75,5		Ya	1039		53,3666563	51,5097078
Point C	Xc	1625	BC			Point C	Xc	1651	BC		
	Yc	990		34,5398321			Yc	987		26,0192237	
Pic A - Référence Echantillon : 2mm						Pic B - Référence Echantillon :					
Point B	Xb	1591	AB			Point B	Xb	1627	AB		
	Yb	1016		71,063352			Yb	1002		49,3320383	
Point A	Xa	1608	AC		AI	Point A	Xa	1638,8	AC		AI
	Ya	1085		84,172442	75,5066222		Ya	1049,9		57,83646	52,1097018
Point C	Xc	1627	BC			Point C	Xc	1652	BC		
	Yc	1003		38,2753184			Yc	993,89		26,3766582	

Figure 49: recueil des coordonnées des 2 pics : pic A à 1608 et B à 1640, dans Excel nous permettant d'obtenir la valeur de médiane AI du cylindre 1 du composite filtek A2 à différentes profondeurs : 0,1, 1, et 2mm

b- Calcul du degré de conversion en fonction de la profondeur de l'échantillon

Pour calculer le degré de conversion à partir des spectres obtenus en spectroscopie Raman, on mesure la hauteur des pics d'intérêt à 1610 cm<sup>-1</sup> et 1640 cm<sup>-1</sup>. On obtient ainsi l'intensité des pics (AI) et donc la concentration de la fonction référence (pic B) et celle de la fonction variable (pic A). Le ratio (R) entre l'intensité du pic A à 1640 cm<sup>-1</sup> et celle du pic B à 1610 cm<sup>-1</sup> se calcule de la façon suivante :

$$R = \frac{AI (\text{Pic B à 1640})}{AI (\text{Pic A à 1610})}$$

Figure 50: Formule permettant de calculer le Ratio ( R ) de l'intensité (AI) du pic A et du pic B

Le ratio du composite polymérisé (R pol) sont tous les deux calculés pour les 100 cylindres des 10 CBF polymérisés et du composite conventionnel étudié. De même on effectue le même ratio pour les échantillons non polymérisés des composites. Nous obtenons donc avec cette méthode la proportion de liaisons transformées au sein du matériau avant et après polymérisation (2,9,48). Les deux ratios vont nous permettre d'obtenir le degré de polymérisation (DC) des composites polymérisés grâce au logiciel Excel.

La formule permettant de calculer le degré de conversion (DC) à partir des ratios est:

$$DC \% = 100 \times \left( 1 - \frac{R(\text{pol})}{R(\text{non pol})} \right)$$

Figure 51 : Formule permettant de calculer le Degré de conversion à l'aide ratio du matériau polymérisé R(pol) et du ratio matériau non polymérisé

EXEMPLE : Calcul du DC du Filtek à 1 mm :

	Filtek		R (pol)	Filtek non pol		R (non pol)
	AI (Pic A)	AI (Pic B)		AI (Pic A)	AI (Pic B)	
Filtek C1	68,5	52	0,76	30	102,20	3,41
Filtek C2	74,4	55	0,74			
Filtek C3	87,96	57,42	0,65			
Filtek C4	87,3	79,23	0,91			
Filtek C5	67,65	53,85	0,80			
Filtek C6	79,55	53,87	0,68			
Filtek C6	76,7	46,1	0,60			
Filtek C7	86,1	52,05	0,60			
Filtek C8	81,4	55,12	0,68			
Filtek C9	41,96	25,8	0,61			
Filtek C10	42,85	49,45	1,15			
Moyenne	72,22	52,72	0,74	30,00	102,20	3,41
DC%			78,16			

Figure 52 : Tableau Excel du Calcul de la moyenne du ratio des douze cylindres de Filtek à 0,1 mm de profondeur et de celui de celui de filtek non polymérisé aboutissant sur le calcul du DC moyen pour les douze cylindres à 0,1 mm.

Calcul Ratio (R) polymérisé	Calcul Ratio (R) non polymérisé
AI (Pic A à 1610) = 72,22 AI (Pic B à 1640) = 52,72	AI (Pic A à 1610) = 30 AI (Pic B à 1640) = 102,20
$R(\text{pol}) = \frac{52,72}{72,22} = 0,74$	$R(\text{non pol}) = \frac{102,20}{30} = 3,41$

Calcul du DC
$78,16 = 100 \times \left( 1 - \frac{0,74}{3,41} \right)$

Figure 53 : Application des formules pour calculer DC du Filtek BF A2 à 0.1 mm de profondeur

### c- Analyse Statistique

L'analyse statistique est réalisée grâce au logiciel Stat Viewer. Elle permet d'analyser les résultats du DC : le DC au sein d'un même composite montre une différence significative, ou non, en fonction de la profondeur.

Le test utilisé est celui de comparaison 2 à 2 de ANOVA (Analyse of Variance). Il est non paramétrique et montre si les échantillons varient de la même manière et s'il existe une homogénéité. Il est basé sur la différence entre la moyenne des rangs dans chaque groupe et la moyenne des rangs sur la population globale.

On fait des comparaisons multiples avec la procédure PSLD de Fischer (least significant difference method). On teste l'hypothèse nulle que toutes les moyennes de la population sont égales. Le seuil sera dit significatif si  $\alpha$  est supérieur à 0.05 (si  $\alpha$  est inférieur à 5% il existera une différence significative entre les échantillons).

Les premières hypothèses émises dans notre expérience portent sur l'évolution du DC en fonction de la profondeur au sein d'un même matériau :

- H0 : Les variances sont homogènes. Le DC ne présente pas de différence significative entre les différentes profondeurs du composite testé ( $\alpha$  est supérieur à 0,05). Ou les échantillons proviennent de la même population.
- H1 : Au moins une des variances est différente des autres. Le DC présente une différence significative entre les différentes profondeurs du composite testé ( $\alpha$  est inférieur à 0,05). Ou les échantillons proviennent de familles différentes.

## C- Résultats

	0,1 mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
<b>Filtek™ A2</b>	78,16% (4.8)	80,41% (2.3)	80,18% (2.6)	79,47% (1.2)	79% (2.2)	78,53% (3.7)
<b>Filtek™ U</b>	74,59% (2.3)	73,79% (2.7)	75,43% (3)	73,73% (2.9)	74,47% (2.5)	75,69% (1)
<b>Venus™</b>	78,18% (1.60)	77,12% (2.80)	76,38% (3.03)	76,64% (2.33)	75,42% (3)	75,87% (2.14)
<b>SDR™</b>	56,22% (13.83)	57,84% (7.5)	53,78% (2.91)	50,82% (12.4)	46,53% (20)	46,80% (20.35)
<b>X-tra Base™</b>	37,97% (1.8)	35,03% (4)	36,84% (5)	37,92% (3,5)	37,58% (3.7)	37,48% (2.8)
<b>QuiXfil™</b>	60,24% (11.2)	60,8% (5.5)	60,78% (4.1)	63,43% (6.4)	63,14% (4.8)	61,97% (5.3)
<b>X-tra fil™</b>	67,82% (3)	67,38% (3)	64,57% (5)	65,65% (4.3)	65,86% (3.3)	65,36% (5.8)
<b>Sonic™</b>	70,41% (6.6)	70,29% (3.8)	71,27% (5.5)	67,29% (5.9)	62,8% (8.7)	60,97% (6.7)
<b>Filtek™ Postérieur</b>	76,49% (2.1)	76,41% (2.9)	74,96% (4.8)	72,81% (4.2)	71,37% (3.9)	71,58% (4.3)
<b>Tétric EvoCeram™ BF</b>	48,83% (7.6)	48,04% (5.4)	48,26% (5.3)	40,96% (7.7)	37,28% (4)	39,05% (4.2)
<b>Tétric EvoCeram™</b>	54,25% (3.8)	50,75% (11.2)	50,19% (5.6)	46,16% (7.5)	44,21% (8.2)	43,83% (3.1)

Figure 54 : Tableau récapitulatif de la moyenne de degré de conversion obtenu pour chaque composite à chaque profondeur : 0.1, 1, 2, 4, 5 et 6 mm avec entre parenthèses l'écart type.

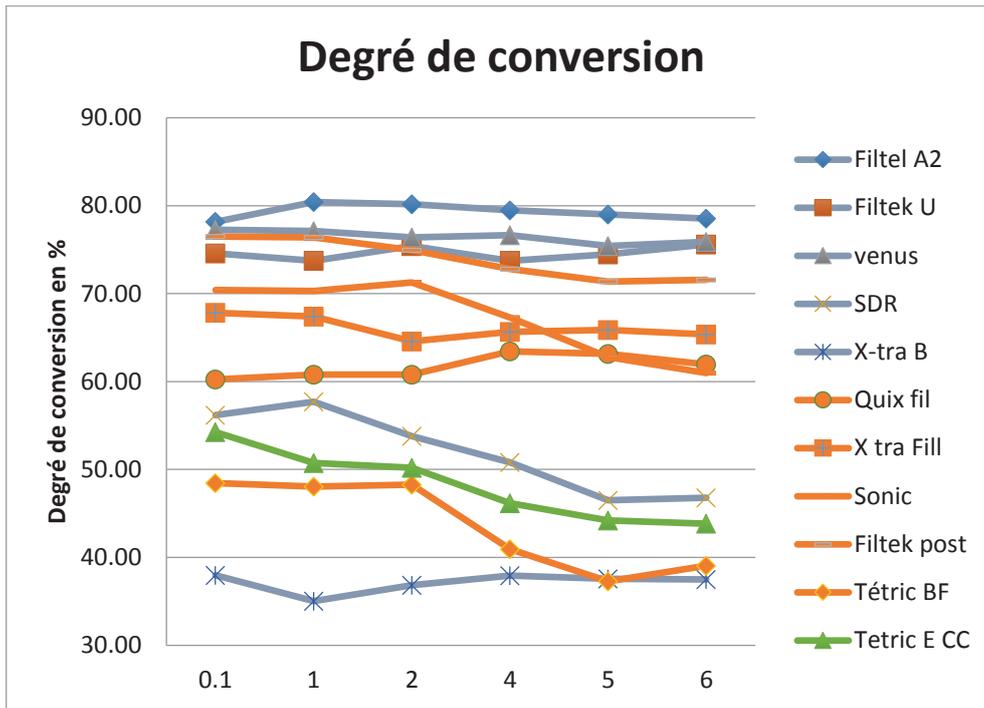


Figure 55 : Graphiques représentant le DC (abscisse) de chaque composite aux différentes profondeurs

Nous obtenons le DC de chaque échantillon de chaque composite à chaque profondeur (se référer en annexe). Après la réalisation du test non paramétrique ANOVA, et l'ajout du correctif de Fisher nous obtenons des graphiques joints annexe.

Au sein de chaque catégorie de viscosité les DC varient en fonction dans le sens croissant suivant :

Pour les composites fluides :

**X-Tra Base < SDR < Filtek BF U < Venus < Filtek BF A2**

Pour les composites compactables :

**Tétric BF < Tétric CC < QuixFil < X-Tra Fil < Sonicfill < Filtek Post**

Les résultats de DC obtenus dans notre étude pour le Tétric EvoCeram™ CC pris comme témoin nous orientent vers une utilisation par incrément de 2 mm pour assurer la polymérisation optimale du matériau. Cela valide notre étude car ce composite est notre témoin.

Pour la plupart des composites il n'existe pas de différences significatives du DC entre les différentes profondeurs au sein du même matériau. L'hypothèse H0 est vérifiée pour : les Filtek™ BF, le SDR™, l'X-tra Base™, le Quix Fil™, l'X-tra Fil™

Seuls 4 composites ; le Vénus™ BF, Filtek™ BF postérieur, le Sonic™ et le Tétric EvoCeram™ témoin, ne vérifient pas l'hypothèse H0 :

- ils présentent tous les 4 une différence significative entre la profondeur à 0mm et 5mm (0-5) et entre la profondeur 0mm et 6mm (0-6). L'hypothèse Ha est vérifiée pour ces 4 composites pour 0-5 et 0-6.

- le Sonic™ montre une différence significative entre (1-5), (1-6), (2-5), (2-6), (4-6)

- le Tétric EvoCeram™ BF présente une différence significative entre (1-5), (2-4), (2-5), (2-6)

- le Filtek™ Post BF montre une différence significative entre (1-4), (1-5), (1-6), (2-5)

## D- Discussion

### 1- Matériel

#### *a- Les composites utilisés*

Tout d'abord nous tenions à préciser que nous avons choisi un composite « conventionnel » haute viscosité, le Tetric EvoCeram™, comme témoin car nous avons dans notre étude le Tetric EvoCeram™ BF. Nous aurions aussi dû prendre un composite fluide pour le comparer aux CBF fluides de notre étude.

Dans notre étude, nous utilisons des composites présentant des différences de composition en charges (taille et quantité) et en matrice organique. Nous allons discuter de l'influence de ces paramètres sur nos résultats.

En ce qui concerne la taille des charges, dans notre étude les composites nanohybrides, Filtek™ A2/U et Vénus™ BF présentent des valeurs de DC comprises 70 et 80 %. Ces composites nanochargés fluides ont des petites charges qui laissent passer facilement la lumière en profondeur. En effet l'étude de Yap et al (73) montre que pour le même volume de charges, plus les charges sont petites, plus la lumière pénètre en profondeur. Dans différentes études le Vénus BF présente de très bons résultats de transmittance lumineuse au sein du matériau(4,74), la nôtre validerait ces derniers en corrélation avec un DC important à des profondeurs allant jusqu'à 6 mm. Ainsi il est le plus translucide des matériaux ce qui peut expliquer son DC très élevé. En effet ; la puissance reçue en fonction de la profondeur du matériau est dépendante de la translucidité du matériau et influe significativement sur l'étape de polymérisation(74). Plus le matériau est translucide plus la lumière passera en profondeur et activera la polymérisation. Les composites de viscosité élevée hybrides comme le Quixfil™, l'X-tra fil™ et le Sonic™ présentent, quant à eux, des DC compris entre 60 et 70%. L'étude de Bucata et Ilie montre qu'en présence de charges volumineuses, la lumière aura plus de difficultés à pénétrer en profondeur. Les macro-particules dispersent la lumière freinant ainsi la transmittance lumineuse (74).

