

2M11.2741.5

Université de Montréal

**Forces adhésives entre divers traitements de surface du
cobalt-chrome et matériaux résineux de restauration**

par
Roger Richard

**Département de dentisterie de restauration
Faculté de médecine dentaire**

**Mémoire présenté à la Faculté des études supérieures
en vue de l'obtention du grade de
Maître es Sciences (M.Sc.)
en médecine dentaire
option réhabilitation prosthodontique**

**Mars 1999
© Roger Richard, 1999**



2014/11/12

WU
5
U58
1999
V.005

Université de Montréal

Forces adhésives entre divers traitements de surface
couché-chromé et matériaux résineux de restauration

Dr.
Richard Roy

Département de dentisterie de restauration
École de médecine dentaire

Mémoire présenté à la Faculté des études supérieures
en vue de l'obtention du grade de
Maîtrise en sciences (M.Sc.)
en médecine dentaire
option réhabilitation prothésodontique



© Richard Roy, 1999

**Université de Montréal
Faculté des études supérieures
médecine dentaire
option réhabilitation prosthodontique**

Ce mémoire intitulé :

**« Forces adhésives entre divers traitements de surface du
cobalt-chrome et matériaux résineux de restauration. »**

**présenté par
Roger Richard**

A été évalué par un jury composé des personnes suivantes :

Dr Claude Lamarche	.	président du jury
Dr Gilles Gauthier	.	directeur de recherche
Dr Pierre deGrandmont	.	codirecteur de recherche
Dr Daniel Fortin	.	examineur externe

Mémoire accepté le :.....

Sommaire

Lorsque le dentiste conçoit une prothèse partielle amovible (P.P.A.), il doit non seulement se préoccuper du dessin de l'appareil pour rendre la prothèse fonctionnelle et durable, mais également s'assurer de l'esthétique. Ce dernier critère est difficile à obtenir lorsque la P.P.A. doit recouvrir une ou plusieurs dents à l'aide d'une surface coulée afin de rétablir la dimension verticale d'occlusion (D.V.O.) et/ou le plan occlusal. La couleur métallique est inesthétique surtout lorsque de grandes surfaces sont visibles. Habituellement, si l'espace le permet, des billes coulées sont incorporées à la surface de recouvrement métallique et servent de rétention macromécanique pour une résine acrylique de même couleur que les dents. Récemment, des méthodes d'adhésion alternatives furent proposées. Celles-ci combinent l'adhésion micromécanique et/ou l'adhésion chimique entre les résines polymères et le substrat métallique.

Les objectifs : Cette étude a pour but d'évaluer les forces adhésives entre divers traitements de surface du cobalt-chrome (Co-Cr) et des matériaux résineux de restauration. Quelques méthodes alternatives, proposées dans la littérature, seront vérifiées pour essayer d'améliorer de façon significative l'adhésion obtenue par la méthode traditionnelle. L'hypothèse nulle testée est que tous les groupes sont égaux.

Méthode : Des cylindres de 6 mm de diamètre de Co-Cr furent coulés. De ces cylindres, 192 extrémités furent utilisées pour confectionner les échantillons. Ces échantillons furent divisés en 16 groupes de 12: 1^{er} groupe, billes; 2^e groupe, mordantage électrolytique; 3^e groupe, microsablage à l'oxyde d'aluminium de 50 μ m (l' Al_2O_3 50 μ m); 4^e groupe, microsablage à

l' Al_2O_3 50 μm + adhésion chimique (4-META); 5^e groupe, microsablage à l' Al_2O_3 50 μm + adhésion chimique (MPII); 6^e groupe, mordantage électrolytique + adhésif chimique (4-META); 7^e groupe, microsablage l' Al_2O_3 50 μm + adhésif chimique (CoJet[®]-System). Ces 7 groupes furent combinés à l'acrylique Biolon[®] et 7 autres groupes identiques furent combinés au composite Z100[®]. Le 15^e groupe, microsablage à l' Al_2O_3 50 μm + adhésif chimique combiné au composite Targis[™]. Le 16^e groupe, microsablage à l' Al_2O_3 50 μm + adhésif chimique combiné au composite ArtGlass[®]. Le groupe billes et Biolon[®] fut choisi comme groupe contrôle. Les échantillons furent thermocyclés 20,000 fois entre un bain d'eau froide de 6°C et un bain d'eau chaude de 48°C. Ils furent fracturés en cisaillement à l'aide de l'appareil *Instron*. Les fractures typiques de chaque groupe furent observées au microscope à balayage électronique. Les échantillons furent alors tous refaits et immédiatement fracturés sans thermocyclage. Les données furent soumises à une analyse de variance ANOVA avec deux variables indépendantes (thermocyclage et groupes). Par la suite, deux analyses de variance, une sans thermocyclage et une après thermocyclage, avec une variable indépendante (groupes) furent effectuées. Un test de *Tukey* (alpha 0,05) compléta l'analyse.

Résultats : Le groupe 7B, traité à l'aide du système CoJet[®] combiné au composite Z100[®], a généré le plus de force en cisaillement avec le moins de dispersion.

Conclusions : 1) L'hypothèse nulle est rejetée. 2) Le groupe 7B, système CoJet[®] combiné au composite Z100[®], a généré le plus de force en cisaillement. 3) Les groupes de billes et les groupes de mordantage électrolytique ne sont pas utilisés au maximum de leur potentiel puisqu'il est très difficile techniquement de confectionner ces types de surfaces métalliques.

Table des matières

Sommaire	iii
Liste des tableaux	vii
Liste des figures	viii
Liste des sigles et abréviations	ix
Remerciements	xi
INTRODUCTION	12
CHAPITRE 1 : Revue de littérature	14
1.1 PRÉSENTATION DU PROBLÈME	15
1.2 ALLIAGE CO-CR POUR PROTHÈSE PARTIELLE AMOVIBLE	17
1.3 MATÉRIAUX RÉSINEUX DE RESTAURATION	18
1.3.1 Les résines acryliques	18
1.3.2 Les résines composites	18
1.4 RÉTENTION MÉCANIQUE	19
1.4.1 Rétentions macromécaniques: Billes	19
1.4.2 Rétention micromécanique: Mordançage électrolytique	21
1.4.3 Rétention micromécanique: Oxyde d'aluminium	22
1.5 LA RÉTENTION CHIMIQUE ET MÉCANIQUE	23
1.5.1 Les ciments adhésifs	24
1.5.2 Les agents intermédiaires	25
1.6 MODE D'ÉVALUATION	27
1.6.1 Vieillessement artificiel des échantillons	27
1.6.2 Contraintes appliquées	29
1.6.3 Types de fractures	30
CHAPITRE 2 : Matériaux et méthodes	32
2.1 L'ALLIAGE	33
2.1.1 Billes de rétention	33
2.1.2 Mordançage électrolytique	33
2.1.3 Surface mordancée au jet d'Al ₂ O ₃ 50µm	34
2.2 TYPES DE RÉSINES UTILISÉES	34
2.2.1 Résine acrylique: Biolon®	36
2.2.2 Résine composite: Z100®	41
2.2.3 Résine composite de laboratoire Targis™	43
2.2.4 Résine composite de laboratoire ArtGlass®	44
2.3 PRÉSENTATION DES GROUPES D'ÉCHANTILLONS	45

2.4 MANIPULATION DES ÉCHANTILLONS	50
2.4.1 Vieillissement des échantillons	50
2.4.2 Contraintes en cisaillement	52
2.4.3 Observation au microscope à balayage électronique	53
2.4.4 Reprise des échantillons sans thermocyclage	54
2.5 ANALYSE STATISTIQUE	55
CHAPITRE 3: Résultats	56
CHAPITRE 4: Discussion	63
CONCLUSION	74
RÉFÉRENCES	76
Appendice A: Données brutes	83
Appendice B: Microscope à balayage électronique	90
Appendice C: Cas clinique	124

Liste des tableaux

<i>Tableau 1.</i> Liste de données commerciales des résines et adhésifs utilisés.....	35
<i>Tableau 2.</i> Codes utilisés pour identifier les surfaces.....	45
<i>Tableau 3.</i> Deux types de rétentions expérimentées.....	50
<i>Tableau 4.</i> Analyse <i>Tukey</i> avant thermocyclage	59
<i>Tableau 5.</i> Analyse <i>Tukey</i> après thermocyclage.....	61
<i>Tableau 6.</i> Données brutes	84

Liste des figures

<i>Figures 1a à 1b.</i>	Fracture adhésive de la résine.	17
<i>Figure 2.</i>	Types de fractures possibles.	30
<i>Figures 3a à 3k.</i>	Confection des échantillons Biolon®.	41
<i>Figures 4a à 4d.</i>	Confection des échantillons Z100®.	43
<i>Figures 5a à 5c.</i>	Appareil thermocycleur <i>Tenbokun BIG-016</i>	51
<i>Figures 6a à 6b.</i>	Appareil <i>Instron</i>	52
<i>Figure 7.</i>	Reprise des échantillons avec billes.	54
<i>Figure 8.</i>	Force de fracture avant le thermocyclage.	58
<i>Figure 9.</i>	Force de fracture après le thermocyclage.	58
<i>Figure 10.</i>	Échelle de l'écart de résolution de différents appareils de grossissement et les structures que ces appareils sont capables de distinguer.	91
<i>Figure 11.</i>	Principales différences entre le microscope à transmission électronique (TEM) et le microscope à balayage électronique (SEM).	92
<i>Figure 12.</i>	Préparation de l'échantillon.	93
<i>Figure 13.</i>	Diagramme démontrant les séquences des étapes pour préparer un spécimen.	95
<i>Figures 14a à 14g.</i>	Microscope à balayage électronique: billes.	101
<i>Figures 15a à 15f.</i>	Microscope à balayage électronique: mordançage électrolytique.	104
<i>Figures 16a à 16e.</i>	Microscope à balayage électronique: jet Al ₂ O ₃	106
<i>Figures 17a à 17d.</i>	Microscope à balayage électronique: 4-META.	108
<i>Figures 18a à 18d.</i>	Microscope à balayage électronique: MPII.	110
<i>Figures 19a à 19g.</i>	Microscope à balayage électronique: mordançage électrolytique et 4-META.	114
<i>Figures 20a à 20f.</i>	Microscope à balayage électronique: CoJet® System.	117
<i>Figures 21a à 21b.</i>	Microscope à balayage électronique: Targis®.	118
<i>Figures 22a à 22f.</i>	Microscope à balayage électronique: ArtGlass®.	121
<i>Figure 23.</i>	Microscope à balayage électronique: Mordançage électrolytique, 2 ^e partie de l'expérience.	122
<i>Figures 24a à 24d.</i>	Examens clinique et radiologique.	126
<i>Figures 25a à 25b.</i>	Montage sur l'articulateur.	127
<i>Figures 26a à 26c.</i>	Armature P.P.A.	129
<i>Figures 27a à 27d.</i>	Préparation du métal de l'armature.	130
<i>Figures 28a à 28b.</i>	Application de CoJet®-Sand.	131
<i>Figures 29a à 29e.</i>	Application de VISIO®-GEM Opaquer.	134
<i>Figures 30a à 30e.</i>	Plan de traitements complété.	136
<i>Figures 31a à 31c.</i>	Trois mois après les traitements.	137

Liste des sigles et abréviations

4-META	4-méthacryloxyéthyl trimellitate anhydride
ART	groupe expérimental ArtGlass®
Al ₂ O ₃ 50µm	oxyde d'aluminium de 50µm
BIS-GMA	diméthacrylate aromatique
Co-Cr	cobalt-chrome
D.V.O.	dimension verticale d'occlusion
HEMA	2-hydroxyéthylméthacrylate
M.M.A.	méthacrylate de méthyle
MDP	méthacryloyloxy décyl dihydrogenphosphate
MEPS	monomère contenant un dérivé du triphosphate méthacryloyloxyalkyl
MPII	metal primer II
PMMA	polyméthacrylate de méthyle
P.P.A.	prothèse partielle amovible
SEM	microscope à balayage électronique
TAR	groupe expérimental Targis®
TEGDMA	triéthylenglycol diméthacrylate
TEM	microscope à transmission électronique
VBATDT	6-(4-vinylbenzyl-n-propyl) amino-1,3,5-triazine-2,4 dithiol

*Ce travail est dédié à mon épouse Pauline et à
mes enfants Charles, Rémi et Julie.*

*Votre patience et votre confiance dans ce projet
m'ont été d'une aide inestimable.*

*Ce mémoire est également dédié à mon père Alban,
décédé en septembre 1998.*

Vous êtes celui que j'essaie d'imiter depuis mon plus jeune âge.

Remerciements

Dr Jean Barbeau, adjoint au vice doyen à la recherche.

Madame Carolle Billette pour la correction et la dactylographie du manuscrit.

Dr Pierre deGrandmont pour l'élaboration du projet et sa présence comme codirecteur.

Dr Pierre Desautels et le Département de restauration de la Faculté de médecine dentaire de l'Université de Montréal pour leur autorisation d'utiliser le laboratoire de matériaux dentaires.

Dr Daniel Fortin pour l'aide apporté à l'élaboration du projet et la correction du manuscrit.

Dr Gilles Gauthier, directeur, pour sa proposition du sujet du présent mémoire, sa présence constante et sa patience.

Dr Claude Lamarche, président rapporteur du jury, pour l'intérêt et l'encouragement de mener à bien ce projet.

Monsieur Gaston Lambert, photographe, pour les reproductions photographiques.

Dr Gilles Lavigne vice-doyen à la recherche et le comité de recherche pour l'achat de l'appareil thermocycleur.

Monsieur Jean-Charles Léger du laboratoire Lafond et Marston Inc. pour avoir fabriqué gratuitement la composante métallique des échantillons et le mordantage électrolytique.

Dr Antonio Nanci pour avoir permis d'utiliser les appareils du laboratoire de microscopie à balayage électronique.

Madame Bernadette Salnave, technicienne de laboratoire et M. Ly Thy Mar, étudiant en médecine dentaire pour leur précieuse aide et conseils pour l'utilisation de l'appareil *Instron*.

Dr Richard Taché, directeur du programme de réhabilitation prosthodontique.

Messieurs Richard Tanguay et Pierre Rompré pour les analyses statistiques.

Monsieur Léo Tenbokun pour le dessin, la confection et l'entretien de l'appareil thermocycleur.

Dr Keiichi Yoshida, Nagasaki University pour avoir fourni l'adhésif chimique MPII gracieusement.

Madame Sylvia Zalzal, chef de laboratoire, pour avoir effectué les analyses au microscope électronique.

Et ainsi qu'à tous ceux qui ont offert leur aide, votre support moral fut très apprécié.

Introduction

L'armature de la P.P.A. peut recouvrir la surface occlusale de quelques dents dans le but de rétablir le plan occlusal ou afin d'augmenter la D.V.O.. Traditionnellement, lorsque l'espace entre les dents antagonistes le permet, le métal est recouvert d'une résine de restauration blanche non chargée. Cette résine est retenue par une rétention macromécanique utilisant des billes de 0,5 mm de diamètre en saillie sur la surface métallique. Toutefois, ces billes augmentent l'épaisseur du métal et réduisent, par le fait même, l'épaisseur de la résine qui devient plus facile à casser. De plus, la contraction de prise de la résine et le manque d'adhésion chimique de la résine font qu'elle se soulève et se détache en périphérie au joint métal-résine. Cette détérioration du joint se propage et peu à peu la résine se fracture.

Il existe déjà des techniques alternatives pour faire adhérer une résine à une surface métallique. Comme une surface mince et durable est recherchée, des méthodes pour augmenter la rétention sans l'encombrement des organes de rétention macromécanique (billes) ont été testées tels le mordantage électrolytique et le mordantage à Al_2O_3 50 μm . Des méthodes d'adhésion de l'acrylique à l'aide de composés chimiques pour éliminer l'espace virtuel entre la résine et le métal ont aussi été développées. Nous savons, également, que les résines renforcées de charges inorganiques (composites) sont plus résistantes à l'usure que les résines acryliques non chargées. Des systèmes de résines composites commerciales de laboratoires sont présentement sur le marché. Le travail décrit dans le présent mémoire permet de comparer différentes techniques de traitement de l'alliage Co-Cr ainsi que l'utilisation de plusieurs types de résine dans la confection ou la réparation de P.P.A.

Chapitre 1: Revue de littérature

1.1 Présentation du problème

La prothèse partielle amovible a pour but premier de remplacer les structures dentaires manquantes et de préserver celles qui restent. Ce faisant, le plan occlusal et/ou la D.V.O. peuvent être à rétablir. L'utilisation de surfaces occlusales coulées métalliques recouvertes ou non de matière résineuse sont alors nécessaires. La surface occlusale coulée de l'appareil doit être esthétique, durable et fonctionnelle. Cette surface coulée peut être recouverte de porcelaine (Dunn & Reisbick, 1976; Windehy & Morris, 1998; Wu, Moser, Jameson & Malone 1991), d'acrylique (Barclay & Williams, 1994) ou de résine composite (Chang & Kayz, 1994).

Traditionnellement, la résine acrylique est retenue par des rétentions macro mécaniques telles les billes (Lamstein & Blechmen, 1956). Cette technique présente quelques difficultés. Ce système ajoute trop d'épaisseur et l'espace inter-occlusal disponible est souvent limité. L'épaisseur de la surface coulée et l'épaisseur des billes ont souvent déjà comblés l'espace disponible. Le maintien de l'intégrité de la résine est difficile parce que celle-ci s'effrite et casse si elle n'a pas une épaisseur raisonnable.

Deuxièmement, puisqu'il n'y a pas d'adhésion chimique, la contraction de polymérisation de la résine et les différences des coefficients d'expansion thermique de la résine et du métal amplifient l'espace virtuel au joint résine-métal. Des ouvertures apparaissent à la périphérie du joint et se propagent vers le centre de la surface. Ces

microfractures permettent aux liquides de s'infiltrer et de tacher l'acrylique entraînant ainsi une décoloration (Lamstein & Blechman, 1956). Si l'acrylique se fracture, le métal apparaît (voir Figures 1a-1b). Également, le matériel résineux est souvent mince en périphérie ce qui fait que les billes de métal apparaissent par transparence. Ces conditions entraînent une dégradation de l'esthétique.

Des alternatives existent, tels le mordantage électrolytique, le microsablage et l'adhésion chimique mais peu d'informations furent fournies sur la durabilité de l'adhésion entre la résine et le Co-Cr d'une surface coulée d'une P.P.A.

1a)



1b)



Figures 1a- 1b. Fracture adhésive de la résine après trois mois d'utilisation.

1.2 Alliage Co-Cr pour prothèse partielle amovible

L'alliage généralement utilisé pour fabriquer les squelettes de P.P.A. est le Co-Cr. Ses principaux avantages sont la biocompatibilité, la résistance à la corrosion et la rigidité suffisante pour un poids et une épaisseur minimum (O'Brien & Ryge, 1987). Les principaux constituants de la plupart des alliages Co-Cr offerts sur le marché sont le cobalt (60 %) et le chrome (25 à 30 %). Le chrome procure à l'alliage de la résistance à la corrosion. Les constituants secondaires sont le manganèse (Mn) et le silicium (Si) qui ont pour fonction d'accroître la fluidité de l'alliage. Les autres sont le molybdène (Mo), le tungstène (W) et le carbone (C) qui agissent comme principaux éléments de renfort.

1.3 Matériaux résineux de restauration

1.3.1 Les résines acryliques

Les polyméthacrylates de méthyle (PMMA) furent introduits en 1937 (Peyton, 1975). Ces résines se présentent sous forme de poudre et liquide. La poudre est constituée de particules sphériques de PMMA et le liquide est composé de méthacrylate de méthyle (MMA). Il n'y a pas de charge inorganique et le polymère formé est linéaire. Des pigments blancs ou roses sont ajoutés afin d'imiter l'apparence de l'émail ou de la gencive. L'utilisation de ces polymères est limitée dû à leur coefficient d'expansion thermique (incompatible à celui du métal), leur basse résistance à l'abrasion ainsi que leur qualité esthétique limitée.

1.3.2 Les résines composites

Le développement, au début des années 1960 par R.L. Bowen, d'une charge inorganique traitée au silane et incorporée dans une masse de résine représente un progrès significatif dans l'histoire des résines dentaires (Peyton, 1975).

Contrairement aux résines acryliques, les résines composite contiennent des charges inorganiques tels le quartz, le zirconium, la silice, etc. qui réduisent l'expansion thermique et la contraction de polymérisation. Ces particules augmentent le module de Young (rigidité) et la dureté de surface. Le monomère est un diméthacrylate aromatique (BIS-GMA) qui forme un polymère réticulé servant de matrice organique (O'Brien & Ryge, 1987).

Van Meerbeek et al. (1993) ont décrit les avantages d'avoir un gradient dans le module d'élasticité des différentes composantes d'un système d'adhésion. Un module d'élasticité bas et une basse viscosité pour les couches adjacentes au métal permettraient à ces couches de céder sans casser en se déformant pour accommoder les couches supérieures plus rigides lorsque celles-ci sont polymérisées. L'application de cette théorie est intéressante à utiliser afin de diminuer les contraintes au joint métal-résine causées lors de la contraction de prise, les changements de température ou lors de la flexion du système pendant la mise en fonction. Le système composé de l'adhésif Siloc[®] combiné au composite ArtGlass[®] a essayé de reproduire cette combinaison de matériaux selon les manufacturiers.

1.4 Rétention mécanique

L'adhésion mécanique comprend toutes les rétentions macroscopiques ou microscopiques possibles pour retenir la résine. C'est l'armature de la prothèse qui doit fournir les rétentions.

1.4.1 Rétentions macromécaniques: Billes

Les moyens macromécaniques possibles sont de petits anneaux, triangles, tiges (poteaux), boîtier rétenteur, billes de rétention, treillis métalliques, grillage et des lignes de finition rétentrices avec contre-dépouilles (Dunny & King, 1975). Les billes sont généralement utilisées.

Les billes sont des petites sphères d'acrylique incorporées au cirage de l'armature à l'aide d'un adhésif. Une fois coulées, elles créent des projections rétentives sur la surface métallique. Plusieurs facteurs peuvent affecter la force de rétention des billes:

1. Le diamètre de la bille.

Les plus petites billes (0,30 ou 0,50mm) offrent plus de rétention (Shue et al. 1987).

2. Le ciment utilisé pour retenir les billes.

Une étude par Lee, Pierpont et Strickler (1991) démontre que l'adhésif utilisé pour retenir les billes lors du cirage de la matrice de cire affecte la surface disponible pour la rétention de la résine. Ils ont conclu que le cyanoacrylate retient la bille sans trop recouvrir sa surface rétentrice et qu'un ciment visqueux va couvrir la surface rétentrice surtout si la bille est enfoncée dedans.

3. L'espace entre les billes.

Il faut un peu de distance entre chacune d'elles pour permettre à l'acrylique de rejoindre la surface rétentrice au dessous de la ligne de contour (Shue, Nicholls et Townsend, 1987).

La force moyenne en cisaillement entre l'acrylique Lucitone 199™ et un alliage recouvert de billes fut établie à $4,77 \pm 2,68$ MPa dans une étude faite par Zurasky et Duke (1987). Le type de fracture était de type II* au joint métal-acrylique.

* Voir pour description des différents types, la section 1.6.3.

Dunny et King (1975) conclurent de leur étude que la forme de rétention mécanique du métal pour la résine acrylique est importante pour déterminer la force de l'attachement entre les deux. Ils ont réalisé que les billes et les projections, en forme de tête de clous, ne conviennent pas pour favoriser un attachement fort à l'acrylique. Cependant, de grandes ouvertures dans le dessin des rétentions de l'armature permettent plus de masse d'acrylique et ainsi donnent un attachement plus fort que tous les autres dessins étudiés. Toutefois, ce type de préparation ne convient pas aux surfaces coulées.

1.4.2 Rétention micromécanique: Mordançage électrolytique

Le mordançage électrolytique génère des microporosités à la surface du métal par l'attaque d'un acide à l'aide d'une cellule électrolytique. Ce procédé crée des rétentions mécaniques microscopiques et augmente la surface disponible pour l'adhésion (Dunn & Reisbick, 1976). Tanaka, Atsuta, Uchiyama, et Kawashima, (1979) firent les observations suivantes au sujet du mordançage électrolytique pour retenir une facette de résine sur un alliage de Co-Cr pour couronnes et ponts fixés:

1. L'espace pour la résine peut être d'épaisseur optimale parce que les crevasses du mordançage ne se projettent pas au-dessus du métal.
2. La fenêtre pour la résine peut être facilement modifiée parce que le mordançage ne se fait qu'après la coulée du métal.

Une cellule électrolytique est un circuit électrique qui comprend une source électrique, une anode, une cathode et un électrolyte. Le choix de l'électrolyte (l'acide), le voltage, l'intensité du courant électrique et le temps sont spécifiques pour chaque alliage.

Le courant électrique variera selon l'aire de la surface à mordancer (Simonsen, Thompson & Barrack, 1983). Celle-ci étant difficile à calculer, il peut arriver de trop ou de ne pas assez la mordancer. Trop mordancer enlève inutilement du métal (danger de perforation) et ne pas assez mordancer diminue les forces adhésives du joint. Le mordantage électrolytique se fait lorsque le métal est branché à l'anode de la cellule d'électrolyse. Lorsque le courant est appliqué, la surface est dissoute ou corrodée, mais au-dessus d'un certain voltage le processus d'électrolyse arrête et le phénomène de polissage électrolytique prend place (Simonsen et al., 1983). Le polissage électrolytique ne produit pas une surface apte à retenir de la résine (voir Figure 15e).

Les auteurs Veen, Jongebloed, Dijk, Purdell-Lewis et Poel (1988) ont remarqué à l'aide d'images du microscope électronique d'un alliage Co-Cr (Vitallium) que la surface mordancée est très lisse et n'a que très peu de contre-dépouilles même si elle est irrégulière (voir Figure 15a). Les expériences obtenues avec un produit commercial ne peuvent pas être utilisées pour prédire les caractéristiques de manipulation et le comportement clinique d'un autre alliage. La présence d'une surface rétentric sur un nouvel alliage doit être confirmée à l'aide d'un microscope à balayage électronique et d'études *in vitro* pour déterminer son efficacité (Simonsen et al., 1983).

1.4.3 Rétention micromécanique: Oxyde d'aluminium

Propulsé par un jet d'air, l' Al_2O_3 $50\mu\text{m}$ produit des microrugosités sur la surface métallique et augmente la surface disponible pour l'adhésion. Ce traitement augmente

l'énergie de surface* du substrat ce qui favorise un bon mouillage de l'adhésif (O'Brien, 1997). Les particules d' Al_2O_3 sont disponibles en différents diamètres. Le $50\ \mu\text{m}$ est habituellement utilisé.

Le jet d' Al_2O_3 $50\ \mu\text{m}$ seul produit un joint moins fort et moins prévisible que lorsqu'il est associé à une rétention chimique (Hansson, 1990; Kupiec, Wuertz, Barkmeier & Wilwerding, 1996). Une étude sur la fracture d'une surface traitée par un jet d' Al_2O_3 $50\ \mu\text{m}$ révèle que le mode de fracture est à prédominance adhésive mais quelques fractures cohésives de la résine se sont produites (Veen, Jongebloed et al., 1988). Une résine BIS-GMA chargée (Comspan) sans adhésif chimique fut utilisée dans cette étude.

1.5 La rétention chimique et mécanique

L'adhésion chimique restreint les possibilités de formation d'un espace entre la résine et le métal lors de la contraction de prise ou suite au stress causé par la différence du coefficient d'expansion thermique de ces deux matériaux (Jacobson, Chai Chang, Keri & Watanabe, 1988). Il existe deux moyens pour obtenir une adhésion chimique: les ciments adhésifs et les agents intermédiaires. Kern et Thompson (1993) recommandent de traiter le métal avec un jet d' Al_2O_3 $50\ \mu\text{m}$ pour rendre la surface du métal rugueuse (rétention micromécanique) et augmenter son énergie de surface avant d'entamer la procédure d'adhésion.

* Pour un solide, on parle d'énergie de surface. Pour un liquide, on parle de tension superficielle. L'énergie de surface du substrat = l'énergie de surface du solide x l'aire de la surface d'adhésion (O'Brien, 1997).

1.5.1 Les ciments adhésifs

Les ciments adhésifs réagissent directement avec le métal: c'est une réaction chimique qui a lieu entre certaines résines adhésives et les oxydes de surface des alliages. Dans le cas des ciments adhésifs, les fractures sont cohésives tandis que les ciments conventionnels se fracturent au joint résine-métal (Watanabe, Powers & Lorey, 1988). Le monomère adhésif 4-META (Superbond C&B) est inclu dans ce groupe.

Le 4-META fut développé au Japon à la fin des années 70. Ce monomère a une structure cristalline blanche qui se liquéfie à 95°C. Takeyama l'a introduit dans un acrylique à prothèses en 1986 (Jacobson, 1989). C'est un acrylique conventionnel où le 4-META constitue de 1 à 5% du monomère. Le but visé était d'améliorer le joint métal-acrylique des P.P.A. ou des dentiers ayant une base métallique. Les acryliques et les composites adhèrent avec le 4-META par une réaction chimique appelée copolymérisation.

Le manufacturier suggère de conditionner la surface métallique à l'aide d'un jet d' Al_2O_3 50 μm . La surface est nettoyée mécaniquement des débris avec un appareil à ultrasons. Les débris indésirables sont les particules d' Al_2O_3 50 μm restées prises sur le métal mais qui n'y sont pas retenues fermement (Diaz-Arnold, Keller, Wightman & Williams, 1996; Kern & Thompson, 1993). Le 4-META adhère très bien aux particules d' Al_2O_3 50 μm mais si ces particules ne sont pas bien incrustées dans le métal l'adhésion sera réduite. L'adhésion chimique se fait également avec les oxydes métalliques présents à la surface du métal. Le Co-Cr obtient une couche d'oxyde suffisante sans traitement d'oxydation (Tanaka, Fujiyama, Shimizu, Takaki & Atsuta, 1986).

Plusieurs autres monomères sont synthétisés et évalués: le monomère VBATDT commercialisé sous le nom V-Primer, le monomère MEPS de l'adhésif MPII ainsi que les produits Cesead Opaque Primer et Panavia qui contiennent le monomère MDP sont quelques exemples (Yoshida, Kamada, Tanagawa & Atsuta 1996; Yoshida, Taira, Matsumura & Atsuta, 1993). Yoshida et al., (1996) conclurent dans leurs études que les ciments adhésifs perdent beaucoup de force après le thermocyclage.

