



HAL
open science

Caractérisation de la dent MIH à l'aide de la diffusion Brillouin : rédaction d'un protocole et expérimentation

Stéphanie Quach

► **To cite this version:**

Stéphanie Quach. Caractérisation de la dent MIH à l'aide de la diffusion Brillouin : rédaction d'un protocole et expérimentation. Sciences du Vivant [q-bio]. 2020. dumas-03145318

HAL Id: dumas-03145318

<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03145318>

Submitted on 18 Feb 2021

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.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License

AVERTISSEMENT

Cette thèse d'exercice est le fruit d'un travail approuvé par le jury de soutenance et réalisé dans le but d'obtenir le diplôme d'État de docteur en chirurgie dentaire. Ce document est mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt toute poursuite pénale.



UNIVERSITÉ DE PARIS

UFR D'ODONTOLOGIE - MONTROUGE

Année 2020

N° M045

THÈSE

POUR LE DIPLÔME D'ÉTAT DE DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE

Présentée et soutenue publiquement le : 22 juin 2020

Par

Stéphanie QUACH

**Caractérisation d'une dent MIH à l'aide de la diffusion Brillouin :
rédaction d'un protocole et expérimentation**

Dirigée par Mme le Docteur Marianne Lagarde

JURY

Mme le Professeur Élisabeth Dursun

Présidente

M. le Docteur Jean-Pierre Attal

Assesseur

M. le Docteur Olivier Le May

Assesseur

Mme le Docteur Marianne Lagarde

Assesseur



Tableau des enseignants de l'UFR

DÉPARTEMENTS	DISCIPLINES	PROFESSEURS DES UNIVERSITÉS	MAÎTRES DE CONFÉRENCES
1. DÉVELOPPEMENT, CROISSANCE ET PRÉVENTION	ODONTOLOGIE PÉDIATRIQUE	Mme DAVIT-BÉAL Mme DURSUN Mme VITAL	M. COURSON Mme JEGAT Mme SMAIL-FAUGERON Mme VANDERZWALM
	ORTHOPÉDIE DENTO-FACIALE		Mme BENAHMED M. DUNGLAS Mme KAMOUN Mme LE NORCY
	PRÉVENTION, ÉPIDÉMIOLOGIE, ÉCONOMIE DE LA SANTÉ ET ODONTOLOGIE LÉGALE	Mme FOLLIGUET M. PIRNAY	Mme GERMA M. TAVERNIER
2. CHIRURGIE ORALE, PARODONTOLOGIE, BIOLOGIE ORALE	PARODONTOLOGIE	Mme COLOMBIER Mme GOSSET	M. BIOSSE DUPLAN M. GUEZ
	CHIRURGIE ORALE	M. MAMAN Mme RADOI	Mme EJEIL M. GAULTIER M. HADIDA M. MOREAU M. NGUYEN Mme TAÏHI
	BIOLOGIE ORALE	Mme CHAUSSAIN M. GOGLY Mme SÉGUIER Mme POLIARD	M. ARRETO Mme BARDET (MCF) Mme CHARDIN M. FERRE M. LE MAY
3. RÉHABILITATION ORALE	DENTISTERIE RESTAURATRICE ENDODONTIE	Mme BOUKPESSI Mme CHEMLA	Mme BERÈS Mme BESNAULT M. BONTE Mme COLLIGNON M. DECUP Mme GAUCHER
	PROTHÈSES	Mme WULFMAN	M. CHEYLAN M. DAAS M. DOT M. EID Mme FOUILLOUX-PATEY Mme GORIN M. RENAULT M. RIGNON-BRET M. TRAMBA
	FONCTION-DYSFONCTION, IMAGERIE, BIOMATÉRIAUX	M. SALMON	M. ATTAL Mme BENBELAID Mme BENOÎT A LA GUILLAUME (MCF) M. BOUTER M. CHARRIER M. CHERRUAU M. FLEITER Mme FRON CHABOUIS Mme MANGIONE Mme TILOTTA
	PROFESSEURS ÉMÉRITES	M. BÉRENHOLC Mme BRION M. LASFARGUES M. LAUTROU M. LEVY	M. PELLAT M. PIERRISNARD M. SAFFAR Mme WOLIKOW

Liste mise à jour le 04 novembre 2019

Remerciements

À Mme le Professeur Élisabeth Dursun

Docteur en Chirurgie dentaire

Ancien Interne des Hôpitaux

Docteur de l'Université Paris 13

Habilitée à Diriger des Recherches

Professeur des Universités, UFR d'Odontologie - Montrouge

Praticien Hospitalier, Assistance Publique-Hôpitaux de Paris

Je vous remercie de l'honneur que vous me faites en acceptant de présider ce jury de thèse d'exercice. Veuillez recevoir l'expression de ma reconnaissance et de mon plus grand respect.

À M. le Docteur Jean-Pierre Attal

Docteur en Chirurgie dentaire

Docteur de l'Université Paris Descartes

Habilité à Diriger des Recherches

Maître de Conférences des Universités, UFR d'Odontologie - Montrouge

Praticien Hospitalier, Assistance Publique-Hôpitaux de Paris

Vice-Doyen de l'UFR d'Odontologie - Montrouge

Qui me fait l'honneur de siéger dans ce jury de thèse. Veuillez recevoir l'expression de ma reconnaissance et de mon plus grand respect.

À M le Docteur Olivier Le May

Docteur en Chirurgie dentaire

Docteur en Sciences odontologiques

Docteur en Sciences

Maître de Conférences des Universités, UFR d'Odontologie - Montrouge

Praticien Hospitalier, Assistance Publique-Hôpitaux de Paris

Chevalier de l'ordre des palmes académiques

Qui a été très patient et à l'écoute. Qui me fait l'honneur de siéger dans ce jury de thèse. Veuillez recevoir l'expression de ma reconnaissance et de mon plus grand respect.

À Mme le Docteur Marianne Lagarde

Docteur en Chirurgie dentaire

Assistant Hospitalo-Universitaire, UFR d'Odontologie - Montrouge

Qui a accepté de diriger ma thèse et qui m'a énormément aidé, transmis, enseigné durant ce travail et qui me fait l'honneur de siéger dans ce jury. Veuillez recevoir l'expression de ma reconnaissance et de mon plus grand respect.

A M le Professeur Philippe Pirnay, qui m'a beaucoup encouragé en clinique.

A l'ensemble des enseignants de l'UFR d'Odontologie de Montrouge, qui transmettent leurs savoirs et permettent de former des futurs chirurgiens-dentistes dans dans la société.

A Alexis Peyroutet, qui a été présent quelles qu'en soient les circonstances et à qui je dois beaucoup.

A ma famille et mes amis, qui m'ont encouragé et soutenue tout le long du cursus.

A mes camarades de Créteil, à qui je souhaite à tous la réussite.

Table des matières

ABRÉVIATIONS	2
INTRODUCTION	3
1 : CONTEXTE	4
1.1 PRESENTATION ET NOTIONS DE PHYSIQUE	4
1.2 LA DIFFUSION BRILLOUIN	6
1.2.1 <i>Fonctionnement</i>	6
1.2.2 <i>L'utilisation en odontologie</i>	8
1.3 CARACTERISATION DE LA DENT ATTEINTE DE MIH	14
1.3.1 <i>Définition et principe</i>	14
1.3.2 <i>Intérêt de la caractérisation de la dent atteinte de MIH par la diffusion Brillouin</i>	14
2 : APPLICATION DU PROTOCOLE ET INTERPRETATION DES RESULTATS	19
2.1 PROTOCOLE POUR LA DIFFUSION BRILLOUIN	19
2.1.1 <i>Laboratoire</i>	19
2.1.2 <i>Matériels</i>	19
2.1.3 <i>Données nécessaires et calculs</i>	22
2.2 RESULTATS	23
2.3 ANALYSE ET DISCUSSION	25
CONCLUSION	27
BIBLIOGRAPHIE	28
TABLE DES FIGURES	31
TABLE DES TABLEAUX	32

Abréviations

ICDAS : *International Caries Detection and Assessment System*

ISL : Intervalle Spectral Libre

FE-SEM : *Field emission scanning electronic microscope* (en français « Microscope Electronique à Balayage à émission de champ »)

FIB : *Focused Ion Beam* (en français « Sonde ionique focalisée »)

FWHM : *Full Width at Half Maximum* (en français « Largeur à mi hauteur »)

MEB : Microscope Electronique à Balayage

MIH : *Molar Incisor Hypomineralisation* (en français « Hypominéralisation Molaire-Incive »)

Micro-CT : *Micro Computer Tomography* (en français « Microtomographie »)

Nano-CT : *Nano Computer Tomography* (en français « nanotomographie »)

TEM : *Transmission Electron Microscopy* (en français « Microscopie Électronique en Transmission »)

VIPA : *Virtually Imaged Phase Array*

Introduction

En odontologie, la prévalence des dents atteintes de MIH (*Molar Incisor Hypomineralisation*, en français « Hypominéralisation Molaire-Incive ») a fortement augmenté depuis les premières occurrences sous le nom de « *cheese molars* » pour atteindre aujourd'hui une prévalence de 15 %.¹ De nombreuses études ont été menées pour analyser la structure, les propriétés mécaniques et chimiques de l'émail hypominéralisé. Toutes ces études ont été recensées dans une revue narrative de 2017.² Vingt trois études ont été publiées entre 2000 à 2017 sur des dents atteintes de MIH. A travers cette revue narrative on peut voir aussi l'évolution des techniques d'analyse allant du microscope optique (aspect visuel en surface), de la technique de nanoindentation (contraste mécanique en surface) à la tomographie par rayon X assistée par ordinateur (morphologie 3D). Au fil du temps, de nouvelles techniques se développent, plus performantes, plus précises, et elles sont testées dans différents domaines afin d'apporter de nouvelles méthodes d'approche. C'est le cas de la diffusion inélastique de la lumière par des ondes acoustiques, dite diffusion Brillouin.