Le X-tra Base™ montre des valeurs de DC, comprise entre 30 et 40%, très inférieures à celles des autres CBF fluides. Si on observe le taux de charges, le X-tra Base™ présente le taux le plus important de tous les composites fluides se rapprochant plutôt de ceux des composites hautes viscosités. Inversement, au sein des composites hautes viscosité, c'est le Filtek™ BF postérieur qui a le meilleur DC et c'est celui qui a les charges les plus petites et le taux de charges le plus faible. Plusieurs études montrent l'impact de la quantité de charges sur le DC (44,48,75,76). Elles concluent que la valeur du DC serait proportionnellement inverse à l'augmentation des charges. En effet, un nombre important de charge va rendre les monomères moins mobiles et diminuer la probabilité que les sites de réaction se rencontrent. De ce fait, la réaction de polymérisation et le DC seront diminués.

Fluides	X-tra Base	SDR	Venus	Filtek BF
Charges en poids	75%	68%	65%	64%
Charges en volume	58%	45%	38%	43%
<u>DC moyen</u>	<u>37%</u>	<u>52%</u>	<u>77%</u>	<u>77%</u>

Figure 56 : Tableau de la teneur en poids et volume (%) des composites fluides

Compactables	Tétric BF	QuixFil	X-tra Fil	Sonic	Filtek post
Charges en poids	80%	83%	86%	86%	76%
Charges en volume	60%	83%	66%	58%	58%
<u>DC moyen</u>	<u>44%</u>	<u>62%</u>	<u>66%</u>	<u>67%</u>	<u>74%</u>

Figure 57 : Tableau de la teneur en poids et volume (%) des composites compactables

En conclusion, et en accord avec les études de Rastelli et Ferracane, qui mettent en évidence la relation entre polymérisation et le taux, la taille des charges présentes, il existe une corrélation positive entre quantité/taille des charges et DC (77,78). Ce que nous retrouvons dans notre étude : plus les charges sont petites plus le DC trouvé est important et une quantité importante de charge au sein du matériau aura tendance à diminuer le DC.

On remarque que le DC du Tétric™ BF et sa composition en charge ne correspondent pas comme pour les autres composites étudiés. Un autre paramètre que les charges, doit influencer son DC. On peut regarder alors leur composition matricielle.

Au sein du groupe des composites condensables, on remarque que ceux composés de TEGDMA comme le Sonic, le QuiXfil™ ou encore l'X-tra Fil™ ont un DC supérieur à ceux qui n'en contiennent pas comme le Tétric™ BF. Ces observations sont en accord avec l'étude de Sideridou qui montre que le DC des différents systèmes monomères varie de la façon suivante : Bis-GMA < BisEMA < UDMA < TEGDMA (79). De même Söderholm et al trouvent une différence significativement supérieure entre le DC des matériaux contenant du TEGDMA/UDMA et le DC des matériaux contenant du BisGMA (80).

En effet cela s'explique par la rigidité du BisGMA qui présente des cercles aromatiques dans sa structure ainsi que par la présence de liaisons hydrogènes entre les groupes hydroxyles de différentes molécules de BisGMA. L'UDMA présente également des liaisons hydrogènes mais moins fortes que celle du Bis GMA. Il en découle une mobilité facilitée des chaînes du TEGDMA et de l'UDMA. Ce qui permet une diffusion plus aisée du photo-initiateur entre les molécules et une augmentation de la probabilité que le groupe méthacrylate réagisse pendant la polymérisation.

En général, une augmentation du TEGDMA/UDMA est favorable à une augmentation de DC. Mais l'association de différents monomères peut cumuler les avantages des uns et des autres entraînant une amélioration de la polymérisation. Ainsi un mélange de Bis-GMA et TEGDMA/UDMA va ainsi diminuer la présence des liaisons hydrogènes, par interposition des molécules TEGDMA entre les molécules de BisGMA, et ainsi diminuer la rigidité, permettant une augmentation du DC.

## *b- La lampe à photopolymériser*

Différents types de lampes existent comme « plasma-arc-curing », « quartz tungstène halogène » ou « light emitting diode » (LED). Chacune d'elle présente une longueur d'onde qui lui est propre et qui doit correspondre à celle de l'activation des photo-initiateurs présents dans le matériau. La longueur d'onde des lampes LED est comprise entre 380 et 570 nm. Les halogènes quant à elles ont un champ plus restreint. Lors de notre étude nous avons utilisé une lampe Bluephase 20i. Il s'agit d'une LED 3ème génération permettant l'activation de tous les types de photoactivateurs (Lucrine TPO, Ivocerin et Camphorquinone). Il était nécessaire d'opter pour une lampe qui corresponde au spectre des photo-initiateurs des composites choisis. En particulier pour l'Ivocérine retrouvée dans la composition du Tétric EvoCeram™ BF dont l'activation est comprise entre 370 et 460 nm. Les études n'ayant pas utilisé une lampe couvrant cette longueur d'onde ont des résultats biaisés.

L'indication des CBF étant les restaurations volumineuses et profondes à proximité de la pulpe dentaire de ces cavités nécessite une lampe non iatrogène. Or d'après les travaux de Duret et Yazici ainsi que ceux de Mills, les lampes LED donnent une intensité lumineuse uniforme et maximale<sup>(81,82)</sup>. Elles permettent de diminuer l'élévation de la température au sein du matériau comparé aux lampes halogènes. Les LED permettent une polymérisation des restaurations composites profondes et proches de la pulpe dentaire tout en atténuant l'élévation de température. Ainsi l'idée d'utilisation de cette lampe pour notre étude est renforcée par ces divers travaux qui confirment ces performances.

En ce qui concerne la puissance reçue en fonction de la profondeur, elle est dépendante de la translucidité du matériau et influe significativement sur l'étape de polymérisation. Dans différentes études<sup>(48, 74)</sup> le Vénus™ BF présente des résultats très appréciables de transmittance lumineuse au sein du matériau, il est le plus translucide des matériaux ce qui peut expliquer son DC très élevé. Il en est de même pour le Filtek™ BF qui est un matériau très translucide et qui montre des valeurs de DC importantes dans notre étude.

## 2- Méthode

### *a- Méthode d'étude des échantillons par spectrométrie Raman*

La mesure de la profondeur de polymérisation repose sur l'utilisation de différentes méthodes. Deux grands types de méthodes sont souvent utilisés et documentés dans la littérature : les techniques directes (avec la détermination du DC) et les indirectes (microdureté, microscope optique et «scraping» test). Elles ne mesurent pas les mêmes variables mais permettent, toutes deux, l'évaluation de la profondeur de polymérisation.

Leung et al ont comparé les méthodes indirectes et ont montré que le microscope optique et le « scraping test » tendent à surestimer la profondeur de polymérisation<sup>(83)</sup>. Dewald et Ferracane ont montré que la technique de microdureté apporte de bonnes informations sur la profondeur de

polymérisation mais que la détermination directe du DC reste la méthode la plus appropriée pour déterminer la profondeur de polymérisation.

Ainsi les approches directes de la profondeur de polymérisation via la mesure du DC par spectrométrie (FTIR et Raman) sont plus significatives. Ce sont des méthodes non destructives de l'échantillon. Elles consistent à mesurer directement le pourcentage des fonction doubles des monomères converties en simple. Toutes deux aboutissant à un spectre de raies caractéristiques des molécules présentes dans le composite. La spectrométrie est une méthode facile et adaptée à l'évaluation et au suivi du DC, en fonction de la profondeur de l'échantillon. Cependant le phénomène étudié dans les 2 méthodes n'est pas le même et des avantages et inconvénients sont relevés avec chacune d'elles (85,86).

La spectrométrie FTIR relève de l'étude du phénomène d'absorption par le matériau de la lumière. Cette dernière est absorbée en quantité différente à certaines fréquences précises qui correspondent aux différentes liaisons des molécules composant le matériau. L'intensité d'absorption par le matériau est mesurée et on obtient des bandes d'absorption. La vibration FTIR se produit et est enregistrée au moment du changement de dipôle. Elle nécessite l'élaboration d'échantillons spécifiques, ce qui complique le protocole. L'eau ne pouvant pas être utilisée comme solvant. Ainsi cette technique est plus « réceptive » aux modifications vibrationnelles des liaisons formées par des atomes de nature différente (hétéronucléaires).

La technique par spectrométrie Raman repose sur le principe de diffusion de la lumière qui est très faible en intensité. Elle analyse les changements de polarisation (déformation du nuage électronique) ayant lieu au cours du passage de la lumière. Ces changements sont spécifiques des liaisons présentes au sein du matériau et donnent un spectre spécifique de diffusion. Aucune préparation de l'échantillon n'est nécessaire ce qui accentue le caractère non destructif de cette méthode. On peut utiliser, avec elle, l'eau comme solvant. Ainsi le protocole est facilité et les risques d'avoir des résultats biaisés au moment de la manipulation de l'échantillon ou du stockage sont diminués. Cette méthode est plus sensible aux liaisons formées par des atomes de même nature (homonucléaires). Ainsi la spectrométrie Raman permet une meilleure distinction des liaisons vinyliques et aliphatiques nous procurant de meilleures informations sur la polymérisation. Cependant avec la spectrométrie Raman on retrouve un phénomène de fluorescence qui vient masquer la vibration Raman et peut empêcher une bonne lecture du spectre.

La spectrométrie FTIR est habituellement utilisée pour déterminer le DC car elle est plus facile d'accès (matériel moins onéreux et plus accessible). Cependant la technique par spectrométrie Raman propose une méthode alternative très adaptée (47).

Nous avons opté pour la méthode par spectrométrie Raman pour évaluer la profondeur de polymérisation de façon directe, via la détermination du DC, sans détruire l'échantillon.

### *b- Le temps et puissance de photopolymérisation*

Plusieurs travaux ainsi que certains fabricants montrent qu'une polymérisation de 20 s, avec une puissance minimale de  $500\text{mW/cm}^2$ , est suffisante pour une profondeur de 4 mm (87,88). Cependant les recommandations de certains des composites étudiés, vont jusqu'à 40 s de polymérisation. C'est pour

respecter ces dernières et standardiser notre protocole que nous avons opté pour ce temps de polymérisation. De même certains fabricants recommandent une puissance lumineuse supérieure à  $1000 \text{ mW/cm}^2$ , nous avons donc choisi la nôtre en fonction de cette dernière et standardiser le protocole. En ce qui concerne la puissance de polymérisation nous avons opté pour le High Power à  $1100 \text{ mW/cm}^2$ .

Cependant Akram et al recommandent un temps de polymérisation augmenté (à intensité égale) pour une polymérisation plus en profondeur (89). De plus les études d'Abbas et Mohamad préconisent 40 s de polymérisation pour une polymérisation optimale et pour optimiser les propriétés mécaniques des CBF (75,90). De même certaines études Silikas et Söderhalm ont montré la relation directe entre puissance de polymérisation et DC final (91,92). Plus la puissance sera élevée, plus la réaction de polymérisation sera importante. Les études de Price et al. et Michaud et al. en 2014 montrent que les propriétés mécaniques optimales sont obtenues lorsque le faisceau de lampe est orienté perpendiculairement à la surface du composite (93,94).

C'est en référence à ces études que nous avons choisi de polymériser pendant 40 s nos échantillons car le but de cette étude est de déterminer le DC du matériau jusqu'à 6 mm de profondeur. De la même manière nous avons polymérisé les échantillons en orientant le faisceau de la lampe perpendiculairement à la surface.

### *c- Le temps et conditions de stockage*

Nous avons respecté les normes ISO 4049-2009 pour notre étude. En effet les plots de composite sont conservés dans le noir pendant 24 heures, à  $37.5 \text{ }^\circ\text{C}$  et dans de l'eau déminéralisée. En effet l'étude de Alshali démontre que les composites n'acquièrent pas leurs propriétés mécaniques terminales au moment même de la polymérisation (88). L'absorption continue après polymérisation en effet 75% de la réaction se produit durant les 10 premières minutes et se poursuit pendant 24 heures. Une étude récente en Spectrométrie Raman, étudiant le DC du SDR™, du Filtek™ BF, du Venus™ BF et du X-tra Base™, montre qu'il change de façon significative entre le moment de polymérisation ( $t=0$ ) et 24 heures après cette polymérisation ( $t=24$ ) (48). En effet le DC présente une valeur inférieure à toutes les profondeurs lorsqu'il est mesuré immédiatement après polymérisation puis il y a une augmentation de ces valeurs lorsqu'il est mesuré 24 heures après polymérisation. De plus Burtcher et Tarumi annoncent une photopolymérisation améliorée lorsque le DC initial mesuré immédiatement après polymérisation est faible (95,96). Ainsi lorsqu'initialement le réseau de polymères est plus dense, il est déjà en grande partie formé, les sites de réaction pour la création de polymères sont immobilisés et ne pourront plus continuer la polymérisation sur la durée. Alors que lorsque le réseau est peu dense au début il se produit un effet post polymérisation sur 24 heures. Ce dernier est permis par la présence d'une quantité importante de sites réactifs libres qui vont réagir et continuer à se connecter. Cette réaction en chaîne donne naissance à un réseau polymère beaucoup plus dense par rapport à l'initial. Cette dernière théorie expliquerait le fait que tous les autres composites présentent à 24 heures post polymérisation une couche de surface mieux polymérisée qu'en profondeur.