1.5.2 Les agents intermédiaires

Les agents intermédiaires peuvent être: une couche de silice ou une couche d'étain fortement adhérente à l'alliage. Le système Silicoater* est un exemple d'agent intermédiaire utilisant une couche de silice[†].

Le système Silicoater est utilisé pour l'adhésion de certaines résines de laboratoire. Il requiert l'utilisation du microsablage à l' Al_2O_3 $50\mu m$ pour les alliages nobles et de $250\mu m$ pour les alliages non précieux (Veen, Bronsdijk, Slagter, Poel & Arends, 1988). Suite au sablage du métal, ce dernier est nettoyé avec la solution d'acétate d'éthyle (Siliclean) et la couche de silice (Sililink) est appliquée suivant un processus de vitrification[‡] pour former une couche très mince ($0,5\mu m$). Ce procédé lie des molécules de silice à la surface du métal. Pour lier la résine à cette couche de silice-métal, il faut utiliser un agent coupleur: le silane (Siliseal). Le silane[§] sert à unir les liens libres de la surface de silice aux bouts des chaînes de polymère organique de la couche d'opaque. Une

* Heraus Julzer, Gmbh, Allemagne.

[†] Oxyde de silicium (SiO_2), corps solide de grande dureté, blanc ou incolore, très abondant dans la nature (constituant plus de la moitié de la croûte terrestre). Silice pure cristallisée (quartz). Silice fondue ou vitreuse ou verre de silice, silice non cristallisée, servant à fabriquer des instruments optiques, des appareils de laboratoire, etc. (Robert, 1985).

[‡] La formation d'une structure de verre ou d'un semblant de verre par fusion à la chaleur. Le développement d'une phase liquide qui une fois réagi ou refroidi produit une phase semblable au verre (Naylor, 1992).

[§] Dérivé hydrogéné du silicium, préparé par électrolyse des silicates d'aluminium. (Robert, 1985)

d'opaque. Une résine chargée (Dentacolor, ArtGlass®, etc.) peut finalement être appliquée. Ce système ne peut pas être utilisé pour réparer les prothèses à cause de la chaleur intense qui brûlerait la résine existante.

Le système Rocatec* utilise également une couche de silice sur la surface métallique pour augmenter l'adhésion de la résine. Ce système utilise un jet de particules de quartz et de silicate† de 110 à 120µm. Lorsque ces particules frappent le métal, l'énergie cinétique est transformée en énergie thermique qui peut atteindre l'intervalle de fusion de l'alliage. Cette température est atteinte pour le premier ou deuxième micron de la surface métallique: de l'énergie est libérée pour former la couche de silice en coincant les particules de silicate sur l'alliage. Cette technique utilise aussi une solution de silane comme agent couplant pour lier la résine. Plusieurs études ont démontré que l'addition d'une couche de silice offre une rétention beaucoup plus forte que le mordantage électrolytique (Re, Kaiser, Malone & Garcia-Godoy, 1988; Veen, Bronsdijk et al., 1988). Hansson et Moberg (1993) conclurent que la surface ayant une couche de silice retient la résine par des liens chimiques. Enfin, un nouveau système existe sur le marché: le CoJet®‡. Il est semblable au système Rocatec mais ici, il s'agit d'appliquer une couche de silice sans utiliser une source de chaleur. Le silane est appliqué par la suite. Le manufacturier suggère de l'utiliser pour des réparations, directement en bouche, de la

* ESPE, Seefeld, Allemagne.

† Le silicate est une des combinaisons possible du silice avec divers oxydes métalliques. Silicates naturels (émeraude, talc, argiles, feldspaths). (Robert, 1985)

‡ ESPE, Seefeld, Allemagne. Le système se compose de: a) COJET-SAND qui est un produit de sablage 30µm destiné à la silicatisation à froid des restaurations en métal, en céramique ou en composite avant la réparation ou destiné au scellement; b) ESPE-SIL qui est une solution au silane pour la silanisation de la céramique ou de surfaces métalliques silicatisées; c) VISIO-BOND qui est un agent d'adhésion entre la céramique et le composite, ou entre deux composites; d) VISIO-GEM Opaquer qui est un recouvrement du métal avant l'application de la couche composite.

porcelaine des couronnes et ponts fixés. La résine agira chimiquement sur ces couches pour obtenir l'adhésion voulue.

1.6 Mode d'évaluation

1.6.1 Vieillessement artificiel des échantillons

Les restaurations intraorales sont affectées par trois facteurs: le milieu humide, les changements de température et les forces de la mastication (Kern & Thompson, 1995). Le thermocyclage permet de vérifier l'influence des différents coefficients d'expansion thermique d'un échantillon. Le stress exercé par un cycle n'est pas très fort; cependant ce stress répété amène la fatigue des échantillons. De même, le thermocyclage accélère la diffusion de l'eau à l'interface (Tanaka, Nagata, Takeyama, Atsuta, Nakabayashi et Masuhara, 1981). Ohno, Endo, Araki et Askura (1992); Kern et Thompson (1994) conclurent, de leurs études, que les tests en laboratoire sur la durabilité des systèmes d'adhésions devraient inclure de plus longues périodes d'immersion dans un milieu humide. White et Golshanara (1996) démontrèrent dans leur recherche que le thermocyclage affectait, à différents taux, les ciments étudiés. Ils indiquent que le taux de perte d'adhésion peut être une meilleure prédiction du succès clinique à long terme; ainsi les ciments les plus forts à 1 000 cycles ne sont pas nécessairement les plus forts à 10 000 cycles.

Certaines études préfèrent un passage transitoire de courte durée entre le chaud et le froid pour imiter les conditions *in vivo*. Il est observé que le temps de trempage habituellement utilisé d'une minute dans un bain chaud et d'une minute dans un bain froid

sont des conditions extrêmes mais, par contre, ne représentent pas la réalité clinique. Il est préconisé d'observer une durée d'exposition d'environ 1 sec (Longman & Pearson, 1984; Walls, McCabe & Murray, 1985). La durée de l'expérimentation devient très raccourcie: 12 hres de thermocyclage équivaut à 12 240 cycles. Ces derniers auteurs ont évalué *in vivo* les variations de températures lors de la consommation des liquides de 5°C à 60°C. La température en bouche varie rapidement à cause du pouvoir tampon de l'appareil masticateur. La température est différente selon l'endroit où elle est enregistrée. Egalement, les températures extrêmes obtenues en bouche n'ont jamais atteint celles des liquides.

En regard d'un milieu humide, la littérature rapporte différentes manières pour effectuer une simulation de vieillissement des échantillons selon le but de l'étude ou les convictions des auteurs. Certains ne font que l'immersion dans l'eau des échantillons (Richards, Eichmiller, Dickens & Simoni, 1993). La plupart vont utiliser des bains de 4°C et 60°C avec une immersion dans chacun de 30 sec ou 60 sec. Le nombre de cycles varie aussi: 250 cycles (Bahannan & Lacefield, 1993); 1 000 cycles (Caeg, Leinfelder, Lacefield & Bell, 1990; Veen, Bronsdijk et al., 1988); 2 000 cycles (Taira & Imai., 1995; Tanaka et al. 1981; 1986); 20 000 cycles (Matsumura, Kato & Atsuta, 1997; Yoshida, Taira, Sawasa & Atsuta, 1997); 37 000 cycles (Kern & Thompson, 1995); 50 000 cycles (Yoshida et al., 1996; Yoshida, Sawase, Watanabe & Atsuta, 1995) et 100 000 cycles (Taira, Yoshida, Matsumura & Atsuta, 1998). Les températures des bains varient aussi: 7°C pour le bain froid (Barzilay, Myers, Cooper & Graser, 1988); 19°C pour le bain froid (Walls et al., 1985) et 37°C pour le bain chaud (Coelho, Rubo & Pegoraro, 1996). Ohno,

Araki, Endo, Yamane et Kawashima (1996) utilisèrent l'azote liquide dont la température est de -195.8°C pour le bain froid et de l'eau à 40°C pour le bain chaud pour 20 cycles (60 sec dans chaque bain). Leur but étant de diminuer le temps alloué pour le thermocyclage.

1.6.2 Contraintes appliquées

Pour vérifier les forces adhésives des échantillons, les chercheurs ont utilisé soit des contraintes de cisaillement, (Barzilay et al., 1988; Matsumura et al., 1997; May, Putten, Bow & Lang, 1997; Taira et al., 1998; Yoshida et al., 1995), de tension: (Kern & Thompson, 1994; 1995; NaBadalung, Powers & Connelly, 1997; Nakabayashi, Watanabe, & Gendusa, 1992; Taira & Imai, 1995; Zurasky et al., 1987) soit des contraintes de flexion: (Dunn et al., 1976; Wu et al., 1991). Le but d'une recherche influence les auteurs à opter pour une contrainte plutôt qu'une autre. Par exemple, Jacobson et al. (1988) choisirent un angle de force en cisaillement de 45° par rapport à l'échantillon pour imiter l'axe de force que subit l'acrylique d'une P.P.A. de classe IV au maxillaire supérieur. Donc, pour la présente étude, une force occlusale transmet des forces en compression à l'appareil de P.P.A. au niveau des surfaces coulées et ne sont normalement pas suffisamment fortes pour briser le joint métal acrylique. Par contre, ces forces ont une composante latérale (horizontale) qui se traduit en contrainte de cisaillement au joint métal-résine. Ces contraintes peuvent dépasser la force d'adhésion du joint. La présente étude utilisera donc une force en cisaillement.

La vitesse du ciseau qui fournit la charge sur l'échantillon doit également être choisie. La littérature n'est pas unanime ici encore. Zidan, Asmussen et Jorgensen (1980)

démontrèrent qu'en utilisant une vitesse de charge de 0,5, 5,0 ou 50 mm/min, il n'y avait aucune différence de force en tension entre le composite et l'émail. La vitesse de 0,5 mm/min est utilisée dans plusieurs études (Bahannan et al., 1993; Breeding & Bixon, 1996; Knobloch, Kerby, Brantley & Laurell, 1996; Kolodney, Puckett & Brown, 1992; Re et al., 1988; Richards et al., 1993; Yoshida et al., 1996; Yoshida et al., 1997) et sera également utilisée pour l'étude actuelle.

1.6.3 Types de fractures

Les différents types de fracture sont: Type I) cohésive dans le métal; Type II) adhésive à l'interface résine adhésive et métal; Type III) cohésive dans la résine adhésive; Type IV) adhésive à l'interface résine adhésive, acrylique ou composite; Type V) cohésive dans l'acrylique ou le composite et finalement; Type VI) une combinaison ou fracture mixte (voir Figure 2).

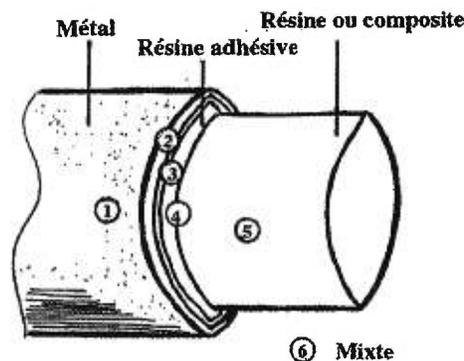


Figure 2. Types de fractures possibles. (voir texte pour la légende)

En pratique, il est très difficile d'évaluer le type de fracture. Le microscope à balayage électronique qui permet une haute résolution peut révéler le type exact de fracture*. Par contre, le microscope optique ne peut pas divulguer ces détails (Knobloch et al., 1996). En effet, ces auteurs ont observé d'infimes particules de résine sur le métal qui étaient invisibles au microscope optique.

La fracture de type I est difficile à imaginer. Par contre, un auteur démontra une fracture mixte (cohésive dans métal et cohésive dans l'acrylique) en photographiant des particules de métal restées prises dans l'acrylique (Veen, Jongebloed, et al., 1988). Pour être de type II, qui est une fracture adhésive, il doit rester très peu de matière organique sur le métal (Zidan, Asmussen & Jorgensen, 1982). Les types III, IV et V sont difficiles à différencier. La présence ou non de particules inorganiques dans la résine ou bien la texture différente des matières organiques peuvent aider à situer la fracture. En pratique, le chercheur conclura que c'est une fracture cohésive de la résine de type V. La fracture mixte est une fracture adhésive et cohésive.

* Voir Appendice B pour des exemples de photomicrographies.

Chapitre 2: Matériaux et méthodes

2.1 L'alliage

L'alliage Co-Cr fut utilisé, l'appellation commerciale de l'alliage choisi est: Vitallium® 2000*. Dans la présente étude, 108 cylindres de 6 mm de diamètre et de 6 mm de hauteur furent coulés selon la technique de la cire perdue. Un appareil à induction équipé d'un pyromètre optique fut utilisé pour les coulées (*ACMIII Casting Machine*†). Pour la plupart des cylindres, les deux extrémités sont utilisées. Les extrémités des cylindres ont reçu un des trois types de surface: 1) billes de rétention 2) mordançage électrolytique 3) et microsablage à l'Al₂O₃ 50µm.

2.1.1 Billes de rétention

Des billes de résine‡ de 0,5 mm furent appliquées à l'aide de l'adhésif *Hold*™ § sur la matrice de cire et le tout fut investi. Le cylindre de Vitallium® obtenu comporte donc une surface recouverte de billes. Vingt-quatre surfaces furent recouvertes de billes.

2.1.2 Mordançage électrolytique

À tour de rôle, 24 cylindres furent fixés à l'électrode positive (anode) et recouverts de cire, à l'exception des extrémités du cylindre. Les échantillons furent immergés dans un bain d'acide hydrochloridrique 18% et mordancé électrolytiquement à l'aide de l'appareil 2500-00 etcher/polisher**, Howmedica, Inc. Un courant électrique 500 mA/cm², d'une durée de 10 min, fut utilisé pour effectuer le mordançage. La solution fut agitée pendant le mordançage. Une fois le mordançage terminé et la cire enlevée, les échantillons furent rincés à l'eau et les surfaces exposées à l'acide furent vérifiées à l'aide

* *Austemal Inc.*, Chicago, Illinois 60632-4287, USA. Composition (% de la masse): cobalt (Co) 63,8%; chrome (Cr) 28,5%; molybdène (Mo) 6%; carbone © >1%; silicium (Si) >1%; manganèse (Mn) >1%.

† *Austemal Inc.*, Chicago, Illinois 60632-4287.

‡ George Tanb Product and Fusion Ltd., New Jersey, U.S.A..

§ *Spray-on Tray Adhesive*. Teledyne Water pik, Fort Collins, C080553-001.

** Numéro de série: DCI3F0021, *Austemal Inc.*, Chicago, Illinois, U.S.A..

d'un microscope optique ayant une lentille de 70x. Quarante-huit surfaces de Vitallium® furent ainsi traitées.

2.1.3 Surface mordancée au jet d'Al₂O₃ 50µm

Les autres échantillons furent nettoyés au jet de sable et les rugosités furent enlevées à l'aide de pierres abrasives. Par après, la surface métallique fut microsablée* au jet d'Al₂O₃ 50µm, durant 15 sec, à l'aide du Micro etcher™†. Une pression d'air de 90 p.s.i., à une distance de 5 mm de la surface métallique, fut utilisée. Ces échantillons furent finalement nettoyés à l'aide d'acétate d'éthyle dans un appareil à ultrasons pendant 10 min et séchés à l'air.

Pour tous les échantillons (192), un système de codification fut gravé dans le métal sur le côté du cylindre pour identifier les neuf traitements de surface étudiés ainsi que le type de résine ou d'adhésif utilisé.

2.2 Types de résines utilisées

Quatre résines furent utilisées sur les surfaces métalliques: 1) résine acrylique thermopolymérisable Biolon®‡ de couleur B 62; 2) résine composite photopolymérisable Z100®§ de couleur B2, pour restaurations en cabinet; 3) résine composite

* Le procédé d'altérer la surface d'un matériel en utilisant des particules abrasives propulsées par de l'air comprimé (*Journal of prosthetic dentistry*, 1994).

† Model er/erc, Precision Sandblaster, Danville Engineering inc., 115 Railroad Ave, Danville. Ca.

‡ Dentsply Trubyte, 570W. College Ave, York, Pa 17405-0872. Le Biolon® est une résine acrylique thermoplastique présentée sous forme de poudre (polymère) et de liquide (monomère). La poudre consiste en des particules sphériques de PMMA auxquelles on incorpore, entre autre, des pigments pour la couleur. Le liquide contient surtout le MMA. Une fois mélangé ensemble, on obtient une pâte qui est, par après, compressée dans un moule avant d'amorcer la polymérisation (O'Brien & Ryge, 1987). Le PMMA est le matériel le plus populaire pour les bases des prothèses amovibles. Il n'est pas renforcé par une charge inorganique.

§ 3M Dental Products. Z100® est un matériau de restauration photopolymérisable et radio-opaque. Il est recommandé pour les restaurations des dents antérieures et postérieures. Le matériau Z100® contient des résines BIS-GMA et TEDGMA. Un adhésif tel Scotchbond™ Multi-purpose Plus est utilisé pour assurer la liaison de la restauration à la structure de la dent.

photopolymérisable Targis™* pour laboratoire commercial; 4) résine composite photopolymérisable ArtGlass®† pour laboratoire commercial (voir Tableau 1).

Tableau 1

Liste de données commerciales des résines et adhésifs utilisés

<i>Résines</i>	<i>Manufacturier</i>	<i>Monomère (type)</i>	<i>Charge inorganique</i>
Biolon® Crown+Bridge resin. 960226	Dentsply Trubyte 570W. College Ave York, PA 17405- 0872	MMA	0%
Z100® Composite de restauration Teinte Vita™ B2	3M Dental Products St-Paul, MN 55144- 1000	BIS-GMA et TEGDMA	85,5% (du poids) 3,5 à 0,01µm
Scotchbond™ Multi-Purpose Plus	<i>Ibid</i>	HEMA et BIS-GMA	0%
Targis™	Ivoclar Williams, Ivoclar North America, Inc.	BIS-GMA	75 à 80% (du poids) < 1,0µm
ArtGlass®	Heraeus Kulzer GmbH, Allemagne	BIS-GMA et Ester méthacrylique	≈75% (du poids) < 2µm

Les différentes résines furent appliquées de manière à obtenir une surface d'adhésion normalisée pour tous les échantillons. Les moules étaient des capsules

* *Ivoclar Williams, Ivoclar North America, Inc.*. Targis est utilisé de façon indirecte, c'est-à-dire fait en laboratoire à partir d'une empreinte des dents. Targis est polymérisé à la lumière et à la chaleur.

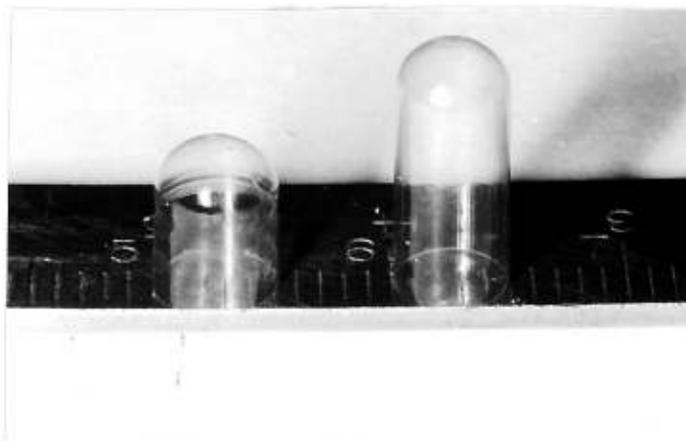
† *Heraeus Kulzer GmbH, Allemagne*. ArtGlass® est aussi un composite confectionné de façon indirecte. ArtGlass® est polymérisé à la lumière et à la chaleur.

solubles* dans l'eau comme celles qu'utilisent les compagnies pharmacologiques pour contenir un médicament quelconque. Cette capsule de gélatine est composée de deux parties qui peuvent être désignées comme suit : la capsule et son capuchon. La capsule a un diamètre *extérieur* de 4,7 mm et le capuchon a un diamètre *interne* de 4,7mm. L'un ou l'autre fut utilisé afin de normaliser la surface d'adhésion. Le capuchon était nécessaire lorsque la gélatine était utilisée directement comme moule (ex.: résine photomérisable Z100®). La capsule était nécessaire s'il fallait former un moule résistant à l'eau et à la chaleur avant que la résine fut posée (ex.: résine thermopolymérisable Biolon®). Les extrémités fermées de la capsule et du capuchon furent enlevées à l'aide d'un instrument chaud. Une description sommaire de la technique suit et, lors de la présentation des groupes d'échantillons, les procédures spécifiques pour chacun seront décrites.

2.2.1 Résine acrylique Biolon®

Une *capsule* de gélatine de diamètre *extérieur* de 4,7 mm fut collée à la surface métallique à l'aide de cire utilitaire rouge. Cette cire fut appliquée à l'*intérieur* de la capsule (voir Figure 3a).

3a)



* SOQUELEC Part No E10920.

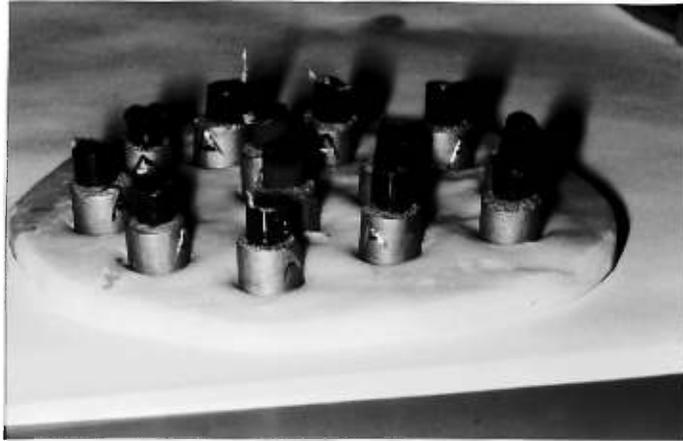
La capsule fut remplie de cire, environ 3 mm. La cire et la gélatine servirent de moule pour former un 2ième moule qui sera résistant à l'eau et à chaleur. Douze échantillons furent préparés. Les échantillons furent alignés et légèrement séparés en position verticale sur la table (voir Figure 3b): la capsule de gélatine vers le haut (Figure 3c). Les échantillons furent recouverts de Flexistone plus* (Figure 3d). Le Flexistone fut rapidement versé jusqu'à l'ouverture du cylindre. Les 12 cylindres du groupe furent ainsi réunis étant incorporés dans cette masse polymérisée de silicone (Figure 3e). Le silicone servi de moule résistant à l'eau et à la chaleur. L'ensemble de ces 12 échantillons fut renversé sur la table de travail lorsque la polymérisation se termina (Figure 3f). Par la suite, 12 nouvelles capsules de gélatine furent appliquées de la même façon sur l'autre extrémité des échantillons. Un nouveau mélange de Flexistone a recouvert cette deuxième partie de l'échantillon à l'exception de l'ouverture des capsules. Les surplus de Flexistone furent enlevés.

3b)



* Masse pour isolation à base de silicone, à réaction d'addition, de basse viscosité pour la mise en moule des prothèses amovibles: Dentan, GmbH et Co.KG., Allemagne. Ce matériel résistant à l'eau et à la chaleur produit des angles nets entre le métal et la résine thermopolymérisable.

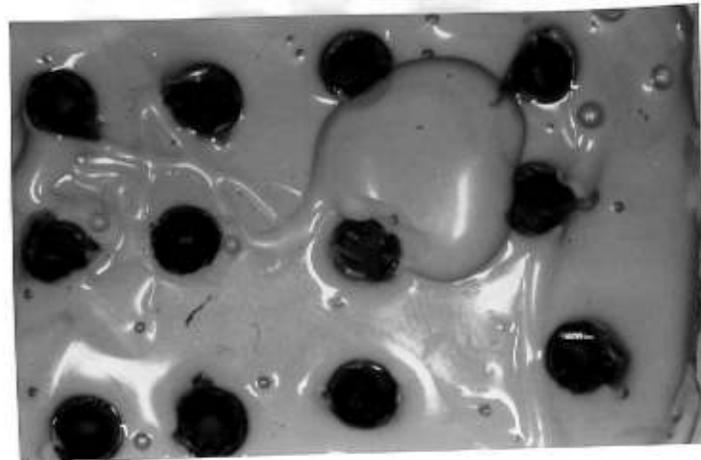
3c)



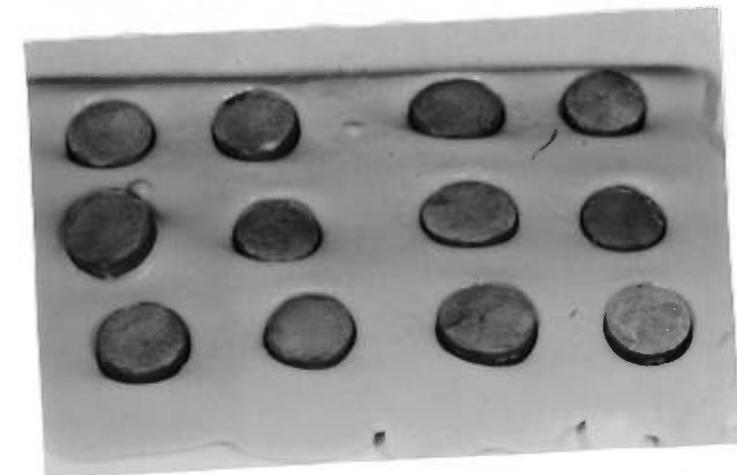
3d)



3e)



3f)

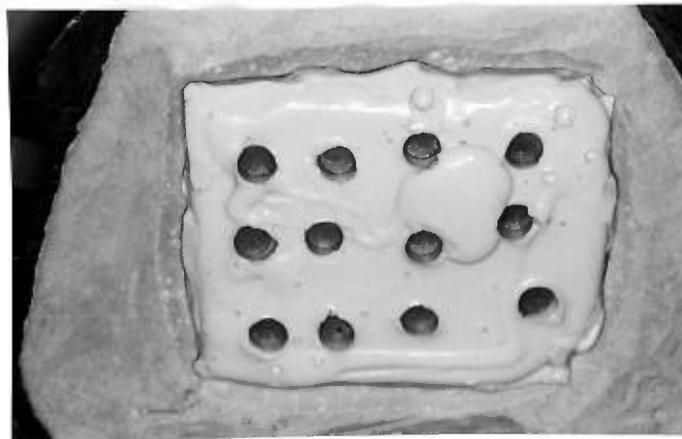


Les échantillons furent mis en moufle* de façon à orienter leurs axes longs parallèlement à l'axe des forces utilisées lors du compactage de la résine. Lorsque le moufle fut durci et ouvert, le silicone contenant les échantillons fut enlevé du moufle en un seul bloc. L'accès aux deux extrémités des échantillons fut possible. La cire et la gélatine furent enlevées à froid et les échantillons furent rincés à l'eau chaude (Figures 3g, 3h, 3i).

3g)



3h)



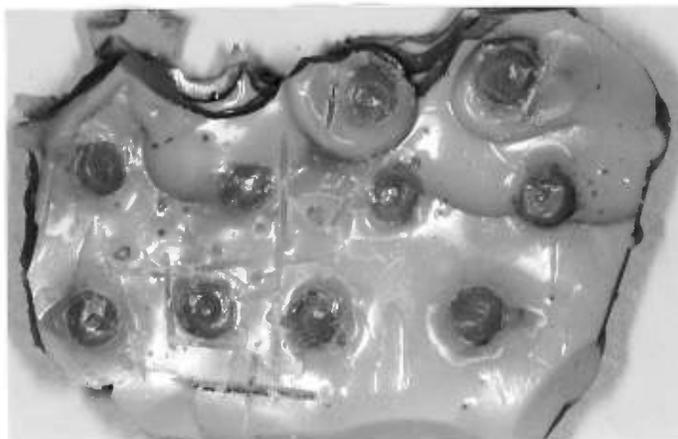
* Appareil de bronze composé de deux parties qui sert à préparer les moules d'appareils de résine dans un plâtre ou un revêtement spécial. Les deux parties sont étroitement liées par des moyens mécaniques afin d'éviter toute déformation pendant la cuisson. On utilise le moufle dans la fabrication ou la cuisson de prothèses complètes ou partielles amovibles (Lemieux, 1996).

3i)



Un séparateur fut appliqué sur la pierre. Une fois le moufle refroidi, une première couche de monomère et polymère fut appliquée aux deux bouts des échantillons, selon la méthode poivre et sel, suivi de l'addition d'un mélange de Biolon®. La résine Biolon® fut compactée trois fois selon la technique conventionnelle* jusqu'à 80 bars. Le moufle fut immergé dans de l'eau à la température de la pièce et pendant 1 hre fut progressivement chauffé jusqu'à 100°C. Le moufle fut maintenu pendant 1 hre additionnelle à cette température. Une fois refroidi à l'air, le moufle fut ouvert et les échantillons furent débarrassés du Flexistone et du plâtre (Figure 3j). Les surplus de résine furent meuler à l'aide d'une bande à sabler (Figure 3k).

3j)



* La technique conventionnelle prévoit l'ouverture du moufle jusqu'à trois fois pour ajouter de la résine et chaque fois le moufle est refermé et compressé à l'aide d'une presse pour obtenir une résine dense. Il existe sur le marché d'autres techniques dont celle par injection.

3k)



Figures 3a à 3k. Confection des échantillons Biolon®.

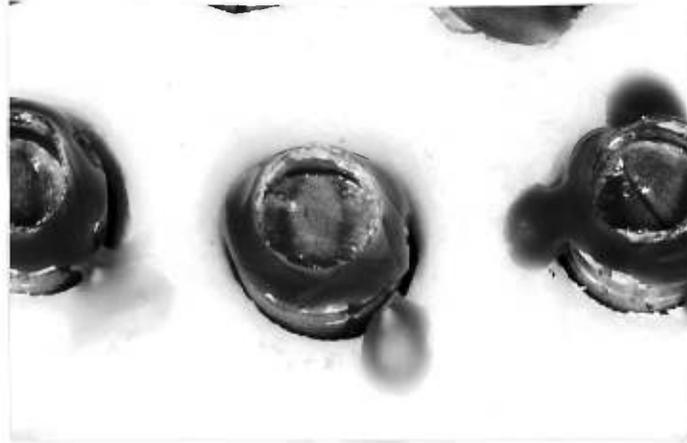
2.2.2 Résine composite Z100®

Le *capuchon* de gélatine de diamètre *intérieur* de 4,7 mm fut utilisé comme moule pour la résine composite. Il fut collé à la surface métallique à l'aide de cire utilitaire rouge à l'*extérieur* du *capuchon* (Figures 4a-4b). Cet assemblage servi directement comme moule pour la résine composite puisqu'il n'est pas nécessaire d'avoir un moule résistant à l'eau et à la chaleur.