La diffusion Brillouin est une technique d'analyse encore peu utilisée en odontologie, bien que relativement ancienne, et s'étant considérablement développée dans de nombreux autres domaines depuis ces cinquante dernières années. Elle a pour avantage de pouvoir analyser localement à l'échelle micronique ($\sim 10 \mu\text{m}$) et submicronique ($0,5 \mu\text{m}$) les propriétés élastiques mais surtout d'être une technique non destructrice et non-invasive. Elle permet l'étude des propriétés biomécaniques de matériaux, notamment leurs propriétés élastiques, grâce au couplage entre un faisceau laser incident et une onde acoustique qui se propage dans le milieu. A travers cette thèse, nous allons voir si cette technique peut être pertinente dans l'étude des dents atteintes de MIH afin de distinguer les zones saines des zones altérées.

Nous allons dans un premier temps rappeler le principe de la diffusion Brillouin puis dans un deuxième temps, appliquer cette technique en odontologie, précisément pour la caractérisation de la dent atteinte de MIH.

¹ Schwendicke et al., « Global burden of molar incisor hypomineralization ».

² Elhennawy et al., « Structural, mechanical and chemical evaluation of molar-incisor hypomineralization-affected enamel : a systematic review ».

1 : Contexte

1.1 Présentation et notions de physique

Léon Brillouin (1889-1969) était un enseignant en physique théorique. Témoin et acteur de la révolution quantique, il est un scientifique au spectre d'intérêt très large qui s'inscrit dans la physique moderne, notamment dans le domaine des ondes. C'est après la Seconde Guerre Mondiale, qu'il analyse l'interaction entre une onde lumineuse incidente et les ondes de vibrations de solides. Il découvre alors un couplage entre les deux types d'onde, un faible échange d'énergie qui se traduit par une lumière diffusée dans toutes les directions de l'espace, avec une fréquence (ou une longueur d'onde) légèrement décalée de celle incidente. Il le nomma d'après son nom, effet Brillouin. Si l'on fixe la direction du faisceau incident et celle du faisceau diffusé, alors la direction de l'onde acoustique sera aussi fixée.

A partir des années 60, l'effet Brillouin sera de plus en plus utilisé, grâce au développement d'une nouvelle source de lumière monochromatique plus intense, le laser, qui augmente son efficacité et facilite sa mise en œuvre. Aujourd'hui encore, c'est un outil essentiel pour accéder de façon fine aux propriétés élastiques des solides³, le plus souvent transparents, mais pouvant être aussi opaques.

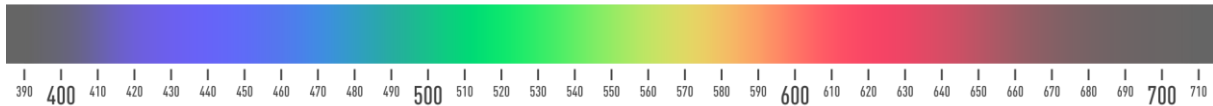
Afin de faciliter la compréhension de la suite de l'exposé, nous devons définir plusieurs notions :

- Une onde acoustique est une perturbation mécanique (dans notre application, ce sera une onde de compression-dilatation du milieu qui vibre et se propage selon la même direction) qui se propage dans un milieu matériel. C'est une onde élastique. La quasi-particule associée à cette onde est appelée phonon. Les grandeurs physiques associées à une onde acoustique sont indiquées en majuscule et les vecteurs en gras.
- Une onde lumineuse est une onde électromagnétique dont la longueur d'onde λ correspond au spectre visible 400-800 nm (cf. figure 1). A une longueur d'onde λ_0 on associe une fréquence f égale à $f = c/\lambda_0 = v/\lambda$ avec c = célérité de l'onde qui est de 3×10^8 m/s dans le vide, v et λ la vitesse et la longueur d'onde respectivement dans un milieu matériel. L'indice optique n du milieu transparent est défini par $n = c/v = \lambda_0/\lambda$. Une onde électromagnétique n'a pas besoin

³ Mosseri, « Léon Brillouin : des ondes à l'information ».

d'un milieu matériel pour se propager, contrairement à une onde acoustique. La particule associée à cette onde est le photon. Les abréviations sont en minuscules.

Figure 1 : Spectre visible avec la longueur d'onde en nanomètre (nm)



Source : Bhutajata, « Visible spectrum on a linear scale », 2017.

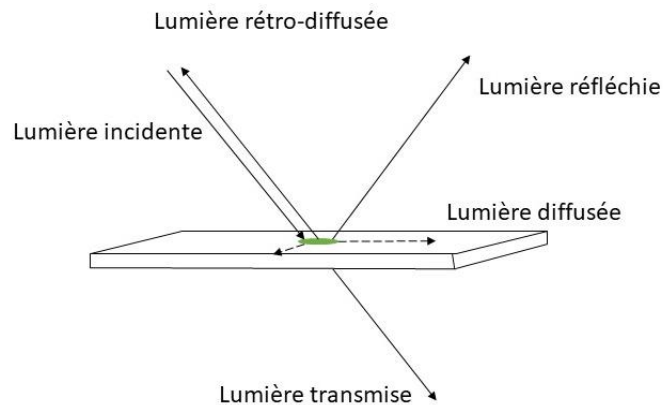
- A chaque onde on associe un vecteur d'onde nommé \mathbf{k} (\mathbf{K}) dont le module est $2\pi/\lambda$ ($2\pi/\Lambda$). La polarisation de l'onde est sa direction de vibration ou de variation de son amplitude.
- Les propriétés élastiques d'un matériau sont des propriétés qui caractérisent la réponse d'un milieu à l'action d'une sollicitation mécanique (contrainte σ ou déformation ε) selon la loi de Hooke.
- Un matériau est isotrope lorsqu'il a des propriétés physiques identiques mesurées selon toutes les directions de l'espace, ce qui n'est pas le cas de la dent, matériau composite, qui est donc anisotrope mais aussi à gradient de propriétés.
- Dans un milieu isotrope, le module de Young peut être appliqué pour observer la déformation. Toutefois dans un milieu anisotrope comme la dent, il est nécessaire de passer par un calcul de matrice et donc la loi de Hooke s'écrit, de manière simplifiée en matricielle, avec $[\sigma] = [C].[\varepsilon]$ où C représente un tenseur (facteur) d'un certain ordre et d'une certaine dimension et ce afin de permettre les calculs.
- La vitesse du son d'une onde longitudinale est $V_L = (C_{11}/\rho)^{1/2}$ souvent approximée par $(E/\rho)^{1/2}$ où ρ est la masse volumique du milieu et 11 étant l'indice désignant le module d'élasticité longitudinale.

1.2 La diffusion Brillouin

1.2.1 Fonctionnement

La technique de la diffusion Brillouin consiste à focaliser un faisceau laser incident sur un échantillon et à analyser dans une direction de l'espace la lumière diffusée. La figure 2 présente un schéma très simplifié (absence des optiques) du principe et indique la géométrie de rétro-diffusion, la plus pratique à mettre en œuvre en laboratoire. Le couplage entre lumière et les excitations acoustiques se fait dans le volume du matériau avec le faisceau incident réfracté.

Figure 2 : Schéma simplifié de la géométrie du faisceau incident et de la lumière rétro-diffusée (géométrie la plus pratique en laboratoire)



Source : Auteur, 2020.

Notre faisceau laser incident (vecteur d'onde \mathbf{k}_i) est une onde monochromatique de longueur d'onde $\lambda = 532 \text{ nm}$, donc de couleur verte, et de fréquence incidente $f_i = c_0/\lambda$.

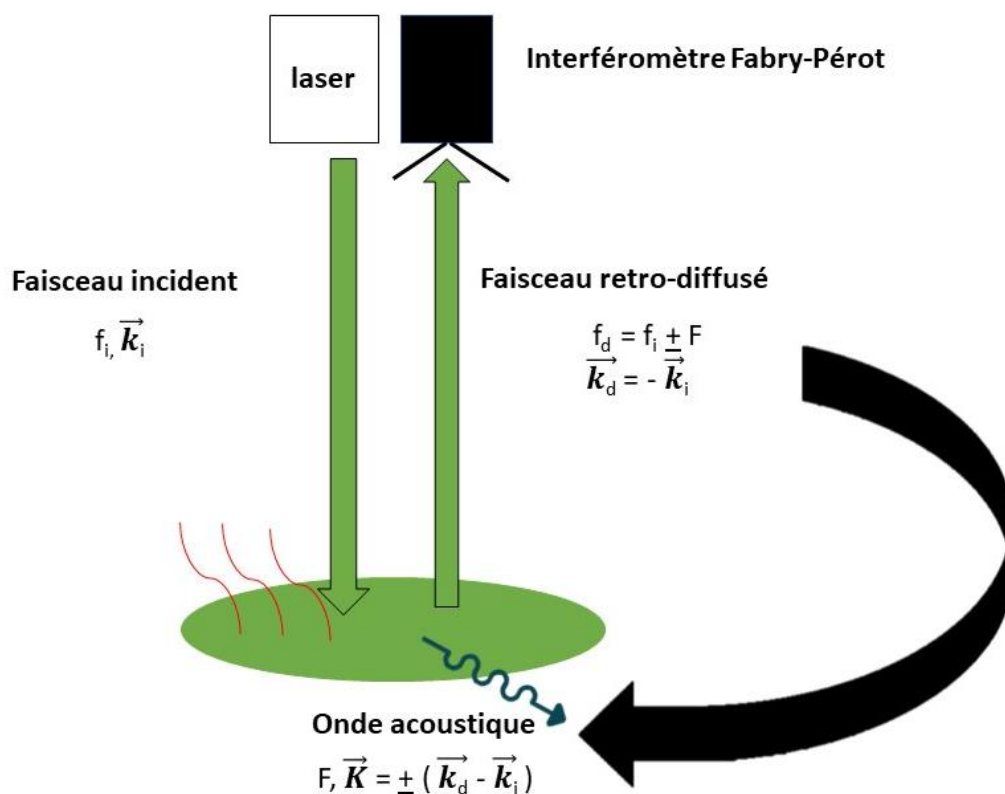
Le faisceau laser en venant toucher la cible sera diffusé inélastiquement via la modulation du réseau optique. La modulation est créée par les déplacements de l'onde acoustique (naturellement provoquée par l'agitation thermique du réseau atomique) lors de son passage, au point de focalisation de la lumière. Ces phonons constituent des ondes acoustiques de faibles amplitudes de vecteur d'onde \mathbf{K} avec une fréquence F .