Cependant Mohamad et son équipe montre dans une étude, qu'il y a une relation entre le temps de polymérisation initial et le phénomène post-polymérisation (75). Plus le temps de photoactivation est

important plus la polymérisation le sera aussi aboutissant à un meilleur DC. Mais le phénomène post-polymérisation est plus faible lorsque le temps d'irradiation est maximal (40 s).

Avec les paramètres de notre étude on peut considérer que la polymérisation est maximale (24h après polymérisation pendant 40 s à une puissance de 1100mW/cm<sup>2</sup>). On peut donc s'attendre à obtenir des résultats de DC importants avec un phénomène post polymérisation moindre.

### 3- Résultats

#### a- DC cliniquement acceptable

Les valeurs des DC trouvés pour les composites étudiés dans cette étude expérimentale varient de 30% à 80% en fonction de la marque, du type de composite et de la profondeur étudiée. Lorsque les valeurs de DC sont supérieures à 50% on considère que la polymérisation du matériau est suffisante (93).

Certains des composites présentent un DC inférieur à la valeur estimée correcte (50%) :

- Le **XTra-Base** ne dépasse jamais les 50% de degré de conversion quel que soit la profondeur étudiée et a le plus faible taux de conversion de tous les composites étudiés. Si on se réfère à ces résultats ses propriétés mécaniques seraient « moindre » et son utilisation peu recommandée.

- Le **Tétric EvoCeram BF** quant à lui frôle les 50 % de 0 à 2 mm mais ne les dépasse jamais, puis au-delà de 2 mm il passe à 40 %. Son utilisation clinique est remise en cause par ces résultats.

- Le composite conventionnel **Tétric EvoCeram CC** qui nous sert de témoin lors de cette étude possède un DC acceptable de 0.1 mm à 2 mm et passe en deçà de 50% au-delà de 2mm. La technique de mise en œuvre par incrément de 2 mm permettrait ainsi d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques pour la restauration. Cela est confirmé par de nombreuses études de la littérature.

- Le **SDR** montre un DC qui devient inférieur à 50% à partir de 4 mm de profondeur. Donc on peut considérer que le SDR ne peut être utilisé en couche de plus de 4 mm. Cependant on remarque que c'est pour le SDR que les écarts types sont les plus importants

Tous les autres composites présentent des valeurs de DC très acceptables à toutes les profondeurs étudiées. Et nos résultats, pour ces derniers, sont soutenus par ceux de l'étude de Bucata et Ilie qui trouvent que la profondeur de polymérisation des CBF est correcte jusqu'à 6mm de profondeur.

#### b- DC de surface

Certains composites présentent un DC de surface inférieur aux couches plus profondes (1 et 2 mm). Il s'agit du Filtek™ BF teinte A2, du QuiXFil™, du SDR™ et du Tétric EvoCeram™ BF. Ceci s'expliquerait par la contamination de l'oxygène qui inhibe la polymérisation de la couche supérieure. Ce qui est en accord avec des travaux faits en FTIR de Czasch et Ilie qui annoncent un taux de polymérisation

inférieur des couches superficielles par rapport aux couches plus profondes en raison du phénomène d'inhibition créée par l'oxygène (22). Cependant dans notre étude l'opérateur obstrue la surface avec une plaque de verre posée au contact du composite comme le préconise Vallittu (98). Via cette plaque nous avons tenté de minimiser le contact de l'oxygène avec la surface du matériau et de minimiser l'inhibition de polymérisation de surface ce qui expliquerait les valeurs importantes de DC pour les couches superficielles de certains composites.

### c- DC en fonction de la teinte (Filtek BF U et A2)

Les DC entre les deux teintes de Filtek™ BF fluide A2 et Universelle à 24heures post polymérisation avec une puissance de 1000mW/cm<sup>2</sup> sont globalement semblables dans notre étude expérimentale. Mais nos résultats montrent que les DC du Filtek™ A2 sont légèrement supérieurs à ceux de la teinte U. Ces deux composites ont la même composition mais se différencient par la qualité et quantités de particules de pigments qui sont ajustés en fonction de la teinte souhaitée. On aurait pu s'attendre à obtenir un résultat montrant une différence de DC fonction de l'opacité du composite. La teinte A2 présentant une opacité plus importante que la teinte U, la lumière serait moins transmise en profondeur et entraînerait une diminution du DC. M. Par trouve aussi des résultats supérieurs pour la teinte la plus foncée de Tétrac EvoCeram™ BF à certaines profondeurs (48). De plus des travaux montrent que les teintes claires semblent ne pas avoir d'influence sur la profondeur de polymérisation, ce qui serait confirmé dans notre étude (4). En effet les photo-initiateurs varient selon la teinte, pour un même composite, ce qui permettrait de compenser de la transmittance qui est amoindrie par l'augmentation de l'opacité.

d- Confrontation de nos résultats à ceux de la littérature

Profondeur	Auteurs*	Fitek BF (teinte)	VENUS	SDR	X-tra B	QuixF	X-tra Fil	Tétric BF	Sonic	Filtek Post	TE témoin
Surface (0,1mm)	<b>Notre étude</b>	<b>78,16(A2)74,58(U)</b>	<b>78,18</b>	<b>56,22</b>	<b>37,97</b>	<b>60,24</b>	<b>67,83</b>	<b>48,45</b>	<b>70,41</b>	<b>76,49</b>	<b>54,25</b>
	Par et al	76,8 (A3)	86,1	79,5	71,3	77,6	74,3	73,6			
	Thèse Montpellier 1	72,13 (A3)	58,42	39,46	32,77	66,74	54,49	64,97	72,28		
	Thèse Montpellier 2		54	45	35		55				
	Lempel et al			63,04	46,45						
	Leprince et al	43,6	71,2	67,6	59,6		62,1	56,7	76,5		
	Czasch et al		64,6	60,4							
	Abed et al					48,68	67,74				
	Finan et al			59	48						
	Illie et al				44,5				44,9		
1mm	Alshali et al	50,9	79,2	76,1	62,1						
	Goracci et al			70,18					74,6		
	Zorzin et al	65,9 (A2)	73,46	56,53	65,24			67,45			
	<b>Notre étude</b>	<b>80,41(A2)73,79(U)</b>	<b>77,12</b>	<b>57,87</b>	<b>35,03</b>	<b>60,8</b>	<b>67,38</b>	<b>48,04</b>	<b>70,29</b>	<b>76,42</b>	<b>50,75</b>
	Par et al	76,6 (A3)	86,1	78,1	72,5	75,6	74,9	70,7			
	Finan et al			59	48						
	<b>Notre étude</b>	<b>80,17(A2)74,47(U)</b>	<b>76,33</b>	<b>53,78</b>	<b>36,84</b>	<b>60,78</b>	<b>64,57</b>	<b>48,26</b>	<b>71,27</b>	<b>74,96</b>	<b>50,19</b>
	Par et al	76,6 (A3)	85,6	77,4	70,7	74,7	71,9	68,3			
	Czasch et al		65,7	59,6							
	Finan et al			57	48						
2mm	Yu et al			69,86							
	Zorzin et al	67,5 (A2)	76,32	43,69	64,52			63			

Profondeur	Auteurs*	Fitek BF (teinte)	VENUS	SDR	X-tra B	QuixF	X-tra Fil	Tétric BF	Sonic	Filtek Post	TE témoin
4 mm	<b>Notre étude</b>	<b>79,47(A2)73,73(U)</b>	<b>76,64</b>	<b>50,82</b>	<b>37,92</b>	<b>63,44</b>	<b>65,65</b>	<b>40,96</b>	<b>67,29</b>	<b>72,82</b>	<b>46,16</b>
	<u>Par et al</u>	63,4 (A3)	83,3	74,7	66,3	70,7	66,6	60			
	<u>Etude Montpellier 1</u>	70,56(A3)	67,9	58,29	45,54	61,98	52,66	57,76	66,12		
	<u>Etude Montpellier 2</u>		67	57	35		55				
	<u>Lempel et al</u>			50,05	34,01						
	<u>Czasch et al</u>		66,7	61,2							
	<u>Finan et al</u>			55	48						
	<u>Ilie et al</u>				43,8			41,4			
	<u>Goracci et al</u>			50,36					57,95		
	<u>Zorzin et al</u>		66,4 (A2)	80,07	52,04	62,53			63,4		
<u>P Yu et al</u>				69,38							
5 mm	<b>Notre étude</b>	<b>79 (A2) 74,47 (U)</b>	<b>75,42</b>	<b>46,53</b>	<b>37,58</b>	<b>63,14</b>	<b>65,87</b>	<b>37,28</b>	<b>59,66</b>	<b>71,37</b>	<b>44,21</b>
	<u>Montpellier 2</u>		64	58	41		52				
6 mm	<u>Finan et al</u>			55	48						
	<b>Notre étude</b>	<b>78,53(A2)75,69(U)</b>	<b>75,86</b>	<b>46,80</b>	<b>37,48</b>	<b>61,97</b>	<b>65,36</b>	<b>39,05</b>	<b>60,98</b>	<b>71,58</b>	<b>43,83</b>
	<u>Etude Montpellier 1</u>	63,55(A3)	60,87	46,68	41,88	59,59	45,27	57,41	43,11		
	<u>Etude Montpellier 2</u>		59	52	41		48				
	<u>Czasch et al</u>		66,1	60,1							
	<u>Finan et al</u>			51	46						
	<u>Ilie et al</u>				42,5			38,1			
	<u>P Yu et al</u>			67,85							

Figure 58 : Tableaux avec DC rapportés de la littérature

Auteurs	Type de spectrométrie	Lampe de photopolymérisation et longueur d'onde en nm	Temps en secondes puissance de photopolymérisation	Moment de mesure (t) après polymérisation en heure
<b>Notre étude</b>	<b>Raman</b>	<b>LED Bluephase 20i de 385 à 515</b>	<b>40s à 1050mW/cm<sup>2</sup></b>	<b>t=24</b>
Par et al <sup>(48)</sup>	Raman	LED Bluephase 20i de 385 à 515	20s à 1090mW/cm <sup>2</sup>	t=24
Montpellier I <sup>(99)</sup>	Raman	LED Bluephase 20i de 385 à 515	10s à 1200mW/cm <sup>2</sup>	t=0
Montpellier II <sup>(100)</sup>	Raman	LED Bluephase 20i de 385 à 515	20s à 600mW/cm <sup>2</sup>	t=24
Leprince et al <sup>(55)</sup>	Raman	LED Bluephase G2 de 385 à 515	40s à 1050mW/cm <sup>2</sup>	t=24
Lempel et al <sup>(101)</sup>	Raman	LED Woodpecker de 420 à 480	20s à 1100mW/cm <sup>2</sup>	t=24
Czasch et al <sup>(22)</sup>	FTIR	LED Elipar Freelight 2 de 430 à 480	40s à 1 226 mW/cm <sup>2</sup>	t=0
Abad et al <sup>(102)</sup>	FTIR	LED Bluephase C de 385 à 515	20s à 600 mW/cm <sup>2</sup>	t=24
Finan et al <sup>(21)</sup>	FTIR	QTH Optilux 501 de 400 à 505	20s à 650mW/cm <sup>2</sup>	t=0
Ilie et al <sup>(103)</sup>	FTIR	LED Elipar Freelight 2 de 430 à 480	10s à 1700mW/cm <sup>2</sup>	
Alshali et al <sup>(41)</sup>	FTIR	QTH Optilux 501 de 400 à 505	20s à 600 mW/cm <sup>2</sup>	t=24
Goracci et al <sup>(104)</sup>	FTIR	Demi LED light	20s à 1100mW/cm <sup>2</sup>	t=0
Zorzini et al <sup>(105)</sup>	FTIR	LED Bluephase 20i de 385 à 515	30s à 1200 mW/cm <sup>2</sup>	t=24
Yu et al <sup>(106)</sup>	FTIR	LED Bluephase 20i 385 à 515	20s à 950mW/cm <sup>2</sup>	t=0

Tableau : Récapitulatif des conditions expérimentales des différentes études

On observe globalement que, dans les différentes études référencées ci-dessus, les valeurs de DC des différents CBF sont comparables. Cependant certaines disparités existent. Elles peuvent être expliquées par les conditions de mise en œuvre de l'étude (conditions de photopolymérisation, de stockage et le type de méthode de mesure choisis) qui vont influencer la profondeur de polymérisation. Seules 6 des études référencées ci-dessus utilisent la spectrométrie Raman pour mesurer le DC et déterminer la profondeur de polymérisation. Les autres sont réalisées par spectrométrie FTIR.

Parmi ces six études, celles menées dans les conditions les plus similaires aux nôtres sont celles de Par and al. (48), de Leprince and al. (55) et celles faite à Montpellier de Domitille BRIGO (99) et Fanny MELCHIO (100).

- Dans l'étude de Par and al. la lampe à polymériser et la puissance utilisée sont les mêmes que dans notre étude. Comme pour nos résultats témoins, dans son étude le DC du composite témoin CC (GrandioSO) diminue à partir de 2 mm de façon significative. Cependant les valeurs des DC des CBF sont très élevés par rapport aux autres études. Ceci peut s'expliquer par une différence de paramétrage du Raman. En effet la longueur d'onde du Raman utilisée a été paramétrée à 1064 nm avec une puissance de 800mW/cm<sup>2</sup>. En comparaison l'étude de Montpellier et la nôtre utilisent un Raman réglé à 632.8 nm pour une puissance de 35mW/cm<sup>2</sup>. On peut imaginer que les choix de paramétrage du Raman pour l'étude influent sur les résultats obtenus. De plus une puissance élevée du microscope peut entraîner l'altération l'échantillon et sa modification structurale. L'utilisation d'un laser à 1084 nm diminue l'intensité Raman mais diminue l'effet parasite de fluorescence qui brouille le signal lui permettant d'obtenir des spectres plus clairs à lire (107).