4a)



4b)



La résine adhésive 3M Scotchbond™ Multi-Purpose Plus* fut appliquée et polymérisée 10 sec à 770 ± 40 mW/cm² à l'aide d'une lampe à polymériser Optilux 500†. La résine composite Z100® fut insérée en deux temps: 1 mm de résine fut compactée et polymérisée 20 sec à 770 ± 40 mW/cm² ensuite 2 mm de résine composite fut ajoutée, compactée et polymérisée durant 40 sec à 770 ± 40 mW/cm² (Figure 4c).

4c)

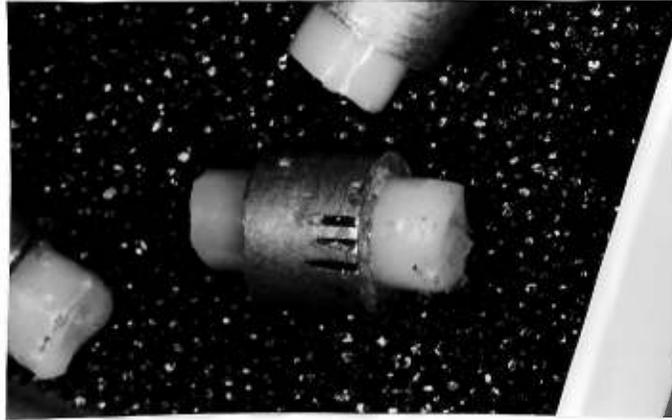


* 3M Dental Products, St-Paul, MN 55144-1000. L'adhésif a été utilisé dans le but de favoriser le mouillage de la résine composite sur le métal.

† Demetron/Kerr, 21 Commerce Drive, Danbury, CT 06810.

Une fois polymérisées, la gélatine et la cire furent enlevées à l'aide d'un bistouri (Figure 4d).

4d)



Figures 4a à 4d. Confection des échantillons Z100®.

2.2.3 Résine composite de laboratoire Targis™

Dans un laboratoire commercial, une surface de Vitallium® fut préparée à l'aide d'un jet d' Al₂O₃ 50µm à 40 p.s.i. durant 5 sec, nettoyée à l'aide d'un jet de vapeur et finalement asséchée à l'air comprimé. La résine Targis™ Link fut appliquée à l'aide d'une brosse jetable et laissée reposée pour une période de 1 min. Une mince couche d'opaque Targis™ fut appliquée. Elle fut polymérisée dans l'appareil Targis™ Quick pendant 20 sec. Une deuxième couche d'opaque fut appliquée et polymérisée pour une durée de 20 sec. Ensuite, le programme 2* de l'appareil Targis™ Power fut utilisé 11 min. L'échantillon fut déposé à 2 cm du plancher de la chambre de l'appareil. Une fois les 11 min écoulées, la couche inhibée fut enlevée à l'aide d'une éponge†. Le *capuchon* de gélatine ayant un diamètre *intérieur* de 4,7mm fut appliquée et le composite introduit à

* Polymérisation à la lumière seulement.

† La technique de fabrication normale de Targis™ recommande d'enlever la couche inhibée. Après polymérisation de la couche d'opaque, une surface luisante et grasseuse apparaît. Cette couche doit être essuyée pour permettre à la dentine Targis d'adhérer à la couche d'opaque.

l'intérieur en couche d'une épaisseur maximale de 2mm. La première couche fut polymérisée 20 sec dans l'appareil Targis™ Quick. La deuxième couche fut polymérisée 60 sec dans le même appareil. La capsule fut enlevée à l'aide d'un couteau et le gel Targis™ fut appliqué pour empêcher la formation d'une couche d'inhibition. L'échantillon fut polymérisé dans l'appareil Targis™ Power au programme 1* pendant une période de 25 min. Le gel fut enlevé à l'aide d'un jet de vapeur. Cette procédure fut employée pour les 12 surfaces de ce groupe.

2.2.4 Résine composite de laboratoire ArtGlass®

ArtGlass® fut appliqué sur la surface métallique à l'aide du système Silicoater MD selon les recommandations du fabricant, dans un laboratoire commercial. Le métal fut traité au jet d'Al₂O₃ de 250µm. La surface fut nettoyée avec Siliclean et séchée. L'adhésif Sililink fut appliqué et fut laissé sécher.

L'échantillon fut cuit au four à 320°C pendant 8 min puis a refroidi pendant 4 min. Le scellant Siliseal fut appliqué et séché 2 min. Une première couche d'opaque fut appliquée et photopolymérisée durant 3 min pour permettre la polymérisation complète. Une deuxième couche d'opaque fut appliquée et photopolymérisée durant 90 sec. Le composite dentine, en couche d'au plus 2mm, fut appliqué et cuit 90 sec pour chaque couche. La même procédure fut répétée pour les 12 échantillons.

* Polymérisation à la lumière et chaleur. La chaleur varie à différents paliers de 70° C à 95° C.

2.3 Présentation des groupes d'échantillons

La constitution des groupes s'est effectuée de la manière suivante: 192 surfaces furent divisées en 16 groupes de 12 surfaces. Sept différents groupes de traitements de surface du métal regroupant chacun 12 échantillons pour la résine Biolon® ainsi que 12 échantillons pour la résine composite Z100®, soit un total de 168 surfaces furent préparées. Finalement, deux groupes de 12 échantillons chacun pour les deux résines composites de laboratoire commercial, totalisant pour ces derniers groupes 24 surfaces, furent préparées. Les codes de chaque groupe furent regroupés à l'aide du Tableau 2.

Tableau 2

Codes utilisés pour identifier les surfaces

Matériaux résineux Traitement de surface	Biolon®	Z100®	Targis™	ArtGlass®
Billes	1A	1B		
Mordançage	2A	2B		
Jet d'Al ₂ O ₃	3A	3B		
Jet d'Al ₂ O ₃ + 4-META	4A	4B		
Jet d'Al ₂ O ₃ + MPII	5A	5B		
Mordançage électrolytique et 4-META	6A	6B		
Jet d'Al ₂ O ₃ + CoJet® System	7A	7B		
Jet d'Al ₂ O ₃ + Targis™			TAR	
Jet d'Al ₂ O ₃ + ArtGlass®				ART

1^{er} groupe: 1A

- 12 surfaces billes (section 2.1.1)+ Biolon[®] (section 2.2.1).

Ce groupe de 12 surfaces fut choisi pour être le groupe contrôle.

2^e groupe: 1B

- 12 surfaces billes (section 2.1.1)+ Z100[®] (section 2.2.2).

3^e groupe: 2A

- 12 surfaces mordancées électrolytiquement (section 2.1.2)+ Biolon[®]:

À la technique de la pose du Biolon[®], décrite à la section 2.2.1, les étapes suivantes furent ajoutées: après l'élimination de la cire, les échantillons furent immergés dans l'acétate d'éthyle durant 10 min dans un appareil à ultrasons, ensuite rincés et séchés.

4^e groupe: 2B

- 12 surfaces mordancées électrolytiquement (section 2.1.2)+ Z100[®] (2.2.2).

5^egroupe: 3A

- 12 surfaces microsablées à Al₂O₃ 50µm (2.1.3)+ Biolon[®]:

Selon la technique de l'application du Biolon[®], après l'étape de l'enlèvement de la cire, un microsablage a été fait pendant 15 sec à l'aide d'une pression d'air de 90 p.s.i. et à une distance 5mm de la surface métallique. Les échantillons furent immergés dans l'acétate d'éthyle 10 min dans un appareil à ultrason, ensuite rincés et séchés. La suite de la technique d'application du Biolon[®], décrite à la section 2.2.1, fut suivie.

6^e groupe: 3B

- 12 surfaces microsablées à Al₂O₃ 50µm (section 2.1.3)+Z100[®] (section 2.2.2).

7^e groupe: 4A

- 12 surfaces microsablées à Al_2O_3 50 μ m (section 2.1.3)+ adhésion chimique (4-META)*+ Biolon[®]:

Ce groupe fut préparé selon la procédure pour le Biolon[®], mais après l'élimination de la cire, les étapes suivantes furent ajoutées. Dans un premier temps, 15 sec de microsablage à l' Al_2O_3 50 μ m fut appliqué au métal. Les échantillons furent immergés dans l'acétate d'éthyle et, à l'aide d'un appareil à ultrasons, ceux-ci furent nettoyés pendant 10 min. Les échantillons furent séchés et l'apprêt à métal 4-META fut appliqué en une couche mince et uniforme. La résine Biolon[®] fut appliquée en moins de 3 min suivant l'application du 4-META. La suite de la procédure, déjà décrite à la section 2.2.1, de l'application du Biolon[®] fut suivie.

8^e groupe: 4B

- 12 surfaces microsablées à Al_2O_3 50 μ m (section 2.1.3)+ adhésion chimique (4-META) + Z100[®]:

La procédure pour l'application du Z100[®] fut suivie jusqu'au collage des capuchons de gélatine. Par la suite, l'apprêt 4-META fut appliqué en couche mince sur le métal et en moins de 3 min, l'adhésif Scotchbond™ MP Plus fut appliqué. Le Scotchbond™ MP Plus fut polymérisé et la suite des étapes fut semblable à la technique décrite à la section 2.2.2.

9^e groupe: 5A

- 12 surfaces microsablées à Al_2O_3 50 μ m (section 2.1.3)+ adhésion chimique (MP II[†]) + Biolon[®]:

Après l'étape de l'élimination de la cire, l'apprêt MPII fut appliqué en deux couches minces sur le métal et séché. La technique d'application du Biolon[®], expliquée auparavant à la section 2.2.1, fut poursuivie.

* *Acrylique Solder*, Farmingdale, N.Y.. Monomère actif: 4-META. No. lot: 50301.

† *Metal Primer II* (MPII), GC Corporation, Tokyo, Japon. Monomère actif: MEPS. No. lot: 150371.

10^e groupe: 5B

- 12 surfaces microsablées à Al_2O_3 $50\mu\text{m}$ (section 2.1.3)+ adhésion chimique (MP II) + Z100[®]:

Avant la pose du Z100[®], deux couches minces de l'apprêt MPII furent appliquées et séchées. La technique d'application du Z100[®], expliquée à la section 2.2.2, fut suivie.

11^e groupe: 6A

- 12 surfaces, mordantage électrolytique (section 2.1.2)+ adhésion chimique (4-META) + Biolon[®] :

Après le retrait de la cire de la section 2.2.1, les échantillons furent immergés dans l'acétate d'éthyle pendant 10 min dans un appareil à ultrason, ensuite rincés et séchés. L'apprêt 4-META fut appliqué et dans un délai de 3 min, la résine Biolon[®] fut appliquée en suivant la technique déjà expliquée (section 2.2.1).

12^e groupe: 6B

- 12 surfaces, mordantage électrolytique (section 2.1.2)+ adhésion chimique (4-META) + Z100[®] :

Les cylindres de gélatines furent collés, ensuite le 4-META fut appliqué. Toujours dans un délai de 3 min, le produit Scotchbond™ MP Plus fut appliqué. La technique d'application du Z100[®], déjà expliquée à la section 2.2.2, fut suivie.

13^e groupe: 7A

- 12 surfaces microsablées à Al_2O_3 $50\mu\text{m}$ (section 2.1.3)+ adhésion chimique (système CoJet[®]) + Biolon[®]:

Après avoir éliminer la cire, la surface métallique fut mordancée à l'aide du CoJet[®]-Sand pendant 15 sec. Les particules mobiles de CoJet[®]-Sand furent enlevées délicatement à

l'aide d'un jet d'air. Une couche de ESPE®-Sil fut immédiatement appliquée et une attente de 5 min fut observée. Visio-Gem® opaque fut mélangé et appliqué en une mince couche. L'échantillon fut exposé sous une lumière photopolymérisante pendant 10 sec. La suite de la préparation de ces échantillons fut comme celle décrite à la section 2.2.1.

14^e groupe: 7B

- 12 surfaces microsabées à Al_2O_3 50 μ m (section 2.1.3)+ adhésion chimique (système CoJet®)+ Z100® :

Le CoJet®-Sand fut pulvérisé pendant 15 sec et l'excédent du produit fut délicatement enlevé à l'aide d'un jet d'air. Une couche de ESPE®-Sil fut immédiatement appliquée et une attente de 5 min fut observée. VISIO-GEM® Opaquer fut mélangé et appliqué en une mince couche. Une photopolymérisation de 10 sec fut faite et le *capuchon* de gélatine, dont le diamètre *interne* est de 4,7 mm, fut collé sur cette surface préparée. L'adhésif Scotchbond™ MP Plus fut appliqué et polymérisé pendant 10 sec. La suite de la préparation de ces échantillons fut selon le modèle du Z100® (section 2.2.2).

15^e groupe: TAR

- 12 surfaces microsabées à Al_2O_3 50 μ m (section 2.1.3)+Targis™ (section 2.2.3).

16^egroupe: ART

- 12 surfaces microsabées à Al_2O_3 50 μ m (section 2.1.3)+ ArtGlass® (section 2.2.4).

Les groupes furent réunis dans deux types de rétention décrits dans le Tableau 3.

Tableau 3
Deux types de rétentions expérimentées

Mécanique:	Billes	Mordançage électrolytique	Mordançage au jet d' Al_2O_3
Mécanique/chimique:	Al_2O_3 4-META	Al_2O_3 et MPII	mordançage électrolytique et 4-META
	CoJet [®] System	Targis [™]	Artglass [®]

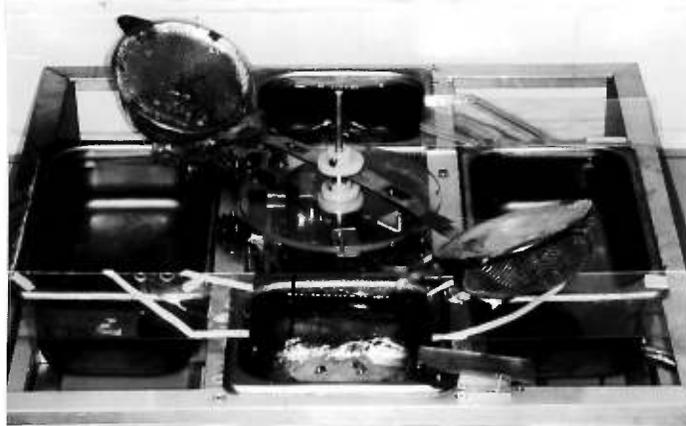
2.4 Manipulation des échantillons

2.4.1 Vieillessement des échantillons

Le thermocyclage essaie d'imiter le milieu humide et les variations de températures que la prothèse subit en bouche pendant une période de 5 ans. Par exemple, deux tasses de café par jour durant 5 ans équivalent à près de 20 000 cycles. Donc, pour cette étude, les 16 groupes de 12 échantillons (192 surfaces expérimentales) furent thermocyclés d'un bain de 6°C à un bain de 48°C pour 20 000 fois à l'aide du thermocycleur *Tenbokun BIG-016** (voir Figures 5a à 5c).

* Modèle no. 001. Université de Montréal, Québec.

5a)



5b)



5c)

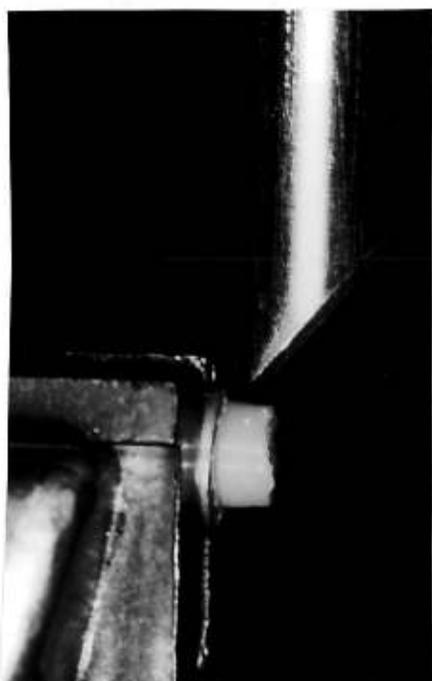


Figures 5a à 5c. Appareil thermocycleur *Tenbokun BIG-016*.

Un cycle fut convenu être: 1 min dans un bain à 6°C, 5 sec pour le transfert dans l'autre bain et 1 min dans le bain à 48°C.

2.4.2 Contraintes en cisaillement

Lorsque le vieillissement artificiel des échantillons fut terminé, les contraintes en cisaillement furent appliquées à l'aide de l'appareil *Instron**. Chaque échantillon fut maintenu à l'aide d'un étau et le ciseau fut aligné perpendiculairement à l'axe de la résine (voir Figures 6a-6b).



6a)



6b)

Figures 6a-6b. Appareil *Instron*.

Le ciseau fut ajusté au ras du métal. Les échantillons furent brisés à une vitesse du ciseau (*crosshead speed*) de 0,5 mm/min. La charge nécessaire pour briser l'échantillon fut notée par l'appareil en kilogramme-force (kgF).

* Universal Testing Machine, modèle no. 4201; Canton Massachusetts 02021.

La surface normalisée fut calculée comme suit :

rayon de la résine = 0,235 cm

$$\text{surface} = \pi r^2 = 3,1416 \times (0,235\text{cm})^2 = 3,1416 \times 0,0552 \text{ cm}^2 = 0,173 \text{ cm}^2$$

La force de cisaillement appliquée en mégapascals (MPa) fut calculée comme suit:

$$\text{MPa} = \frac{\text{Charge (Kg)}}{\text{Surface (cm}^2\text{)}} \times \text{Constante}$$

Exemple: L'échantillon #1 de la surface 1A obtint la valeur 13,39 kgF pour la charge nécessaire pour briser l'échantillon (voir Appendice A).

$$\frac{13,39 \times 0,09809}{0,173} = 7,59 \text{ MPA}$$

La conversion de la valeur MPa à p.s.i. est la suivante :

$$\text{MPa} / \text{constante} = \text{p.s.i. (pas de décimal)}$$

Exemple: 7,59 MPa / 0,006895 = 1101 p.s.i. 1 MPa est environ égale à 145 p.s.i.

2.4.3 Observation au microscope à balayage électronique

La localisation ou le type de fracture fut évalué à l'aide d'un microscope à balayage électronique*. Les échantillons fracturés représentant un de chaque traitement de surface furent montés sur des socles. La plupart des échantillons furent vaporisés d'une couche de carbone à l'aide de l'appareil *BAL-TEC MED 020* afin de permettre une meilleure visualisation des matières organiques. Les échantillons furent observés à 5kv et la distance de travail variant de 8 mm jusqu'à 29 mm. Les images en SEI et BEI furent observées et photographiées. Le grossissement utilisé varie de 30x à 1000x. La surface de mordantage électrolytique fut également vérifiée avant l'adhésion de la résine lors de la reprise des échantillons.

* JSM-6300F Scanning Microscope. (Voir Appendice B)

2.4.4 Reprise des échantillons sans thermocyclage

Les lingots de Vitalium® furent nettoyés et les échantillons refaits selon la même méthode. Les échantillons avec surface de billes furent mis dans un four et la température fut montée progressivement (15° C/min) jusqu'à 700°C. Cette température fut maintenue durant 30 min et par la suite ces échantillons furent laissés à refroidir graduellement jusqu'à l'obtention de la température de la pièce. Les cendres de l'acrylique furent enlevées à l'aide d'un jet d'air (voir Figure 7).

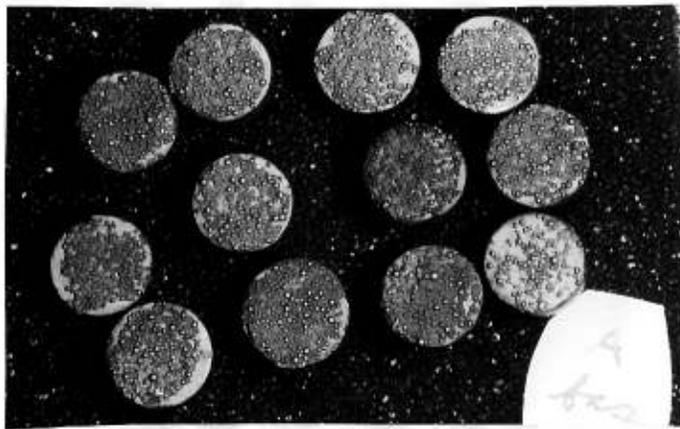


Figure 7. Reprise des échantillons avec billes.

Les échantillons avec une surface mordancée électrolytiquement furent meulés à l'aide d'une bande à sabler activée par un moteur électrique. Ensuite la surface fut sablée à la main à l'aide d'un papier sablé de grosseur 400 et finalement mordancée électrolytiquement comme la première partie de l'expérience. Les échantillons avec une surface microsablée au jet d' Al_2O_3 50 μm seulement furent également meulés et sablés. Ils furent ensuite préparés de la même manière que ceux de la première partie de l'expérience. Les résines Biolon® et Z100® furent appliquées de la même manière que dans la première partie de l'expérience. Le protocole suggéré pour l'application de la résine Targis™ fut changé par la compagnie Ivoclar. L'étape Targis™ link fut appliquée et laissée reposer durant 3 min contrairement à 1 min lors dans la première partie de l'expérience. Le reste du protocole n'a pas été changé. La fabrication des échantillons ArtGlass® fut également différent. L'apprêt fut changé par le laboratoire qui produit les

échantillons ArtGlass®. Le système Siloc* fut utilisé. Le métal fut traité au jet d'oxyde d'aluminium de 250 μm . La surface fut nettoyée à l'aide d'un jet d'air comprimé. Siloc PRE fut appliqué et séché 2 min à l'air libre. Une fois secs, les échantillons furent mis dans l'appareil et le programme 2† fut activé. Les échantillons furent refroidis 4 min, Silobond fut appliqué et séché à l'air 5 min. Le produit *Retentions Flow* fut appliqué par après. Ils furent photopolymérisés durant 3 min et refroidis 1 min. Deux couches d'opaque furent appliquées et photopolymérisées 3 min chacune. Le composite dentine ArtGlass® fut appliqué comme dans la première partie de l'expérience. Les 192 surfaces furent cassées à l'aide de l'appareil *Instron* à une vitesse du ciseau de 0,5 mm/min, sans avoir été thermocyclées. Les charges en kgF furent notées et les valeurs MPa calculées.

2.5 Analyse statistique

Une analyse de variance ANOVA avec deux variables indépendantes fut utilisée. Les deux variables indépendantes étant le thermocyclage (avant et après) et les groupes (16) pour 384 valeurs en MPa. Par la suite, deux analyses de variance, une avant et une après thermocyclage, avec une variable indépendante (16 groupes) furent effectuées. On a ensuite fait un test de *Tukey* pour comparer les groupes entre eux. Ce test permet de conserver le risque d'erreur de type I (alpha) à 0,05. Le logiciel SAS fut utilisé pour faire les analyses statistiques.

* Kulzer GMGH, Allemagne.

† Le programme 2 consiste en la photopolymérisation pour 90 sec.

Chapitre 3: Résultats

Le Tableau 2 présente la clef des codes utilisés pour identifier les différents groupes. Les valeurs brutes en MPa de chaque échantillon sont confinées dans l'appendice A.

La Figure 8 représente un diagramme à bande des moyennes et l'erreur standard de chaque groupe avant thermocyclage. La Figure 9 représente un diagramme à bande des moyennes de chaque groupe ainsi que l'erreur standard après thermocyclage.

Un échantillon se fractura accidentellement et donc il fut enlevé de l'étude. Par contre, un certain nombre d'échantillons qui n'ont pas résisté au traitement lors du séjour dans le bac de l'appareil de thermocyclage furent inclus dans les analyses statistiques.

L'analyse ANOVA, à deux variables indépendantes, révéla une interaction entre thermocyclage et groupe : $F(15, 351) = 9,53 ; p < 0.001$. Cette interaction indique que l'effet du thermocyclage n'est pas le même pour les 16 groupes. À cause de cette interaction, les analyses ANOVA à une variable indépendante (les 16 groupes) avant et après thermocyclage furent effectuées. L'analyse ANOVA avant thermocyclage révéla une différence entre les groupes : $F(15, 175) = 39,01 ; p < 0.001$. Les résultats de l'analyse *Tukey* avant thermocyclage sont représentés au Tableau 4.

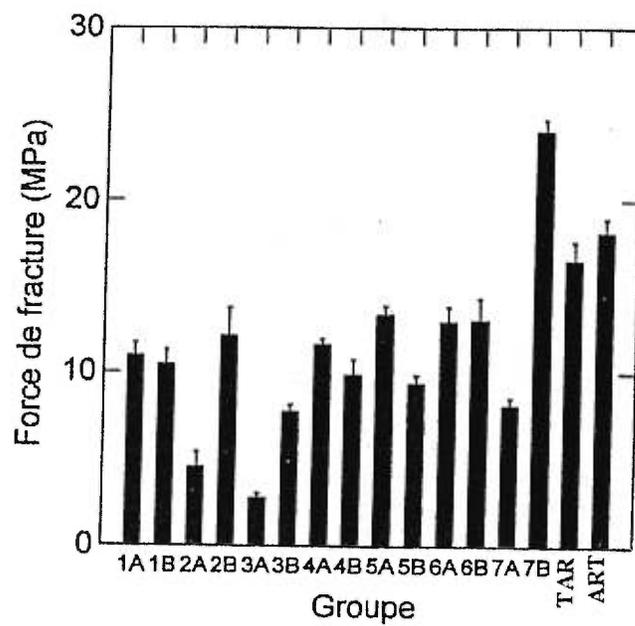


Figure 8. Forces de fractures avant le thermocyclage.

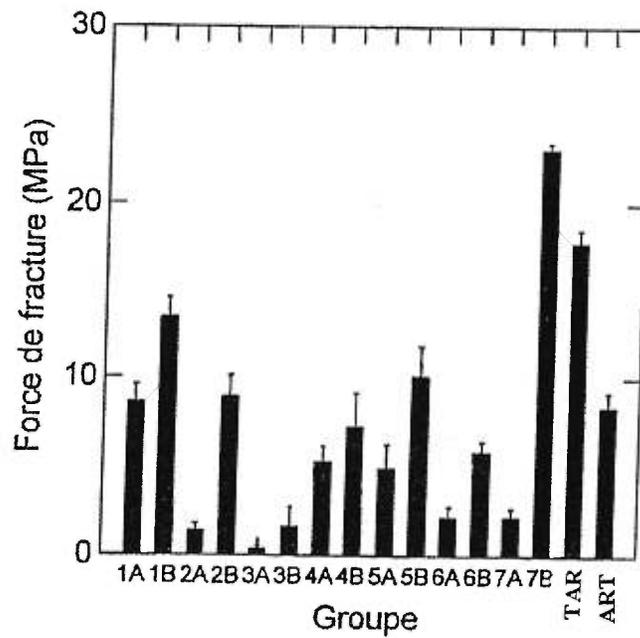


Figure 9. Forces de fracture après thermocyclage.

Tableau 4
Analyse Tukey avant thermocyclage

Groupements de l'analyse Tukey		Moyennes (MPa)	N	Groupe
	A	24.028	12	7B
	B	18.150	12	ART
	B			
C	B	16.548	12	TAR
C				
C	D	13.372	12	5A
C	D			
C	D	13.042	12	6B
C	D			
C	D	12.968	12	6A
	D			
E	D	12.142	12	2B
E	D			
E	D	F	11.639	4A
E	D	F		
E	D	F	10.963	1A
E	D	F		
E	D	F	10.457	1B
E	D	F		
E	D	F	9.861	4B
E	D	F		
E	D	F	9.372	5B
E		F		
E	G	F	8.086	7A
	G	F		
	G	F	7.661	3B
	G			
H	G		4.451	2A
H				
H			2.692	3A

Note. Les moyennes avec la même lettre ne sont pas significativement différentes ($\text{Alpha} = 0,05$).

Le diagramme à bande avant thermocyclage situe le groupe témoin Billes et Biolon[®] (1A) à une moyenne de 10,96MPa et $\pm 0,73$ comme erreur standard. L'analyse *Tukey* démontre que ce groupe est statistiquement semblable à dix autres groupes. Par contre, trois sont plus forts et deux sont plus faibles. Le groupe 7B (CoJet[®] System avec Z100[®]) se démarque statistiquement des autres avec une moyenne de 24.03MPa $\pm 0,69$ et les deux résines commerciales ArtGlass[®] et Targis[™] suivent avec des moyennes de 18,15MPa $\pm 0,77$ et 16,55MPa $\pm 1,08$ respectivement. Le mordantage électrolytique et Biolon[®] avec une moyenne de 4,45MPa $\pm 0,89$ et le jet d'Al₂O₃ 50 μ m combiné au Biolon[®] avec une moyenne de 2,69MPa $\pm 0,28$ sont les deux groupes statistiquement plus faibles que le groupe contrôle.

L'analyse ANOVA, après thermocyclage, révéla une différence entre les groupes: $F(15, 176) = 39,60 ; p < 0.001$. Les résultats du test *Tukey* sont représentés au Tableau 5.

Tableau 5
Analyse *Tukey* après thermocyclage

Groupements de l'analyse <i>Tukey</i>	Moyennes (MPa)	N	Groupe			
	A	23.065	12	7B		
	B	17.744	12	TAR		
	B					
C	B	13.433	12	1B		
C						
C	D	10.064	12	5B		
C	D					
C	D	E	8.900	12	2B	
C	D	E				
C	D	E	8.565	12	1A	
	D	E				
	D	E	8.345	12	ART	
	D	E				
	D	E	7.200	12	4B	
	D	E				
F	D	E	5.758	12	6B	
F	D	E				
F	G	D	E	5.192	12	4A
F	G		E			
F	G		E	4.809	12	5A
F	G					
F	G			2.178	12	7A
F	G					
F	G			2.138	12	6A
F	G					
F	G			1.557	12	3B
F	G					
F	G			1.308	12	2A
	G					
	G			0.344	12	3A

Note. Les moyennes avec la même lettre ne sont pas significativement différentes ($\text{Alpha} = 0,05$).

Le diagramme à bande après thermocyclage situe le groupe témoin Billes et Biolon[®] à une moyenne de $8,57\text{MPa} \pm 0,96$. L'analyse *Tukey* démontre que ce groupe est statistiquement semblable à neuf autres groupes. Deux groupes font partis d'une classe supérieure au groupe contrôle et cinq groupes y sont statistiquement plus faibles. CoJet[®] System avec Z100[®] obtiennent la plus haute moyenne à $23,07\text{MPa}$ et, à $\pm 0,33$, ce système obtient la plus petite erreur standard des groupes statistiquement égaux ou supérieurs au groupe contrôle. L'analyse *Tukey* le classe dans un groupe unique et supérieur à tous les autres. La résine commerciale Targis[™], avec sa moyenne de $17,74\text{MPa} \pm 0,76$, suit le champion sans lui être statistiquement semblable selon l'analyse *Tukey*. Les cinq groupes statistiquement plus faibles que le groupe contrôle sont les deux groupes avec le jet d'oxyde d'aluminium, les deux mordançages électrolytiques avec le Biolon[®] ainsi que le système CoJet[®] avec la résine Biolon[®].