Une onde lumineuse de fréquence f_d et de vecteur d'onde \mathbf{k}_d est diffusée, différente de la fréquence initiale f_i . Ce décalage fréquentiel ($f_d = f_i \pm F$) de la lumière diffusée par l'onde acoustique de vecteur d'onde ($\mathbf{K} = \pm (\mathbf{k}_d - \mathbf{k}_i)$) dans le volume du milieu, est mesuré à l'aide d'un interféromètre de type Fabry-

Pérot et permet de déterminer la vitesse des ondes acoustiques au niveau du point de focalisation de la lumière dans le volume du matériau. Car, en respectant le principe de conservation d'énergie, l'onde lumineuse diffusée de vecteur d'onde \mathbf{k}_d est différente du vecteur \mathbf{k}_i de l'onde incidente et la différence entre ces deux vecteurs d'ondes est égale ou opposée au vecteur d'onde \mathbf{K} de l'onde acoustique. En d'autres termes, cela correspond à la création, dites diffusion « Stokes » ($f_d = f_i - F$), ou à l'annihilation, diffusion « anti-Stokes » ($f_d = f_i + F$) d'un phonon acoustique grâce à l'interaction d'un photon avec la matière. ⁴

La géométrie la plus souvent exploitée car plus pratique, est la rétro-diffusion. Nous avons alors les relations suivantes : $\mathbf{k}_d = -\mathbf{k}_i$ donc $\mathbf{K} = 2n \mathbf{k}_i$ et la vitesse de l'onde acoustique $V_L = F \lambda / (2n)$. Il faut noter que l'indice optique n du milieu doit être connu. La figure 3 schématise le phénomène avec la légende.

Figure 3 : Schéma du principe de l'effet Brillouin

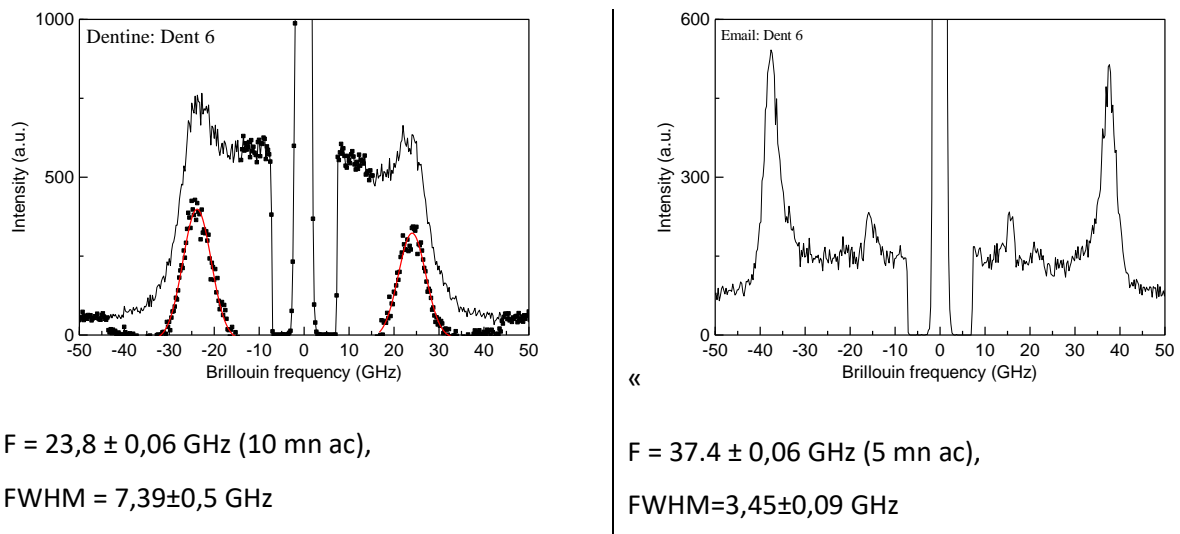


Source : Auteur, 2020.

⁴ Moch, Djemia, et Ganot, « Un outil pour l'étude des propriétés élastiques des couches et multicouches minces : la spectroscopie Brillouin ».

Ces données sont ensuite illustrées à travers un spectre Brillouin (cf. figure 4), dans notre cas, un pour la dentine et un pour l'émail. On pourra à partir de ces spectres déterminer la vitesse d'une onde longitudinale et le module élastique longitudinal $M = C_{11}$ par la position F du pic Brillouin. La viscosité dynamique η associée à la largeur à mi hauteur du pic, appelée FWHM (Full Width at Half Maximum), ne sera pas décrite dans ce travail. Nous nous contenterons de suivre le paramètre brut d'expérience FWHM.

Figure 4 : Exemples de spectre Brillouin en rétro-diffusion, à gauche, de la dentine et à droite, de l'émail, plus rigide



Source : Pr Djemia, 2020.

1.2.2 L'utilisation en odontologie

La diffusion Brillouin est utilisée le plus souvent en physique du solide lors d'études sur la fibre optique, du verre de silice, des films minces ou des liquides. La médecine s'approprie de plus en plus cet outil alors qu'en odontologie, il est encore très peu évoqué, contrairement à la diffusion Raman. Une recherche sur PubMed en mars 2020 avec les mots clés « *Brillouin scattering* » nous permet de trouver 1 849 résultats. Le fait d'y associer « *teeth OR tooth OR dental* » fait chuter le nombre de résultat à 1 tandis que l'utilisation des termes « *Raman scattering* » (31 879 résultats) associé à « *teeth OR tooth OR dental* » fait apparaître 265 articles.

Le seul article repéré liant la diffusion Brillouin et les dents est sorti en janvier 2020 et s'intéresse aux différences des propriétés mécaniques des différents tissus dentaires (émail sain, dentine cariée, interface entre adhésif et dentine).⁵

Nous avons donc utilisé le moteur de recherche Google Scholar, la base de données Web of Science et le réseau social Researchgate qui nous ont permis de trouver d'autres articles sur la technique.

Nous avons sélectionné dans le Tableau 1 quelques articles utilisant la diffusion Brillouin dans l'objectif de mettre en avant les avantages de cette technique et de déterminer un protocole applicable à notre substrat.

⁵ Lainović et al., « Micromechanical imaging of dentin with Brillouin microscopy ».

Tableau 1 : Analyse de quatre articles sur la diffusion Brillouin dans le domaine médical

Titre, auteurs, année de parution	Résumé	Matériel	Apport sur la diffusion Brillouin	Apport protocolaire
<p>Suivi des propriétés biomécaniques de lésion néoformé au voisinage d'un implant en titane par diffusion Brillouin.</p> <p>R.Vayron, M. Matsukawa, R.Tsubota, V. Mathieu, G.Haiat, 2014⁶</p>	<p>Etudes des propriétés biomécaniques de l'os néoformé au voisinage (200 µm de distance) d'un implant en titane par diffusion Brillouin :</p> <p>Mesures des vitesses d'ondes élastiques à 7 et 13 semaines de l'os néo formé et mature puis analyse par histologie.</p> <p>Les résultats montrent que les moyennes des vitesses sont plus faibles dans l'os néoformé que mature, car histologiquement l'os néoformé est moins minéralisé.</p>	<p>Le dispositif de mesure par la diffusion Brillouin présente :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Un interféromètre Fabry-Pérot, - Un laser argon ionique de longueur d'onde 514,5 nm, - Un microscope destiné à la diffusion Raman. 	<p>Etude à l'échelle microscopique.</p> <p>La géométrie de la diffusion employée peut permettre de faire varier le vecteur d'onde des phonons (direction et module). Elle définit l'orientation des faisceaux incident et diffusée, différentes géométries sont possibles.</p>	<p>Ce protocole nous montre une technique pour la préparation des échantillons sous forme de lame ainsi que l'utilisation d'une plaque métallique car l'échantillon est « transparent ». La coloration des échantillons permettait, d'après les auteurs, la révélation du degré de minéralisation de manière empirique.</p>

⁶ Vayron et al., « Suivi des propriétés biomécaniques de l'os néoformé au voisinage d'un implant en titane par diffusion micro Brillouin ».

Titre, auteurs, année	Résumé	Matériel	Apport sur la diffusion Brillouin	Apport protocolaire
<p>Brillouin microspectroscopy of nanostructured biomaterials : photonics assisted tailoring of mechanical properties.</p> <p>Z. Meng, M. K. Jaiswal, C. Chitrakar, T. Thakur, A. K. Gaharwar, V. V. Yakovlev, 2016 ⁷</p>	<p>Etude par diffusion Brillouin sur l'hydrogel GelMA subissant différente modification (minéralisation, en destruction, ajout de nanoparticule magnétique) et comparaison des résultats avec ceux de la rhéologie.</p> <p>Le but est de montrer que la diffusion Brillouin permettra l'étude de biomatériaux composites et leur évolution dans un milieu <i>in situ</i>.</p> <p>L'article montre que la diffusion Brillouin obtient les mêmes résultats que celle de la rhéologie, elle est même plus précise car à l'échelle microscopique.</p>	<p>Un spectromètre Brillouin associé à :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Un laser $\lambda = 532\text{nm}$, - Un séparateur de faisceau polarisant, - Un microscope, - Un rotateur optique de Faraday, - Application : Virtually Imaged Phase Array (VIPA), - MEB. 	<p>La diffusion Brillouin étant non destructrice, elle peut suivre l'évolution des propriétés mécaniques de l'échantillon dans le temps et dans son environnement.</p> <p>Cette technique peut analyser un tissu, des cellules, ou des biomatériaux nanocomposites à l'état <i>ex vivo</i> ou <i>in situ</i> sans préparation de l'échantillon au préalable.</p> <p>Elle peut être complétée par d'autres techniques d'imagerie telles que la diffusion Raman ou le laser fluorescent.</p>	<p>La spectroscopie de Brillouin est une méthode sans contact et non invasive et comparable aux techniques mécaniques jusqu'ici utilisées. Elle est l'unique technique qui permet de mesurer la viscoélasticité à haute fréquence de l'hydrogel nanocomposite.</p> <p>Nous pourrions donc utiliser les équations de l'article et les exporter à notre propre expérience.</p>