Comme dans notre étude le Vénus™ BF présente des valeurs de DC très élevées. Il prend même la tête de classement dans l'étude de Par et al. De même, comme dans notre étude l'X-tra Base™ et le Tétric™ BF se retrouvent derniers du classement. Cependant le composite Filtek™ BF A2 est classé premier des CBF dans notre étude et prend la 3eme place en teinte A3 dans cette étude. De plus on remarque que pour la teinte A3 le DC diminue de façon plus franche en profondeur. Ceci peut s'expliquer par la différence de teinte. En effet le composite teinte A3 est plus opaque et donc permettrait une transmittance moins importante par rapport à la teinte A2.

	Auteur	Filtek BF	Vénus	SDR	X-tra Base	Quixfil	X-tra Fil	Tétric BF
0,1mm	Nous	78 (A2)	78	56	38	60	68	48
	Par et al	77 (A3)	86	80	71	78	74	74
1mm	Nous	80 (A2)	77	58	35	61	67	48
	Par et al	77 (A3)	86	78	73	76	75	71
2 mm	Nous	80 (A2)	76	54	37	61	65	48
	Par et al	77 (A3)	86	77	71	75	72	68
4mm	Nous	79 (A2)	77	51	38	63	66	41
	Par et al	63 (A3)	83	75	66	71	67	60

- Dans l'étude de Leprince (55) les conditions se rapprochent beaucoup des nôtres puisqu'il utilise une lampe LED semblable à la nôtre à la même puissance, polymérise pendant 40 s et fait les mesures 24 heures après polymérisation. Cependant il ne mesure les DC qu'à la surface et les paramètres du

Raman ne sont pas les mêmes : la longueur d'onde d'émission du laser est supérieure à la nôtre (780 nm pour 632.8 nm dans la nôtre).

On constate

	Auteur	Filtek BF teinte: U	Vénus	SDR	X-tra Base	Tétric BF	Sonic	X-tra Fil
0,1mm	Nous	75	78	56	38	48	70	68
	Leprince	44	71	68	59	57	77	62

- Une autre étude se rapproche de la nôtre c'est celle de Montpellier faite par Domitille BRYGO qui a été réalisée avec le même microscope confocal WiTec paramétré de la même manière que pour notre étude. Cependant cette étude ne regarde que le DC immédiatement après polymérisation de 10s (pour 40 dans la nôtre).

	Auteur	Filtek BF	Vénus	SDR	X-tra Base	Quixfil	X-tra Fil	Tétric BF	Sonic
0,1mm	Nous	78(A2)	78	56	38	60	68	48	70
	Montpellier	72 (A3)	58	39	33	67	54	65	72
4 mm	Nous	79(A2)	77	51	38	63	66	41	67
	Montpellier	71(A3)	68	58	46	62	53	58	66
6 mm	Nous	79(A2)	77	51	38	63	66	41	67
	Montpellier	71(A3)	68	58	46	62	53	58	66

C'est la seule étude qui, comme la nôtre, trouve le Filtek™ BF en tête du classement des DC. Cependant les résultats sont inférieurs aux nôtres. Nous avons eu le même constat pour les résultats de Par et al sur la teinte A3 qui sont également inférieurs aux nôtres. Ce qui peut confirmer que la différence d'opacité influe sur la polymérisation aboutissant à un DC inférieur pour la teinte A3. Le temps de polymérisation initiale peut aussi jouer puisqu'il est quatre fois supérieur dans notre étude. De même le fait que, la mesure soit effectuée immédiatement après polymérisation, influence les résultats.

Comme dans notre étude le X-tra Base™ obtient de faible DC ne dépassant jamais les 50%. Il en est de même dans l'étude de Montpellier 2. Ainsi les résultats de nos études s'accordent et émettent une réserve sur l'utilisation clinique du X-tra Base™.

Pour le SDR™ nos valeurs sont globalement plus faibles que celles obtenues dans les autres études. Seule l'étude de Montpellier 1 à des résultats proches des nôtres. Il en est de même pour le Tétric EvoCeram qui à des valeurs de DC souvent plus important dans les autres études comparés aux nôtres.

## E- Synthèse

De nombreux paramètres ont un impact sur la profondeur de polymérisation d'un composite. Dans un premier temps la composition même, en charges et matrice, présente au sein du matériau est un facteur majeur influençant le DC.

- Au sein des composites compactables/hautes viscosités:

Filtek™ BF postérieur arrive en tête avec des DC se rapprochant de ceux des composites fluides. Ce qui peut s'expliquer par la présence de nouvelles molécules dans sa composition matricielle. De plus il est le moins chargé des CBF compactables étudiés. Le QuiXFil™, le Sonic et le X-tra Fil™ ont des valeurs de DC équivalentes pour une teneur en charge et en matrice équivalente. En dernière position on a le Tétric EvoCeram™ BF dont la polymérisation n'a pas été convaincante au 4 mm annoncés par le fabricant. En effet le DC ne dépasse pas les 50% peu importe la profondeur étudiée.

- Au sein des matériaux fluides :

Ce sont le Filtek™ BF et le Venus™ qui présentent les meilleurs résultats de DC dans notre étude, toutes viscosités de composite confondues. Ce qui s'explique par des charges peu volumineuses et dont la teneur est faible, aboutissant à une certaine translucidité et permettant une bonne transmittance lumineuse. Le SDR présente de bon résultat de DC jusqu'à 4 mm puis au-delà de cette profondeur ne devient plus intéressant à utiliser. Le X-tra Base™ obtient les plus mauvais résultats de DC dans notre étude, ne dépassant jamais les 50% de conversion.

D'autres facteurs influencent de façon significative les profondeurs de polymérisation. En effet ces dernières sont très variables d'une étude à l'autre pour un même composite. Les conditions de mise en œuvre de l'étude sont à l'origine de ces différences. Avec notamment des paramètres variables d'une étude à l'autre comme : la lampe, la puissance lumineuse, le temps de photopolymérisation, le temps et les conditions de stockage, la formes et la taille des échantillons (barrettes, plot, cylindre), ainsi que le moment de la mesure du DC. Le type de méthode de mesures choisi entraîne, de même, des variations dans les résultats entre les différentes études.

## IV- Conclusion

L'augmentation de la profondeur de polymérisation permet une diminution du temps de mise en œuvre et du risque de contamination par l'oxygène entre les différentes couches. C'est avec la modification des photo-initiateurs, l'adjonction de modulateurs de tension et l'augmentation de la translucidité que les fabricants annoncent des profondeurs de polymérisation augmentées pour les Bulk-Fill par rapport aux composites « conventionnels ».

Cette étude a eu pour objectif de déterminer la profondeur de polymérisation de 10 composites Bulk-Fill sur 6 mm de profondeur, au travers de la mesure du degré de conversion par spectrométrie Raman. La plupart des composites Bulk-Fill étudiés ont un DC supérieurs à 50% jusqu'à 6 mm de profondeur : le Filtek™ teinte A2 et Universelle, le Vénus™, le Filtek™ postérieur, le Sonic™, le X-tra Fil™, le Quix Fill™. Le SDR™ présente quant à lui de bons taux de polymérisation jusqu'à 4 mm. Ils ont donc une profondeur de polymérisation correcte.

Seuls deux composites n'atteignent pas ces valeurs de DC: le X-tra Base™, le Tétric EvoCeram™BF. Cela pourrait remettre en question leur utilisation clinique. Cependant d'autres études obtiennent, pour ces deux composites Bulk-Fill, des valeurs de DC bien supérieures à 50%. Les valeurs de DC varient d'une étude à l'autre mais globalement tous les CBF étudiés confirment leur aptitude à être polymérisés en masse sur 4 mm d'épaisseur voire plus.

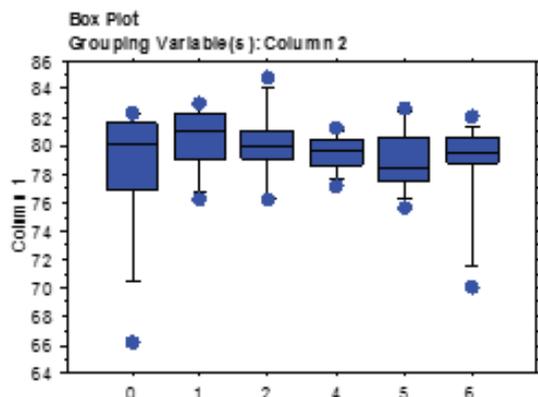
# Annexe

- Filtek Bulk-Fill fluide A2

Filtek A2	T=0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	77,72	79,98	79,74	79,67	75,65	72,55
C 2	78,3	82,94	81,23	81,29	76,64	79,58
C 3	80,84	76,21	78,99	79,37	78,12	70,12
C 4	73,36	77,04	79,65	77,18	78,19	80,3
C 5	76,63	82,35	76,26	79,73	77,38	78,63
C 6	80,12	79,09	80,27	77,91	78,91	79,48
C 7	82,36	81,1	84,85	79,27	78,43	79,18
C 8	82,25	82,2	80,72	78,49	80,96	80,76
C 9	80,12	79,01	76,48	80,77	82,29	80,87
C10	81,95	81,55	83,72	79,68	79,76	80,17
C11	66,12	83	80	80,85	82,66	82,15
<b>Moyenne</b>	<b>78,16</b>	<b>80,41</b>	<b>80,17</b>	<b>79,47</b>	<b>79,00</b>	<b>78,53</b>
<b>Ecart type</b>	<b>4,84</b>	<b>2,34</b>	<b>2,58</b>	<b>1,25</b>	<b>2,23</b>	<b>3,72</b>

Il n'existe pas de différence significative entre les DC aux différentes profondeurs.

	T	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	Non	Non	Non
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
5mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non



Fisher's PLSD for Column 1  
Effect: Column 2

Significance Level: 5 %

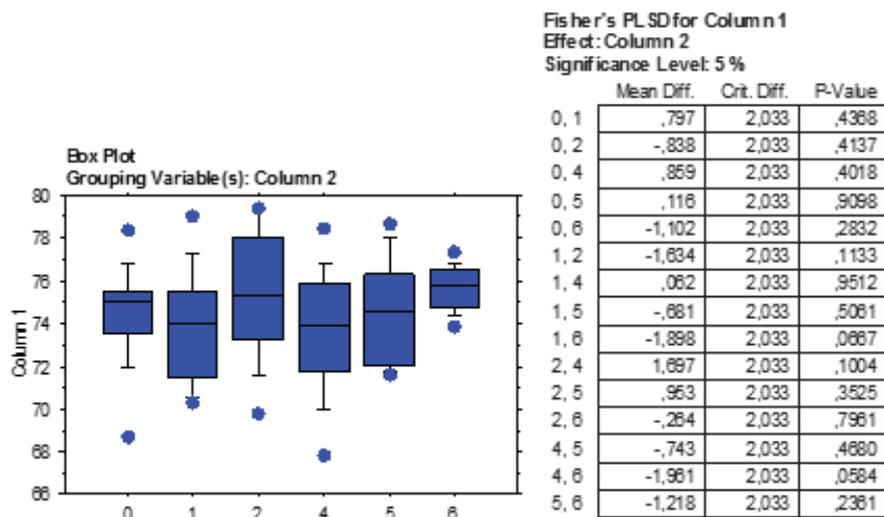
	Mean Diff.	Crit. Diff.	P-Value
0,1	-2,245	2,604	,0898
0,2	-2,018	2,604	,1264
0,4	-1,313	2,604	,3174
0,5	-,838	2,604	,5222
0,6	-,365	2,604	,7799
1,2	,227	2,604	,8620
1,4	,933	2,604	,4766
1,5	1,407	2,604	,2841
1,6	1,880	2,604	,1540
2,4	,705	2,604	,5900
2,5	1,180	2,604	,3684
2,6	1,653	2,604	,2092
4,5	,475	2,604	,7168
4,6	,947	2,604	,4697
5,6	,473	2,604	,7178

- Filtek Bulk-Fill Universel

Filtek U	T=0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	73,45	70,32	77,47	73,39	73,01	75,59
C 2	78,39	79,08	79,4	73,65	71,89	76,66
C 3	73,56	74,32	73,07	71,03	74,79	74,76
C 4	75,71	73,69	73,35	74,89	71,65	75,06
C 5	75,36	75,6	73,66	67,84	71,85	76,43
C 6	73,41	70,6	72,41	72,48	72,21	74,81
C 7	68,73	71,36	69,82	70,89	74,41	74,56
C 8	75,28	71,63	78,25	74,11	74,76	73,87
C9	75,19	75,44	75,06	76,14	75,22	76,07
C 10	76,26	76,58	75,56	76,23	78,66	77,34
C11	74,82	71,98	79,32	78,44	77,44	76,44
C 12	74,82	74,92	77,76	75,68	77,8	76,71
<b>Moyenne</b>	<b>74,58</b>	<b>73,79</b>	<b>75,43</b>	<b>73,73</b>	<b>74,47</b>	<b>75,69</b>
<b>Ecart type</b>	<b>2,30</b>	<b>2,69</b>	<b>3,05</b>	<b>2,88</b>	<b>2,47</b>	<b>1,07</b>