L'hypothèse nulle est rejetée. Les moyennes des groupes 7B et TAR sont significativement différentes de la moyenne du groupe contrôle 1A. Le groupe 7B est significativement plus fort que le groupe TAR.

Chapitre 4: Discussion

La résine qui recouvre les surfaces coulées des P.P.A. se brise souvent et ce, après peu de temps d'utilisation. La raison est que les organes de rétentions (billes) sont trop volumineux et l'espace disponible pour la résine devient trop mince, et par conséquent la résine se brise facilement. Ainsi, les billes sont tout simplement non fonctionnelles et ne peuvent pas retenir la résine à l'armature.

Cette étude a la particularité d'évaluer, sur un pied d'égalité, différents groupes représentatifs des recherches qui sont reliées de près ou de loin à notre question expérimentale. La méthodologie expérimentale a été choisie en tenant compte de l'utilisation de ces matériaux pour la confection des P.P.A. Par exemple, une P.P.A. subit au moins 20, 000 thermocycles si la personne qui l'utilise boit une tasse de café par jour pendant 5 ans. Également, la contrainte choisie pour fracturer les échantillons est la plus représentative des forces agissant au joint résine-métal d'une surface coulée. Cette surface subit une combinaison des forces en compression (forces dirigées verticalement) et en cisaillement (forces dirigées latéralement) lors de la mastication. Seule la force en cisaillement devrait être la plus dommageable pour le joint résine -métal.

Le microscope à balayage électronique a été utilisé pour évaluer le mode de fracture d'un échantillon de chaque groupe. Les photos ainsi que quelques observations sont présentées à l'Appendice B. Ces travaux ont conduit à une application clinique dont un exemple est décrit à l'Appendice C.

Le but de la recherche est d'évaluer si la technique de préparation d'une surface Co-Cr pouvait influencer et maximiser l'adhésion de matériaux résineux de restauration. Les résultats démontrent une supériorité statistiquement significative du groupe 7B (surfaces microsablées à Al_2O_3 50 μm , et adhésion chimique [Cojet[®] System] et Z100[®]). Divers éléments viennent expliquer ces résultats.

Les billes (1A, 1B) :

Dans la présente étude, les moyennes obtenues après thermocyclage pour les groupes 1A et 1B en cisaillement sont $8,57 \pm 0,96 MPa$ et $13,43 \pm 1,09 MPa$ respectivement. Ils ne sont pas statistiquement différents. D'autres études avec un composite et billes ont obtenu en tension les résultats suivants: Lee et al. (1991), $3,19 \pm 0,28 MPa$; Shue et al. (1987), $7,29 \pm 0,21 MPa$. Sturdevent, Brunson et Brantley (1995) établirent la force de fracture en cisaillement à environ quatre fois plus forte que la force de fracture nécessaire en tension. Les résultats de la présente étude corroborent ces études.

La technique de fabrication utilisant les billes comme rétention macromécanique présente des problèmes pouvant nuire à l'adhésion de la résine. Les billes peuvent être absentes ou non-rétentives. Lors du cirage des surfaces métalliques, les surfaces verticales ne retiennent pas les billes. Elles peuvent être facilement absentes sur ces surfaces, contrairement aux surfaces horizontales qui retiennent facilement grâce à la gravité (voir Figure 26c). Tel qu'observé par Lee et al. (1991), l'adhésif *Hold* utilisé pour retenir les sphères d'acrylique au cirage est très visqueux et peut donc recouvrir la

partie rétentive de la bille: il bloque ainsi les rétentions. Les billes deviennent donc non-rétentives. Lee et al. (1991) remarquent également que le matériel de revêtement qui recouvre la petite rétention sous la ligne de contour de la bille peut fracturer lors de la coulée du métal, enlevant la zone rétentive. L'Appendice B montre des photomicrographies des billes des échantillons utilisés dans cette étude. Leurs légendes nous expliquent pourquoi cette procédure qui semble simple est difficile à exécuter pour obtenir des résultats supérieurs. Les figures 1a et 1b montrent qu'il n'y a pas de billes là où la résine s'est brisée.

Mordancage électrolytique (2A, 2B):

Dans la présente étude, les moyennes obtenues après thermocyclage pour les groupes 2A et 2B sont $1,31 \pm 0,45 \text{MPa}$ et $8,90 \pm 1,18 \text{MPa}$ respectivement. Ils sont statistiquement différents l'un de l'autre. Probablement que la technique de mise en moufle de la résine acrylique du groupe 2A entraîne une contamination de la surface mordancée ou la pression n'était pas assez forte pour pousser la résine dans les microrétentions afin de la compacter. Nous avons utilisé 80 bars qui correspond à 1,160 p.s.i., contrairement à 3,000 p.s.i. utilisés par Zurasky et Duke (1987). Par contre, le groupe 2B a très bien fonctionné car il est statistiquement semblable au groupe contrôle. Le mordancage électrolytique a l'avantage d'incorporer les microrétentions dans la surface coulée et non sur la surface comme le groupe contrôle laissant ainsi plus d'espace pour la résine.

D'autres études ont observé le mordantage électrolytique. Caeg et al. (1990) publièrent une photomicrographie identique à la Figure 23. Les observations au microscope électronique du mordantage électrolytique (Appendice B) démontrent pourquoi la microrétention pour cet alliage n'est pas à un niveau maximum. La plupart des cavités ont des rebords arrondis et n'ont pratiquement pas de contre-dépouilles. Seulement quelques endroits de la surface présentent une disposition régulière typique du mordantage tel un grillage. Une autre étude sur l'alliage Co-Cr observa, à l'aide du microscope à balayage électronique, que la structure de la surface métallique est irrégulière presque sans contre-dépouilles. Cette étude (Veen, Jongebloed et al., 1988) conclut également que la fracture de la résine est presque uniquement de façon adhésive (Type II).

Une complication fréquente d'une manipulation incorrecte des solutions acides et/ou de l'appareil est l'électropolissage. Ce phénomène a comme effet d'éliminer les rétentions micromécaniques du métal (Taché, 1983). Le mordantage doit être fait sous des conditions précises afin de minimiser les variations. Le mordantage électrolytique est difficile à faire même par un laboratoire expérimenté: nous avons dû reprendre l'opération deux fois avant d'obtenir des photomicrographies semblables à la première partie de l'expérience. Les échantillons observés au microscope optique 70x semblaient être acceptables; cependant à 1000x ils ne l'étaient pas (voir Figures 15a,15b et 23).

Nos échantillons n'étaient pas trop épais pour obtenir un mordantage électrolytique même si cliniquement la surface coulée aura très rarement cette épaisseur.

Bertolotti et Napolitano (1983) observèrent que de profondes rétentions pour la résine sont possible peu importe l'épaisseur de l'alliage Ni-Cr.

Jet d'oxyde d'aluminium (3A, 3B):

Avec les valeurs respectives de $0,34 \pm 0,19$ MPa et de $1,56 \pm 1,08$ MPa (\pm erreurs standards), les groupes 3A et 3B furent, avec le groupe 2A, les trois plus faibles groupes après thermocyclage.

Cette étude évalua l' Al_2O_3 $50\mu\text{m}$. Il serait intéressant d'évaluer l'effet de l' Al_2O_3 $250\mu\text{m}$ sur l'alliage Co-Cr pour comparer s'il y a une différence d'adhésion (combinée à un système d'adhésion et non utilisée seul). Une étude réserve le $50\mu\text{m}$ pour les alliages précieux et $250\mu\text{m}$ pour les alliages non précieux (Veen, Bronsdijk, et al. 1988). Également, Diaz-Arnold et al. (1996) ont amené cet aspect en vue d'améliorer l'adhésion pour l'alliage nickel-chrome-beryllium (Ni-Cr-Br). Ils ont remarqué que l' Al_2O_3 de $280\mu\text{m}$ produit une adhésion plus forte que l' Al_2O_3 $50\mu\text{m}$ pour l'alliage Ni-Cr-Br mais pas de façon statistiquement significative.

Jet d' Al_2O_3 et 4-META (4A, 4B) et jet d' Al_2O_3 et MPII (5A, 5B):

Les groupes 4A, 4B, 5A et 5B sont statistiquement semblables au groupe contrôle (1A) après thermocyclage. Comme certaines études précédentes l'ont noté (Hansson, 1990; Kupiec et al. 1996), l'application d'un adhésif chimique sur une surface traitée par le jet d' Al_2O_3 $50\mu\text{m}$ a un effet d'addition puisque la valeur de la force d'adhésion a augmenté et est statistiquement différente de 3A et 3B après le thermocyclage (Tableau

5). Les groupes 4B et 5B consistent en une technique d'application très simple et rapide. Ces techniques peuvent facilement être réalisées en clinique pour les réparations (sinon la confection) de surface de résine sur la surface coulée de la P.P.A. L'auteur a remarqué, lors de la confection du groupe 5B, que la résine adhésive du Z100® n'était pas miscible à la surface traitée par l'agent MPII. Ceci n'a rien changé au résultat puisque 5B a très bien réussi.

Mordançage électrolytique combiné au 4-META (6A, 6B) :

Le groupe 6B est statistiquement semblable au groupe contrôle (1A) mais 6A est plus faible. L'effet synergique attendu (4-META+mordançage électrolytique) ne s'est pas produit. Les groupes 2B (mordançage) et 4B (4-META), sans être statistiquement différents, ont une moyenne supérieure à 6B. Le mordançage électrolytique enlève sélectivement certains éléments de la structure cristalline d'un alliage à phase multiple (Simonsen et al. 1984). Dans cet alliage, les phases sont physiquement distinctes et existent sous forme de grains différents (O'Brien et al. 1987). Peut-être que ces éléments manquants sont nécessaires à la formation de l'oxyde impliqué dans le mécanisme d'adhésion du 4-META.

Le CoJet® System (7A, 7B):

Le groupe 7B est le plus fort et sa moyenne ($23,07 \pm 0,33$ MPa) est statistiquement différente de tous les autres groupes, avant et après thermocyclage. De plus, les résultats de ces échantillons (7B) sont très peu dispersés. La localisation de la fracture est entre la couche de silicate et l'opaque, c'est-à-dire de type III (voir Figure 20e). La technique

CoJet[®] est un peu longue à exécuter mais peut très bien être faite en clinique. C'est un ensemble de produits destinés à la réparation intraorale des prothèses adjointes inamovibles en céramique ou en composite, avec ou sans métal nu, et destinés au traitement préalable de surfaces métalliques, en céramique ou en composite avant le scellement adhésif. Il semblerait, d'après les résultats, que ce système combiné à un composite (Z100[®]) fonctionne très bien pour recouvrir une surface coulée de P.P.A. (Co-Cr).

La combinaison du système d'adhésion CoJet[®] et d'un composite (Z100[®]) présente des avantages par rapport à la combinaison habituelle qui est une rétention macromécanique (billes) et un acrylique (Biolon[®]).

- 1 L'adhésion mécanique-chimique est plus forte entre la résine et le métal comparativement à l'adhésion mécanique qu'est le système de billes.
- 2 Les billes combinées au système CoJet[®] peuvent être utilisées là où l'espace le permet, mais s'il n'y a pas beaucoup d'espace, seul le système CoJet[®] peut être utilisé (voir Figures 27c et 27d).
- 3 Le système CoJet[®], quoiqu'il y ait plusieurs étapes à suivre, se prête bien pour des réparations en clinique. L'Appendice C démontre la procédure. Les billes, quant à elles, doivent être retournées au laboratoire pour réparation.

Le groupe 7A est très faible: il est statistiquement plus faible que le groupe contrôle. Une ou des étapes, lors de la thermopolymérisation des échantillons, n'était

pas ou ne sont pas compatibles avec le système CoJet[®]. La localisation de la fracture serait le joint entre l'opaque et le Biolon[®] soit de type IV (voir Figure 20b, Appendice B).

La résine composite Targis[™] (TAR):

Ce groupe a quand même très bien réussi: il est statistiquement différent du groupe contrôle avant et après thermocyclage. Dans cette étude, les échantillons avant et après thermocyclage sont différents. Les échantillons avant thermocyclage ont reçu la technique améliorée. Mme Marcia Rubin, gérante des services professionnels pour la compagnie *Ivoclar North America, Inc.*, nous informe que le protocole utilisé dans cette étude est une application inappropriée pour le composite Targis[™] (communication personnelle, 1997). Les techniques d'adhésion de l'acrylique au métal sont constamment en évolution. Par exemple, Targis Link doit maintenant être appliqué et laissé à reposer durant 3 min au lieu de 1 min. Ce changement a été recommandé par la compagnie *Ivoclar*, manufacturier de Targis[™] (communication personnelle avec le technicien dentaire M. Paul Tomcik du laboratoire Pro-Dent, 1998).

La résine composite ArtGlass[®] (ART):

Également, le technicien dentaire M. Yvon Nadon du laboratoire Art Dentaire Moderne, souligne que le système Silicoater MD a été remplacé par le système d'adhésion Siloc^{®*} (pour son laboratoire seulement). Donc, le laboratoire qui confectionne les échantillons ArtGlass a changé la technique d'adhésion pendant

*Heraeus Kulzer, GmbH, Allemagne.

l'intervalle qui sépare les premiers échantillons des deuxièmes. Cette nouvelle technique est une amélioration du système Silicoater MD selon la compagnie *Kulzer*.

Donc à la reprise, les échantillons faits en laboratoires commerciaux sont différents des premiers échantillons. L'auteur reconnaît que ces échantillons ne devraient pas être comparés à eux-mêmes avant et après thermocyclage puisqu'ils furent constitués différemment les uns des autres. Nous pouvons par contre comparer les acryliques avant thermocyclage et dire que le système 7B est statistiquement plus fort que les groupes TAR et ART. Nous pouvons également dire qu'après le thermocyclage la résine 7B est plus forte que les résines TAR et ART. Nous ne pouvons pas savoir l'effet du thermocyclage sur les résines TAR et ART.

D'autres formes de rétentions macromécanique mériteraient d'être évaluées. Par exemple, la surface dentinaire finie avec une fraise qui produit des stries ayant des surfaces parallèles obtient deux fois l'adhésion des surfaces finies lisses. Cette fraise, *Special Finishing Instrument* (SFI), augmente les rétentions micromécaniques de la dentine (O'Brien, Groh & Strawn, 1993). Peut-être qu'il serait possible de fraiser des stries semblables sur le métal ou utiliser une matrice de cire qui a la rétention de préfabriquer tel le système Duralingual de la compagnie Unitek (Monrovia, CA) pour cirer la surface coulée. Ce dernier système de rétention, qui est un treillis semblable à celui d'un boîtier d'orthodontie, a été préconisé pour les ailerons d'un pont papillon (Veen, Bronsdijk, et al. 1988). Les principales difficultés du système Duralingual, lorsqu'il est utilisé pour les ailerons d'un pont papillon, sont le surcontour et le manque

d'adaptation de la coulée à la dent pilier. Par contre, pour une surface coulée d'une P.P.A., l'adaptation n'est pas aussi critique et la surface de métal peut avoir plus d'épaisseur qu'un aileron de pont papillon.

Le thermocyclage et l'immersion dans l'eau sont des contraintes fréquemment utilisées pour simuler l'usure des joints de résine (Kern & Thompson, 1995; Salonga, Matsumura, Yasuka & Yamabe, 1994). Il a été démontré que les systèmes d'adhésions sont affectés différemment par ces deux paramètres. Ohno et al., (1992; 1996) remarquent que l'eau se rend au métal et change la couche d'oxyde de surface pour un hydroxyde. Plus la surface de résine est mince, plus vite elle vient imbibée d'eau. La couche d'hydroxyde change la force d'adhésion. Cette absorption d'eau ne peut se faire que par la périphérie du joint pour un pont papillon de type *Maryland*. Mais dans notre cas, où nous avons une mince couche de résine qui recouvre une grande surface de métal, l'eau sera absorbée à la grandeur de la surface de la résine. Est-ce que la dégradation d'un joint qui a une composante chimique se fera plus rapidement ? En attendant la confirmation ou l'infirmité clinique de l'efficacité du joint, il faut conserver une rétention mécanique au joint où l'espace le permet. Pour cette étude les échantillons furent maintenus dans l'eau pendant environ 60 jours: le temps du thermocyclage. Les groupes 1B, 5B et TAR sont plus forts après thermocyclage que sans thermocyclage. Ceci démontre une faiblesse de l'étude. Au début, il aurait été plus juste de choisir 24 échantillons pour chaque groupe, d'en casser 12 avant le thermocyclage et 12 après le thermocyclage pour s'assurer que le joint est bon dès le début (Tani, Itoh, Hisamitsu & Wakumoto, 1994). De plus, les échantillons seraient de qualité plus uniforme. Quoique

le groupe 7B demeure groupé seul en tête avant et après thermocyclage selon les analyses *Tukey*.

Les différences observées dans les moyennes des forces en cisaillement sont attribuées à la différence dans la composition chimique, la viscosité, la contraction de polymérisation, la méthode de polymérisation et la manipulation propre de chaque matériel. Cette étude a l'avantage de comparer plusieurs groupes ayant subi les mêmes contraintes.

Les tests mécaniques permettent seulement une approche simplifiée des forces complexes qui sont générées durant la mastication. Le choix d'abandonner des matériaux connus mais avec une adhésion en cisaillement moins forte pour une nouvelle technique ayant peu d'essais cliniques doit être fait avec prudence. Comme nous avons des résultats cliniques plus ou moins bons avec le groupe contrôle, l'essai clinique se fera avec plus d'assurance. Surtout si des rétentions micromécaniques sont conservées aux endroits où il y a un espace suffisant (voir Appendice C).

La complexité de la technique peut parfois nécessiter l'achat d'appareils très dispendieux et complexes comme l'exige la technique du mordantage électrolytique, le Silicoater et autres systèmes de laboratoires commerciaux (Re et al. 1988). Dans ce cas, l'usage se fera exclusivement de façon indirecte. Une technique plus simple peut permettre son usage de manière directe. Ceci peut être intéressant pour la confection de la prothèse mais surtout pour les réparations subséquentes.

Conclusion

En conclusion, le groupe 7B, surfaces microsablées à l' Al_2O_3 de 50 μm traitées à l'aide du système CoJet[®] + Z100[®] est statistiquement différent de tous les autres groupes.

Par conséquent l'hypothèse nulle est rejetée, car il y a une différence entre les groupes.

Toutefois, si les techniques de coulée avec billes et le mordantage électrolytique étaient mises en application avec plus de précision ou si les techniques étaient améliorées, on obtiendrait un résultat supérieur à leur rendement actuel ainsi qu'une plus petite erreur standard.

L'application clinique de cette recherche pourrait servir à:

1. la recommandation d'une technique pratique pour la préparation des surfaces coulées de Co-Cr, le choix d'adhésif et le type de résine à utiliser pour l'amélioration de l'esthétique dans la fabrication de partiels ayant des surfaces coulées apparentes;
2. l'utilisation d'un système ne requérant pas d'équipement dispendieux;
3. technique facilement réalisable par le dentiste.

Références

- Bahannan, S., & Lacefield, W. (1993). An evaluation of three methods of bonding resin composite to stainless steel. *International Journal of Prosthodontics*, 6(5), 502-505.
- Barclay, C. W., & Williams, R. (1994). The tensile and shear bond strength of a conventional and a 4-Meta self-cure acrylic resin to various surface finishes of Co-Cr alloy. *European Journal of Prosthodontics and Restorative Dentistry*, 3(1), 5-9.
- Barzilay, I., Myers, M. L., Cooper, L. B., & Graser, G. N. (1988). Mechanical and chemical retention of laboratory cured composite to metal surfaces. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 59(2), 131-137.
- Bertolotti, R. L., & Napolitano, L. J. (1983). Bonding of isosit to electrolytically etched Ni-Cr substrate. *Journal of Dental Research*, 62, 120; *AADR Abstracts* #460.
- Breeding, L. C., & Bixon, D. (1996). The effect of metal surface treatment on the shear bond strengths of base and noble metals bonded to enamel. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 76(4), 390-393.
- Bozzola, J. J., & Russell, L. D. (1992). *Electron microscopy: Principles and techniques for biologists*. Boston : Jones and Bartlett Publishers.
- Caeg, C., Leinfelder, K. F., Lacefield, W. R., & Bell, W. (1990). Effectiveness of a method used in bonding resins to metal. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 64(1), 37-41.
- Chang, J. C., & Katz, S. T. (1994). Composite denture teeth made on a removable partial metal framework. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 71(4), 409-412.
- Coelho, C. M. P., Rubo, J. H., & Pegoraro, L. F. (1996). Tensile bond strength of a resinous cement to a nickel-chromium alloy modified with five surface treatments. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 76(3), 246-249.
- Diaz-Arnold, A. M., Keller, J. C., Wightman, J. P., & Williams, V. D. (1996). Bond strength and surface characterization of a Ni-Cr-Be alloy. *Dental Materials*, 12, 58-63.
- Dunn, B., & Reisbick, M. H. (1976). Adherence of ceramic coatings on chromium-cobalt structures. *Journal of Dental Research*, 55(3), 328-332.
- Dunny, J. A., & King, G. E. (1975). Minor connector designs for anterior acrylic resin bases: A preliminary study. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 34(5), 496-502.

- Hansson, O. (1990). Strength of bond with comspan opaque to three silicoated alloys and titanium. *Scandinavian Journal of Dental Research*, 98, 248-256.
- Hansson, O., & Moberg, L-E. (1993). Evaluation of three silicoating methods for resin-bonded prostheses. *Scandinavian Journal of Dental Research*, 101, 243-251.
- Jacobson, T. E., Chai Chang, J., Keri, P. P., & Watanabe, L. G. (1988). Bond strength of 4-META acrylic resin denture base to cobalt chromium alloy. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 60(5), 570-576.
- Jacobson, T.E. (1989). The significance of adhesive denture base resin. *The International Journal of Prosthodontics*, 2, 163-172.
- Journal of Prosthetic Dentistry. (1994). *The glossary of prosthodontic terms* (6th ed.). St-Louis: Mosby.
- Kern, M., & Thompson, V. P. (1993). Sandblasting and silica-coating of dental alloys: Volume loss, morphology and changes in the surface composition. *Dental Materials*, 9, 155-161.
- Kern, M., & Thompson, V. P. (1994). Influence of prolonged thermal cycling and water storage on the tensile bond strength of composite to Ni-Cr alloy. *Dental Materials*, 9, 19-25.
- Kern, M., & Thompson, V. P. (1995). Durability of resin bonds to a cobalt-chromium alloy. *Journal of Dentistry*, 23(1), 47-54.
- Knobloch, L. A., Kerby, R. E., Brantley, W. A., & Laurell, K. A. (1996). Shear Bond Strength of Rexillum III to enamel using resin composite cements. *International Journal of Prosthodontics*, 9(6), 555-562.
- Kolodney, H., Puckett, A. D., & Brown, K. (1992). Shear strength of laboratory-processed composite resins bonded to a silane-coated nickel-chromium-beryllium alloys. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 67, 419-422.
- Kupiec, K. A., Wuertz, K. M., Barkmeier, W. W., & Wilwerding, T. M. (1996). Evaluation of porcelain surface treatments and agents for composite-to-porcelain repair. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 76(2), 119-124.
- Lamstein, A., & Blechmen, H. (1956). Marginal seepage around acrylic resin veneers in gold crowns. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 6, 706-709.
- Lee, C. F., Pierpont, H. P., & Strickler, E. R. (1991). The effect of bead attachment systems on casting patterns and resultant tensile bond strength of composite resin veneer cast restorations. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 66, 623-630.
- Lemieux, B. (1996). *Glossaire des termes dentaires en usage au Québec*. Sainte-Foy, Québec: Presses de l'Université du Québec.

- Longman, C. M., & Pearson, G. J. (1984). Variation in temperature of the oral cavity during imbibition of hot and cold fluids. *Journal of Dental Research*, 63, 521; Abstract #283.
- Matsumura, H., Kato, H., & Atsuta, M. (1997). Shear bond strength to feldspathic porcelain and two luting cements in combination with three surface treatments. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 78, 511-517.
- May, K. B., Putten, McV., Bow, D. A., & Lang, B. R. (1997). 4-META polymethyl methacrylate shear bond strength to titanium. *Operative Dentistry*, 22, 37-40.
- NaBadalung, D. P., Powers, J. M., & Connelly, M. E. (1997). Comparison of bond strengths of denture base resins to nickel-chromium-beryllium removable partial denture alloy. *Dental Materials*, 78(6), 566-573.
- Nakabayashi, N., Watanabe, A., & Gendusa, N. J. (1992). Dentin adhesion of "modified" 4-META/MMA-TBB resin: Function of HEMA. *Dental Materials*, 8, 259-264.
- Naylor, W. P. (1992). Introduction to metal ceramic technology. Quintessence books, Chicago.
- O'Brien, W. J. (1997) *Dental Materials and Their Selection* (2th ed.). Carol Stream, IL 60188: Quintessence Publishing.
- O'Brien, W. J., Groh, C. L., & Strawn, S. E. (1993). The shear bond strengths of dentin adhesives. *Journal of Dental Research*, 72, 386; Abstract #2265.
- O'Brien, W. J., Ryge, G., traduit et adapté par Pierre Desautels. (1987). *Les matériaux dentaires précis et guide de choix*. Boucherville, Québec: Gaétan Morin Éditeur.
- Ohno, H., Araki, Y., Endo, K., Yamane, Y. & Kawashima, I. (1996). Evaluation of water durability at adhesion interfaces by peeling test of resin film. *Dental Materials Journal*, 15 (2), 183-192.
- Ohno, H., Endo, K., Araki, Y. & Askura, S. (1992). Destruction of metal-rein adhesion due to water penetrating through the resin. *Journal of Materials Science*, 27, 5149-5153.
- Peyton, F. A. (1975). History of resins in dentistry. *Dental Clinics of North America*, 19(2), 211-222.
- Re, G. J., Kaiser, D. A., Malone, W. F. P., & Garcia-Godoy, F. (1988). Shear bond strengths and scanning electron microscope evaluation of three different retentive methods for resin-bonded retainers. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 59(4), 568-573.

- Richards, N. D., Eichmiller, F., Dickens, S. V., & Simoni, F. V. (1993). The effect of two initiator/stabilizer concentrations in a metal primer on bond strengths of a composite to a base metal alloy. *Dental Materials*, 9, 91-94.
- Robert, P. (1985). *Le petit Robert I*: Dictionnaire alphabétique et analogique de la langue française. Paris : Dictionnaires Le Robert.
- Salonga, J. P., Matsumura, H., Yasuda, K., & Yamabe, Y. (1994) Bond strength of adhesive resin to three nickel-chromium alloys with varying chromium content. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 72(6), 582-584.
- Shue, S.-L., Nicholls, J. I. & Townsend, J. D. (1987). The effect of metal retentive designs on resin veneer retention. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 58, 297-305.
- Simonsen, R., Thompson, V., & Barrack, G. (1983). *Etched Cast Restorations: Clinical and laboratory techniques*. Chicago: Quintessence Publishing.
- Sturdevant, J. R., Brunson, W. D., & Brantley, C. F. (1985). Bond strength of resin-bonded metal castings. *Dental Materials*, 1, 219-224.
- Taché, R. (1983). *The laminated lingulum rest seat*. Mémoire de maîtrise. The University of Texas Health Sciences Center at Houston.
- Taira, Y., & Imai, Y. (1995). Primer for bonding resin to metal. *Dental Materials*, 11, 2-6.
- Taira, Y., Yoshida, K., Matsumura, H., & Atsuta, M. (1998). Phosphate and thiophosphate primers for bonding prosthodontic luting materials to titanium. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 79, 384-388.
- Tanaka, T., Atsuta, M., Uchiyama, Y., & Kawashima, I. (1979). Pitting corrosion for retaining acrylic resin facings. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 42, 282-291.
- Tanaka, T., Fujiyama, E., Shimizu, H., Takaki, A., & Atsuta, M. (1986). Surface treatment of nonprecious alloys for adhesion-fixed partial dentures. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 55(4), 456-462.
- Tanaka, T., Nagata, K., Takeyama, M., Atsuta, M., Nakabayashi, N., & Masuhara, E. (1981). 4-META opaque resin: A new resin strongly adhesive to nickel-chromium alloy. *Journal of Dental Research*, 60(9), 1697-1706.
- Tani, C., Itoh, K., Hisamitsu, H., & Wakumoto, S. (1994). Effect of filler content on bonding efficacy of 4-META MMA / TBB bonding agent. *Dental Materials*, 13(2), 131-137.
- Van Meerbeek, B., Willems, G., Cellis, J. P., Roos, J. R., Braem, M., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (1993). Assessment by nano-indentation of the hardness and

- elasticity of the resin-dentin bonding area. *Journal of Dental Research*, 72, 1434-1442.
- Veen, J. H. van der., Bronsdijk, A. E., Slagter, A. P., Poel, A. C. M. van de., & Arends, J. (1988). Tensile bond strength of Comspan resin to six differently treated metal surfaces. *Dental Materials*, 4, 272-277.
- Veen, J. H., van der, Jongebloed, W. L., Dijk, F., Purdell-Lewis, D. J., & Poel, A. C. M. van de. (1988). SEM study of six retention systems for resin-to-metal bonding. *Dental Materials*, 4, 266-271.
- Walls, A. W. G., McCabe, J. F., & Murray, J. J. (1985). The bond strength of composite laminate veneers. *Journal of Dental Research*, 64(10), 1261-1264.
- Watanabe, F., Powers, J. M., & Lorey, R. E. (1988). In vitro bonding of prosthodontic adhesives to dental alloys. *Journal of Dental Research*, 67(2), 479-483.
- Windehy, A. M., & Morris, J. C. (1998). An alternative treatment with the overlay removable partial denture: A clinical report. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 79(3), 249-253.
- White, S. N., & Golshanara, A. (1996). Fatigue of resin cement-base metal alloy bond strength. *Journal of Prosthodontics*, 5, 253-258.
- Wu, Y., Moser, J. B., Jameson, L. M., & Malone, W. F. P. (1991). Porcelain bond strength in selected base metal alloys. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 66(4), 439-444.
- Yoshida, K., Kamada, K., Tanagawa, M., & Atsuta, M. (1996). Shear bond strengths of three resin cements used with three adhesive primers for metal. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 75(3), 254-261.
- Yoshida, K., Sawase, T., Watanabe, I., & Atsuta, M. (1995). Shear bond strengths of four resin cements to cobalt-chromium alloy. *American Journal of Dentistry*, 8(6), 285-288.
- Yoshida, K., Taira, Y., Matsumura, H., & Atsuta, M. (1993). Effect of adhesive metal primers on bonding a prosthetic composite resin to metals. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 69(4), 357-361.
- Yoshida, K., Taira, Y., Sawasa, T., & Atsuta, M. (1997). Effects of adhesive primers on bond strength of self-curing resin to cobalt-chromium alloy. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 77 (6), 617-620.
- Zidan, O., Asmussen, E., & Jorgensen, K. D. (1982). Microscopical analysis of fractures resin/etched enamel bonds. *Scandinavian Journal of Dental Research*, 90, 286-291.