Titre, auteurs, année	Résumé	Matériels	Apport sur la diffusion Brillouin	Apport protocolaire
<p>Image analysis applied to Brillouin images of tissue-mimicking collagen gelatins.</p> <p>N. Correa, S. Harding, M. Bailey, S. Brasselet, F. Palombo, 2019 ⁸</p>	<p>Mise en valeur de la diffusion Brillouin améliorée avec un VIPA car permet une acquisition plus rapide et plus précise à travers une étude sur de l'hydrogel collagénique à différents degrés d'hydratation et de concentration.</p> <p>Les résultats obtenus montrent que l'augmentation de la concentration de collagène entraîne l'augmentation de la rigidité de l'hydrogel.</p>	<p>Matériel :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Laser de fréquence 532 nm, - Spectromètre VIPA à deux étages (<i>double stage</i>), - Microscope (Olympus IX73). 	<p>La diffusion Brillouin a déjà permis l'étude sur des protéines d'une matrice extracellulaire, ⁹ l'épithélium d'un œsophage de Barrett ¹⁰ et un cerveau de rat atteint d'Alzheimer. ¹¹</p> <p>La technique peut être améliorée par VIPA qui rend plus rapide l'acquisition et l'analyse du spectre et donne une meilleure résolution microscopique.</p> <p>Plusieurs fonctions types peuvent être mises en œuvre pour le fit des pics (position F et largeur FWHM) sur un spectre Brillouin. La fonction mathématique utilisée dans l'article est une Lorentzienne.</p>	<p>On peut obtenir des données précises sur un spectre de tissu fantôme en utilisant le microscope Brillouin. L'étude permet ainsi de démontrer l'habileté de cette méthode pour étudier des spectres Brillouin issus d'échantillons biologiques proches d'un niveau d'hydratation physiologique. Nous pourrions donc utiliser cette méthode pour étudier les dents dans un milieu aqueux. Les deux milieux produisant une réponse différente facile à identifier.</p>

⁸ Correa et al., « Image analysis applied to Brillouin images of tissue-mimicking collagen gelatins ».

⁹ Edginton et al., « Dual scale biomechanics of extracellular matrix proteins probed by Brillouin scattering and quasistatic tensile testing ».

¹⁰ Palombo et al., « Chemico-mechanical imaging of Barrett's oesophagus ».

¹¹ Mattana et al., « Viscoelasticity of amyloid plaques in transgenic mouse brain studied by Brillouin microspectroscopy and correlative Raman analysis ».

Titre, auteurs, année	Résumé	Matériels	Apport sur la diffusion Brillouin	Apport protocolaire
<p>Micromechanical imaging of dentin with Brillouin microscopy.</p> <p>T. Lainovic, J. Margueritat, Q. Martinet , X. Dagany , L. Blazic , D. Pantelic , M. D. Rabasovic , A. J. Krmpot , T. Dehoux, 2020 ¹²</p>	<p>Etude de la structure de la dent à l'aide de la diffusion Brillouin.</p> <p>Cette technique a permis :</p> <ul style="list-style-type: none"> - D'apprendre qu'il y a un changement de vitesse du son et non d'indice de réfraction entre dentine saine et pathologique - De distinguer les tissus sains et pathologiques - De cartographier la dentine en distinguant les structures tubulaires et donc anisotropiques du tissu - D'observer le complexe adhésif au niveau de la dentine 	<p>Matériels :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Laser de longueur d'onde $\lambda = 647,1 \text{ nm}$, - Interferomètre Fabry-Pérot, - Un spectromètre Brillouin couplé à un microscope (Eclipse Ti-U, Nikon). 	<p>La diffusion Brillouin peut analyser deux éléments transparents au sein d'une couche hybride.</p> <p>Cartographie possible en pixelisant la réponse de la diffusion Brillouin selon sa fréquence et sa FWHM à pas micrométrique avec une platine de déplacement, permettant de distinguer les différentes structures du tissu.</p>	<p>Cette étude nous permet d'avoir des données de base sur la caractérisation dentaire.</p> <p>Les résultats ont pu être obtenus à partir de tranches de 0,5 mm.</p> <p>Peu de préparation des échantillons ont été nécessaires : chloramine 0,5 % et 5 secondes d'acide polyacrilique 10 % après polissage puis conservation dans de l'eau distillée.</p>

Source : Auteur, 2020.

¹² Lainović et al., « Micromechanical imaging of dentin with Brillouin microscopy ».

Ces articles nous montrent que la diffusion Brillouin est une technique qui peut être utilisée sur tout type de tissu que cela soit aqueux comme l'hydrogel, hétérogène et minéralisé comme l'os néoformé ou comme la dent. Elle ne nécessite pas de préparation préalable modifiant l'échantillon étudié, elle permet donc une analyse *in situ* ou *ex vivo* de celui-ci. Une préparation de l'état de surface peut malgré tout améliorer le rapport signal sur bruit, en réduisant la rugosité de surface, source importante de lumière diffusée élastiquement. Elle est fiable et comparable, voire plus précise que d'autres techniques d'analyses destructrices, elle serait donc capable de les remplacer. Elle permet la mesure des propriétés élastiques des échantillons telle la vitesse du son longitudinale et leur évolution selon le changement dans l'environnement. En étudiant l'amplitude de la fréquence et de la FWHM de la réponse Brillouin, on peut avec cette technique cartographier une structure hétérogène. C'est donc une technique qui serait pertinente pour la caractérisation de la dent atteinte de MIH.

1.3 Caractérisation de la dent atteinte de MIH

1.3.1 Définition et principe

La MIH est une anomalie qualitative d'origine systémique touchant une à quatre des molaires permanentes et, éventuellement, une ou plusieurs incisives.¹³ Elle se caractérise le plus souvent par des pertes de substances sur les molaires et parfois des dyschromies inesthétiques sur les incisives. Aujourd'hui, elle concerne 15 % des jeunes patients.¹⁴

1.3.2 Intérêt de la caractérisation de la dent atteinte de MIH par la diffusion Brillouin

L'objectif de ces travaux est de participer à la caractérisation micro-morphologique des défauts de l'émail afin de pouvoir optimiser leurs traitements. La diffusion Brillouin est un outil pour caractériser localement les différentes propriétés élastiques au sein même d'un matériau hétérogène. Si nous pouvons déterminer de manière non-destructive, en milieu hospitalier, les zones mécaniquement conservables car structurellement plus stables, nous pourrions réaliser des soins conservateurs durables sur la dent atteinte de MIH.

De nombreuses études ont permis d'avancer dans la caractérisation. En effet, à travers plusieurs méthodes d'analyse, les propriétés structurales, la densité minérale et les propriétés mécaniques de

¹³ Weerheijm et al., « Judgement criteria for molar incisor hypomineralisation (MIH) in epidemiologic studies : a summary of the European meeting on MIH held in Athens, 2003 ».

¹⁴ Schwendicke et al., « Global burden of molar incisor hypomineralization ».

l'émail atteint par la MIH ont pu être décrites et comparées avec l'émail sain. Les résultats de vingt-trois études entre 2000 et 2017 ont été rassemblés dans une revue systématique de la littérature.¹⁵

Les auteurs recensent parmi elles quatre études montrant une augmentation du degré de porosité dans l'émail atteint de MIH par rapport à l'émail sain.¹⁶ Toutefois, l'émail sain était pris sur une dent saine uniquement pour l'étude de Jälevik *et al.*,¹⁷ les autres ayant choisi de tester sur une zone non affectée de la dent atteinte de MIH et la couleur de la zone hypominéralisée n'était pas toujours indiquée. Trois études montrent que le degré de porosité peut être corrélé à une opacité clinique et parmi eux un article datant de 2000 rapporte que la couleur de la lésion caractérise une profondeur différente (une lésion blanche est plus localisée alors qu'une lésion brune ou jaune est plus étendue et en profondeur).¹⁸ Trois études montrent que les lésions les plus profondes commencent souvent à la jonction émail-dentine.¹⁹

Au niveau de la densité minérale, sept études montrent une diminution de la densité minérale allant jusqu'à 20 % par rapport à l'émail sain, plus importante au niveau de la jonction émail ciment qu'à la pointe cuspidienne.²⁰

Seulement 6 des 22 études analysées dans l'article d'Elhennawy s'intéressent aux propriétés mécaniques de l'émail hypominéralisé. La dureté et le module d'élasticité ont été testés par micro/nano-indentation et par dureté Vickers. Le tableau 2 récapitule ces articles et leurs résultats.

¹⁵ Elhennawy *et al.*, « Structural, mechanical and chemical evaluation of molar-incisor hypomineralization-affected enamel : a systematic review ».

¹⁶ Crombie *et al.*, « Characterisation of developmentally hypomineralised human enamel » ; Jälevik *et Norén*, « Enamel hypomineralization of permanent first molars : a morphological study and survey of possible aetiological factors » ; Fagrell *et al.*, « Onset of molar incisor hypomineralization (MIH) » ; Taube, Marczewski, *et Norén*, « Deviations of inorganic and organic carbon content in hypomineralised enamel ».

¹⁷ Jälevik *et Norén*, « Enamel hypomineralization of permanent first molars : a morphological study and survey of possible aetiological factors ».

¹⁸ Crombie *et al.*, « Characterisation of developmentally hypomineralised human enamel » ; Jälevik *et Norén*, « Enamel hypomineralization of permanent first molars : a morphological study and survey of possible aetiological factors » ; Gambetta-Tessini *et al.*, « Validation of quantitative light-induced fluorescence-digital in the quantification of demarcated hypomineralized lesions of enamel ».

¹⁹ Crombie *et al.*, « Characterisation of developmentally hypomineralised human enamel » ; Fagrell *et al.*, « Onset of molar incisor hypomineralization (MIH) » ; Gambetta-Tessini *et al.*, « Validation of quantitative light-induced fluorescence-digital in the quantification of demarcated hypomineralized lesions of enamel ».