Il n'existe pas de différence significative entre les DC des différentes profondeurs :

	T	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	Non	Non	Non
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
5mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non

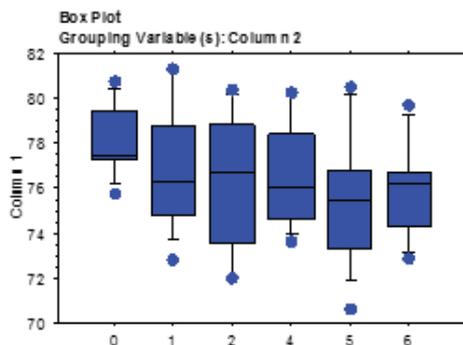


- Vénus

Venus	T=0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	78,81	74,51	76,71	76,09	70,64	74,57
C 2	77,44	75,78	80,1	75,42	73,99	73,24
C 3	77,27	78,6	76,34	76,83	76,91	76,2
C 4	79,25	76,08	72,05	75,71	76,41	72,89
C 5	76,5	76,22	72,03	73,65	73,06	75,24
C 6	75,78	72,81	73,18	80,17	74,3	76,78
C 7	80,21	74,4	74,78	77,74	72,79	76,47
C 9	77,25	78,57	77,29	74,36	75,68	74,21
C 8	79,53	81,33	80,36	74,09	80,52	78,93
C 10	80,73	78,83	78,96	78,7	79,94	79,67
C 11	77,26	81,23	78,39	80,26	75,41	76,23
<b>Moyenne</b>	<b>78,18</b>	<b>77,12</b>	<b>76,38</b>	<b>76,64</b>	<b>75,42</b>	<b>75,86</b>
<b>Ecart type</b>	<b>1,60</b>	<b>2,80</b>	<b>3,03</b>	<b>2,33</b>	<b>2,97</b>	<b>2,14</b>

Il existe une différence significative entre le DC de surface et le DC à 6mm de profondeur :

	T	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	Non	OUI	OUI
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
5mm	OUI	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	OUI	Non	Non	Non	Non	Non



Fisher's PLSD for Column 1

Effect: Column 2

Significance Level: 5 %

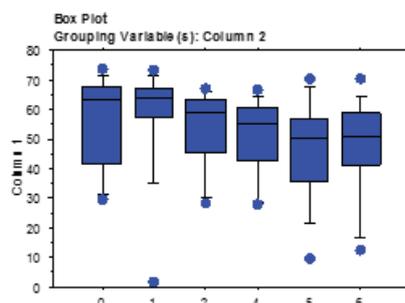
	Mean Diff.	Crit. Diff.	P-Value
0, 1	1,061	2,159	,3295
0, 2	1,804	2,159	,0999
0, 4	1,546	2,159	,1571
0, 5	2,762	2,159	,0130
0, 6	2,327	2,159	,0351
1, 2	,743	2,159	,4939
1, 4	,485	2,159	,6544
1, 5	1,701	2,159	,1203
1, 6	1,266	2,159	,2452
2, 4	-,257	2,159	,8124
2, 5	,958	2,159	,3781
2, 6	,524	2,159	,6293
4, 5	1,215	2,159	,2645
4, 6	,781	2,159	,4721
5, 6	-,435	2,159	,6886

### 3- SDR

SDR	T=0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	56,27	49,58	57,46	58,79	57,78	58,7
C 2	60,86	64,78	60,57	46,43	37,36	58,13
C 3	68,21	63,55	63,62	46,8	33,58	39,25
C 4	31,91	63,87	63,18	58,13	48,53	12,32
C 5	66,66	69,45	60,98	27,75	9,49	46,8
C 6	67,33	70,78	65,83	60,31	66,04	70,42
C 7	70,58	57,64	56,34	63,33	55,75	47,78
C 8	41,37	59,68	31,33	66,84	52,27	60,22
C9	41,82	56,76	52,72	52,71	47,75	50,9
C 10	73,89	73,17	28,28	28,76	70,37	51,1
C 11	29,73	1,59	37,87	38,92	26,81	19,23
C 12	65,98	63,55	67,19	61,11	52,61	
<b>Moyenne</b>	<b>56,22</b>	<b>57,87</b>	<b>53,78</b>	<b>50,82</b>	<b>46,53</b>	<b>46,80</b>
<b>Ecart type</b>	<b>13,83</b>	<b>7,53</b>	<b>2,91</b>	<b>12,39</b>	<b>20,09</b>	<b>20,35</b>

Il n'existe pas de différences significatives entre les différentes profondeurs :

	T	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	Non	Non	Non
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
5mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non



Fisher's PLSD for Column 1  
Effect: Column 2  
Significance Level: 5 %

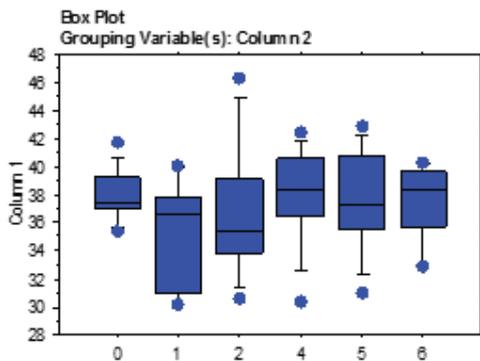
	Mean Diff.	Crit. Diff.	P-Value
0, 1	-1,649	13,153	,8031
0, 2	2,437	13,153	,7126
0, 4	5,394	13,153	,4158
0, 5	9,689	13,153	,1461
0, 6	9,413	13,449	,1669
1, 2	4,086	13,153	,5372
1, 4	7,043	13,153	,2888
1, 5	11,338	13,153	,0899
1, 6	11,062	13,449	,1053
2, 4	2,958	13,153	,6549
2, 5	7,253	13,153	,2749
2, 6	6,976	13,449	,3041
4, 5	4,295	13,153	,5166
4, 6	4,019	13,449	,5527
5, 6	-,276	13,449	,9674

- X-tra Base

XtraB	T=0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	36,04		33,84	36,65	36,22	33,14
C 2	36,96	39,94	35,01	37,62	37,3	32,87
C 3	39,43	36,69	39,14	42,43		40,27
C 4	35,43	30,32	32,19	40,4	35,91	38,34
C 5	38,53	30,17	30,59		42,94	37,77
C 6	37,5	40,05	38,22	38,3	38,57	39,56
C 7	39,21	32,74	35,78	41,01	31,04	36,6
C 8	37,31	37,08	46,3	30,4	40,67	
C 9	41,78	31,2	33,86	38,69	41,21	38,6
C 10	37,49	37,12	43,5	35,78	34,39	40,19
Moyenne	37,97	35,03	36,84	37,92	37,58	37,48
Ecart type	1,8	3,75	5,0	3,5	3,7	2,8

Il n'existe pas de différences significatives entre les différentes profondeurs étudiées :

	T	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	Non	Non	Non
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
5mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non



Fisher's PLSD for Column 1

Effect: Column 2

Significance Level: 5 %

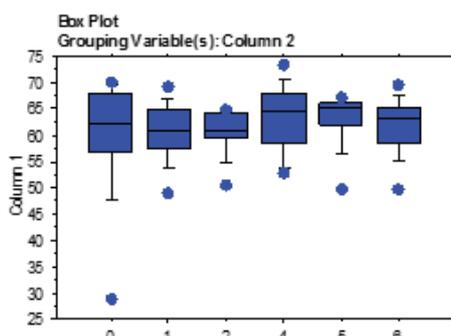
	Mean Diff.	Crit. Diff.	P-Value
0, 1	2,934	3,335	,0834
0, 2	1,125	3,246	,4898
0, 4	,048	3,335	,9771
0, 5	,385	3,335	,8178
0, 6	,488	3,335	,7711
1, 2	-1,809	3,335	,2813
1, 4	-2,888	3,422	,0968
1, 5	-2,549	3,422	,1409
1, 6	-2,448	3,422	,1570
2, 4	-1,077	3,335	,5198
2, 5	-,740	3,335	,6577
2, 6	-,639	3,335	,7019
4, 5	,337	3,422	,8442
4, 6	,438	3,422	,7983
5, 6	,101	3,422	,9629

- QuiXfill

QuiXfill	T=0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	58,56	58	63,35	55,56	64,9	62,76
C 2	57,44	48,88	50,41	54,25	65,99	57,62
C 3	55,59	55,81	64,88	66,1	49,84	69,55
C 4	69,26	60,29	63,98	61,34	66,19	59,17
C 5	66,39	69,26	60,94	67,47	62,47	65,31
C 6	29,03	64,65	60,55	63,42	66,7	49,69
C 7	55,98	57,02	64,11	65,7	61,56	66,67
C 8	70,1	61,75	59,17		65,38	61,44
C 9	69,43	64,87	59,61	69,44	67,19	65,52
C10	63,4	58,78	60,99	52,82	62,46	63,95
C 11	66,78	66,11	56,9	68,7	65,62	64,4
C 12	60,94	64,19	64,49	63	59,38	57,54
<b>Moyenne</b>	<b>60,24</b>	<b>60,80</b>	<b>60,78</b>	<b>63,44</b>	<b>63,14</b>	<b>61,97</b>
<b>Ecart type</b>	<b>11,19</b>	<b>5,54</b>	<b>4,10</b>	<b>6,44</b>	<b>4,82</b>	<b>5,32</b>

Il n'existe pas de différence significative entre les DC des différentes profondeurs

	T	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	Non	Non	Non
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
5mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non



Fisher's PLSD for Column 1

Effect: Column 2

Significance Level: 5 %

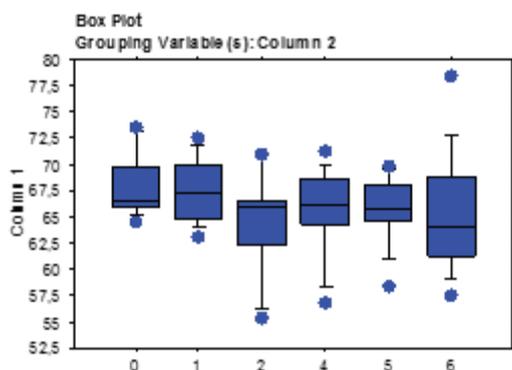
	Mean Diff.	Crit. Diff.	P-Value
0,1	-,559	5,424	,8376
0,2	-,540	5,424	,8431
0,4	-3,193	5,424	,2441
0,5	-2,898	5,424	,2899
0,6	-1,727	5,424	,5273
1,2	,019	5,424	,9944
1,4	-2,634	5,424	,3358
1,5	-2,339	5,424	,3924
1,6	-1,168	5,424	,8688
2,4	-2,653	5,424	,3323
2,5	-2,358	5,424	,3885
2,6	-1,187	5,424	,8637
4,5	,295	5,424	,9139
4,6	1,467	5,424	,5911
5,6	1,172	5,424	,8677

- X-tra Fil

XtraFill	T=0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	66,67	72,57	55,32	67,63	65,73	57,45
C 2	72,79	65,83	66,7	56,73	58,4	78,49
C 3	65,93	63,12	71,04	68,64	67,43	61,25
C 4	66,09	67,58	70,78	68,58	67,72	66,41
C 5	65,56	65,28	65,96	65,33	65,75	61,42
C 6	64,51	67,32	61,58	65,8	62,62	68,61
C 7	67,67	64,63	64,47	71,31	69,38	69,06
C 8	66,52	70,61	66,08	66,04	64,51	60,09
C 9	66,31	68,22	56,93	68,97	64,84	68,97
C10	70,47	64,7	65,39	63,88	68,29	63,95
C 11	73,56	71,28	66,05	59,23	69,85	63,29
<b>Moyenne</b>	<b>67,83</b>	<b>67,38</b>	<b>64,57</b>	<b>65,65</b>	<b>65,87</b>	<b>65,36</b>
<b>Ecart type</b>	<b>3,04</b>	<b>3,05</b>	<b>4,95</b>	<b>4,34</b>	<b>3,30</b>	<b>5,83</b>

Il n'existe pas de différence significative entre les DC des différentes profondeurs

	T	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	Non	Non	Non
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
5mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non



Fisher's PLSD for Column 1

Effect: Column 2

Significance Level: 5 %

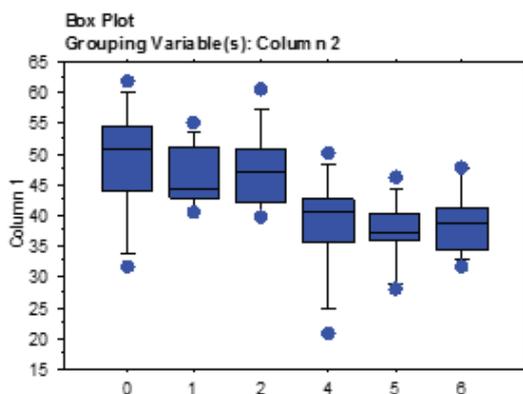
	Mean Diff.	Crit. Diff.	P-Value
0, 1	,449	3,599	,8037
0, 2	3,254	3,599	,0756
0, 4	2,176	3,599	,2312
0, 5	1,960	3,599	,2803
0, 6	2,463	3,599	,1762
1, 2	2,805	3,599	,1243
1, 4	1,727	3,599	,3409
1, 5	1,511	3,599	,4044
1, 6	2,014	3,599	,2675
2, 4	-1,077	3,599	,5516
2, 5	-1,294	3,599	,4749
2, 6	-,791	3,599	,6618
4, 5	-,216	3,599	,9047
4, 6	,286	3,599	,8741
5, 6	,503	3,599	,7809