Zidan, O., Asmussen, E., & Jorgensen, K. D. (1980). Correlation between tensile and bond strength of composite resins. *Scandinavian Journal of Dental Research*, 88, 348-351.

Zurasky, J. E., & Duke, E. S. (1987). Improved adhesion of denture acrylic resins to base metal alloys. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 57, 520-524.

Appendice A
Données brutes

Tableau 6
Données brutes*

Surface	Résine	Peak	MPa	Reprise	Peak	MPa
1	A	13,39	7,59		19,58	11,1
1	A	16,18	9,17		19,74	11,19
1	A	7,815	4,43		14,79	8,38
1	A	26,11	14,8		23,68	13,42
1	A	14,76	8,37		22,67	12,85
1	A	10,75	6,094		16,54	9,38
1	A	9,208	5,22		19,44	11,02
1	A	8,486	4,81		8,593	4,87
1	A	13,12	7,44		20,95	11,88
1	A	19,91	11,29		18,63	10,56
1	A	18,55	10,52		25,18	14,27
1	A	23,02	13,05		22,3	12,64
2	A	0	0		0	0
2	A	3,173	1,8		5,294	3
2	A	0	0		5,941	3,37
2	A	0	0		16,83	9,54
2	A	0	0		10,99	6,23
2	A	0,738	0,419		11,06	6,27
2	A	6,451	3,66		8,325	4,72
2	A	7,603	4,31		2,097	1,19
2	A	2,577	1,46		13,28	7,53
2	A	4,88	2,77		7,111	4,03
2	A	2,258	1,28		0	0
2	A	0	0		13,28	7,53
3	A	1,63	0,924		4,268	2,42
3	A	0,703	0,399		3,358	1,9
3	A	1,007	0,571		5,825	3,3
3	A	3,855	2,19		5,713	3,24
3	A	0,081	0,046		3,603	2,04
3	A	0	0		1,707	0,97
3	A	0	0		4,266	2,42
3	A	0	0		7,444	4,22
3	A	0	0		4,091	2,32
3	A	0	0		4,671	2,65

* Voir le Tableau 2 pour les codes des échantillons.

Tableau 6
Données brutes (suite)

Surface	Résine	Peak	MPa	Reprise	Peak	MPa
4	A	3,35	1,9		19,64	11,13
4	A	9,535	5,41		20,25	11,48
4	A	6,859	3,89		20,81	11,8
4	A	23,68	13,42		17,76	10,07
4	A	5,399	3,06		20,67	11,72
4	A	9,739	5,52		19,76	11,2
4	A	10,44	5,92		18,43	10,45
4	A	10,14	5,75		24,67	13,98
4	A	7,893	4,47		24,28	13,76
4	A	9,211	5,22		18,43	10,45
4	A	5,662	3,21		20,66	11,71
4	A	7,989	4,53		21,02	11,92
5	A	6,196	3,51		24,81	14,06
5	A	0	0		27,32	15,49
5	A	20,97	11,89		21,69	12,3
5	A	0	0		25,48	14,44
5	A	17,94	10,17		25,14	14,25
5	A	1,643	0,93		19,49	11,05
5	A	7,75	4,39		25,91	14,69
5	A	13,08	7,41		22,03	12,49
5	A	1,315	0,75		20,34	11,53
5	A	7,879	4,47		22,34	12,66
5	A	21,7	12,3		29,41	16,67
5	A	3,34	1,89		19,11	10,83
6	A	10,06	5,7		20,07	11,38
6	A	0	0		28,17	15,97
6	A	2,14	1,21		29,87	16,93
6	A	3,211	1,82		22,9	12,98
6	A	2,311	1,31		21,64	12,27
6	A	0	0		21,18	12,01
6	A	2,926	1,66		19,92	11,29
6	A	5,933	3,36		24,55	13,92
6	A	9,772	5,54		18,08	10,25
6	A	6,118	3,47		13,47	7,64
6	A	2,803	1,59		21,66	12,28

Tableau 6
Données brutes (suite)

Surface	Résine	Peak	MPa	Reprise	Peak	MPa
6	A	0	0		32,99	18,7
7	A	6,459	3,66		15,89	9,01
7	A	2,239	1,27		10,93	6,2
7	A	0	0		13,06	7,4
7	A	4,451	2,52		11,65	6,6
7	A	2,617	1,48		11,1	6,29
7	A	8,84	5,01		15,48	8,78
7	A	4,816	2,73		14,78	8,38
7	A	2,515	1,43		19,14	10,85
7	A	1,409	0,8		13,24	7,51
7	A	7,103	4,03		14,88	8,44
7	A	0,188	0,11		13,68	7,75
7	A	5,455	3,09		17,32	9,82
1	B	30,94	17,54		16,78	9,51
1	B	21,96	12,45		24,01	13,61
1	B	22,62	12,82		19,48	11,04
1	B	14,07	7,98		16,85	9,55
1	B	19,92	11,29		16,58	9,4
1	B	26,91	15,25		13,39	7,59
1	B	27,88	15,8		9,4	5,33
1	B	36,44	20,66		19,8	11,22
1	B	12,56	7,12		26,03	14,76
1	B	22,01	12,48		22,74	12,89
1	B	25,6	14,51		17,87	10,13
1	B	23,46	13,3		0	0
2	B	22,74	12,89		27,65	15,67
2	B	16,14	9,15		13,27	7,52
2	B	9,318	5,28		26,44	14,99
2	B	24,28	13,76		43,8	24,83
2	B	16,05	9,1		15,05	8,53
2	B	20,47	11,6		16,02	9,08
2	B	7,895	4,48		31,05	17,6
2	B	21,96	12,45		16,32	9,25
2	B	12,6	7,14		8,864	5,02
2	B	15,45	8,76		19,14	10,85

Tableau 6
Données brutes (suite)

Surface	Résine	Peak	MPa	Reprise	Peak	MPa
2	B	21,5	12,19		24,07	13,64
2	B	0	0		15,39	8,72
3	B	0,575	0,326		15,29	8,67
3	B	4,354	2,47		13,26	7,52
3	B	22,99	13,03		14,64	8,3
3	B	5,039	2,86		13,12	7,44
3	B	0	0		10,8	6,12
3	B	0	0		13,64	7,73
3	B	0	0		17,87	10,13
3	B	0	0		11,09	6,29
3	B	0	0		11,43	6,48
3	B	0	0		13,42	7,61
3	B	0	0		18,38	10,42
3	B	0	0		9,203	5,22
4	B	24,05	13,63		14,32	8,12
4	B	0	0		22,13	12,55
4	B	19,81	11,23		24,36	13,81
4	B	17,03	9,65		29,03	16,46
4	B	0	0		16,05	9,1
4	B	27,25	15,45		14,48	8,21
4	B	21,65	12,27		12,49	7,08
4	B	18,08	10,25		13,04	7,39
4	B	0	0		16,12	9,14
4	B	0,585	0,33		14,15	8,02
4	B	0,371	0,21		20,31	11,51
4	B	23,6	13,38		12,25	6,94
5	B	25,73	14,59		17,2	9,75
5	B	11,63	6,59		17,05	9,67
5	B	0	0		16,74	9,49
5	B	0	0		11,08	6,28
5	B	26,97	15,29		18,2	10,32
5	B	19,21	10,89		20,05	11,37
5	B	23,62	13,39		14,8	8,39
5	B	29,42	16,68		14,28	8,1
5	B	12,5	7,09		20,52	11,63
5	B	21,76	12,34		15,08	8,55

Tableau 6
Données brutes (suite)

Surface	Résine	Peak	MPa	Reprise	Peak	MPa
5	B	28,75	16,3		13,66	7,74
5	B	13,42	7,61		19,7	11,17
6	B	15,87	9		18,45	10,46
6	B	13,33	7,56		13,71	7,77
6	B	10,82	6,13		29,32	16,62
6	B	11,62	6,59		35,53	20,14
6	B	7,176	4,07		28,94	16,41
6	B	8,69	4,93		17,18	9,74
6	B	13,64	7,73		31,14	17,65
6	B	9,578	5,43		28,82	16,34
6	B	7,294	4,13		21,05	11,93
6	B	5,635	3,19		24,01	13,61
6	B	13,64	7,73		12,53	7,1
6	B	4,588	2,6		15,4	8,73
7	B	39,19	22,22		48,91	27,73
7	B	40,54	22,98		40,62	23,03
7	B	43,15	24,46		41,1	23,3
7	B	42,31	23,98		46,03	26,09
7	B	38,62	21,89		46,62	26,43
7	B	38,16	21,63		36,13	20,48
7	B	40	22,68		41,02	23,25
7	B	40	22,68		38,66	21,92
7	B	40,05	22,7		41,87	23,74
7	B	40,83	23,15		38,93	22,07
7	B	40,07	22,71		39,64	22,47
7	B	45,34	25,7		49,1	27,83
8	C	39,53	22,41		31,44	17,82
8	C	32,08	18,19		27,07	15,35
8	C	32,27	18,29		34,27	19,43
8	C	30,75	17,43		31,02	17,58
8	C	29,88	16,94		27,44	15,56
8	C	35,53	20,14		22,01	12,48
8	C	37,06	21,01		38,97	22,09
8	C	29,42	16,68		31,01	17,58
8	C	28,82	16,34		13,96	7,91
8	C	22,16	12,56		33,84	19,18

Tableau 6
Données brutes (suite)

Surface	Résine	Peak	MPa	Reprise	Peak	MPa
8	C	26,4	14,97		25,72	14,58
8	C	31,7	17,97		33,56	19,02
9	D	17,45	9,89		34,63	19,63
9	D	15,86	8,99		35,87	20,33
9	D	10,68	6,05		35,38	20,06
9	D	6,54	3,71		34,55	19,59
9	D	11,66	6,61		35,01	19,85
9	D	16,56	9,39		20,46	11,6
9	D	22,07	12,51		34,39	19,49
9	D	12,35	7		30,54	17,31
9	D	12,13	6,88		26,64	15,1
9	D	9,729	5,52		32,04	18,16
9	D	19,02	10,78		35,85	20,32
9	D	22,59	12,81		28,86	16,36

Appendice B
Microscope à balayage électronique

Introduction :

La surface métallique des échantillons fracturés sera observée à l'aide du microscope à balayage électronique. Seulement un échantillon par traitement de surface sera observé. Le but est de voir le type de fracture des différents systèmes d'adhésion étudiés.

Revue de littérature :

Au début du vingtième siècle, les objets pouvaient être grossis 1 000 fois à l'aide du microscope optique. Pendant les années 30, le microscope électronique apparut. Il permit d'augmenter d'un autre 1 000 fois le grossissement des objets. La longueur d'onde plus courte des électrons permet de voir des structures séparées de quelques nm*.

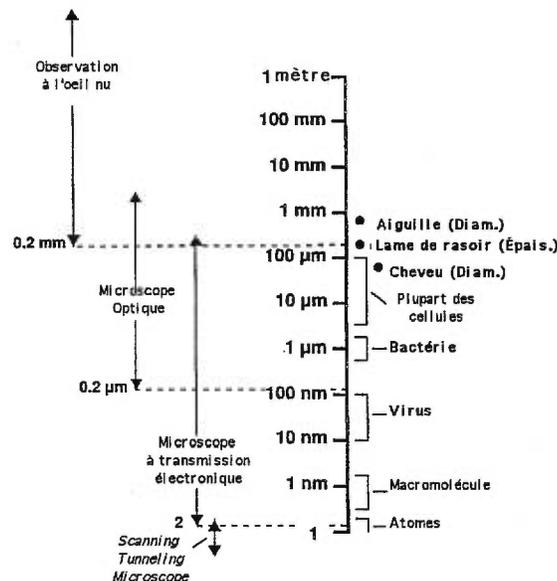


Figure 10. Échelle de l'écart de résolution de différents appareils de grossissement (gauche) et les structures que ces appareils sont capables de distinguer (droite).

(Extrait de: Bozzola, J. J., & Russell, L. D. 1992)

* 1nm = 0.001μm = .000001 mm

Deux types de microscopes électroniques ont été inventés à la même époque: le microscope à transmission électronique (TEM) et le microscope à balayage électronique (SEM). Le premier projette des électrons à travers d'une très mince tranche de tissus pour produire une image à deux dimensions sur un écran phosphorique. La valeur de l'image est proportionnelle au nombre d'électrons qui traversent la coupe de l'échantillon à un endroit donné. Le second type de microscope, utilisé pour cette recherche, produit une image qui donne l'impression d'être en trois dimensions.

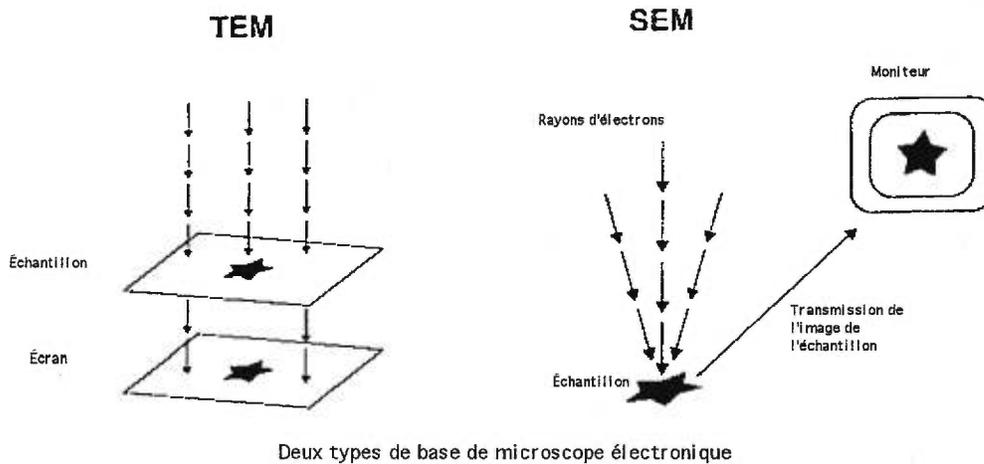


Figure 11. Principales différences entre le microscope à transmission électronique (TEM) et le microscope à balayage électronique (SEM).

(Extrait de: Bozzola, J. J., & Russell, L. D. 1992)

Ce microscope utilise un rayon d'électrons de 2 à 3 nm de diamètre qui balaie la surface du spécimen pour générer des électrons secondaires qui seront captés par une sonde. L'image est produite après un certain temps lorsque tout le spécimen a été balayé. L'image produite est en noir et blanc seulement pour les microscopes électroniques parce

que la source lumineuse est d'une seule longueur d'onde qui est déterminée par le voltage utilisé pour accélérer les électrons. Pour le microscope optique, la source de lumière consiste en un spectre de couleurs ou quelques-unes sont absorbées par la teinture de l'échantillon et les autres sont réfléchies pour produire une image en couleur. La source lumineuse du SEM est d'une longueur d'onde non visible par l'œil. Donc, le captage des électrons secondaires se fait par un écran recouvert de matériel phosphorescent qui change l'énergie cinétique des électrons en énergie lumineuse d'une longueur d'onde plus longue (vert à jaune-vert), visible à l'œil. L'image produite consiste en différents paliers de luminosité allant de très brillant à très sombre. Les endroits denses (poids atomique élevé) de l'échantillon apparaissent plus clairs. Ce mode de détection du SEM permet de mieux apprécier la topographie de l'échantillon. Les endroits surélevés vont prévenir, le rayon d'électrons, de balayer dans les vallées et vont projeter de l'ombre. Le bombardement de l'échantillon par le rayon d'électrons produit d'autres émanations en plus des électrons secondaires (SEI): les électrons rétro diffusés (BEI), la lumière visible, la chaleur et les rayons X.

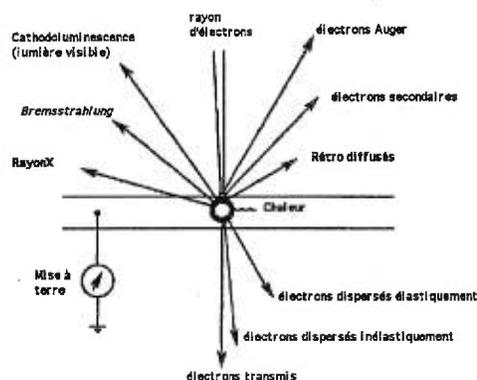


Figure 12. Différentes transformations d'énergie possible de l'électron[†]. (Bozok & Russell, 1992)

Différents détecteurs devront être utilisés pour produire une image représentant chacun une autre particularité de l'échantillon. L'image produite par les électrons rétro diffusés (BEI) aura une gradation du contraste (selon les poids atomiques des différents

[†] Lorsqu'un rayon d'électrons frappe un échantillon, un peu d'énergie cinétique est convertie en divers types de rayons X, de lumière visible et de chaleur. Quelques électrons peuvent être transmis au travers de l'échantillon. D'autres électrons auront rebondi à la surface pour produire des électrons à haute énergie (électrons rétro diffusés) ou à basse énergie (Auger et secondaire).

éléments composants l'échantillon) de façon plus raffinée que l'image produite par les électrons secondaires (SEI). D'autres détecteurs pourront identifier la composition atomique des premiers nm en calculant la perte d'énergie subie par les électrons lorsqu'ils frappent l'échantillon.

Le contraste peut être augmenté et ainsi révéler certains aspects topographiques invisibles autrement en pulvérisant une fine couche (5 à 10 nm) de métal ou de carbone évaporé à l'aide d'un appareil spécial fonctionnant sous vide. Cette technique permet de rendre conductrices les matières organiques. Le carbone est invisible aux grossissements utilisés pour cette étude.

Les échantillons à être étudiés sont collés sur un socle métallique et mises à terre grâce à une peinture de carbone. Ceci permet d'éviter l'accumulation de charges électriques sur l'échantillon qui nuirait à la qualité de la photo (Bozzola & Russell, 1992).

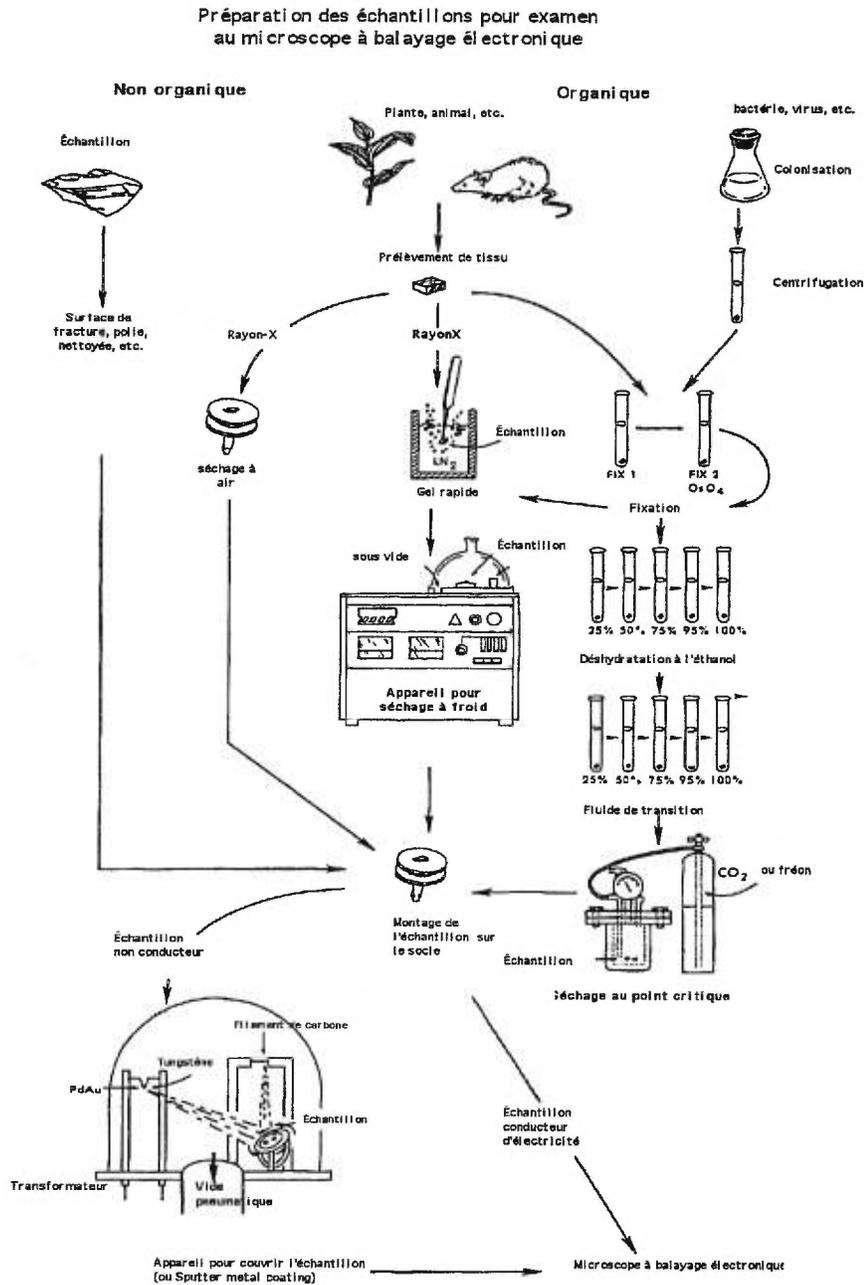


Figure 13. Diagramme démontrant les séquences des étapes pour préparer un spécimen organique ou non organique pour observation au microscope à balayage électronique.

(Extrait de : Bozzola, J.J. & Russell, L.D. 1992)

Matériaux et méthodes :

Les échantillons fracturés représentant un de chaque traitement de surface furent montés sur des socles. Les échantillons furent vaporisés d'une couche de carbone à l'aide de l'appareil *BAL-TEC MED 020*. Ils furent observés à 5kV à la distance de travail variant de 8 à 29mm à l'aide du *JSM-6300F Scanning Microscope*. Les images en SEI et BEI furent observées et photographiées. Le grossissement utilisé varie de 30x à 1000x. Le mordantage électrolytique fut vérifié avant l'adhésion de la résine lors de la reprise des échantillons.

Résultats :

1^{er} groupe :

Billes et Biolon® :

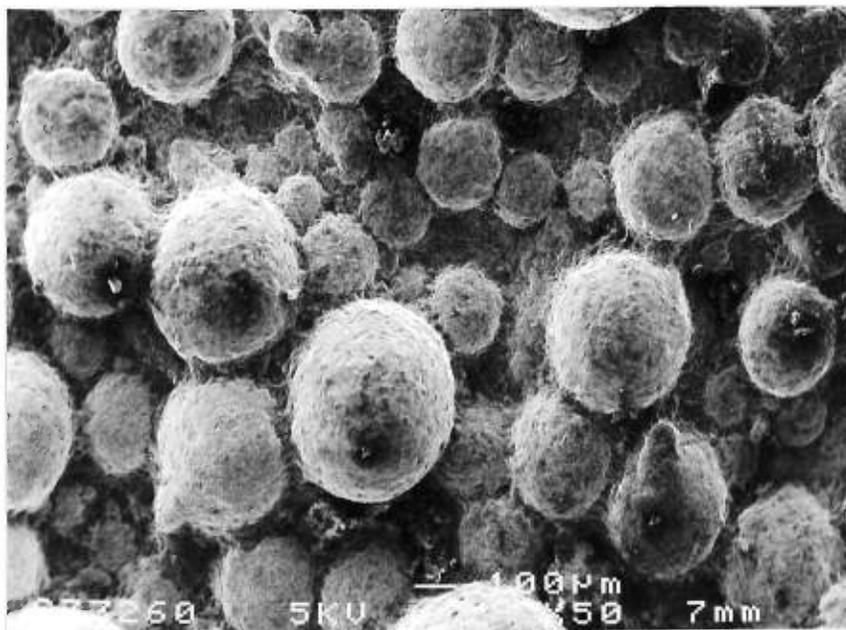


Figure 14a. (Photo 3260 en SEI 50x) surface de billes métalliques de diamètres qui varient de 500 μ m à 100 μ m très peu espacées. Les régions noires peuvent être des espaces vides: il n'est pas certain que ce soit de l'acrylique.

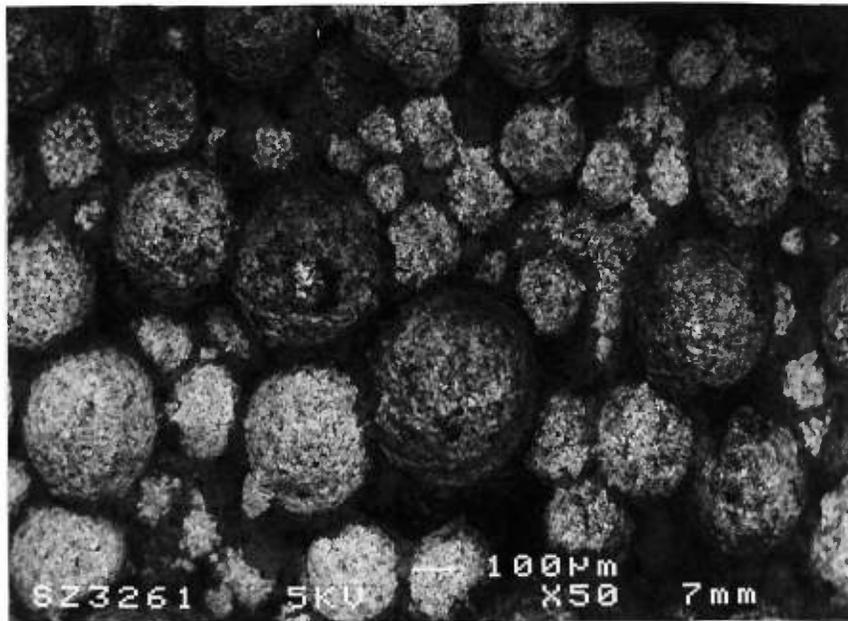


Figure14b. (Photo 3261 en BEI 50x) même site que la figure précédente, il y a une meilleure distribution du contraste. Il s'agit d'une fracture adhésive entre les billes et l'acrylique ou bien d'une fracture cohésive de l'acrylique selon que les surfaces noires soient un vide ou de la résine.

Billes et Z100® :

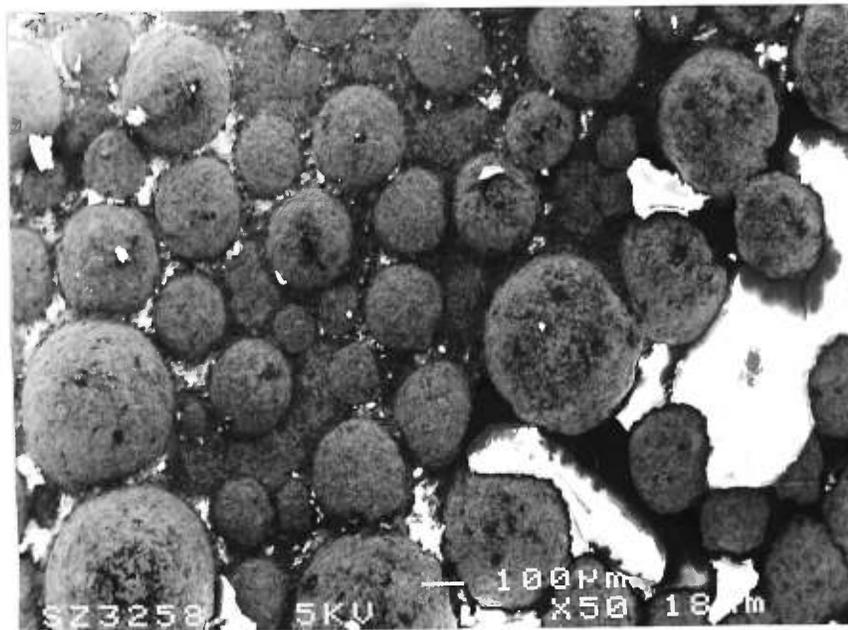


Figure14c. (Photo 3258 en SEI 50x) surface de billes métalliques de diamètres qui varient de 500μm à 100μm très peu espacées. Entre ces billes, il y a présence de quelques morceaux d'une substance organique. Cette substance est chargée d'électrons (électricité statique) et crée un artefact sur la photo surtout à l'extrême droite.

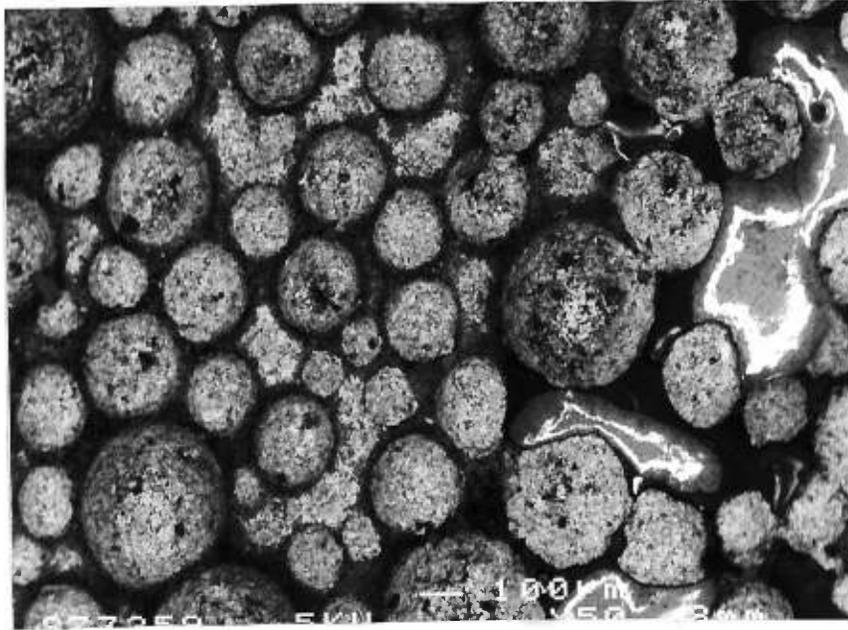


Figure 14d. (Photo 3259 en BEI 50x) même site que la figure précédente, les régions noires sont de la résine non chargée électriquement ou elles peuvent représenter un vide. Il y a de l'acrylique chargé électriquement à l'extrême droite. Il s'agit surtout d'une fracture adhésive entre les billes et le composite mais environ 1/5 de la surface (la structure à droite) est une fracture cohésive du composite. Par contre, si les régions noires entre les billes sont considérées d'origine organique, la fracture serait probablement cohésive au niveau de la résine adhésive ou du composite en plus des autres modes de fracture. Il faudrait un grossissement plus fort pour voir la présence ou non des particules inorganiques du composite. Ces particules constituent 66% du volume du composite et sont de 3,5 à 0,01 μm . La résine adhésive, par contre, n'en contient pas.