²⁰ Fearne, Anderson, *et Davis*, « 3D X-ray microscopic study of the extent of variations in enamel density in first permanent molars with idiopathic enamel hypomineralisation » ; Fagrell *et al.*, « Onset of molar incisor hypomineralization (MIH) » ; Farah *et al.*, « Mineral density of hypomineralised enamel » ; Farah *et al.*, « Linking the clinical presentation of molar-incisor hypomineralisation to its mineral density » ; Garot *et al.*, « Mineral density of hypomineralised and sound enamel » ; Gambetta-Tessini *et al.*, « Validation of quantitative light-induced fluorescence-digital in the quantification of demarcated hypomineralized lesions of enamel » ; Carlström, Glas, *et Angmar*, « Studies on the ultrastructure of dental enamel. V, The state of water in human enamel ».

Tableau 2 : Dureté et module d'élasticité des dents atteintes de MIH, analyse de littérature

Articles	Nombre de dents étudiées	Nombre de contrôle		Methode d'analyse	Couleurs	Résultats de la dureté et module d'élasticité respectivement
Mahoney, Rohanizadeh, et al. 2004 ²¹	8 dents MIH 2 dents saines	10 indentations partie cervicale dent MIH (émail sain) 9 sur lésions hypominéralisées 9 parties cervicales dent saines		Ultra Micro Indentation System (UMIS) avec <i>Berkovich indenter</i> MEB	Opaque	MIH : 0,53±0,31 GPa et 14,49±7,56 GPa Dent saine : 3,66±0,75 GPa et 75,57±9,98 GPa
Mahoney, Ismail, et al. 2004 ²²	8 dents MIH 2 dents saines	45 à 60 par dent		UMIS avec <i>Berkovich indenter</i> MEB	Non précisé	Partie cervicale saine : 2,03 - 4,99 GPa et 50,39 - 96,87 GPa Email sain : 2,71 - 4,15 GPa et 62,06 - 95,77 GPa Email hypominéralisé : 0,07 - 1,74 GPa et 3,26 - 40,96 GPa
Farah et al. 2008 ²³	5 dents MIH	90 (graphique)		UMIS avec <i>Berkovich indenter</i> DIAGNOdent	Non précisé	MIH : Baisse 4 % et baisse 3 % par rapport à l'émail sain des dents MIH
Xie et al. 2008 ²⁴	3 dents MIH 4 dents témoins	50 (graphique)		UMIS avec <i>Berkovich indenter</i> Microscope electronique à balayage à émission de champ (FE SEM)	Non précisé	Pas de résultat chiffré pour montrer que la dureté est plus faible sur l'émail hypominéralisé que sain
Fagrell et al. 2010 ²⁵	4 dents MIH	3 sur zone mixte 45 sur émail sain 54 sur émail hypominéralisé		<i>Vickers diamond</i> MEB <i>X-Ray microanalysis</i>	Jaune et blanche	Dureté émail sain 350,70 et 144,30 HV pour émail hypominéralisé

²¹ Mahoney et al., « Mechanical properties and microstructure of hypomineralised enamel of permanent teeth ».

²² Mahoney et al., « Mechanical properties across hypomineralized/hypoplastic enamel of first permanent molar teeth ».

²³ Farah et al., « Relationship between laser fluorescence and enamel hypomineralisation ».

²⁴ Xie et al., « On the critical parameters that regulate the deformation behaviour of tooth enamel ».

²⁵ Fagrell et al., « Chemical, mechanical and morphological properties of hypomineralized enamel of permanent first molars ».

Chan <i>et al.</i> 2010 26	2 dents MIH	30 (graphique)		Nano indentation avec <i>Berkovich tip</i> MEB Sonde ionique focalisé (FIB) Microscopie électronique en transmission (TEM)	Opaque	Email sain : 4 GPa et 60 GPa Zone opaque : (hypominéralisée) 1 et 20 GPa Zone de transition : 3 GPa à 1 GPa et 50 GPa à 20 GPa
Crombie <i>et al.</i> 2013 27	10 dents MIH	Non précisé		<i>Vickers indenter</i> Microscope optique	Crème/blanc et jaune/brun	Dureté MIH : 1,8±1,1 GPa Dureté dent saine : 4,0±1,0 GPa

Source : Auteur, 2020.

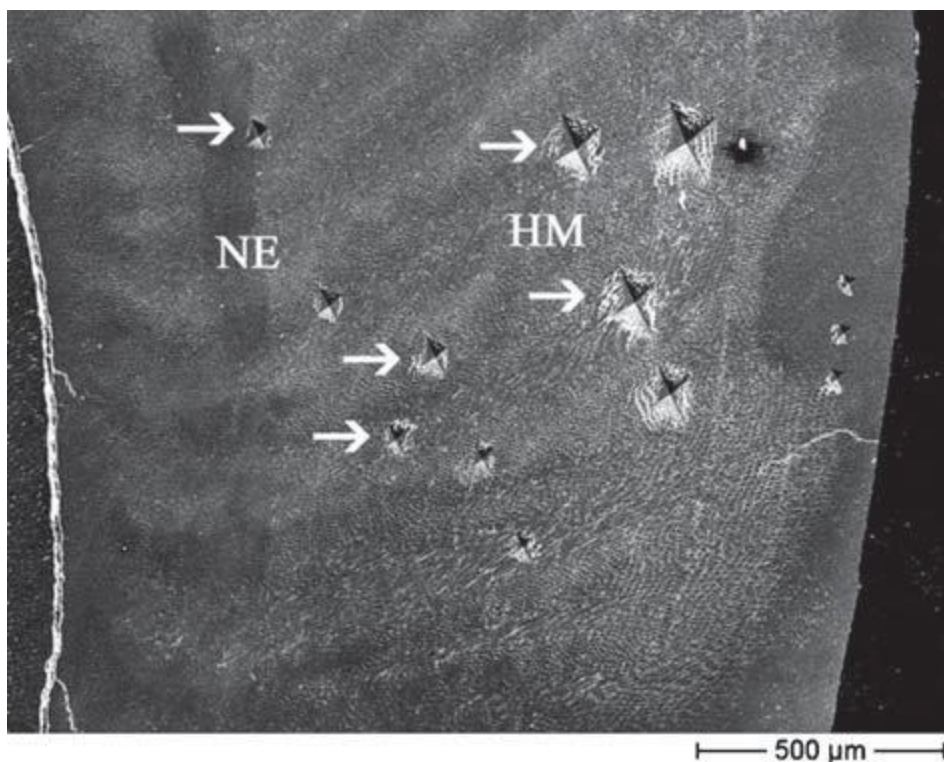
²⁶ Chan, Ngan, et King, « Degraded prism sheaths in the transition region of hypomineralized teeth ».

²⁷ Crombie et al., « Characterisation of developmentally hypomineralised human enamel ».

Ces études ont montré une baisse significative de ces deux propriétés par rapport à un émail sain. Les méthodes d'analyse utilisées pour caractériser les propriétés mécaniques, que ce soit UMIS ou Vickers, nécessitent une destruction de la zone étudiée comme peut l'illustrer la figure 5 issue de l'article de Fagrell *et al.* (2010) qui a utilisé la technique de microdureté Vickers.²⁸ L'article de Xie en 2008 révèle même la création de craquelures suite aux indentations, plus importantes et étendues au niveau de l'émail atteint de MIH que l'émail sain. Les échantillons ne sont donc plus réutilisables.

Figure 5 : Vue microscopique de la zone de mesure de dureté avec la technique de microdureté Vickers de l'émail

NE : émail normal ; HM : émail hypominéralisé (empreinte plus grande)



Source : Fagrell *et al.*, « Chemical, mechanical and morphological properties of hypomineralized enamel of permanent first molars », 2010.

Aussi, « notre méthode » qui ne consiste qu'à illuminer avec un laser de puissance modérée, permet de conserver l'échantillon intact. Nous allons à partir de toutes ces informations, décrire et appliquer un protocole que l'on a mis en place pour réaliser la diffusion Brillouin.

²⁸ Fagrell *et al.*, « Chemical, mechanical and morphological properties of hypomineralized enamel of permanent first molars ».

2 : Application du protocole et interprétation des résultats

2.1 Protocole pour la diffusion Brillouin

2.1.1 Laboratoire

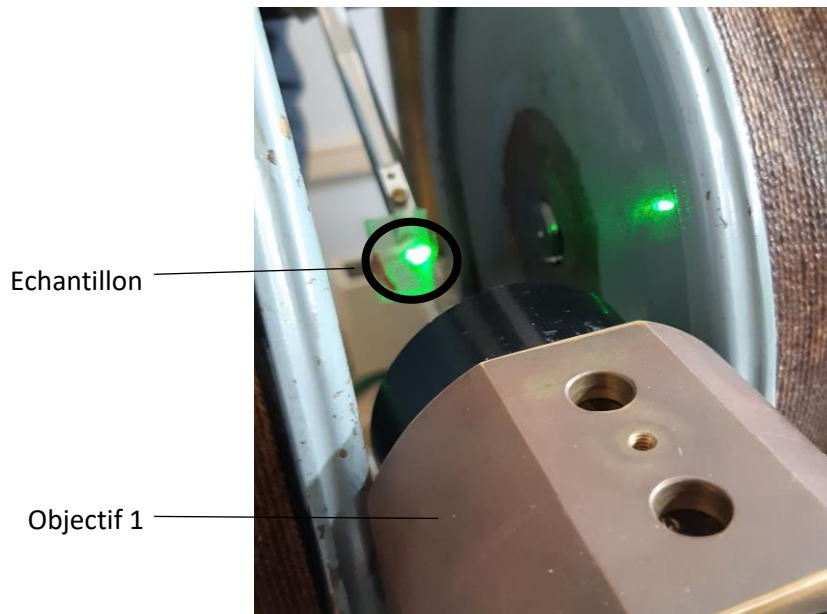
L'expérimentation a été réalisée au Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux de l'Université Paris 13 à Villetaneuse, qui possède deux dispositifs de diffusion Brillouin, avec le Dr. Yves Roussigné et le Pr. Philippe Djemia qui ont les compétences nécessaires pour réaliser et interpréter les expériences.