- Tetric EvoCeram Bulk-Fill

TetricB	0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	61,82	49,33	52,09	50,13	36,71	47,91
C 2	52,63	55	50,09	39,53	46,31	47,54
C 3	58,11	40,46	46,96	30,9	27,91	39,9
C 4	51,07	51,11	47,65	64,95	41,86	37,78
C 5	44,6	44,48	46,69	20,65	29,89	37,16
C 6	50,43	40,54	39,63	41,2	40,17	39,49
C 7	31,35	60,57	40,12	37,93	37,93	34,28
C 8	43,93	51,2	60,7	45,49	36,11	41,23
C 9	36,09	43,94	42,26	37,27	35,93	31,55
C 10	54,49	43,78	56,44	41,51	40	33,66
<b>Moyenne</b>	<b>48,45</b>	<b>48,04</b>	<b>48,26</b>	<b>40,96</b>	<b>37,28</b>	<b>39,05</b>
<b>Ecart type</b>	<b>7,57</b>	<b>5,40</b>	<b>5,25</b>	<b>7,70</b>	<b>3,97</b>	<b>4,16</b>

Il existe des différences significatives entre les DC des différentes profondeurs :

	T	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	OUI	OUI	OUI
1mm	Non	Non	Non	Non	OUI	OUI
2mm	Non	Non	Non	OUI	OUI	OUI
4mm	OUI	Non	OUI	Non	Non	Non
5mm	OUI	OUI	OUI	Non	Non	Non
6mm	OUI	OUI	OUI	Non	Non	Non



Fisher's PLSD for Column 1  
Effect: Column 2  
Significance Level: 5 %

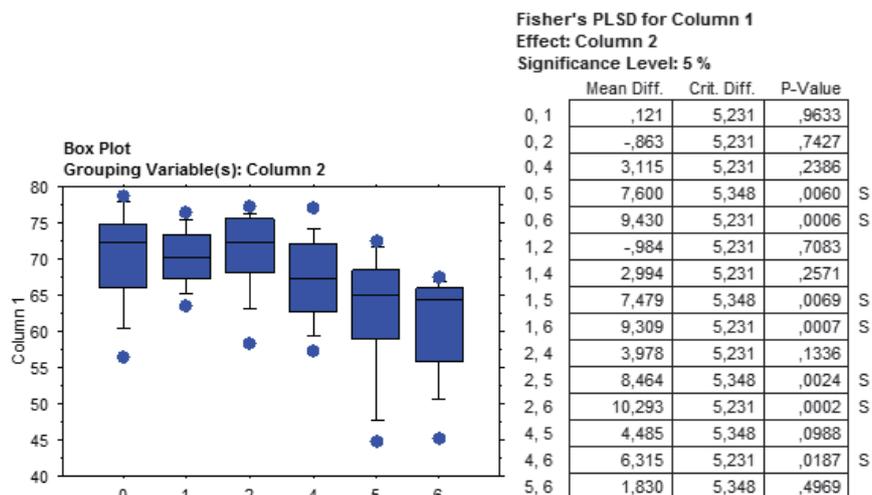
	Mean Diff.	Crit. Diff.	P-Value	
0, 1	1,823	6,425	,5714	
0, 2	1,004	6,425	,7550	
0, 4	9,905	6,425	,0032	S
0, 5	11,210	6,254	,0007	S
0, 6	9,429	6,254	,0039	S
1, 2	-,819	6,592	,8041	
1, 4	8,082	6,592	,0173	S
1, 5	9,387	6,425	,0050	S
1, 6	7,606	6,425	,0213	S
2, 4	8,901	6,592	,0091	S
2, 5	10,206	6,425	,0024	S
2, 6	8,425	6,425	,0112	S
4, 5	1,305	6,425	,8852	
4, 6	-,476	6,425	,8823	
5, 6	-1,781	6,254	,5700	

- Sonic

Sonic	0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	65,4	70,96	69,16	61,02	61,36	65,88
C 2	70,54	66,01	75,01	64,57	66,27	63,7
C 3	66,57	69,84	65,34	71,93	71,16	52,83
C 4	72,41	67,19	58,3	65,78	68,54	65,05
C 5	73,47	67,46	71,86	64,88	72,54	45,18
C 6	72,03	73,03	71,58	60,25	44,89	56,13
C 7	56,52	74,91	77,2	57,28	68,36	66,76
C 8	74,02	70,7	67	77,1	65,04	55,54
C9	75,52	73,44	75,64	72,12	64,94	66,27
C 10	62,04	76,38	72,63	72,79	58,29	61,82
C11	78,75	69,91	75,99	68,8	25,05	65,1
C 12	77,61	63,6	75,53	70,98	49,48	67,46
<b>Moyenne</b>	<b>70,41</b>	<b>70,29</b>	<b>71,27</b>	<b>67,29</b>	<b>59,66</b>	<b>60,98</b>
<b>Ecart type</b>	<b>6,60</b>	<b>3,78</b>	<b>5,54</b>	<b>5,97</b>	<b>13,74</b>	<b>6,99</b>

Il existe des différences significatives entre les DC de 0 et 6mm, de 1 et 6mm et de 4 et 6mm :

T		1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	Non	Non	OUI
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	OUI
4mm	Non	Non	Non	Non	Non	OUI
5mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	OUI	Non	OUI	OUI	Non	Non

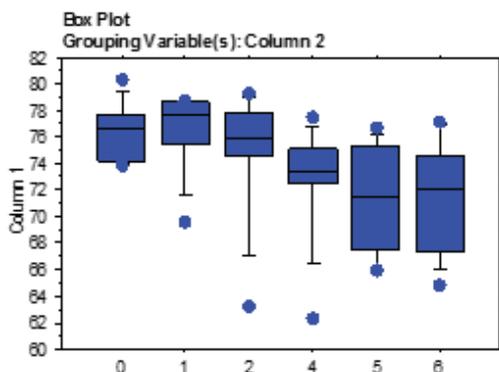


- Filtek Bulk-Fill Postérieur :

Filtek post	T=0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	77,78	69,65	63,22	74,44	67,4	64,86
C 2	78,57	78,77	74,51	76,14	70,48	76,69
C 3	73,89	73,65	77,89	70,61	66,12	71,4
C 4	76,64	77,54	76,26	72,46	66,01	74,38
C 5	74,14	77,74	77,86	73,11	71,07	74,7
C 6	76,48	78,75	78,65	72,66	76,71	67,31
C 7	77,13	75,42	79,37	62,33	71,96	69,15
C 8	75,74	78,13	75,7	77,57	75,79	72,79
C9	74,18	75,81	70,78	73,7	75,36	77,16
C 10	80,39	78,73	75,36	75,15	72,82	67,38
<b>Moyenne</b>	<b>76,49</b>	<b>76,42</b>	<b>74,96</b>	<b>72,82</b>	<b>71,37</b>	<b>71,58</b>
<b>Ecart type</b>	<b>2,10</b>	<b>2,93</b>	<b>4,81</b>	<b>4,18</b>	<b>3,93</b>	<b>4,26</b>

Il existe des différences significatives entre les DC : entre 0,1 et 4mm et entre 0,1 et 6 mm

	0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	OUI	Non	OUI
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4mm	OUI	Non	Non	Non	Non	Non
5mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	OUI	Non	Non	Non	Non	Non



Fisher's PLSD for Column 1  
Effect: Column 2  
Significance Level: 5%

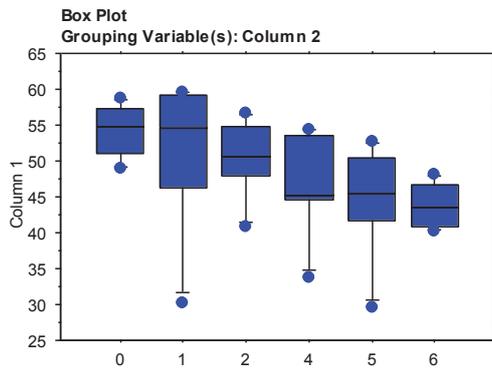
	Mean Diff.	Crit. Diff.	P-Value	
0,1	,075	3,419	,9651	
0,2	1,534	3,419	,3723	
0,4	3,877	3,419	,0355	S
0,5	5,122	3,419	,0040	S
0,6	4,912	3,419	,0057	S
1,2	1,459	3,419	,3960	
1,4	3,802	3,419	,0393	S
1,5	5,047	3,419	,0046	S
1,6	4,837	3,419	,0064	S
2,4	2,143	3,419	,2142	
2,5	3,588	3,419	,0400	S
2,6	3,378	3,419	,0527	
4,5	1,445	3,419	,4005	
4,6	1,235	3,419	,4720	
5,6	-,210	3,419	,9024	

**- Tertic EvoCeram témoin :**

Filtek post	0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
C 1	48,93	54,03	47,84	54,44	44,82	44,16
C 2	53,26	59,53	54,79	44,66	41,64	48,15
C 3	56,31	59,24	56,68	45,45	52,78	42,72
C 4	58,65	46,26	50,45	33,66	29,49	46,75
C 5	51,14	30,16	50,62	45,1	46,12	40,89
C 6	57,22	55,26	40,78	53,63	50,39	40,31
<b>Moyenne</b>	<b>54,25</b>	<b>50,75</b>	<b>50,19</b>	<b>46,16</b>	<b>44,21</b>	<b>43,83</b>
<b>Ecart type</b>	<b>3,78</b>	<b>11,17</b>	<b>5,61</b>	<b>7,54</b>	<b>8,23</b>	<b>3,15</b>

Il existe des différences significatives entre les DC : entre 0,1 et 4mm et entre 0,1 et 6 mm

	0,1mm	1mm	2mm	4mm	5mm	6mm
T	Non	Non	Non	Non	OUI	OUI
1mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
2mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
4mm	Non	Non	Non	Non	Non	Non
5mm	OUI	Non	Non	Non	Non	Non
6mm	OUI	Non	Non	Non	Non	Non



Fisher's PLSD for Column 1  
Effect: Column 2  
Significance Level: 5 %

	Mean Diff.	Crit. Diff.	P-Value
0, 1	3,505	8,410	,4015
0, 2	4,058	8,410	,3323
0, 4	8,095	8,410	,0587
0, 5	10,045	8,410	,0208
0, 6	10,422	8,410	,0169
1, 2	,553	8,410	,8940
1, 4	4,590	8,410	,2739
1, 5	6,540	8,410	,1228
1, 6	6,917	8,410	,1034
2, 4	4,037	8,410	,3348
2, 5	5,987	8,410	,1564
2, 6	6,363	8,410	,1328
4, 5	1,950	8,410	,6393
4, 6	2,327	8,410	,5763
5, 6	,377	8,410	,9277

## Table des figures

Figure 1 : Représentation simplifiée d'une résine composite .....	13
Figure 2 : Molécule de Bis-GMA .....	14
Figure 3 : Molécule de l'UDMA.....	14
Figure 4 : Molécule TEGDMA.....	15
Figure 5 : Schématisation mécanisme de photopolymérisation.....	15
Figure 6 : Trois photosensibilisateurs retrouvés dans la composition des composites : l'Ivocérin, Lucirin et la camphorquinone .....	16
Figure 7 : Graphique du taux d'absorption des différents photosensibilisateurs en fonction de la longueur d'onde .....	16
Figure 8 : Evolution des charges au sein des résines composites au cours du temps (14) .....	19
Figure 9 : Classification des charges au sein des composite qui permet une classification des composites eux même (3).....	19
Figure 10 : Formule du Silane .....	20
Figure 11 : Molécule SDR avec son modulateur de tension .....	20
Figure 12 : Classification des CBF (J. SABBAG et al. 2016).....	21
Figure 13 : Illustration de la mise en œuvre d'un composite conventionnel, d'un CBF basse viscosité et d'un CBF haute viscosité.....	24
Figure 14 : Les principaux modes de polymérisation selon Raskin (14) .....	25
Figure 15 : représentation de la chémpolymérisation d'après Raskin (14).....	25
Figure 16 : Représentation schématique de la photopolymérisation des résines composites (14).....	26
Figure 17 : Filtek® Bulk-Fill fluide de 3M® .....	30
Figure 18 : Venus® Bulk-Fill .....	31
Figure 19 : Modulateur de polymérisation du SDR.....	32
Figure 20 : SDR® de Dentsply® .....	32
Figure 21 : X-tra base® de Voco.....	33
Figure 22 : QuiXfil™ de Dentsply™ .....	33
Figure 23: QuiX fil® de Densply®.....	34
Figure 24 : Sonic™ de Kerr™ avec sa pièce à main .....	35
Figure 25: Filtek Bulk-Fill postérieur™ par 3M ESPE™ .....	36
Figure 26 :: Illustration de la réaction de polymérisation du matériau avec AFM et sans AFM .....	36
Figure 27: Molécule d'AUDMA .....	36
Figure 28: Tetric EvoCeram Bulk-Fill™ par Ivoclar Vivadent™ .....	37
Figure 29 : Effet de l' Ivocerin® lors de la polymérisation.....	38
Figure 30 : Tétric EvoCeram™ par Ivoclar Vivadent™ .....	38
Figure 31: Tableau récapitulatif des composites étudiés : composition, technique de mise en œuvre et indications cliniques (19,17,18,58,59,60,61,62,63,64,65,66,67).....	39
Figure 32: Tableau récapitulatif des composites CBF étudiés et les recommandations de polymérisation (temps et puissance de la lampe) en fonction des teintes ainsi que la profondeur de polymérisation donnée par le fabricant (19,17,18,58,59,60,61,62,63,64,65,66,67) .....	40
Figure 33 : Bluephase™ 20i d'Ivoclar Vivadent.....	41