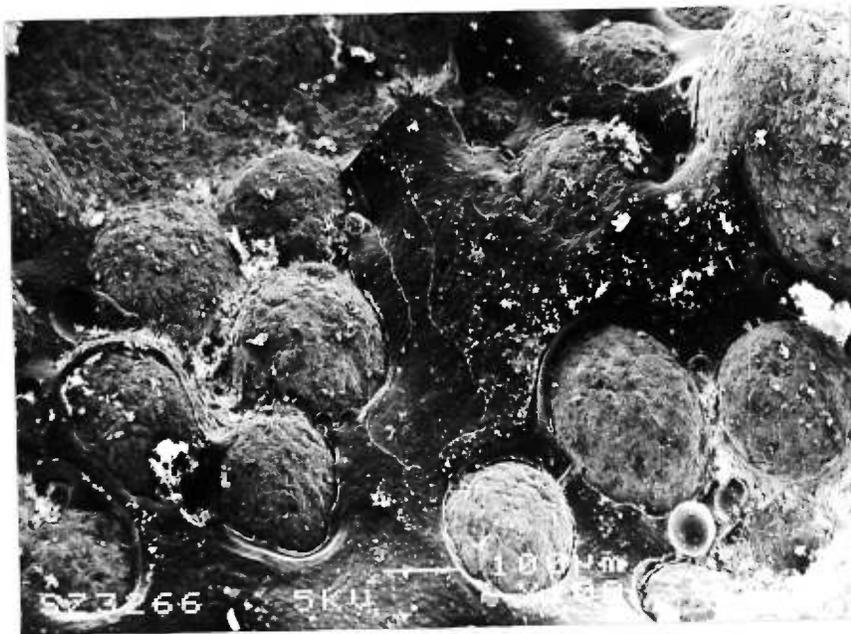


Figure 14e. (Photo 3266 en BEI 100x) même échantillon, différent site. On remarque une fracture mixte (cohésive au niveau du composite et adhésive entre le composite et le métal). Il y a un détachement ou un autre matériel entre le composite et les billes. Est-ce le thermocyclage ou la résine adhésive qui cause cet espace? À un plus fort grossissement, on pourrait peut-être le distinguer. Les billes sont collées ensemble et souvent, seulement la moitié supérieure est visible (en haut à gauche de la photo). La moitié inférieure de la bille qui est rétentive est perdue dans la surface métallique. Le diamètre de la bille varie selon qu'elle est plus ou moins enfoncée dans le métal.



Figure 14f. (Photo 3267 en BEI 75x) même échantillon mais vue oblique. Les billes sont à deux épaisseurs de haut et empilées les unes sur les autres. Ceci augmente inutilement l'épaisseur des organes de rétention. Cette photomicrographie explique également pourquoi on voit des billes de différents diamètres lorsqu'on regarde d'en haut. Le centre de la photomicrographie montre une bille sur la surface métallique qui pourrait avoir une surface rétentive mais en est dépourvue parce que la substance adhésive utilisée, pour la retenir lors de la fabrication du métal, bloque cette région.

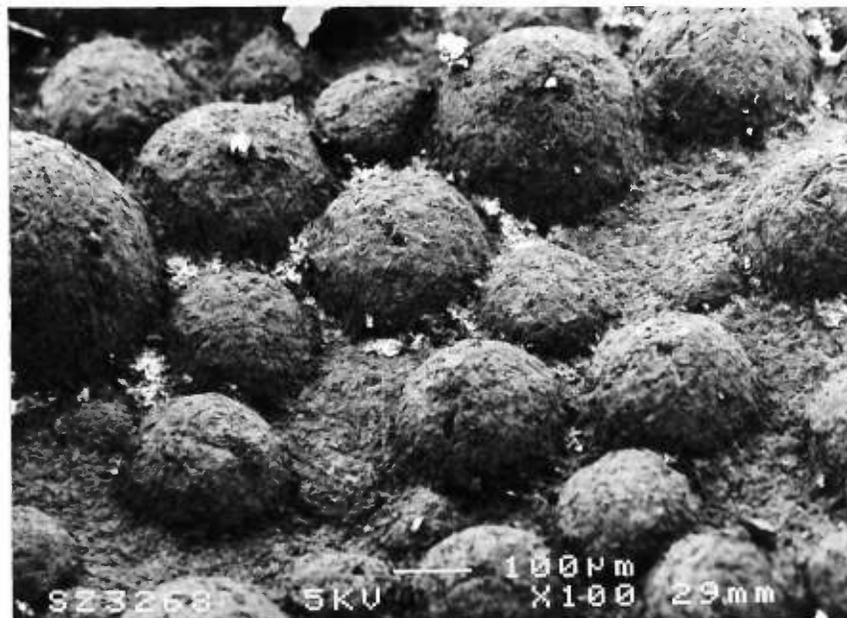


Figure 14g. (Photo 3268 en BEI 100x) même échantillon. Une autre vue de la surface fracturée de l'échantillon avec billes.

Figures 14a à 14g. Microscope à balayage électronique: billes.

2^{ième} groupe :

Mordançage électrolytique et Biolon® :

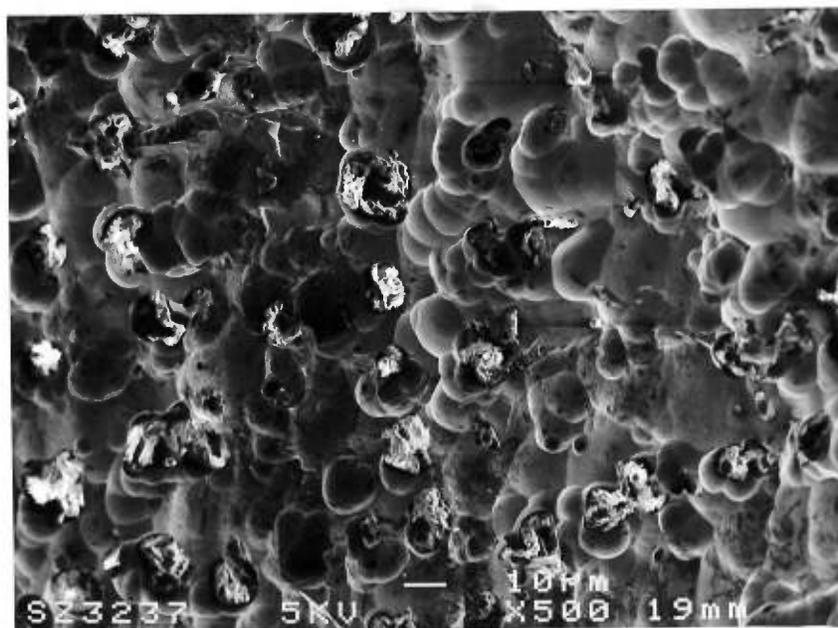


Figure 15a. (Photo 3237 en SEI 500x) au centre de la surface d'adhésion. Surface de métal recouverte de trous dont plusieurs sont remplis de matière organique, probablement la résine. Les arêtes sont arrondies. La fracture est mixte: surtout adhésive mais un peu cohésive dans l'acrylique.

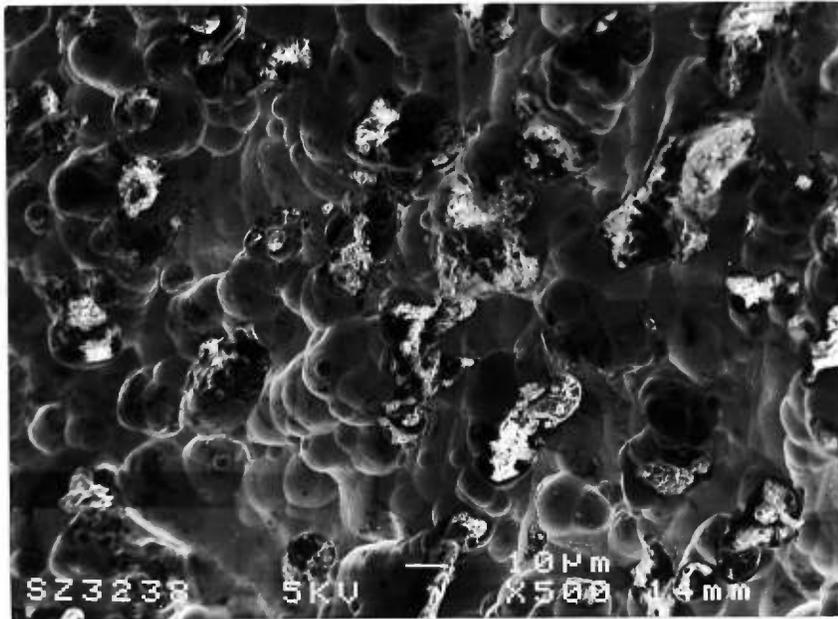


Figure15b. (Photo 3238 en SEI 500x) en périphérie mais à l'intérieur de la surface d'adhésion. Même situation avec un peu plus de fractures cohésives de la résine.

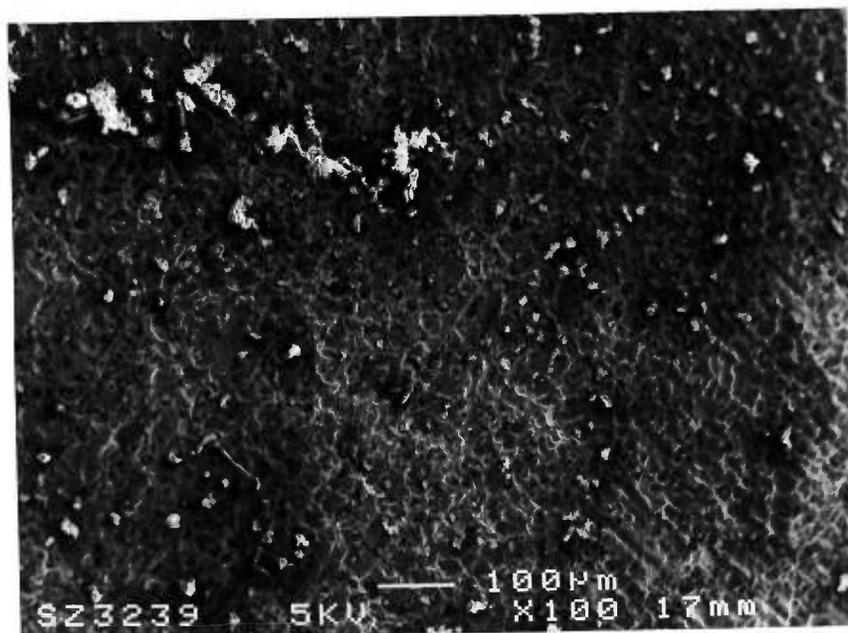


Figure15c. (Photo 3239 en SEI 100x) vue d'ensemble du centre. Il y a un peu de régularité dans les marques sur le métal.

Mordançage électrolytique et Z100® :

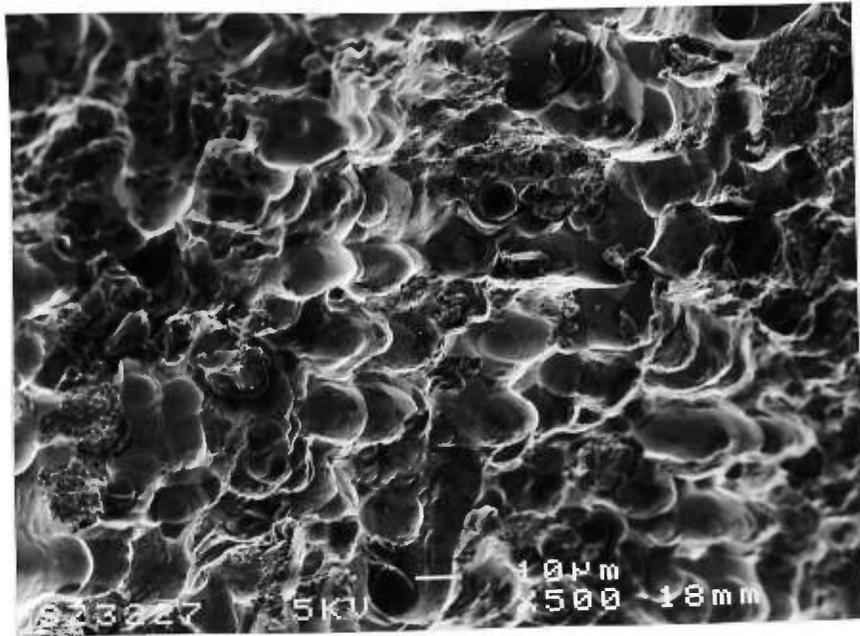


Figure 15d. (Photo 3227 en SEI 500x) au centre de la surface d'adhésion. Surface de métal avec des trous dont la plupart sont remplis de matière organique.

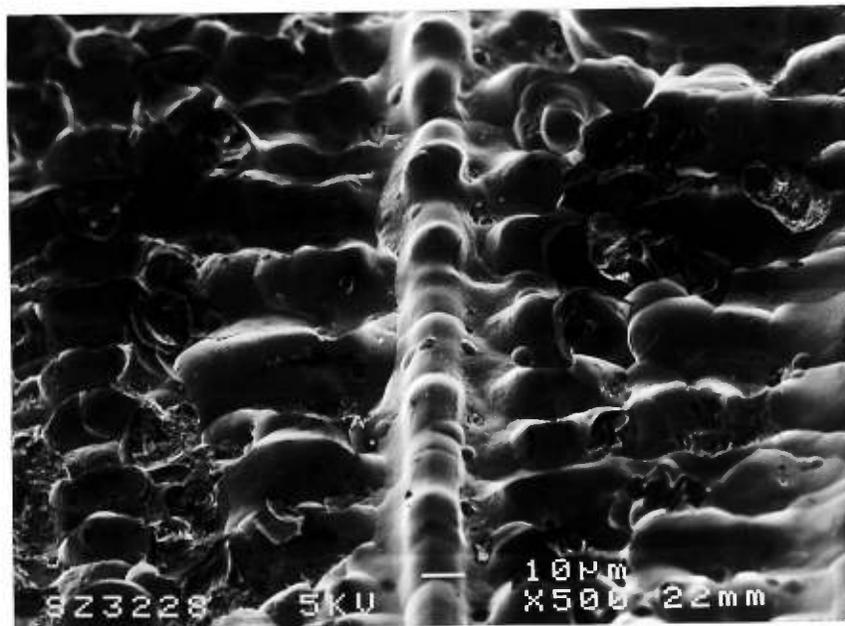


Figure 15e. (Photo 3228 en SEI 500x) en périphérie mais à l'intérieur de la surface d'adhésion. Plus de régularité mais les angles sont plus arrondis.

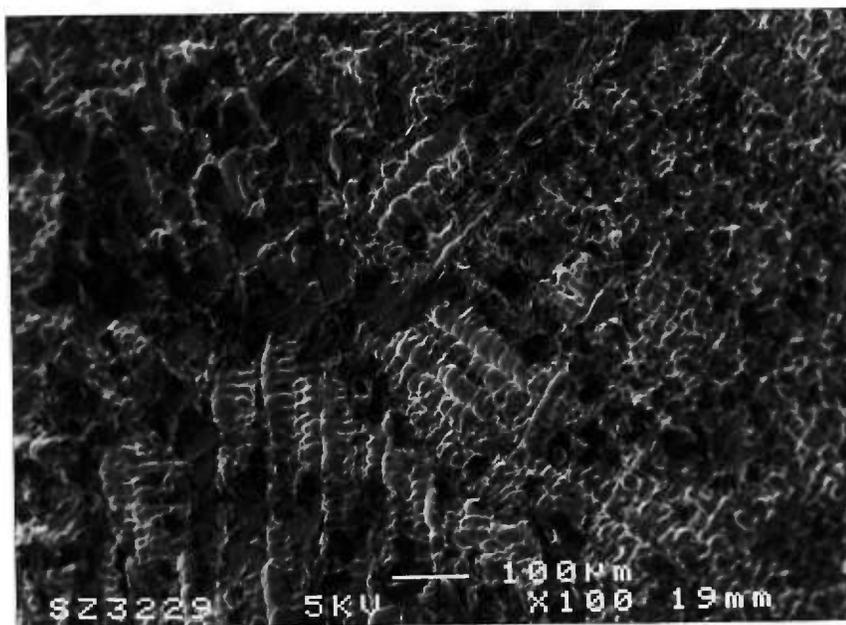


Figure 15f. (Photo 3229 en SEI 100x) vue d'ensemble du centre. Cette photomicrographie démontre une surface mordancée ayant plusieurs arêtes arrondies: électropolissage. Fracture mixte: adhésive et cohésive dans la résine.

Figures 15a à 15f. Microscope à balayage électronique : mordantage électronique.

3^{ème} groupe :

Surface microsablée à l' Al_2O_3 50µm et Biolon[®] :



Figure 16a. (Photo 3216 en SEI 1000x) Beaucoup de métal et peu de résine. Le métal est noir et les particules organiques sont pâles parce que l'échantillon n'est pas évaporé au carbone.



Figure 16b. (Photo 3217 en BEI 1000x) Fracture surtout adhésive entre le métal et la résine. Le métal est pâle et les particules organiques sont sombres (pas évaporées au carbone).

Surface microsablée à l' Al_2O_3 50 μm et Z100[®] :



Figure 16c. (Photo 3218 en SEI 1000x) Beaucoup de métal et peu de résine. On voit un petit morceau blanc à l'extrême droite qui est de la résine (pas évaporée au carbone) chargée électriquement.

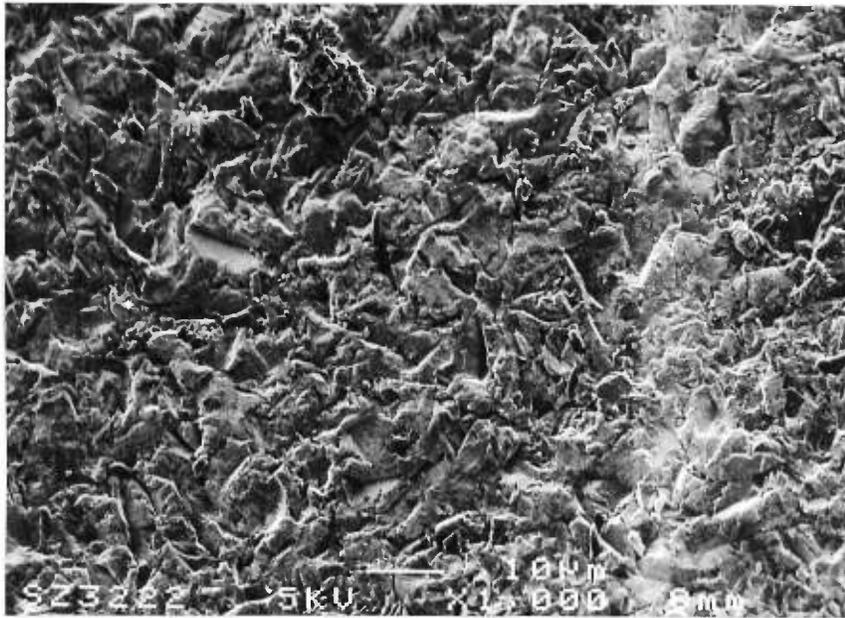


Figure 16d. (Photo 3222 en SEI 1000x) Même surface après évaporation au carbone. On n'y voit que du métal. La particule (en haut) est probablement un débris quelconque.

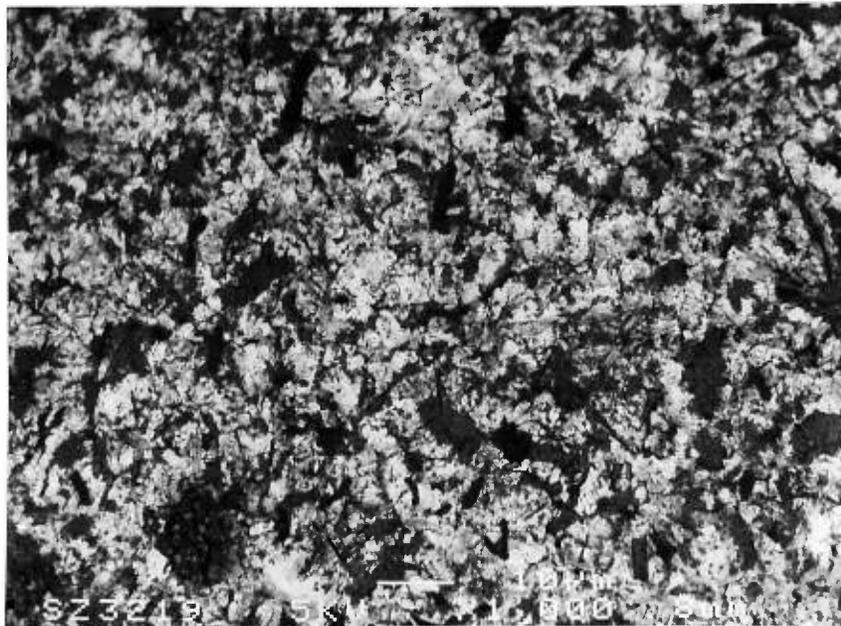


Figure 16e. (Photo 3219 en BEI 1000x) Fracture surtout adhésive entre le métal et la résine. Les taches noires sont probablement la résine Scotchbond™ (pas évaporée au carbone).

Figures 16a à 16e. Microscope à balayage électronique: jet d' Al_2O_3 .50 μm

4^{ème} groupe :

4META et Biolon® :

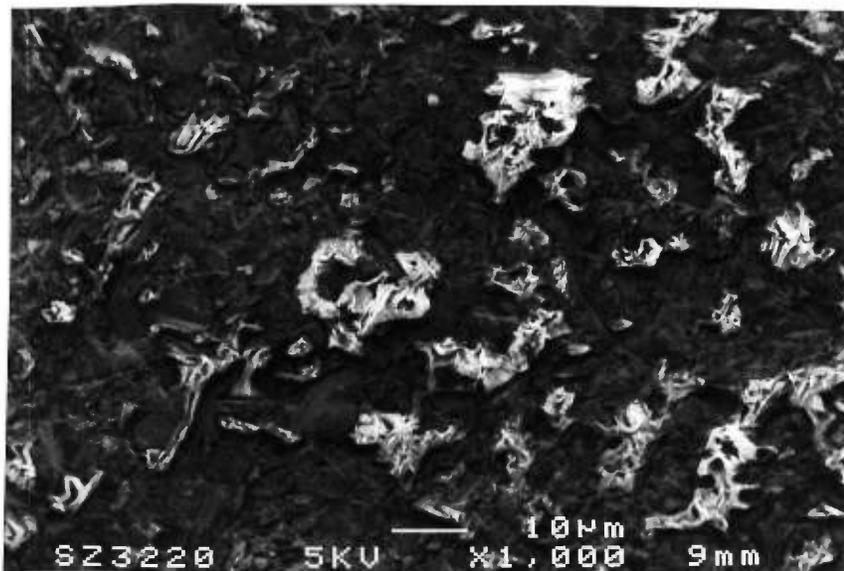


Figure 17a. Photo 3220 en SEI 1000x) Beaucoup de métal (noir) et peu de matériel ayant un poids moléculaire bas (pâle) que l'on suppose être de la résine (pas évaporé au carbone).

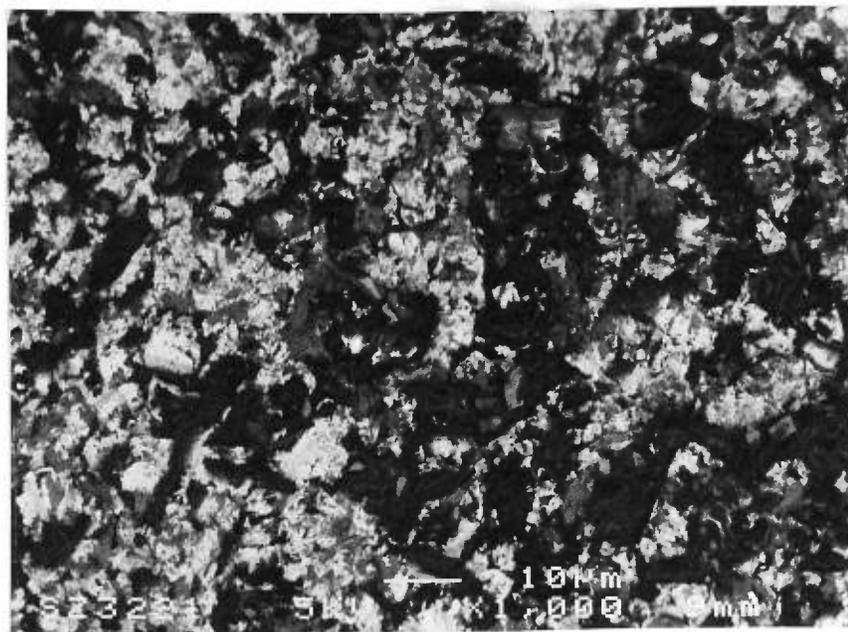


Figure 17b. (Photo 3221 en BEI 1000x) Fracture mixte mais surtout cohésive dans l'adhésif chimique ou dans la résine Biolon®. On voit une bonne quantité de résine (noire). La résine n'est pas chargée même si elle n'est pas évaporée au carbone.

4META et Z100® :

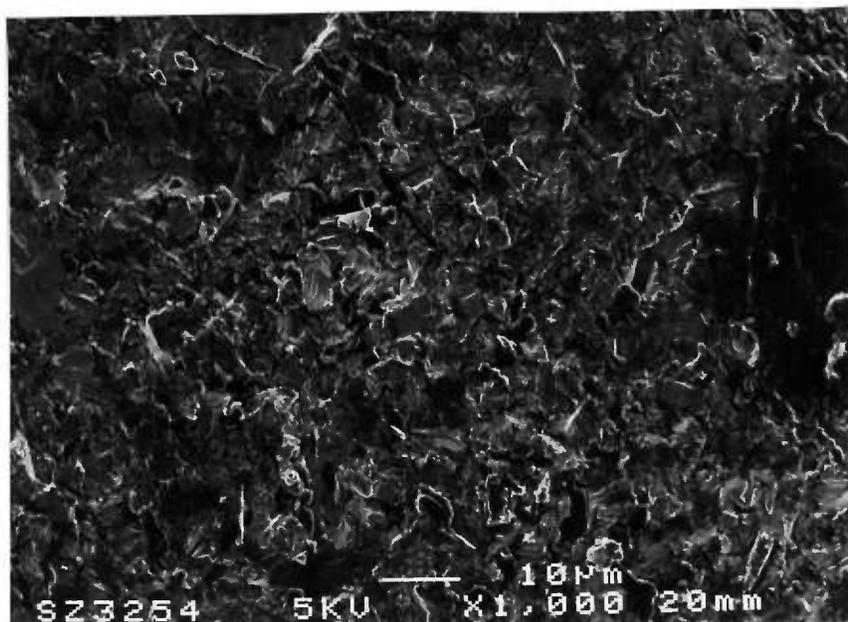


Figure 17c. (Photo 3254 en SEI 1000x) Assez de métal (pâle) et du matériel ayant un poids moléculaire bas que l'on suppose être de la résine (noir).

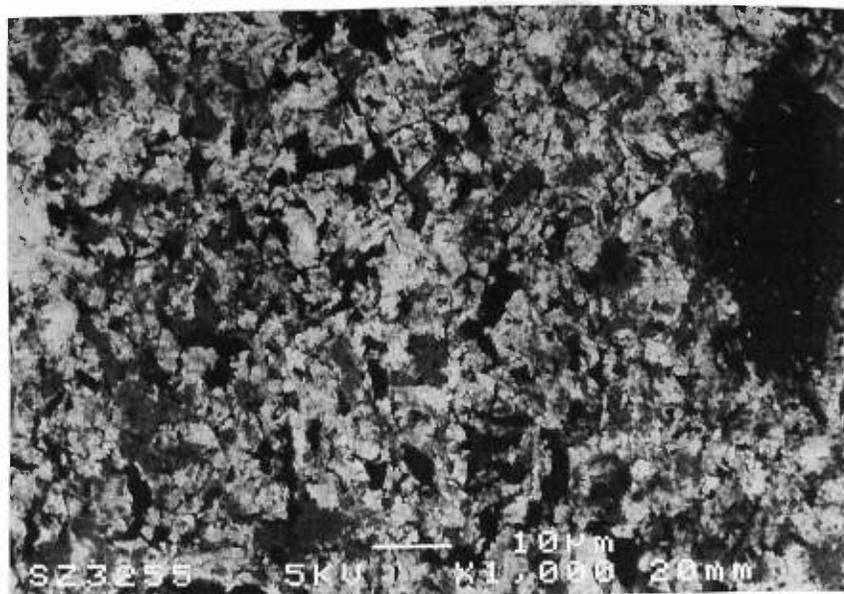


Figure 17d. (Photo 3255 en BEI 1000x) Même région, échelle de contraste ayant plus de paliers (BEI). Fracture mixte : cohésive et adhésive. La fracture cohésive est dans la résine adhésive et dans le composite Z100®: il est impossible d'identifier l'un ou l'autre sauf si on peut distinguer les particules inorganiques du composite. Le composite a un poids atomique intermédiaire à la résine adhésive et au métal. Il est convenu que le ton pâle de la photomicrographie est le métal. Il est possible que le ton gris soit le composite et le noir de la résine adhésive.

Figures 17a à 17d. Microscope à balayages électronique: 4-META.

5^{ème} groupe :

MPII et Biolon[®] :



Figure 18a. (Photo 3264 en SEI 1000x) Surface d'échantillon métallique recouverte d'un peu de matériel ayant un poids atomique plus bas.