2.1.2 Matériels

2.1.2.1 Machines

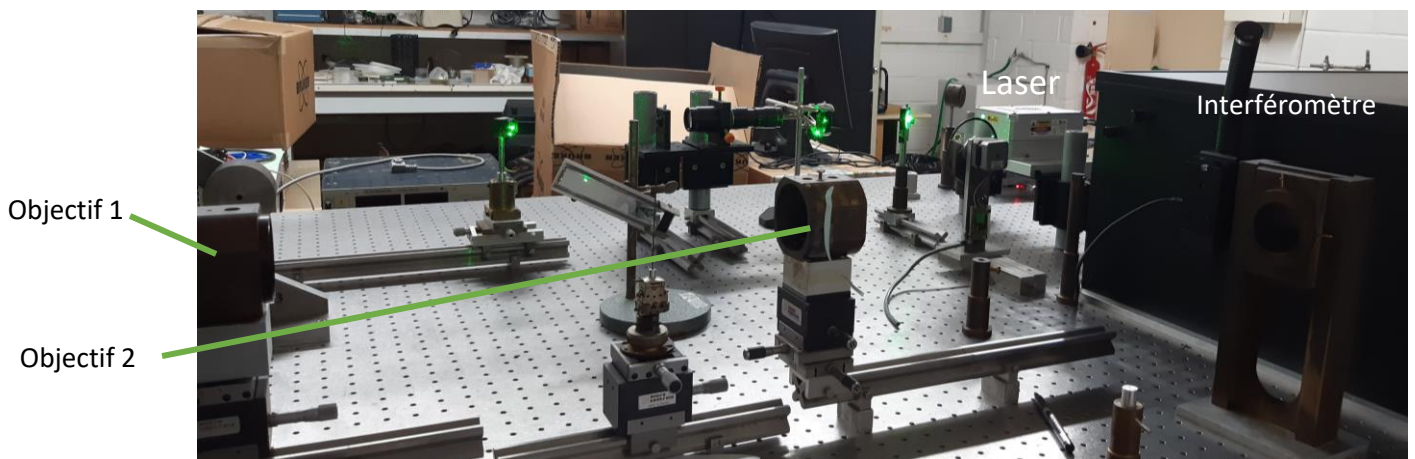
Afin de réaliser l'étude, nous avons utilisé pour le premier test un interféromètre Fabry-Pérot conçu à partir des années 1970 par J. R. Sandercock (Zurich, Suisse) puis pour les tests suivants un interféromètre Fabry-Pérot (JRS Scientific Instruments, The Table Stable LTD, Mettmenstetten, Suisse), un laser solide (YAG doublé en fréquence) de longueur d'onde 532 nm, dont le diamètre du faisceau est d'environ 50 μm et la puissance 10-200 mW. Ce laser est focalisé sur la zone à analyser (cf. figure 6). De nombreux miroirs et objectifs sont aussi mis en place pour dévier et diriger le faisceau laser. Le dispositif du laboratoire est visible sur la figure 7.

Figure 6 : Laser de longueur d'onde $\lambda = 532$ nm focalisé sur l'émail grâce à l'objectif 1



Source : Auteur, 2020.

Figure 7 : Dispositif de la diffusion Brillouin



Source : Auteur, 2020.

2.1.2.2 Préparation des échantillons

Les dents étudiées sont des dents extraites et récupérées avec le consentement des patients et de leurs parents. Nous avons utilisé 3 dents : une dent saine extraite pour raison orthodontique servant

de témoin et deux dents atteintes du MIH qui ont été traitées en bouche par des matériaux de restauration (Equia forte).

Les dents une fois extraites sont conservées dans de l'eau, puis passées au micro-CT (Quantum FX[®] PerkinElmer) et visualisées à l'aide du logiciel « Fiji ImageJ » pour pouvoir localiser les taches caractéristiques de la lésion et ainsi orienter les coupes d'échantillon (figure 8).

Figure 8 : Image obtenu au micro CT à l'aide du logiciel « Fiji ImageJ »



Source : Dr Lagarde, 2020.

Les dents sont ensuite enrobées dans de la résine Plexcil C6 selon les instructions du fabricant, puis coupées en tranche d'environ 4 mm d'épaisseur à la scie sur table Isomet (Buehler). Nous obtenons alors 3 tranches par dents.

Les tranches d'échantillon sont polies à différents grains (800, 1200, 2500, 4000) à l'aide d'une polisseuse Struers Planopol-3. Deux échantillons sont présentés par la figure 9.

Figure 9 : Photographie de deux échantillons obtenus après le protocole de préparation



Source : Auteur, 2020.

2.1.3 Données nécessaires et calculs

Certaines valeurs de propriétés des différents tissus dentaires sont nécessaires au préalable car elles seront les valeurs témoins aux résultats obtenus par la diffusion Brillouin. L'inconvénient est de trouver des valeurs standards.

La densité, notée ρ , de l'émail (2900 kg/mm) et de la dentine (2100 kg/mm) ²⁹ sont nécessaires. En effet, en cas de valeurs différentes lorsque le laser est focalisé sur une zone de la dent atteinte de MIH, on pourra en conclure qu'il y a une modification de la densité et du module élastique dû à la pathologie. Le module d'élasticité de l'émail est de 84,1 GPa et celui de la dentine est de 18,3 GPa. ³⁰ L'indice optique est identique pour l'émail et la dentine est de 1,65. ³¹ Une vitesse du son longitudinale peut être approximée par $v_L \approx \sqrt{E/\rho}$ et une vitesse du son transversale peut être approximée par

²⁹ Sun et al., « Experimental and numerical studies for nondestructive evaluation of human enamel using laser ultrasonic technique ».

³⁰ Lasfargues et Colon, *Odontologie conservatrice et restauratrice. Tome 1, Une approche médicale globale*.

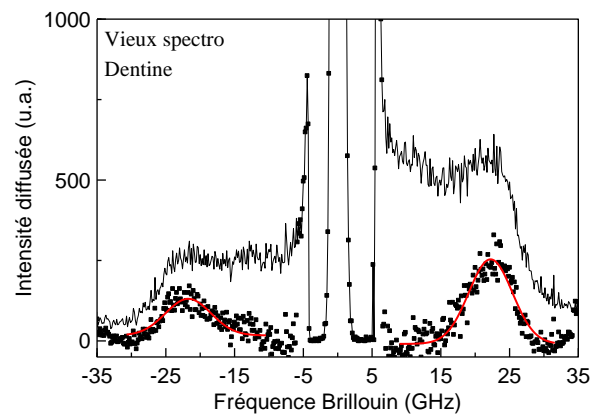
³¹ Lasfargues et Colon.

$V_T = \sqrt{G/\rho}$. La fréquence f observée en diffusion Brillouin sera f (unité GHz) = $2n \cdot V/\lambda$ avec V : la vitesse du son (unité m/s), n : l'indice optique et λ : la longueur de la lumière laser incidente (532 nm soit vert).

2.2 Résultats

Les échantillons de dent saine et avec atteinte de MIH sont analysés afin d'étudier les différences entre ces groupes de dents, entre les tissus sains et pathologiques. Le laboratoire exploite deux dispositifs Brillouin avec un laser à 532 nm. Nous avons eu accès dans un premier temps au plus ancien, comportant un support métallique comme dans l'étude de Vayron. Avec ce Brillouin, nous n'avons pas pu mettre en évidence des résultats facilement exploitables (figure 10).

Figure 10 : Résultat avec l'ancien spectromètre Brillouin, laser focalisé sur la dentine, échantillon incliné à 30 degrés (Intervalle Spectral libre ISL = 3,5 mm)

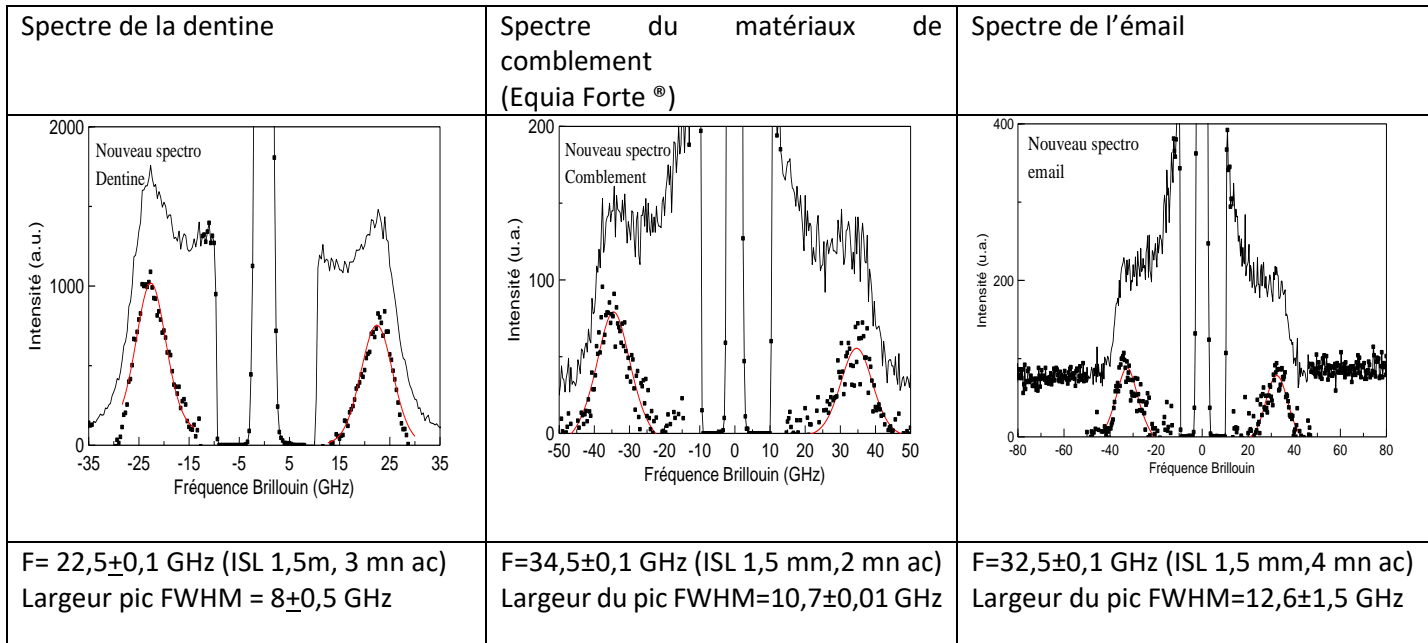


Source : Pr Djemia, 2020.