<i>Figure 34: Photo du Microscope confocal Raman du pôle odontologie de Montpellier utilisé pour notre expérience .....</i>	42
<i>Figure 35 : photo de la photopolymérisation des composites au cours de notre étude.....</i>	43
<i>Figure 36 : le radiomètre .....</i>	43
<i>Figure 37 : Cylindre de composite utilisé pour notre expérience.....</i>	43
<i>Figure 38: Polisseuse Mecatech 334 ® utilisée lors de notre expérience.....</i>	44
<i>Figure 39: Exemple de plot obtenu qui passer au microscope Raman pour notre expérience.....</i>	44
<i>Figure 40: illustration du principe du microscope confocal (47) .....</i>	45
<i>Figure 41 : Diagramme des énergies vibrationnelles (68).....</i>	46
<i>Figure 42 : Schématisation de la distance entre deux noyaux : agit comme un ressort (69).....</i>	46
<i>Figure 43 : Spectre Raman du cylindre numéro 1 à 0.1 mm de profondeur du Filtek BF.....</i>	47
<i>Figure 44 : Illustration de l'inversion de la hauteur des pics entre matériau Filtek BF polymérisé à 0.1 mm de profondeur du cylindre 1 et matériau non polymérisé.....</i>	49
<i>Figure 45: capture d'écran logiciel WiTec du spectre du composite filtek (1er cylindre test). Le curseur vert fluo nous permet d'obtenir l'abscisse et l'ordonnée d'un point précis grâce au « cursor manager ».....</i>	50
<i>Figure 46 : le curseur manager nous permet de relever chaque coordonnée.....</i>	51
<i>Figure 47: Formule nous permettant d'obtenir la valeur de la médiane (AI).....</i>	51
<i>Figure 48 : Zoom sur la courbe en regard des 2 pics et application de la formule nous permettant de relever les coordonnées des points marquants et d'obtenir la hauteur de la médiane.....</i>	51
<i>Figure 49: recueil des coordonnées des 2 pics : pic A à 1608 et B à 1640, dans Excel nous permettant d'obtenir la valeur de médiane AI du cylindre 1 du composite filtek A2 à différentes profondeurs : 0.1, 1, et 2mm.....</i>	52
<i>Figure 50: Formule permettant de calculer le Ratin ( R ) de l'intensité (AI) du pic A et du pic B.....</i>	52
<i>Figure 51 : Formule permettant de calculer le Degré de conversion à l'aide ratio du matériau polymérisé R(pol) et du ratio matériau non polymérisé.....</i>	53
<i>Figure 52 : Tableau Excel du Calcul de la moyenne du ratio des douze cylindres de Filtek à 0,1 mm de profondeur et de celui du filtek non polymérisé aboutissant sur le calcul du DC moyen pour les douze cylindres à 0,1 mm.....</i>	53
<i>Figure 53 : Application des formules pour calculer DC du Filtek BF A2 à 0.1 mm de profondeur .....</i>	53
<i>Figure 54 : Tableau récapitulatif de la moyenne de degré de conversion obtenu pour chaque composite à chaque profondeur : 0.1, 1, 2, 4, 5 et 6 mm avec entre parenthèses l'écart type. ....</i>	55
<i>Figure 55 : Graphiques représentant le DC (abscisse) de chaque composite aux différentes profondeurs .....</i>	56
<i>Figure 56 : Tableau de la teneur en poids et volume (%) des composites fluides .....</i>	59
<i>Figure 57 : Tableau de la teneur en poids et volume (%) des composites compactables.....</i>	59
<i>Figure 58 : Tableaux avec DC rapportés de la littérature .....</i>	66

# Bibliographie

- (1) Lynch CD, Frazier KB, McConnell RJ, Blum IR, Wilson NH. Minimally invasive management of dental caries : Contemporary teaching of posterior resin-based composite placement in U.S. and Canadian dental schools. *The Journal of the American Dental Association*. 2011; 142(6):612-20.
- (2) Opdam NJ, Bronkhorst EM, Loomans BA, Huysmans MC. 12-year survival of composite vs. amalgam restorations. *Dental Journal*. 2010; 89:1063-1067
- (3) J. Leprince, G. Leloup, J. Vreven, P. Weiss, A. Raskin. *Polymères et résines composites*. EMC (Elsevier Masson SAS, Paris), Médecine buccale. 2010.
- (4) Lazarchik DA, Hammond BD, Sikes CL, Looney SW, Rueggeberg FA. Hardness comparison of bulk-filled/transtooth and incremental-filled/occlusally irradiated composite resins. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2007; 98(2):129-140.
- (5) Youngchul Kwona, Jack Ferracane, In-Bog Leea. Effect of layering methods, composite type, and flowable liner on the polymerization shrinkage stress of light cured composites. *Restorative dentistry*. 2012; 28(7):801-809.
- (6) Hatrick C, Eakle.S. *Clinical applications for Dental Assistants and Dental hygienists*. Third edition. Dental Material. 2015.
- (7) Park J, Chang J, Ferracane J, Lee IB How should composite be layered to reduce shrinkage stress : Incremental or bulk filling.*Dental Materials*. 2008; 24(11):1501-1505.
- (8) B Van Meerbeek, J De Munck, Y Yoshida, S Inoue, M Vargas, P Vijay, K Van Landuyt, P Lambrechts, G Vanherle. Buonocore Memorial Lecture Adhesion to Enamel and Dentin: Current Status and Future Challenges. *Operative Dentistry*. 2003; 28(3):215-235.
- (9) Buonocore M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of Dental Research*. 1955; 34:849-853.
- (10) Bowen RL. Dental filling material comprising vinyl silane-treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl acrylate. US Patent. 1962; 3066: 112.
- (11) Santini, Mario, Gallegos, Iranzihuatl Torres; Felix, Christopher. Photoinitiators in dentistry : a review. *Primary Dental Journal (Faculty of General Dental Practice)*. 2013; 2(4):30-33.
- (12) Bassiouny MA, Grant AA. A visible light-cured composite restorative. Clinical open assessment. *British Dental Journal*. 1978; 145:327-30.
- (13) G. N. Berthault, A. L. Durand, J.J. Lasfargues, F. Decup. Novel composite : evaluation and clinical interest of direct technique restoration. *Revue d’Ondonto Stomatologie*. 2008; 37:177-197.
- (14) A. Raskin. *Les résines composites*. Société francophone de biomatériaux dentaires. 2009-2010.
- (15) Dentsply. QuixFil Posterior restorative : scientific compemidium. 2003 Juin.

- (16) State-of-the-art restorations for posterior teeth .Tetric EvoCeram™ Bulk Fill. Ivoclar Vivadent™.
- (17) Dentsply™. SDR™ : Scientific compendium. 23 mai 2011.
- (18) Heraeus Kulzer. Venus bulk fill : Scientific compendium Heraeus Dental Science.
- (19) Kerr. SonicFill Dossier scientifique. Septembre 2015.
- (20) Tiba A, Zeller GG, Estrich CG, Hong A. A laboratory evaluation of bulk-fill versus traditional multi-increment-fill resin-based composites. *The Journal of the American Dental Association*. 2013; 144(10):1182-1183.
- (21) Finan L, Palin WM, Moskwa N, McGinley EL, Fleming GJ. The influence of irradiation potential on the degree of conversion and mechanical properties of two bulk-fill flowable RBC base materials. *Dental Material*. 2013; 29:906–912.
- (22) Pascal Czasch & Nicoleta Ilie. In vitro comparison of mechanical properties and degree of cure of bulk fill composites. *Clinical Oral Investigation*. 2012; 17(1):227-235.
- (23) Lassila LV, Nagas E, Vallittu PK, Garoushi S. Translucency of flowable bulk-filling composites of various thicknesses. *Chenese Journal of Dental Research*. 2012; 15 (1): 31-5.
- (24) Vreven J, Raskin A, Sabbagh J, Vermeersch G, Leloup G. Résines composites. EMC (Elsevier Masson SAS, Paris), Odontologie, 23-05-E-10, 2005.
- (25) Joyce Bassett. To bulk fill or not to bulk fill ... that is the question. *Dental Economics*. Août 2015.
- (26) Ivoclar vivadent. A fast and comfortable way of restoring teeth. Prof. Dr Jürgen Manhart, Munich, Germany. Intelligent direct restorative technique for posterior restoration.
- (27) Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *Journal of Dentistry Research*. 1984; 63(12):1396-9.
- (28) Kleverlaanet Feilzer, Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. *Dental Material*. 2005; 21(12):1150-7.
- (29) Kim RJ, Kim YJ, Choi NS, Lee IB. Polymerization shrinkage, modulus, and shrinkage stress related to tooth-restoration interfacial debonding in bulk-fill composites. *Journal of Dentistry research*. 2015; 43(4):430-9.
- (30) Hirata R, Clozza E, Giannini M, Farrokhmanesh E, Janal M, Tovar N, Bonfante EA, Coelho PG. Shrinkage assessment of low shrinkage composites using micro-computed tomography. *Journal Biomedical Material Research*. 2015; 103B:798–806.
- (31) Benetti AR, Havndrup-Pedersen C, Honoré D, Pedersen MK, Pallesen U. Bulk-fill resin composites: Polymerization contraction, depth of cure, and gap formation. *Operative dentistry*. 2015; 40:190–200.
- (32) Van Dijken JW, Pallesen. Randomized 3-year clinical evaluation of Class I and II posterior resin restorations placed with a bulk-fill resin composite and a one-step self-etching adhesive *The Journal of Adhesive Dentistry*. 2015; 17(1):81-8.

- (33) Kidd E. A. M. Microleakage: a review. *Journal of Dentistry*. 1976; 4(5):199–206.
- (34) Van Dijken JW, Pallesen U. A randomized controlled three year evaluation of "bulk-filled" posterior resin restorations based on stress decreasing resin technology. *Dental Materials*. 2014; 30(9):e245-51.
- (35) Alrahlah A, Silikas N, Watts DC Post-cure depth of cure of bulk fill dental resin-composites. *Dent Mater*. 2014; 30:149-54.
- (36) A. Moorthy, C.H. Hogg, A.H. Dowling, B.F. Gufferty, A.R. Benetti, G.J.P. Fleming. Cuspal Deflection and Microleakage in Premolar Teeth Restored with Bulk-Fill Flowable Resin-Based Composite. *Journal of Dentistry*. 2012; 40(6):500-505.
- (37) Behery H, El-Mowafy O, El-Badrawy W, Saleh B, Nabih S. J. Esthet. Cuspal Deflection of Premolars Restored with Bulk-Fill Composite Resins. *Journal of esthetic and restorative dentistry*. 2016; 28(2):122-130.
- (38) Rolly Shrivastav Agarwal, Hemlatha Hiremath, Jatin Agarwal, Ashish Garg, Evaluation of cervical marginal and internal adaptation using newer bulk fill composites: An in vitro study. *Journal of Conservative Dentistry*. 2015 ; 18:56-61.
- (39) Roggendorf MJ, Kramer N, Appelt A, Naumann M, Frankenberger R. Marginal quality of flowable 4 mm base vs conventionally layered resin composite. *Journal of Dentistry*. 2011; 39(10) 643-647.
- (40) Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. *Journal of Dental Research*. 1997; 76(8):1508-16.
- (41) Alshali RZ, Silikas N, Satterthwaite JD. Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin composites at two time intervals. *Dental Materials*. 2013; 29(9):e213-217.
- (42) Eun-Ha Kim, Kyoung-Hwa Jung, Sung-Ae Son, Bock Hur, Yong-Hoon Kwon, and Jeong-Kil Park . Effect of resin thickness on the microhardness and optical properties of bulk-fill resin composites. *Restorative Dentistry & Endodontics*. 2015; 40(2):128–135.
- (43) Ernst CP, Willershausen B, et al. Clinical study on SonicFill in posterior teeth, Final report after two years; comparison to baseline, 3-, 6- months and one year. Johannes Gutenberg University. Mainz, Germany. *American Journal of dentistry*. 2012;25(3):131-135.
- (44) Manhart J, Chen H, Hamm G, Hickel R. Buonocore Memorial Lecture. Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. *Operative Dentistry*. 2004; 29:481-508.
- (45) Van Dijken JW, Pallesen U. A randomized controlled three year evaluation of "bulk-filled" posterior resin restorations based on stress decreasing resin technology. *Dental Materials*. 2014; 30(9):e245-51.
- (46) Tauböck T, Attin T. Bulk-fill resin composites: An update (Allemagne). *Swiss Dental Journal*. 2016; 126:694–695
- (47) Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *Journal Biomedical Material Restorative*. 1999; 48(5):675-81.