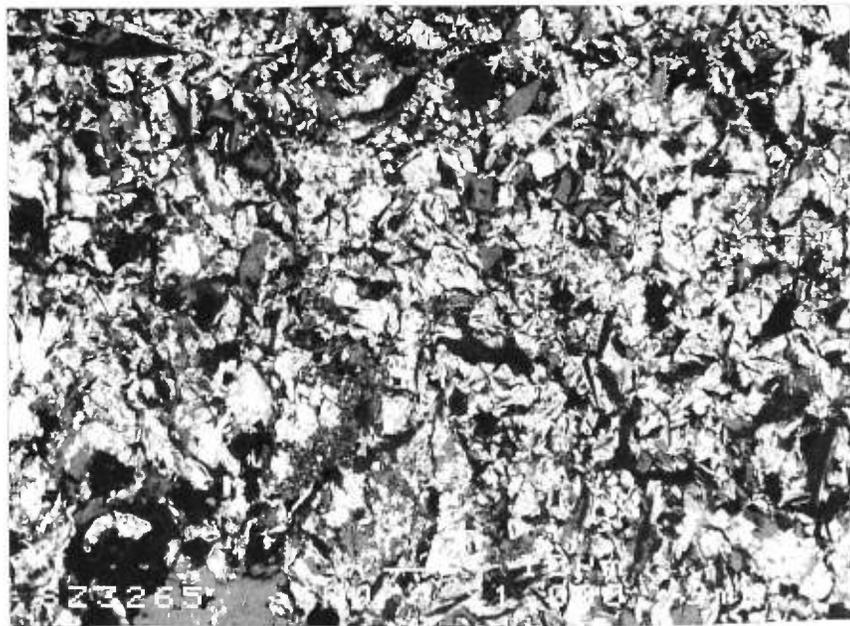


Figure 18b. (Photo 3265 en BEI 1000x) Même région, surface surtout constituée de métal. Fracture mixte mais surtout adhésive entre métal et résine.

MPII et Z100®:

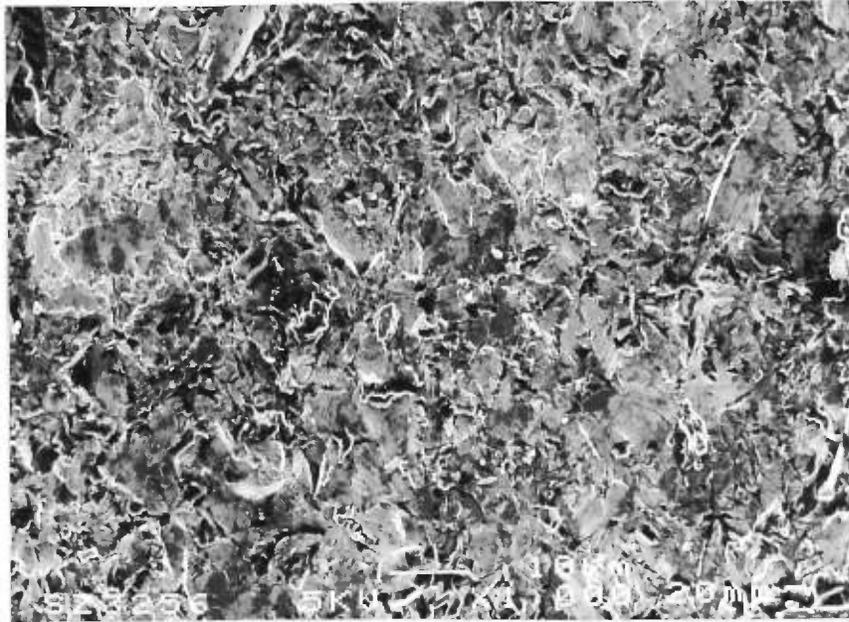


Figure 18c. (Photo 3256 en SEI 1000x) La surface de cet échantillon est plate: il ne présente pas de topographie. Peu de résine est restée collée sur le métal.

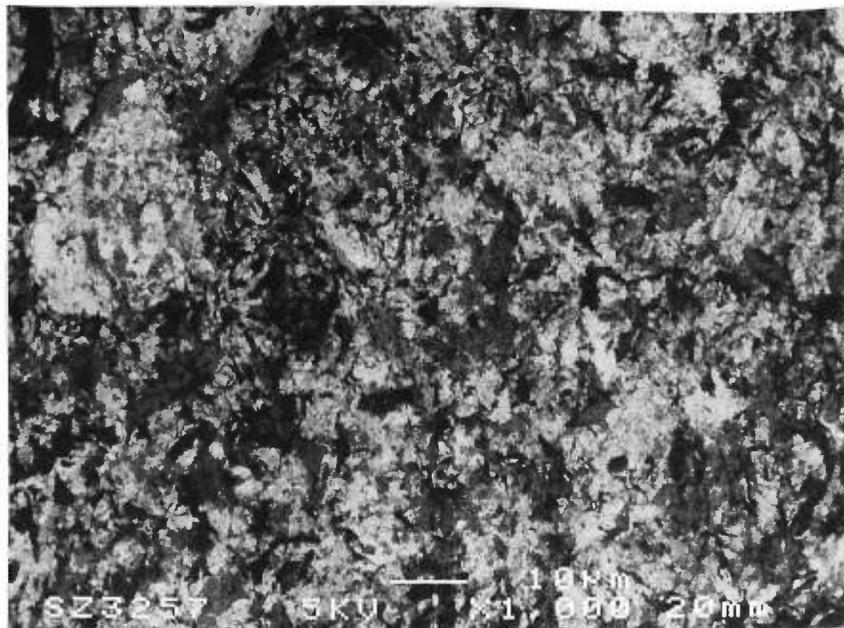


Figure 18d. (Photo 3257 en BEI 1000x) Pas de topographie et le matériel ayant un poids atomique plus faible (résine) est plus évident. Fracture mixte mais surtout adhésive au niveau de la résine et du métal.

Figures 18a à 18d. Microscope à balayage électronique: MPII.

6^{ème} groupe :

Mordançage électrolytique, 4META et Biolon® :

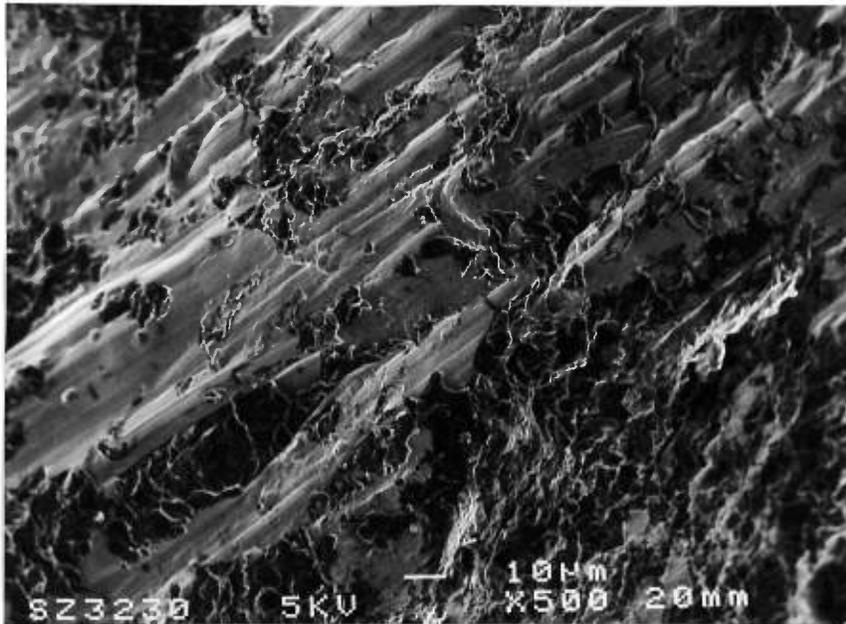


Figure 19a. (Photo 3230 en SEI 500x) au centre de la surface d'adhésion. Surface de métal striée mais lisse qui est assez recouverte de matière organique, probablement la résine. La fracture est mixte: surtout adhésive mais un peu cohésive dans l'acrylique.

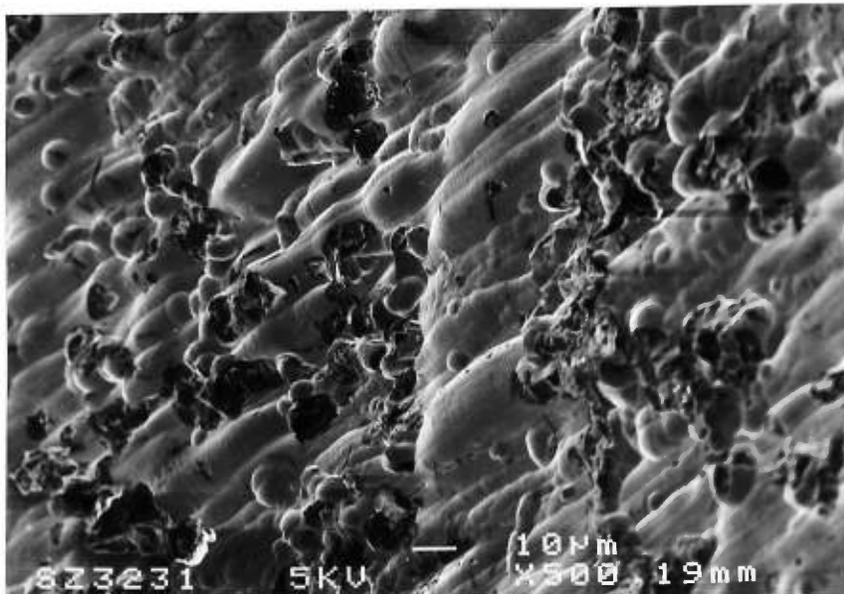


Figure 19b. (Photo 3231 en SEI 500x) en périphérie mais à l'intérieur de la surface d'adhésion. La surface de métal est assez lisse avec des trous, des bulles et des sillons. Les trous sont remplis de matières organiques. Les sillons sont réguliers et arrondis. Il est impossible de distinguer le 4META de la résine.

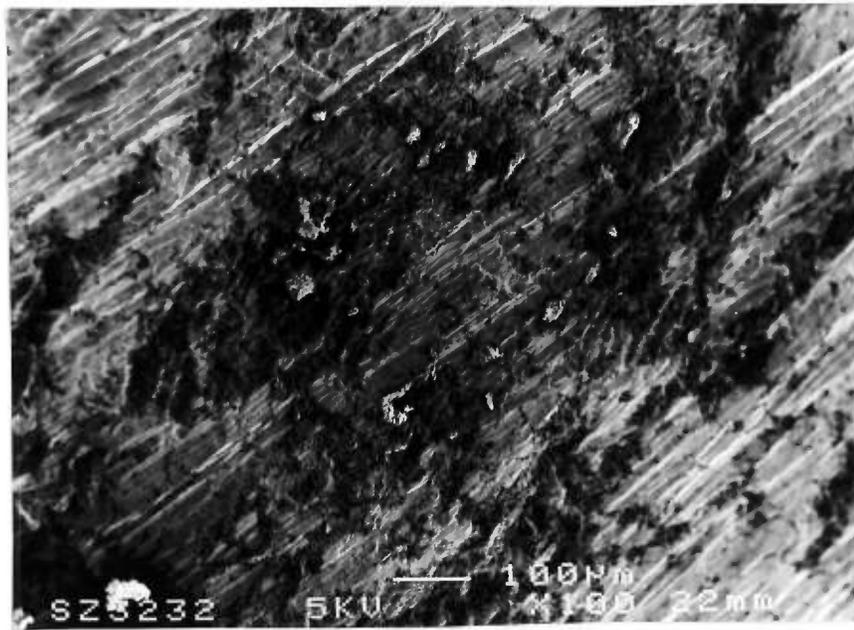


Figure 19c. (Photo 3232 en SEI 100x) vue d'ensemble du centre. Les lignes sur le métal sont régulières mais la surface n'est pas une surface mordancée typique. Il manque les aspérités et l'entrecroisement des différents grains du métal.

Mordançage électrolytique, 4-META et Z100® :

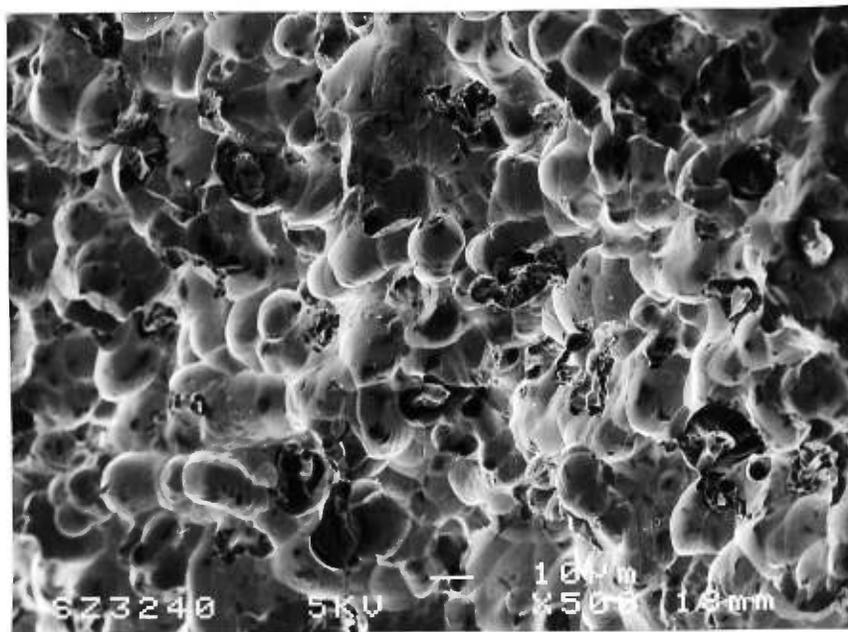


Figure 19d. (Photo 3240 en SEI 500x) au centre de la surface d'adhésion: la mise au point est au centre de la photo. Surface de métal avec des cavités en forme de demi-bulles aux rebords arrondis dont plusieurs contiennent un matériel ayant un poids atomique plus faible.

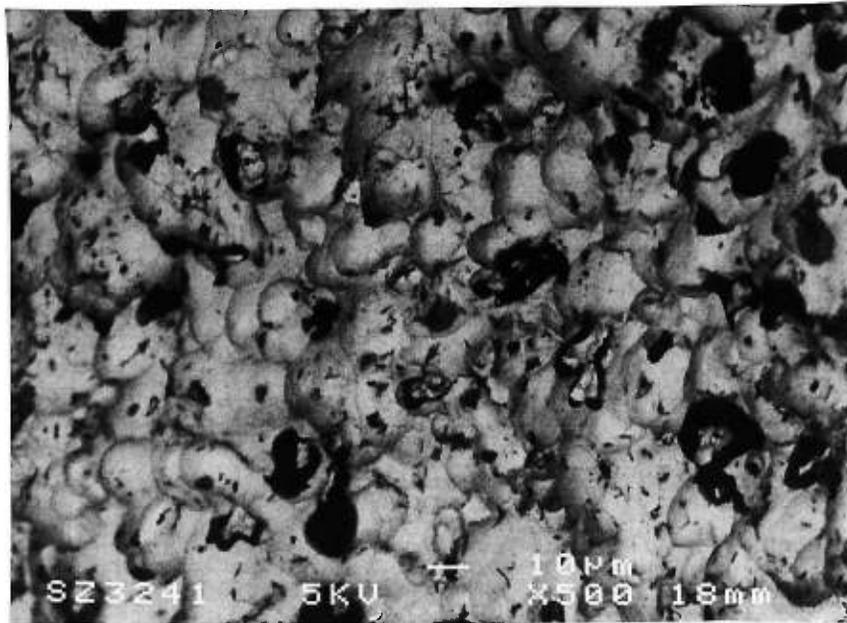


Figure 19e. (Photo 3241 en BEI 500x) au centre de la surface d'adhésion: la mise au point est au centre de la photo. Surface de métal recouverte de cavités en forme de demi-bulles aux rebords arrondis dont plusieurs contiennent un matériel ayant un poids atomique plus faible.

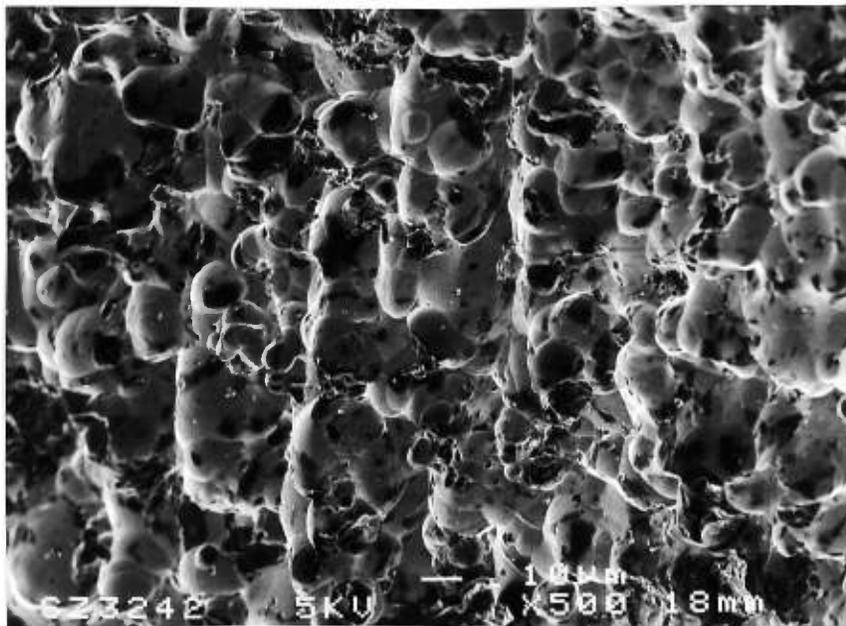


Figure 19f. (Photo 3242 en SEI 500x) en périphérie mais à l'intérieur de la surface d'adhésion: la mise au point est au centre de la photo. Cette surface a la même disposition que les précédentes.

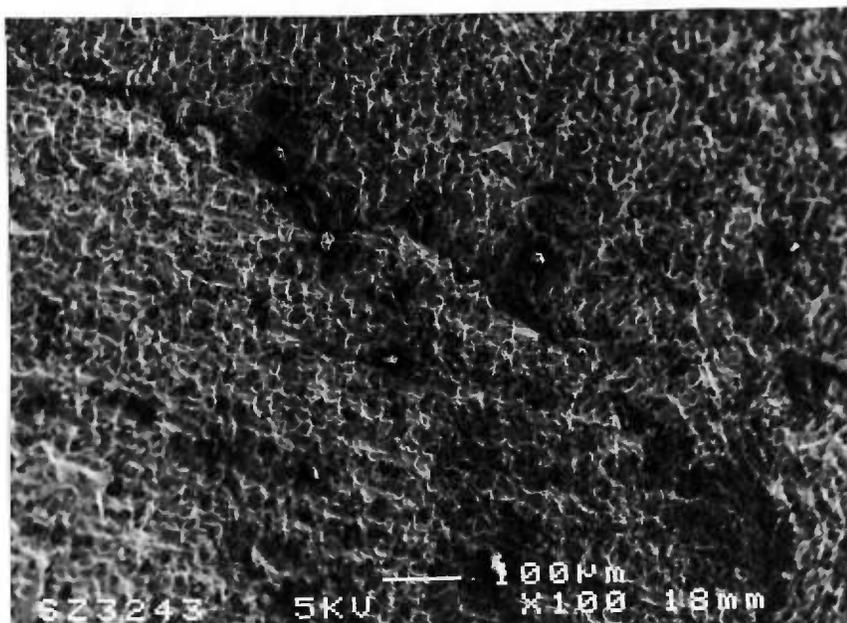


Figure 19g. (Photo 3243 en SEI 100x) au centre de l'échantillon: la mise au point est au centre de la photo. Il y a une régularité dans la forme et la grandeur des cavités qui dénotent l'effet d'un mordantage électrolytique. Fracture surtout adhésive entre le métal et le composite. Il y a également un bon pourcentage de fractures cohésives au niveau de la résine.

Figures 19a à 19g. Microscope à balayage électronique : mordantage électrolytique et 4-META.

7^{ième} groupe :

Système CoJet[®] et Biolon[®] :

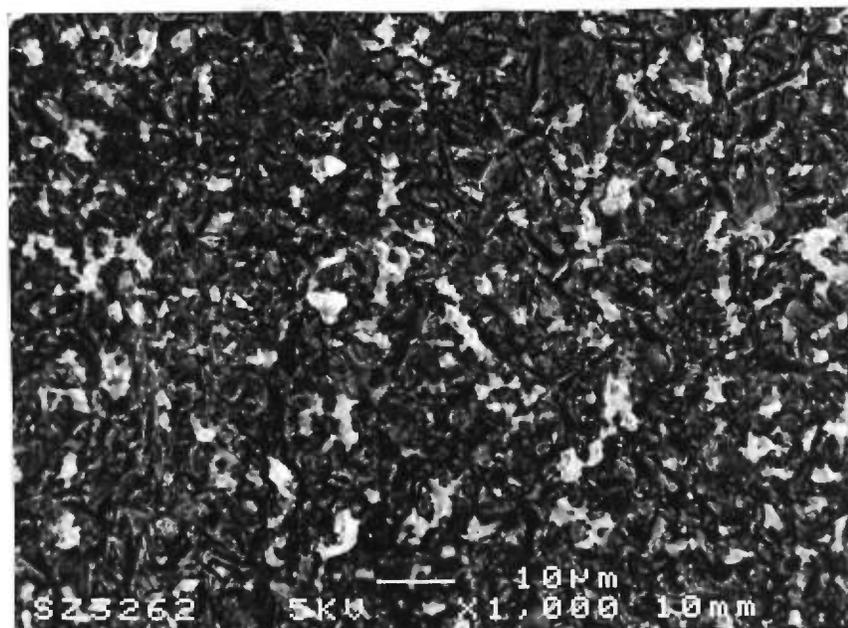


Figure 20a. (Photo 3262 en SEI 1000x). Surface présentant beaucoup de résine (noir) et très peu de métal (pâle).

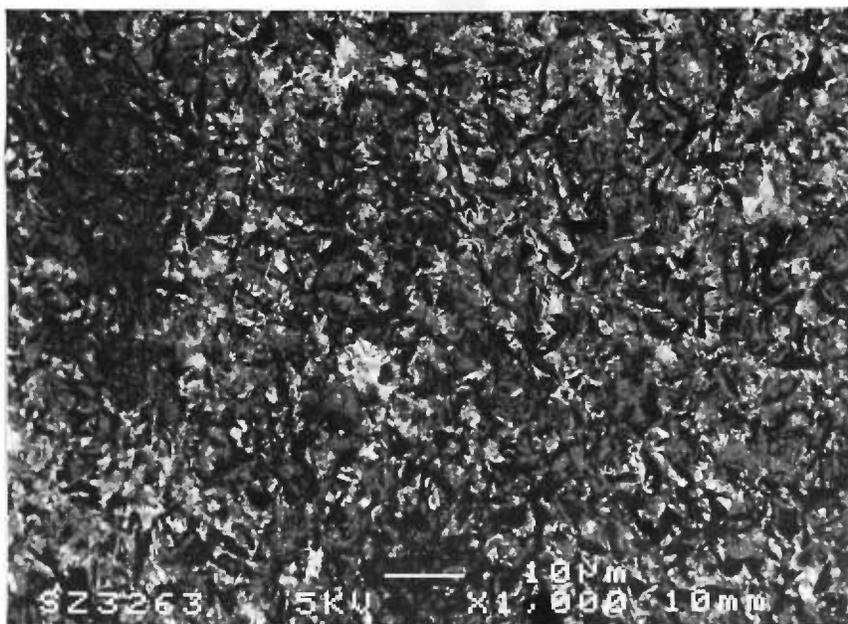


Figure 20b. (Photo 3263 en BEI 1000x). Même région, les électrons rétro diffusés n'amènent pas plus d'information. Surface avec peu de topographie. Fracture surtout cohésive dans la résine Biolon® ou adhésive entre la couche d'opaque et le Biolon®. Nous choisissons la deuxième possibilité puisqu'en regardant ces échantillons, nous réalisons, à l'oeil nu, que la couche d'opaque est restée en place.

Systeme CoJet® et Z100® :

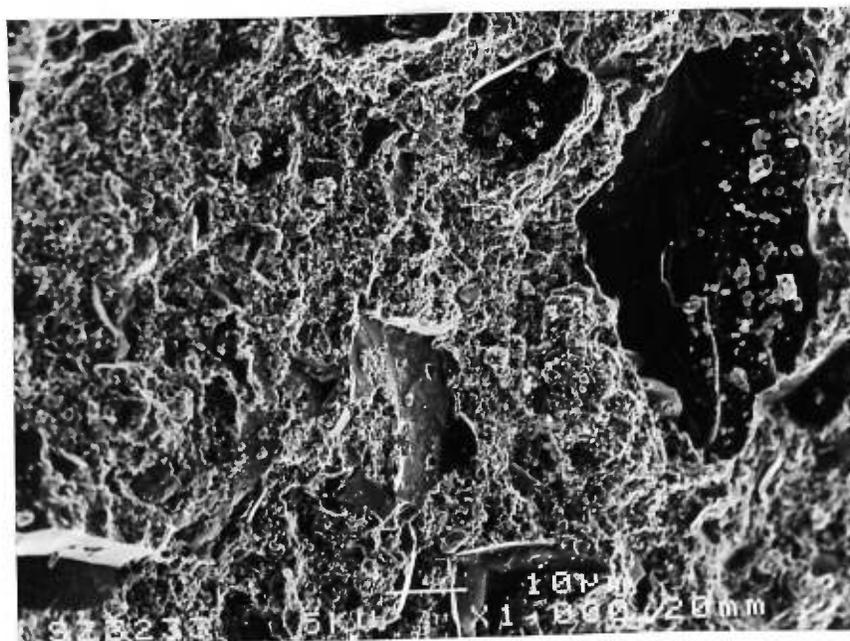


Figure 20c. (Photo 3233 en SEI 1000x). La mise au point est seulement au centre de la photo et la distance de travail est de 20mm. Surface accidentée en résine seulement.

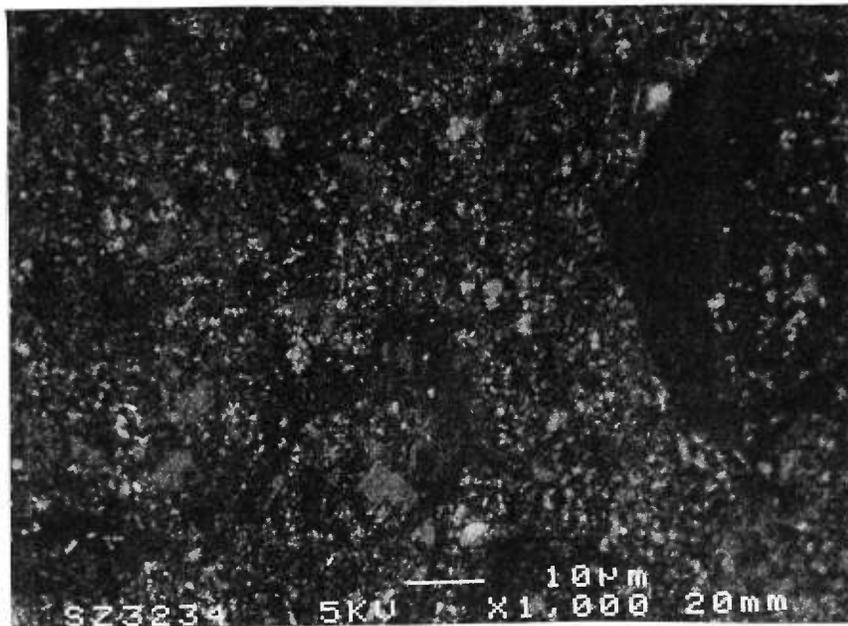


Figure 20d. (Photo 3234 en BEI 1000x). La mise au point est au centre et la distance de travail est de 20mm. Surface recouverte de résine avec des substances inorganiques.

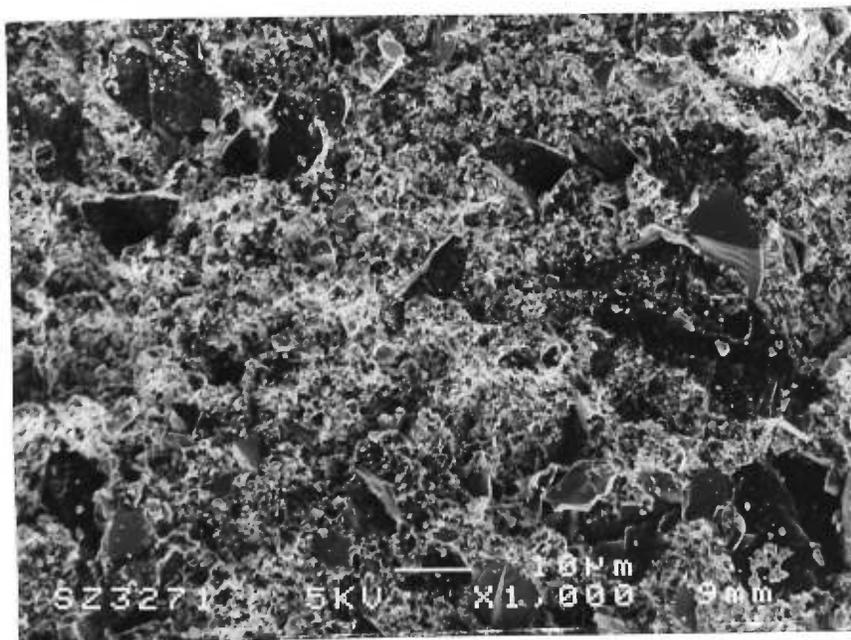


Figure 20e. (Photo 3271 en SEI 1000x). Vue perpendiculaire à la surface de l'échantillon et la distance de travail est de 9mm. La fracture est adhésive entre le CoJet®-Sand et le VISIO®-GEM Opaquer à cause de la grosseur des particules inorganiques ($30\mu\text{m}$). En regardant les échantillons, à l'œil nu, nous constatons que la couche d'opaque est enlevée.