Nous avons un pic à une fréquence $F = 22 \pm 0,3$ GHz (ISL 3,5 mm, ~ 40 mn ac) et une largeur $\text{FWHM} = 7,6 \pm 0,1$ GHz sur le spectromètre de l'ancien Brillouin. Ces premiers résultats nous ont permis de confirmer la possibilité d'obtenir un résultat, toutefois, du fait de l'appareil et de l'état de surface, le pic n'est pas très bien défini et le temps d'acquisition est trop long pour ce genre d'étude.

Un essai a donc été tenté sur l'autre dispositif Brillouin plus récent, ce qui a permis d'obtenir des résultats mieux définis et de faire un comparatif. Nous avons pu reprendre les expériences avec le deuxième Brillouin pour dégager des spectres de Brillouin ce qui nous a donné les résultats suivants (cf. figure 11).

Figure 11 : Résultats de la diffusion Brillouin sur dent restaurée, au niveau de la dentine, de la restauration (Equia forte) et l'émail sain respectivement avec une inclinaison à 20 degrés (ISL= 1,5 mm)



Source : Pr Djemia, 2020.

Après soustraction du bruit on arrive à faire correspondre le pic de diffusion Brillouin et à mesurer la fréquence F qui pour la dentine est d'environ 22 GHz. Le contraste (fréquence et FWHM) est grand entre la dentine, l'émail (30 GHz) et le matériau de restauration Equia forte (35 GHz), on peut donc les différencier et les caractériser, lorsque l'on déplace l'échantillon. De plus, cela traduit des propriétés mécaniques différentes pour chacun de ces substrats. Nous retrouvons un pic de fréquence de la dentine similaire (environs 20 GHz) à celui de l'étude de Lainovic *et al.*, à mettre en corrélation avec la différence de longueur d'ondes entre nos appareils ($\lambda = 532$ nm pour notre étude, $\lambda = 647$ nm pour Lainovic *et al.*).

A partir des données récoltées dans la littérature (voir 2.1.3), nous pouvons calculer le module d'élasticité. En ce qui concerne donc la dentine de la dent atteinte de MIH, la vitesse serait de $V_d = f_d \lambda / 2n \approx 3546$ m/s et le module d'élasticité serait donc $M_d = V_d^2 \rho \approx 26,4$ GPa. Pour l'émail sain de cette dent, nous obtenons une vitesse d'environ 5642 m/s et un module d'élasticité $M_e = 92$ GPa.

En revanche, la zone atteinte fortement de MIH ne permet pas de dégager de spectre exploitable pour le moment, alors que Lainovic *et al.* ont réussi à obtenir un spectre de la dentine carié.

2.3 Analyse et discussion

Malgré un échantillon huit fois plus épais que celui de Lainovic *et al.*, nous avons obtenu un pic de diffusion à une hauteur similaire pour la dentine.³² Nous savons que la dentine a un comportement anisotrope et la valeur trouvée (26,4 GPa) étant très différente de celle trouvée habituellement (18,3 GPa) et plus faible que celle trouvée par Lainovic *et al.* (36 GPa), peut être due à la zone d'étude comme à la nature du substrat (dentine atteinte de MIH).

Le fait que la zone MIH ne produise pas de signal observable, contrairement à la dentine cariée dans l'article de Lainovic *et al.*, nous fait poser l'hypothèse que le tissu carié et le tissu hypominéralisée par la MIH sont structurellement différentes.

La structure atteinte de MIH est sans doute plus poreuse (Jälevik *et al.* décrivait en 2000 grâce à une observation au MEB une structure prismatique plus lâche)³³ et par conséquent produit trop de lumière diffusée élastiquement. Cette diffusion élastique est source d'un bruit de fond important qui peut recouvrir et occulter le signal d'intérêt.

On peut aussi poser l'hypothèse que la baisse des charges minérales de la zone hypominéralisée impacterait les propriétés optiques du tissu (transparence, indice optique et propriété photoélastique).

Il faut de plus comparer les performances des dispositifs Brillouin disponibles avec ceux évoqués dans l'article (classiques de type TFP « tandem Fabry-Pérot par JRS » ou avec la nouvelle technologie VIPA) et améliorer l'état de surface de la zone affectée avant de l'étudier.

Cette technique est dite non invasive, mais elle ne permet pas l'analyse d'une dent non préparée pour l'instant.

En effet la dent étant un ensemble de tissus superposés, pour étudier ses différentes structures, des coupes sont nécessaires car le laser ne permet que l'étude d'une zone superficielle de l'échantillon. Et un polissage est essentiel pour une bonne orientation du faisceau diffusé. La diffusion Brillouin ne nécessite pas une préparation de l'échantillon mais demande quand même une préparation de

³² Lainović et al., « Micromechanical imaging of dentin with Brillouin microscopy ».

³³ Jälevik et Norén, « Enamel hypomineralization of permanent first molars : a morphological study and survey of possible aetiological factors ».

l'organe pour pouvoir l'analyser, de ce point de vue, son caractère non-destructif est perdu. Toutefois, la préparation sous forme de lame et l'aspect non destructif de la surface permet la réutilisation des échantillons pour d'autres observations et d'autres tests.

Lainovic *et al.* proposent en ouverture de leur article le développement d'une fibre optique permettant de tester *in vivo* les propriétés du matériau³⁴ ce qui, dans notre cas de dent atteinte de MIH, nous permettrait de connaître la résistance du substrat avant de venir réaliser une restauration et ainsi, n'éliminer que ce qui est nécessaire. Malheureusement, avant d'arriver à ce résultat, il faudrait avoir des valeurs plus sûres d'indice optique, de la densité des différents substrats et aussi pouvoir identifier de manière plus précise les différents paramètres mécaniques (la symétrie et le type d'onde acoustique notamment).

³⁴ Lainović et al., « Micromechanical imaging of dentin with Brillouin microscopy ».

Conclusion

La diffusion Brillouin est une technique d'analyse nouvelle dans le domaine odontologique. Elle est dite non invasive et permet l'étude des propriétés élastiques. Notre étude devait permettre de tester un protocole et d'analyser les résultats préliminaires afin de permettre la poursuite d'études plus approfondies.

Nous avons pu valider le choix de notre protocole et obtenir des spectres Brillouin caractéristiques de l'émail sain, de la dentine saine et d'un matériau de restauration. Toutefois, nous n'avons pu obtenir de spectre de la zone atteinte de MIH, nous permettant de poser des hypothèses tant sur les propriétés mécaniques que sur sa nature. Les substrats sont poreux et peu compacts ce qui rend l'étude plus difficile (perte de rigidité, modification des propriétés optiques, forte lumière diffusée élastiquement).

Ce travail de recherche a permis de montrer la démarche à suivre lorsque l'on met en place un protocole expérimental. Les recherches à apporter et à analyser pour en ressortir des éléments pourront servir à l'expérience et à l'optimisation de son protocole, à la préparation des échantillons et des dispositifs.

Nous avons donc un début de protocole de la diffusion Brillouin en odontologie qu'il faudra améliorer par des modifications de la préparation de l'échantillon, voire même de longueur d'onde du faisceau incident, afin que le protocole devienne utilisable en odontologie. La diffusion Brillouin est une méthode qui présente l'avantage de pouvoir réutiliser son échantillon après, notamment pour compléter les résultats avec d'autres techniques comme l'étude au MEB ou la nanoindentation.

Enfin, Lainovic *et al.* abordent dans leur article de 2020 une utilisation clinique de la diffusion Brillouin. Le développement d'une telle sonde exige un domaine d'intérêt accessible en surface et non enfoui sous d'autres tissus, pour être focalisé par le laser, ce qui est le cas de la dent préparée. On pourrait alors à l'aide de cette sonde et à l'analyse de ses spectres Brillouin obtenus, évaluer avec une précision microscopique, en per-opératoire, les limites entre la dentine saine et hypominéralisée, dans le cas d'une dent atteinte de MIH, et ainsi améliorer les protocoles des soins conservateurs.

Bibliographie

- Carlström, D., J.-E. Glas, et B. Angmar. « Studies on the ultrastructure of dental enamel. V, The state of water in human enamel ». *Journal of ultrastructure research* 8, no 1-2 (1963): 24-29. [https://doi.org/10.1016/S0022-5320\(63\)80018-0](https://doi.org/10.1016/S0022-5320(63)80018-0).
- Chan, Y. L., A. H. W. Ngan, et N. M. King. « Degraded prism sheaths in the transition region of hypomineralized teeth ». *Journal of dentistry* 38, no 3 (2010): 237-44. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2009.11.003>.
- Correa, N., S. Harding, M. Bailey, S. Brasselet, et F. Palombo. « Image analysis applied to Brillouin images of tissue-mimicking collagen gelatins ». *Biomedical optics express* 10, no 3 (2019): 1329-38. <https://doi.org/10.1364/BOE.10.001329>.
- Crombie, F. A., D. J. Manton, J. E. A. Palamara, I. Zalizniak, N. J. Cochrane, et E. C. Reynolds. « Characterisation of developmentally hypomineralised human enamel ». *Journal of dentistry* 41, no 7 (2013): 611-18. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2013.05.002>.
- Edginton, R. S., E. M. Green, C. P. Winlove, D. Fioretto, et F. Palombo. « Dual scale biomechanics of extracellular matrix proteins probed by Brillouin scattering and quasistatic tensile testing ». In *Proceedings of SPIE*, Vol. 10504, 2018. <https://doi.org/10.1117/12.2290183>.
- Elhennawy, K., D. Manton, F. Crombie, P. Zaslansky, R. J. Radlanski, P. Jost-Brinkmann, et F. Schwendicke. « Structural, mechanical and chemical evaluation of molar-incisor hypomineralization-affected enamel : a systematic review ». *Archives of oral biology* 83 (2017): 272-81. <https://doi.org/10.1016/j.archoralbio.2017.08.008>.
- Fagrell, T. G., W. Dietz, B. Jälevik, et J. G. Norén. « Chemical, mechanical and morphological properties of hypomineralized enamel of permanent first molars ». *Acta odontologica scandinavica* 68, no 4 (2010): 215-22. <https://doi.org/10.3109/00016351003752395>.
- Fagrell, T. G., P. Salmon, L. Melin, et J. G. Norén. « Onset of molar incisor hypomineralization (MIH) ». *Swedish dental journal* 37, no 2 (2013): 61-70.
- Farah, R. A., B. K. Drummond, M. V. Swain, et S. Williams. « Relationship between laser fluorescence and enamel hypomineralisation ». *Journal of dentistry* 36, no 11 (2008): 915-21. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.07.012>.
- Farah, R. A., M. V. Swain, B. K. Drummond, R. Cook, et M. Atieh. « Mineral density of hypomineralised enamel ». *Journal of dentistry* 38, no 1 (2010): 50-58. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2009.09.002>.