- (48) M Par, O Gamulin, D Marovic, E Klaric, Z Tarle. Raman Spectroscopic Assessment of Degree of Conversion of Bulk-Fill Resin Composites – Changes at 24 Hours Post Cure. *Operative Dentistry*. 2015; 40(3):92-101.
- (49) Ruyter IE, Svendsen SA. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. *Acta Odontologica Scandinavica*. 1978; 36(2):75-82.
- (50) E. Asmussen, K Jorgensen. Fatigue strength of some resinous materials. *Européan Journal of Oral*. Février 1982; 90(1):76-79.
- (51) J.E. McKinney W. Wu. Relationship Between Subsurface Damage and Wear of Dental Restorative Composites. *Journal of Dental Research*. 1982; 61(9).
- (52) Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *Journal of Biomedical Materials Research*. 1986 Janvier; 20(1):121-31.
- (53) Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater*. 1985; 1(1):11-14.
- (54) Eliades T, Eliades G, Bradley T G, Watts D C. Degree of cure of orthodontic adhesives with various polymerization initiation modes. *European Journal of Orthodontics*. 2000; 22:395-399.
- (55) Leprince JG, Leveque P, Nysten B, Gallez B, Devaux J, Leloup G New insight into the « depth of cure » of diméthacrylate based dental composites. *Dental Materials*. 2012; 28(5):512-520.
- (56) Krikfa S, Seidenader C, Hiller KA, Schmatz G, Schweikl H. Oxidative stress and cytotoxicity generated by dental composites in human pulp cell. *Clinical Oral Investigation*. 2012; 16(1):215-224.
- (57) Fleming GJ, Awan M, Cooper PR, Sloan AJ. The potential of resin composites to be cured to a 4 mm depth. *Dental Materials*. 2008; 24 (4) 522-529.
- (58) 3M ESPE™. Filtek Bulk Fill™. Technical Product Profile. 2005 Mai.
- (59) Heraeus Kulzer™. Venus™ : Mode d'emploi. 2010 Mai.
- (60) Voco X-tra Base. Instructions for use.
- (61) Dentsply™. Quixfil™: Mode d'emploi. 2004 Décembre.
- (62) Voco. X-tra fil : Mode d'emploi. 2010 Mai.
- (63) SonicFill portfolio of scientific research. Consultation en ligne : <https://www.kerrdental.com/kerr-restoratives/sonicfill-2-single-fill-composite-system>.
- (64) 3MESPE : Filtek Bulk Fill Postérieur restorative technical product profile. 2015.
- (65) Filtek Bulk Fill Restauration postérieure - Mode d'emploi.
- (66) Ivoclar Vivadent. Tetric EvoCeram Bulk Fill : Scientific documentation. 2004 Octobre.
- (67) Case Book Tetric Evoceram. Consultation internet du PDF.

- (68) Witec. Alpha 3000 Raman. Consultation en ligne : <http://www.witec.de/products/alpha300-series/alpha300-r-confocal-raman-imaging/>.
- (69) M.-P. Gageot, « Spectroscopie optique ». Laboratoire LAMBE - Université Evry, 2008-2007.
- (70) « Molecular vibration - Wikipedia, the free encyclopedia ». Consultation en ligne le 23.2.2017 sur: [http://en.wikipedia.org/wiki/Molecular\\_vibration](http://en.wikipedia.org/wiki/Molecular_vibration).
- (71) Biophysique research. Spectrométrie Raman. 2013.
- (72) Rueggeberg FA. Determination of resin cure using infrared analysis without an internal standard. *Dental Materials*. 1994; 10:282–286.
- (73) Yap AU, Tan CH, Chung SM. Wear behavior of new composite restoratives. *Operative Dentistry*. 2004; 29:269-274.
- (74) S. Bucata et N. Ilie, Light transmittance and micro-mechanical properties of bulk fill vs. conventional resin based composites. *Clinical Oral Investigation*. Novembre 2014; 18(8):1991-2000.
- (75) Mohamad D, Young RJ, Mann AB, Watts DC. Post Polymerization of dental resin composite evaluated with nanoindentation and micro-Raman spectroscopy. *Archives of Orofacial Sciences*. 2007; 2:26–31.
- (76) Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. The effect of filler and silane content on conversion of resinbased composite. *Dental Materials*. 2003; 19(4) 327-333.
- (77) Rastelli AN, Jacomassi DP, Faloni AP, Queiroz TP, Rojas SS, Bernardi MI, Bagnato VS, Hernandez AC. The Filler Content of the Dental Composite Resins and Their Influence on Different Properties. *Microscopy Research and Technique*. 2012 Juin; 75(6):758-765.
- (78) Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater*. 1985; 1:11-14.
- (79) Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylatebased dental resins. *Biomaterials* 2002; 23:1819-1829.
- (80) Emami et Söderholm. Young's Modulus and Degree of Conversion of Different Combination of Light-Cure Dental Resins. *The Open Dentistry Journal*. 2009; 3:202-207.
- (81) Yazici AR, Müftü A, Kugel G, Perry RD. Comparison of temperature changes in the pulp chamber induced by various light curing units, in vitro. *Oper Dent*. 2006 avril; 31(2):261-265.
- (82) Mills RW, Jandt KD, Ashworth SH. Dental composite depth of cure with halogen and blue light emitting diode technology. *Br Dent J*. 1999 avril; 186(8):388-391.
- (83) Leung RL, Kahn RL, Fan PL. Comparison of depth of polymerization evaluation methods for photo-activated composite. *Journal of Dental Research*. 1984; 63:292.
- (84) Dewald JP, Ferracane JL. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *Journal of Dental Research*. 1987; 66:727-730.

- (85) Dr. Mehboob Peeran, K.G Srinivasamurthy. Comparison of Raman and IR Spectroscopy.2005. Consultation internet en ligne le 2/2/2017 : <http://www.chemvista.org/ramanIR4.html>.
- (86) David Exline. Comparison of Raman and FTIR Spectroscopy: Advantages and Limitations. Octobre 2013.
- (87) Knežević A, Ristić A, Tarle Z, Pichler G, Musić S. Degree of conversion and temperature increase during composite polymerisation with LED units of different intensity. *Acta Stomatologica Croatica*. 2008; 42(1):19-29.
- (88) Alshali RZ, Salim NA, Satterthwaite JD, Silikas N. Post-irradiation hardness development, chemical softening, and thermal stability of bulk-fill and conventional resin-composites. *Journal of Dentistry*. 2015; 43(2):209-18.
- (89) Akram S, Ali Abidi SY, Ahmed S, Meo AA, Qazi FU. Effect of different irradiation times on microhardness and depth of cure of a nanocomposite resin. *Journal of the College of Physicians and Surgeons Pakistan*. 2011; 21:411–4.
- (90) Abbas G, Fleming GJ, Harrington E, Shortall AC, Burke FJ. Cuspal movement and microleakage in premolar teeth restored with a packable composite cured in bulk or in increments. *Journal of Dentistry*. 2003; 31(6):437-44.
- (91) Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dental Materials*. 2000; 16(4):292-6.
- (92) Emami N, Söderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *European Journal Oral Science*. 2003; 111(6):536-42.
- (93) Price RB, Labrie D, Rueggeberg FA, Sullivan B, Kostylev I, Fahey J. Correlation between the beam profile from a curing light and the microhardness of four resins. *Dental Material*. 2014; 30(12):1345-57.
- (94) Michaud PL, Price RB, Labrie D, Rueggeberg FA, Sullivan B. Localised irradiance distribution found in dental light curing units. *Journal of Dentistry*. 2014; 42(2):129-39.
- (95) Burtscher P. Stability of radicals in cured composite materials. *Dental Materials*. 1993; 9(4) 218-221.
- (96) Tarumi H, Imazato S, Ehara A, Kato S, Ebi N, Ebisu S. Post-irradiation polymerization of composites containing bis-GMA and TEGDMA. *Dent Mater*. 1999; 15(4):238-42.
- (97) Schneider LFJ, Pfeifer CSC, Consani S, Prahl SA, Ferracane JL. Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. *Dental Materials*. 2008; 24(9):1169-1177.
- (98) Vallittu PK. Oxygen inhibition of autopolymerization of polymethylmethacrylate-glass fibre composite. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. 1997; 8(8):489-92.
- (99) Domitille Brygo. Etude expérimentale sur la rétraction de polymérisation et le degré de conversion des composites Bulk fill. Thèse Université Montpellier 2015.

- (100) Fanny Melchio. Etude expérimentale de mesure du degré de conversion et des taux d'absorption/solubilité des nouveaux composites « Bulk Fill ». Thèse université Montpellier 2013.
- (101) E. Lempel, Z. Czibulya, B. Kovács, J. Szalma, Á. Tóth, S. Kunsági-Máté, Z. Varga and K. Böddi. Degree of Conversion and BisGMA, TEGDMA, UDMA Elution from Flowable Bulk Fill Composites. *International Journal of Molecular Science*. 2016; 17(5):732.
- (102) Y.A. Abed, H.A. Sabry, N.A. Alrobeigy. Degree of conversion and surface hardness of bulk-fill composite versus incremental-fill composite. *Tanta Dental Journal*. 2015; 12:71-80.
- (103) Ilie N, Stark K. Curing behaviour of high-viscosity bulk-fill composites. Department of Operative/Restorative Dentistry, Periodontology and Pedodontics, Ludwig-Maximilians-University of Munich, Goethestr. 70, 80336 Munich, Germany 2014.
- (104) *Cecilia Goracci, Milena Cadenaro, Luca Fontanive, Giuseppe Giangrosso, Jelena Juloski, Alessandro Vichi, Marco Ferrari*. Polymerization efficiency and flexural strength of low-stress restorative composites. *Dental Materials*. 2014; 30(6):688-694.
- (105) J.Zorzin, E. Maier, S. Harre, T. Fey, R. Belli, U. Lohbauer, A. Petschelt, M. Taschuer. Bulk Fill resine composite: Polymérisation properties and extended light curing. *Dental Material*. 2014; 293-301.
- (106) P. Yu, AUJ Yap, XY Wang. Degree of conversion and polymérisation shrinkage of Bulk fill resin based composites. *Operative Dentistry*. 2017; 42(1):82-89.
- (107) Celine DAHER. Analyse par spectroscopies Raman et infrarouge de matériaux naturels organiques issus d'objets du patrimoine : méthodologies et applications.

## SERMENT D'HIPPOCRATE

« En présence des Maîtres de cette Faculté, de mes chers condisciples,  
Dans le respect de l'esprit du Serment d'HIPPOCRATE,  
Médecin Grec né en 460 avant Jésus Christ dans l'île de Cos,  
Père de la Médecine et des Sciences Médicales, Auteur du Corpus Hippocraticum,  
Je promets et je jure d'être fidèle aux lois de l'honneur et de la probité  
Dans l'exercice de la Médecine et de la Chirurgie Dentaire,  
Conformément aux règles prescrites par le Code de Déontologie  
Et de la Santé Publique,  
Dictant les Lois de l'éthique, de la morale et de la dignité de la personne humaine.  
Admis dans l'intimité des maisons, des familles et des personnes,  
Mes yeux n'y verront pas ce qui s'y passe;  
Ma langue taira les secrets qui me seront confiés  
Et mon état ne servira pas à corrompre les mœurs ni à favoriser le crime.  
Respectueux et reconnaissant envers mes Maîtres,  
Je rendrai à leurs enfants l'instruction que j'ai reçue de leurs pères.  
Que les hommes m'accordent leur estime si je suis fidèle à mes promesses.  
Que je sois couverte d'opprobre et méprisée de mes confrères si j'y manque. »



## Approbation – Improbation

Les opinions émises par les dissertations présentées, doivent être considérées comme propres à leurs auteurs, sans aucune approbation ou improbation de la Faculté de Chirurgie dentaire (1).

Lu et approuvé,

Vu,  
Nice, le

Le Président du jury,

Le Doyen de la Faculté de  
Chirurgie Dentaire de l'UNS

Professeur

Professeur Armelle MANIERE

(1) Les exemplaires destinés à la bibliothèque doivent être obligatoirement signés par le Doyen et par le Président du Jury.

# ÉTUDE EXPÉRIMENTALE PAR SPECTROMÉTRIE RAMAN DU DEGRÉ DE CONVERSION DE 10 COMPOSITES « BULK-FILL »

**Thèse :** Chirurgie dentaire Nice 2017 n° 42-57-17-11

**Directeur de thèse :** Docteur BRULAT Nathalie

**Mots Clés :** Composite Bulk-Fill, Profondeur de polymérisation, Degré de conversion, Spectrométrie Raman

## **Résumé :**

Les composites Bulk-Fill (CBF) sont des résines composites qui permettent une obturation en masse des pertes de substances postérieures volumineuses de plus de 4mm de profondeur. L'objectif de cette étude « in-vitro » est d'évaluer la profondeur de polymérisation de 10 composites Bulk-Fill sur une épaisseur de 6 mm, par une technique de mesure directe : le degré de conversion (DC).

Matériel et méthode : les composites Bulk-Fill étudiés sont : le Filtek™ en teinte A2 et Universelle, le Vénus™, le SDR™, le X-tra Base™, le Quixfil™, le X-tra Fil™, le Sonic™, le Filtek™ Postérieur et le Tétric EvoCeram™ Bulk-Fill. Un composite « conventionnel » a été choisi comme témoin: le Tétric EvoCeram™. Dix cylindres de chaque composite sont élaborés avec des moules en téflon. Ces derniers sont polymérisés avec une lampe LED Bluephase 20i d'Ivoclar™, pendant 40 s à 1050mW/cm<sup>2</sup>. Les échantillons sont stockés, pendant 24 heures, dans une étuve à 37° puis polis. On estime ensuite la profondeur de polymérisation avec la mesure du DC en spectrométrie Raman. Les mesures sont effectuées à 0.1, 1, 2, 4, 5 et 6 mm de profondeur.

En conclusion : la profondeur de polymérisation est suffisante à 6mm pour : Filtek BF fluide U-A2, Venus BF, X-tra Fil, SonicFill, QuiXFil. Bien que, pour Venus BF, Filtek BF postérieur et Sonicfill, on note des différences statistiquement significatives entre les différentes profondeurs d'un même matériau. La profondeur de polymérisation du SDR bien qu'acceptable à 0, 1, 2 et 4 mm passe en dessous des 50% à 5 et 6mm. Cependant les statistiques ne révèlent aucune différence significative entre les différentes profondeurs du SDR. Le Tétric EvoCeram BF a une profondeur de polymérisation acceptable à 0,1 et 2 mm mais pas à 4, 5 et 6 mm avec une différence statistiquement significative entre ces 2 groupes de profondeurs. La profondeur de polymérisation est insuffisante pour le X-tra Base, c'est à dire inférieure à 50% à toutes les profondeurs étudiées.