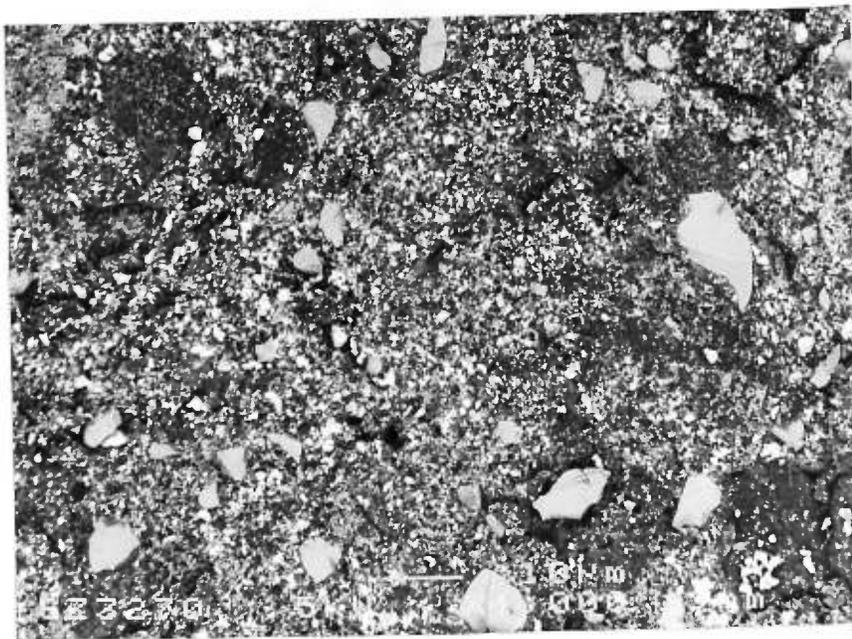


Figure 20f. (Photo 3270 en BEI 1000x). Vue perpendiculaire à la surface de l'échantillon et la distance de travail est de 9mm. Le métal est complètement recouvert de particules inorganiques et de résine. Fracture surtout adhésive entre la couche de CoJet-Sand et l'opaque. Les particules inorganiques sont trop volumineuses pour faire partie du composite.

Figures 20a à 20f. Microscope à balayage électronique : CoJet® System.

8^{ième} groupe :

Targis™ :

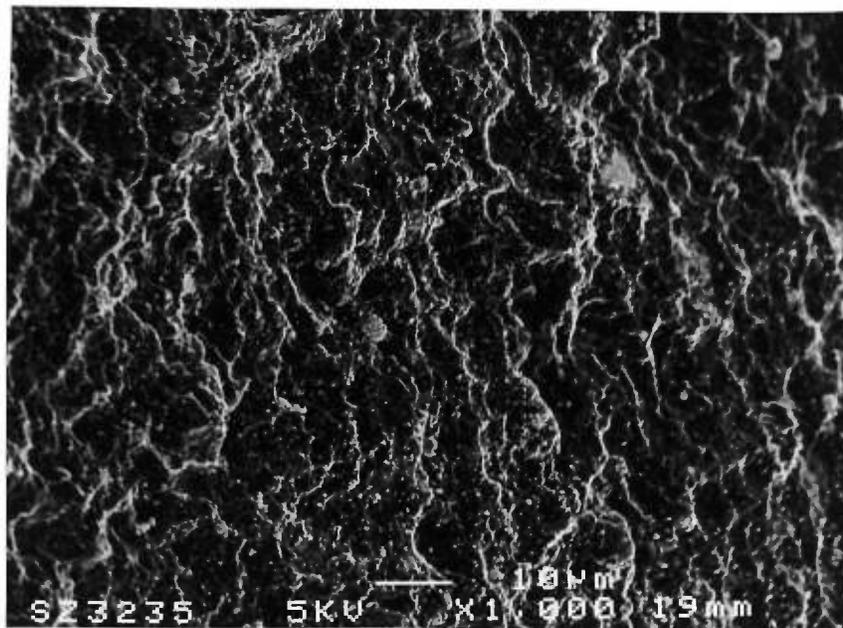


Figure 21a. (Photo 3235 en SEI 1000x). La mise au point est au centre de la photo. Surface recouverte de matières organiques et inorganiques.

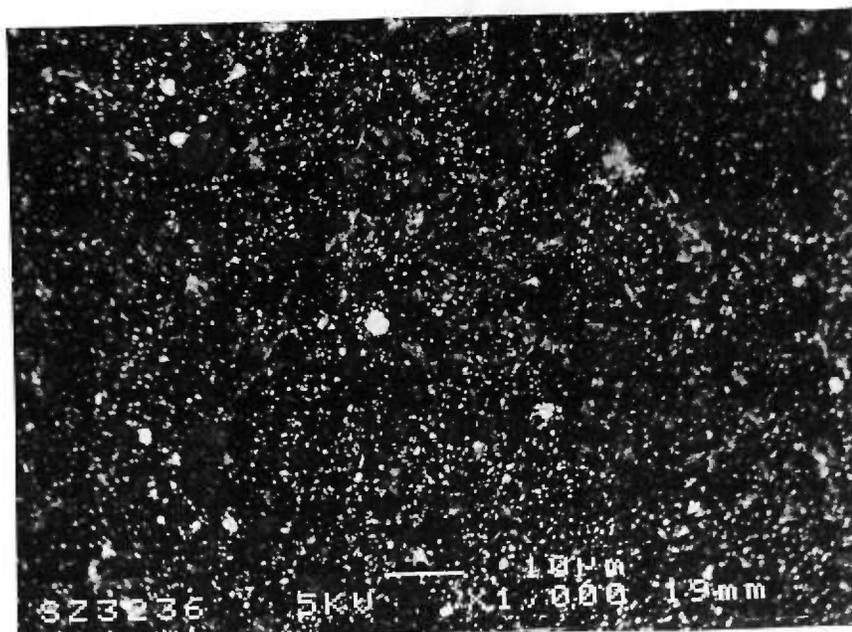


Figure 21b. (Photo 3236 en BEI 1000x). La mise au point est au centre de la photo. Surface recouverte de matières organiques et inorganiques, très peu de métal. Fracture probablement cohésive au niveau du composite ou adhésive entre différentes couches du système Targis™.

Figures 21a-21b. Microscope à balayage électronique : Targis®.

9^{ième} groupe :

ArtGlass :

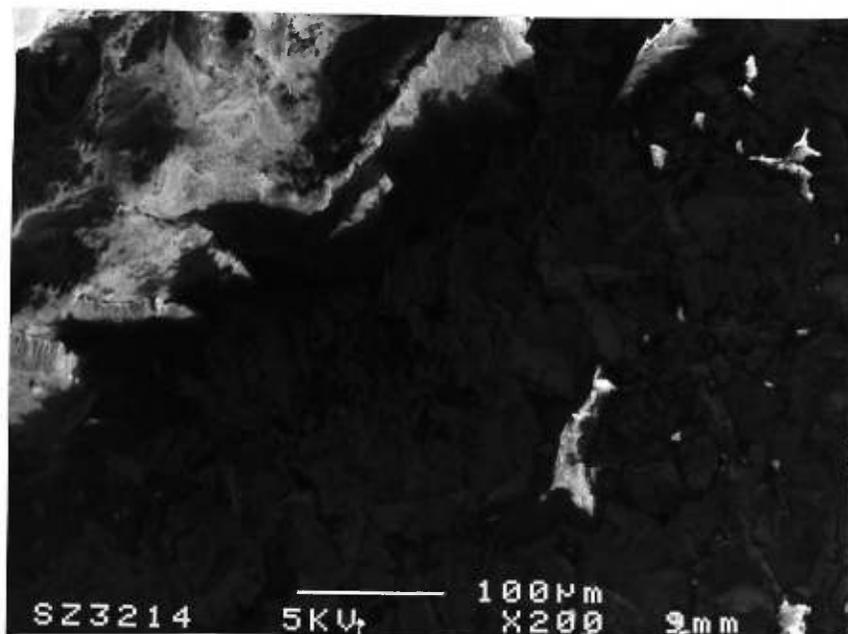


Figure 22a. (Photo 3214 en SEI 200x). Échantillon non évaporé au carbone: la résine est chargée électriquement. Le métal est sombre et la résine est pâle.

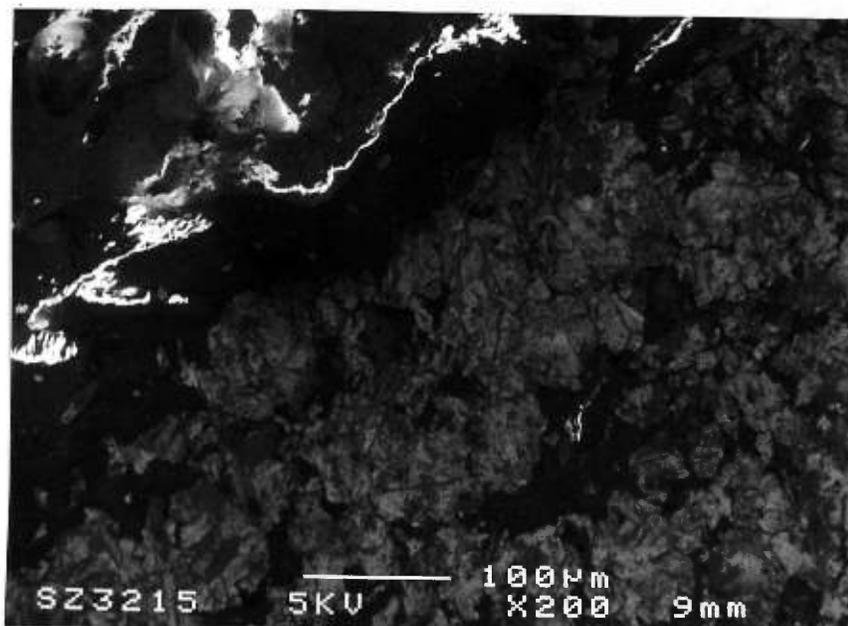


Figure 22b. (Photo 3215 en BEI 200x). Même situation, la photo en mode rétro diffusé permet d'étudier la composition inorganique de l'échantillon. Le métal est gris et la résine est plus noire. Présence d'artéfacts clairs sur la résine (pas évaporé au carbone).

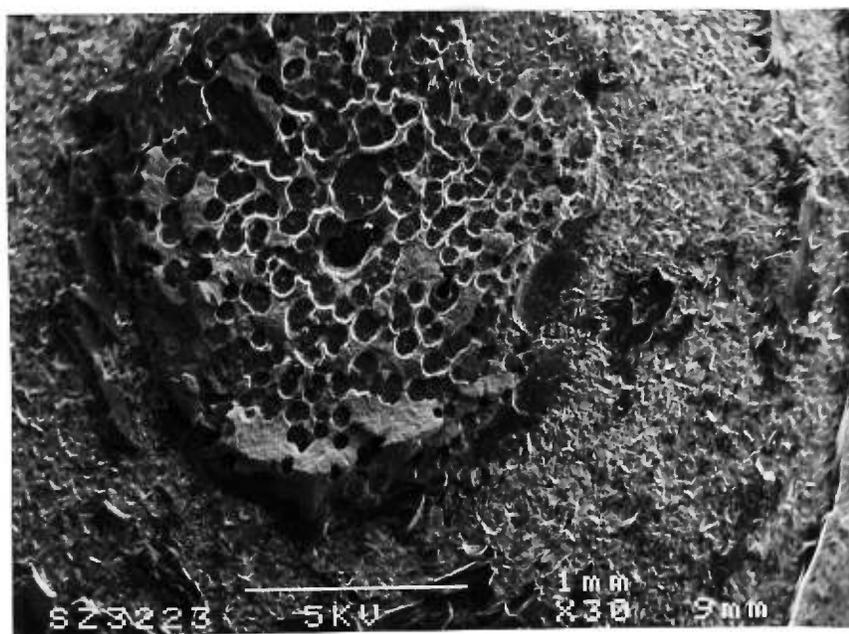


Figure 22c. (Photo 3223 en SEI 30x). Échantillon évaporé au carbone. Ce procédé permet d'éliminer les artéfacts causés par une accumulation d'électricité statique sur la matière organique (résine). Vue d'ensemble de l'échantillon: fracture mixte.

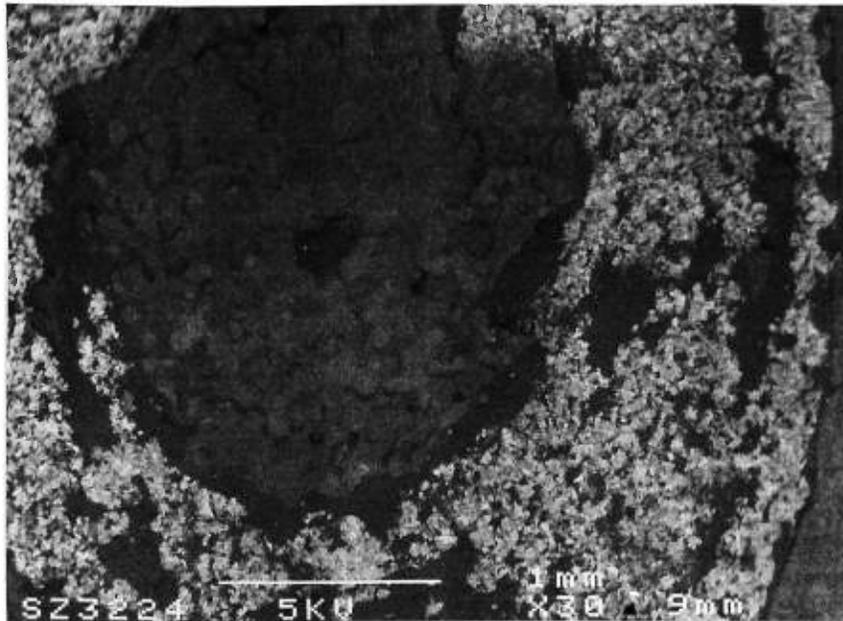


Figure 22d. (Photo 3224 en BEI 30x). Surface ayant un gros fragment de résine (noir) et du métal (pâle) dénudé.

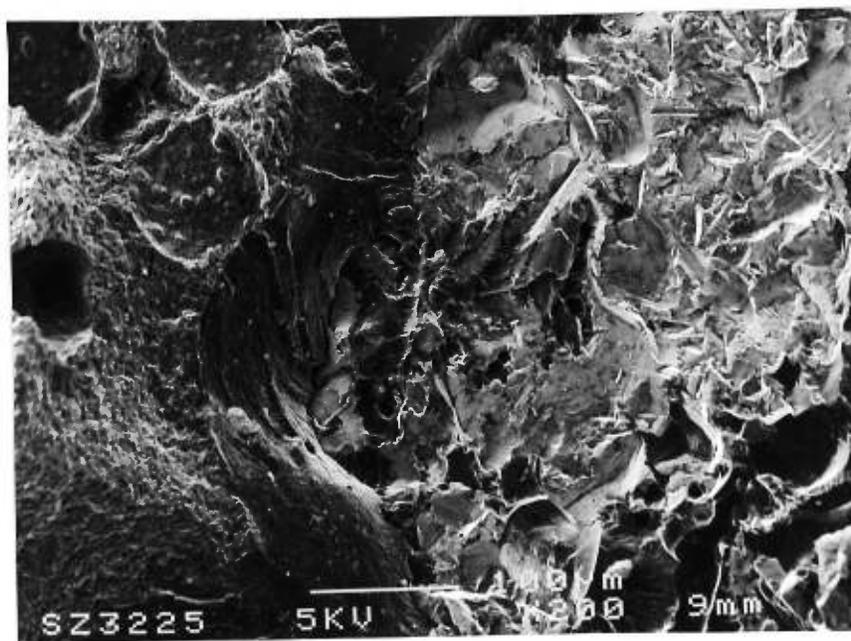


Figure 22e. (Photo 3225 en SEI 200x). La résine (noir) est à gauche et le métal (pâle) est à droite.

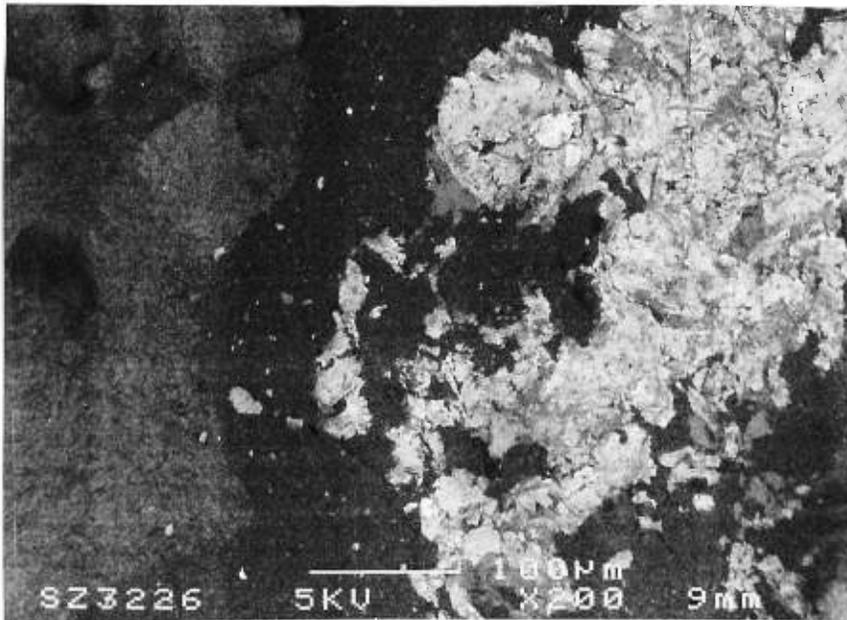


Figure 22f. (Photo 3226 en BEI 200x). Les différentes densités de la résine, à gauche, permettent de supposer que la fracture est mixte à différents endroits. Il y a fracture adhésive entre le métal et le système Silicoater. Il y a fracture adhésive entre le système Silicoater et la couche de composite et fracture cohésive dans le composite.

Figures 22a à 22f. Microscope à balayage électronique : ArtGlass®.

Discussion :

Les échantillons fracturés sont constitués de métal et d'un peu de résine qui est organique. Comme la résine devenait chargée d'électricité statique, les images étaient pleines d'artéfacts et non utilisables. Donc, en recouvrant la résine de carbone évaporé, les résines devenaient conductrices et les charges d'électrons ne s'accumulaient pas. Cette technique permet de mieux distinguer les petites couches de résine.

Pour fournir de la rétention, les billes doivent être séparées les unes des autres et avoir seulement une petite attache à la surface métallique comme le pédicule d'un champignon. Les billes de ces échantillons n'offrent pas beaucoup de rétention. Elles sont collées ensemble, donc l'acrylique ne peut pas passer entre. En plus, lorsqu'elles sont enfoncées jusqu'à leur ligne de contour dans la surface métallique, l'acrylique n'aura pas la possibilité d'être retenu en ayant accès à une zone rétentive. L'adhésif

Hold est très visqueux et recouvre donc une partie rétentive de la bille: il bloque un peu la contre-dépouille de la bille.

Mordançage électrolytique: Les observations au microscope électronique de ce mordançage électrolytique démontrent que le résultat n'est pas toujours optimal pour obtenir une bonne microrétention. Les arêtes arrondies suggèrent que l'on a fait un polissage (polissage électrolytique) et non un mordançage. L'ajustement du voltage de l'appareil à mordançer est important. Ainsi, la différence de voltage entre un mordançage et un polissage est très minime et peut expliquer cette situation. Les cavités arrondies, suite au polissage, offrent peu de rétention.

Nous avons vérifié certains échantillons mordançés électrolytiquement avant d'adhérer la résine lors de la deuxième partie de l'expérience. Après deux mordançages, la disposition des microrétentions ressemblait un peu à ce qu'on avait pour les premiers échantillons (voir Figures 15f et 23).

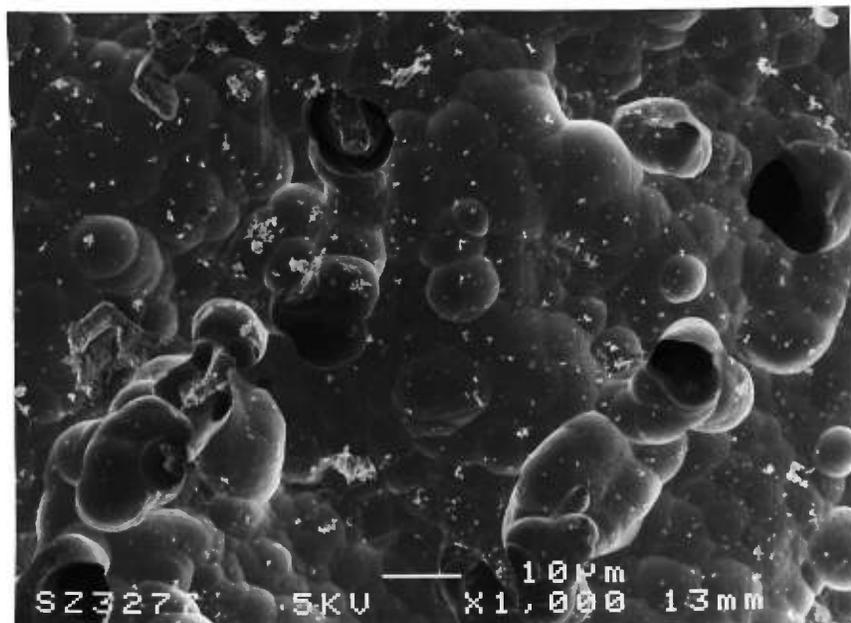


Figure 23. (Photo 3277 en 1000x) Photo prise avec le microscope à balayage électronique: Mordançage électrolytique, 2e partie de l'expérience.

Le mordantage électrolytique attaque certaines phases d'un alliage à phases multiples (Simonsen et al., 1984). Dans cet alliage, les phases sont physiquement distinctes et existent sous forme de grains différents (O'Brien et al. 1987).

Il est difficile de distinguer sur ces photomicrographies si le matériel ayant un poids atomique plus bas que le métal est l'apprêt adhésif chimique, la résine non chargée, le composite ou tout simplement un contaminant. Veen, Jongebloed et al., (1988) notent, dans leur étude, que la couche de silane ne peut pas être observée.

Conclusions :

Les billes pourraient être plus efficaces pour la rétention en améliorant la technique.

Le mordantage électrolytique est difficile à vérifier sans un fort grossissement.

Appendice C
Cas clinique

Présentation d'un cas clinique représentatif de l'application pratique de l'étude.

La patiente est une jeune fille de 17 ans ayant une hypodontie congénitale (voir Figure 24a).

24a)



Le traitement d'orthodontie est terminé et la plainte principale est la présence d'espaces édentés. L'examen clinique et radiologique révèle également la présence de plusieurs dents primaires et des segments postérieurs ne sont pas en occlusion (Figures 24b, 24c, 24d).

24b)



24c)



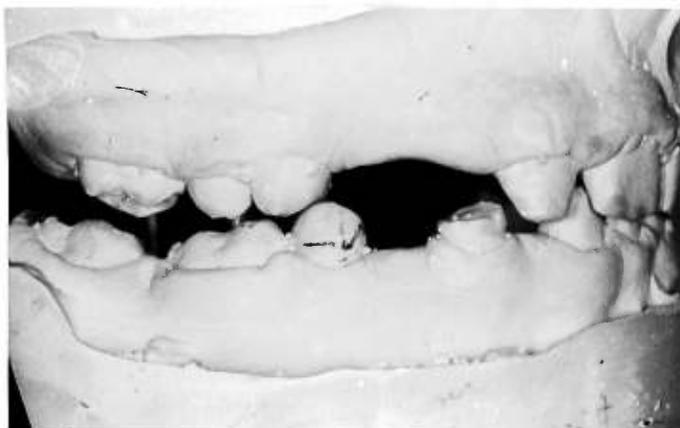
24d)



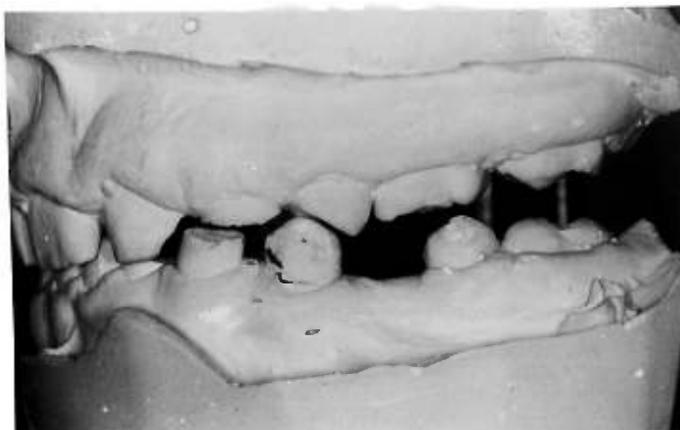
Figures 24a à 24d. Examens clinique et radiologique.

Un espace qui varie de 1 à 4 mm sépare les dents. Les modèles montés en intercuspitation maximale sur l'articulateur sont représentés aux Figures 25a et 25b. Les buts du traitement étaient d'amener une meilleure fonction masticatoire et d'améliorer l'apparence du sourire. Nous nous sommes entendus pour accomplir ceci à l'aide de restaurations composites, d'améloplasties et de deux P.P.A.

25a)



25b)

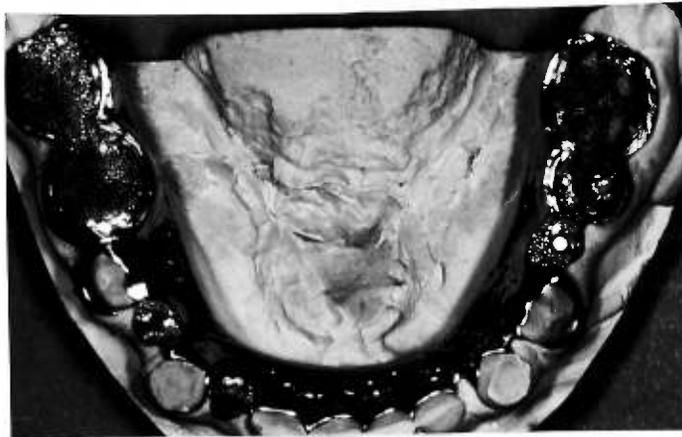


Figures 25a-25b. Montage sur l'articulateur.

Les restaurations composites ainsi que les améloplasties furent effectuées en premier. Pour un meilleur résultat esthétique et un plan occlusal intéressant, des surfaces coulées furent ajoutées à l'armature de la prothèse inférieure et non à la prothèse supérieure (Figure 26a). Comme l'espace le permettait, des billes de rétentions furent ajoutées (Figures 26b et 26c) pour aider à la rétention du composite. L'armature recouvrit la surface linguale pour donner de la rigidité à l'appareil. L'armature recouvrit

également la surface buccale pour améliorer l'apparence esthétique de l'appareil (le collet métallique est déplacé plus gingivalemment et donc plus caché). L'avantage qu'a ce dessin est qu'il crée un effet de sertissage du composite sur le métal.

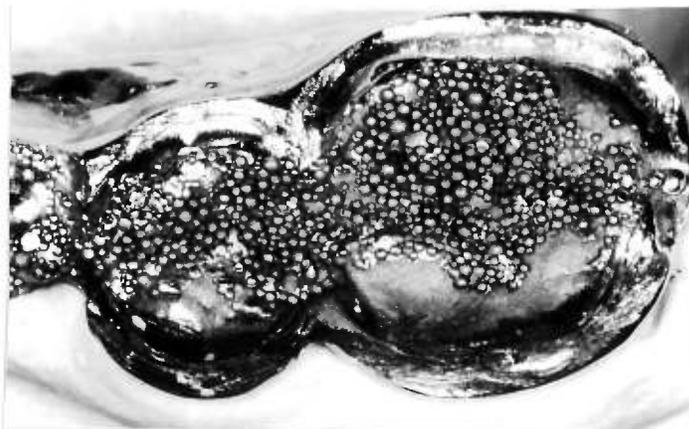
26a)



26b)



26c)



Figures 26a à 26c. Armature P.P.A.

Le métal fut ajusté au buccal pour obtenir un mince collet métallique, comme un chanfrein, qui supportera le composite au gingival (voir Figures 27a et 27b).

27a)



27b)



La surface coulée fut ajustée avec le modèle antagoniste et a subi un jet d' Al_2O_3 (voir Figures 27c et 27d).

27c)



27d)



Figures 27 a à 27d. Préparation de l'armature.

Sur ces figures, il faut noter l'absence de billes sur les surfaces verticales ainsi que leurs dispositions serrées sur les surfaces horizontales. Quelques-unes seulement ont été enlevées lors de l'ajustement de l'armature. Cette situation démontre la nécessité d'augmenter la rétention. La rétention peut être améliorée soit en améliorant la disposition des billes ou bien, comme dans ce cas-ci, en utilisant une rétention chimique complémentaire. Les Figures 28a et 28b montrent l'appareil pour former le jet de silicate du système CoJet[®] et l'effet de ce jet sur le métal.

28a)



28b)



Figures 28a-28b. Application de CoJet[®]-Sand.

Pour prévenir l'adsorption de contaminants (H_2O par exemple), la couche de silane (ESPE-SIL) fut appliquée immédiatement et fut laissée à sécher 5 min. Ce liquide est très volatil et transparent. L'opaque fut appliqué et photopolymérisé (voir Figures 29a à 29e).

29a)



29b)



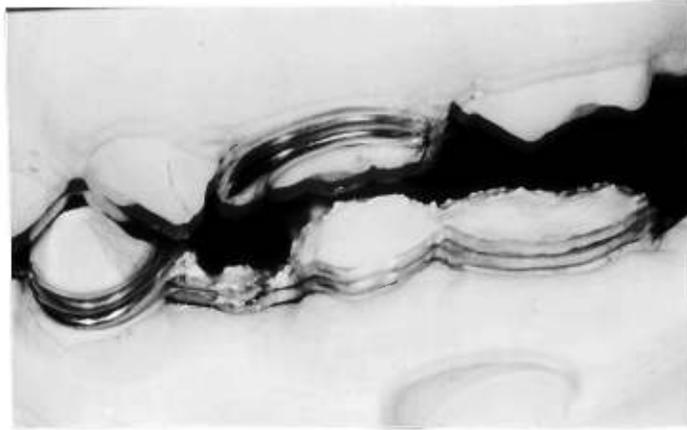
29c)



29d)



29e)



Figures 29 a à 29e. Application de VISIO®-GEM Opaquer.

La résine composite Z100® fut appliquée et photopolymérisée en couches successives et minces après la photopolymérisation de la couche de résine non-chargée. Les surfaces de composite furent sculptées et polies. Les Figures 30a à 30e montrent le plan de traitement complété.

30a)



30b)



30c)



30d)



30e)



Figures 30 a à 30e. Plan de traitement complété.

Le danger qu'apparaisse de la carie sur les dents recouvertes par cet appareil est à prévoir. La patiente a reçu les explications des soins préventifs primaires. Également, on lui a recommandé de procéder à une application hebdomadaire de fluor topique. Elle appliquera, deux fois par jour, le fluor à l'intérieur de son appareil, le posera en bouche pour 1 min et finalement crachera le fluor. Elle devra avoir des rappels chez son dentiste régulièrement. Les Figures 31a-31c montrent les restaurations après trois mois en bouche. Les besoins en restaurations de cette patiente vont changer au cours de sa vie. Elle en viendra éventuellement à demander s'il est possible de poser des prothèses sur implants. Pour l'instant, ce traitement satisfait les attentes de la patiente.

31a)



31b)



31c)



Figures 31a à 31c. Trois mois après le traitement.