- Farah, R., B. Drummond, M. Swain, et S. Williams. « Linking the clinical presentation of molar-incisor hypomineralisation to its mineral density ». *International journal of paediatric dentistry* 20, no 5 (2010): 353-60. <https://doi.org/10.1111/j.1365-263X.2010.01061.x>.
- Fearne, J., P. Anderson, et G. R. Davis. « 3D X-ray microscopic study of the extent of variations in enamel density in first permanent molars with idiopathic enamel hypomineralisation ». *British dental journal* 196, no 10 (2004): 634-38. <https://doi.org/10.1038/sj.bdj.4811282>.
- Gambetta-Tessini, K, R Mariño, A Ghanim, G. G. Adams, et D. J. Manton. « Validation of quantitative light-induced fluorescence-digital in the quantification of demarcated hypomineralized lesions of enamel ». *Journal of investigative and clinical dentistry* 8, no 4 (2017): e12259. <https://doi.org/10.1111/jicd.12259>.
- Garot, E., P. Rouas, E. d'Incau, N. Lenoir, D. Manton, et C. Couture-Veschambre. « Mineral density of hypomineralised and sound enamel ». *Bulletin du groupement international pour la recherche scientifique en stomatologie et odontologie* 53, no 1 (2016): e33-36.
- Jälevik, B., et J. G. Norén. « Enamel hypomineralization of permanent first molars : a morphological study and survey of possible aetiological factors ». *International journal of paediatric dentistry* 10, no 4 (2000): 278-89. <https://doi.org/10.1046/j.1365-263x.2000.00210.x>.
- Lainović, T., J. Margueritat, Q. Martinet, X. Dagany, L. Blažić, D. Pantelić, M. D. Rabasović, A. J. Krmpot, et T. Dehoux. « Micromechanical imaging of dentin with Brillouin microscopy ». *Acta biomaterialia* 105 (2020): 214-22. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2020.01.035>.
- Lasfargues, J.-J., et P. Colon. *Odontologie conservatrice et restauratrice. Tome 1, Une approche médicale globale*. Rueil-Malmaison : Editions CdP, 2009.
- Mahoney, E., F. S. M. Ismail, N. Kilpatrick, et M. Swain. « Mechanical properties across hypomineralized/hypoplastic enamel of first permanent molar teeth ». *European journal of oral sciences* 112, no 6 (2004): 497-502. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2004.00162.x>.
- Mahoney, E. K., R. Rohanizadeh, F. S. M. Ismail, N. M. Kilpatrick, et M. V. Swain. « Mechanical properties and microstructure of hypomineralised enamel of permanent teeth ». *Biomaterials* 25, no 20 (2004): 5091-5100. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2004.02.044>.
- Mattana, S., S. Caponi, F. Tamagnini, D. Fioretto, et F. Palombo. « Viscoelasticity of amyloid plaques in transgenic mouse brain studied by Brillouin microspectroscopy and correlative Raman analysis ». *Journal of innovative optical health sciences* 10, no 06 (2017): 1742001. <https://doi.org/10.1142/S1793545817420019>.
- Meng, Z., M. K. Jaiswal, C. Chitrakar, T. Thakur, A. K. Gaharwar, et V. V. Yakovlev. « Brillouin microspectroscopy of nanostructured biomaterials : photonics assisted tailoring mechanical properties ». In *Proceedings of SPIE*, Vol. 9737:97370G, 2016. <https://doi.org/10.1117/12.2222816>.

- Moch, P., P. Djemia, et F. Ganot. « Un outil pour l'étude des propriétés élastiques des couches et multicouches minces : la spectroscopie Brillouin ». *Le vide* 56, no 301 (2001): 565-80.
- Mosseri, R. « Léon Brillouin : des ondes à l'information ». *La lettre du Collège de France*, no 29 (2010): 34-35. <https://doi.org/10.4000/lettre-cdf.932>.
- Palombo, F., M. Madami, D. Fioretto, J. Nallala, H. Barr, A. David, et N. Stone. « Chemico-mechanical imaging of Barrett's oesophagus ». *Journal of biophotonics* 9, no 7 (2016): 694-700. <https://doi.org/10.1002/jbio.201600038>.
- Schwendicke, F., K. Elhennawy, S. Reda, K. Bekes, D. J. Manton, et J. Krois. « Global burden of molar incisor hypomineralization ». *Journal of dentistry* 68 (2018): 10-18. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2017.12.002>.
- Sun, K., L. Yuan, Z. Shen, Q. Zhu, J. Lu, et X. Ni. « Experimental and numerical studies for nondestructive evaluation of human enamel using laser ultrasonic technique ». *Applied optics* 52, no 28 (2013): 6896-6905. <https://doi.org/10.1364/AO.52.006896>.
- Taube, F., M. Marczewski, et J. G. Norén. « Deviations of inorganic and organic carbon content in hypomineralised enamel ». *Journal of dentistry* 43, no 2 (2015): 269-78. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.09.003>.
- Vayron, R., M. Matsukawa, G. Haiat, R. Tsubota, et E. Barthel. « Suivi des propriétés biomécaniques de l'os néoformé au voisinage d'un implant en titane par diffusion micro Brillouin ». In *12e congrès français d'acoustique*, 2235-40, 2014. <http://www.conforg.fr/cfa2014/cdrom/data/articles/000237.pdf>.
- Weerheijm, K. L., M. Duggal, I. Mejàre, L. Papagiannoulis, G. Koch, L. C. Martens, et A.-L. Hallonsten. « Judgement criteria for molar incisor hypomineralisation (MIH) in epidemiologic studies : a summary of the European meeting on MIH held in Athens, 2003 ». *European journal of paediatric dentistry* 4, no 3 (2003): 110-13.
- Xie, Z., M. Swain, P. Munroe, et M. Hoffman. « On the critical parameters that regulate the deformation behaviour of tooth enamel ». *Biomaterials* 29, no 17 (2008): 2697-2703. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2008.02.022>.

Table des figures

Figure 1 : Spectre visible avec la longueur d'onde en nanomètre (nm)	5
Figure 2 : Schéma simplifié de la géométrie du faisceau incident et de la lumière rétro-diffusée (géométrie la plus pratique en laboratoire).....	6
Figure 3 : Schéma du principe de l'effet Brillouin	7
Figure 4 : Exemples de spectre Brillouin en rétro-diffusion, à gauche, de la dentine et à droite, de l'émail, plus rigide	8
Figure 5 : Vue microscopique de la zone de mesure de dureté avec la technique de microdureté Vickers de l'émail	18
Figure 6 : Laser de longueur d'onde $\lambda = 532$ nm focalisé sur l'émail grâce à l'objectif 1.....	20
Figure 7 : Dispositif de la diffusion Brillouin.....	20
Figure 8 : Image obtenu au micro CT à l'aide du logiciel « Fiji ImageJ »	21
Figure 9 : Photographie de deux échantillons obtenus après le protocole de préparation	22
Figure 10 : Résultat avec l'ancien spectromètre Brillouin, laser focalisé sur la dentine, échantillon incliné à 30 degrés (Intervalle Spectral libre ISL = 3,5 mm)	23
Figure 11 : Résultats de la diffusion Brillouin sur dent restaurée, au niveau de la dentine, de la restauration (Equia forte) et l'émail sain respectivement avec une inclinaison à 20 degrés (ISL= 1,5 mm)	24

Table des tableaux

Tableau 1 : Analyse de quatre articles sur la diffusion Brillouin dans le domaine médical	10
Tableau 2 : Dureté et module d'élasticité des dents atteintes de MIH, analyse de littérature	16

Vu, le Directeur de thèse

Vu, le Doyen de l'UFR d'Odontologie - Montrouge

Docteur Marianne LAGARDE

Professeur Louis MAMAN

Vu, le Président d'Université de Paris

Professeur Christine CLERICI

Pour le Président et par délégation,

Le Doyen Louis MAMAN

Caractérisation de la dent MIH à l'aide de la diffusion Brillouin : rédaction d'un protocole et expérimentation

Résumé :

La diffusion Brillouin est une technique qui consiste à focaliser un laser sur un matériau et à analyser à partir du faisceau rétro-diffusé les propriétés élastiques de celui-ci. Elle a l'avantage d'être non destructive et d'apporter des informations sur les propriétés mécaniques. Cette technique physique est très utilisée dans le domaine de fibre optique et récemment dans les recherches médicales mais n'est que très peu évoquée en odontologie. Un protocole a été mis en place afin que cette technique puisse être utilisée dans la caractérisation de la dent atteinte de MIH. Elle permettra de déterminer les propriétés élastiques de différents tissus de la dent avec une approche non invasive contrairement aux techniques de micro et nano indentation qui ont déjà été utilisées. Cependant le protocole n'étant pas encore parfaitement au point, elle n'a pas permis d'obtenir des résultats suffisants sur la MIH pour l'officialiser. Cette thèse d'exercice permet donc de présenter une première approche de cette technique non invasive dans le domaine de l'odontologie.

Discipline :

Matériaux dentaires

Mots clés français (fMeSH et Rameau) :

Plan de recherche -- Dissertation universitaire ; Analyse spectrale -- Dissertation universitaire ; Hypominéralisation molaire-incisive --Thèses et écrits académiques ; Brillouin, Effet -- Thèses et écrits académiques

English keywords (MeSH) :

Research Design -- Academic Dissertation ; Spectrum Analysis -- Academic Dissertation

Université de Paris
UFR d'Odontologie - Montrouge
1, rue Maurice Arnoux
92120 Montrouge