

ANNEE 2023

2023 TOU3 3056

**THESE**

POUR LE DIPLOME D'ETAT DE DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE

Présentée et soutenue publiquement

Par

**Victor FREITAS**

Le 9 juin 2023

**SILICATES DE CALCIUM A PRISE HYDRAULIQUE, PROTOCOLE  
EXPERIMENTAL : INFLUENCE DE L'HYGROMETRIE SUR LA SOLUBILITE  
ET L'EXPANSION DE PRISE**

Directrice de Thèse : Dr Marie GURGEL-GEORGELIN

**JURY**

Président : Pr Franck DIEMER

1<sup>er</sup> Assesseur : Dr Marie GURGEL-GEORGELIN

2<sup>ème</sup> Assesseur : Dr Mathieu MARTY

3<sup>ème</sup> Assesseur : Dr Géromine FOURNIER



**Faculté de santé**  
**Département d'Odontologie**

➔ **DIRECTION**

**Doyen de la Faculté de Santé**  
M. Philippe POMAR

**Vice Doyenne de la Faculté de Santé**  
**Directrice du Département d'Odontologie**  
Mme Sara DALICIEUX-LAURENCIN

**Directeurs Adjointes**  
Mme Sarah COUSTY  
M. Florent DESTRUHAUT

**Directrice Administrative**  
Mme Muriel VERDAGUER

**Présidente du Comité Scientifique**  
Mme Cathy NABET

➔ **HONORARIAT**

**Doyens honoraires**  
M. Jean LAGARRIGUE +  
M. Jean-Philippe LODTER +  
M. Gérard PALOUDIER  
M. Michel SIXOU  
M. Henri SOULET

**Chargés de mission**  
M. Karim NASR (*Innovation Pédagogique*)  
M. Olivier HAMEL (*Maillage Territorial*)  
M. Franck DIEMER (*Formation Continue*)  
M. Philippe KEMOUN (*Stratégie Immobilière*)  
M. Paul MONSARRAT (*Intelligence Artificielle*)

➔ **PERSONNEL ENSEIGNANT**

**Section CNU 56 : Développement, Croissance et Prévention**

**56.01 ODONTOLOGIE PEDIATRIQUE et ORTHOPEDIE DENTO-FACIALE** (Mme Isabelle BAILLEUL-FORESTIER)

**ODONTOLOGIE PEDIATRIQUE**

Professeurs d'Université : Mme Isabelle BAILLEUL-FORESTIER, M. Frédéric VAYSSE  
Maîtres de Conférences : Mme Emmanuelle NOIRRI-ESCLASSAN, Mme Marie- Cécile VALERA, M. Mathieu MARTY  
Assistants : Mme Anne GICQUEL, M. Robin BENETAH  
Adjointes d'Enseignement : M. Sébastien DOMINE, M. Mathieu TESTE, M. Daniel BANDON

**ORTHOPEDIE DENTO-FACIALE**

Maîtres de Conférences : M. Pascal BARON, M. Maxime ROTENBERG  
Assistants : M. Vincent VIDAL-ROSSET, Mme Carole VARGAS JOULIA  
Adjointes d'Enseignement : Mme. Isabelle ARAGON

**56.02 PRÉVENTION, ÉPIDÉMIOLOGIE, ÉCONOMIE DE LA SANTÉ, ODONTOLOGIE LÉGALE** (Mme NABET Catherine)

Professeurs d'Université : M. Michel SIXOU, Mme Catherine NABET, M. Olivier HAMEL, M. Jean-Noël VERGNES  
Assistante : Mme Géromine FOURNIER  
Adjointes d'Enseignement : M. Alain DURAND, Mlle. Sacha BARON, M. Romain LAGARD, M. Jean-Philippe GATIGNOL  
Mme Carole KANJ, Mme Mylène VINCENT-BERTHOUMIEUX, M. Christophe BEDOS

**Section CNU 57 : Chirurgie Orale, Parodontologie, Biologie Orale**

**57.01 CHIRURGIE ORALE, PARODONTOLOGIE, BIOLOGIE ORALE** (M. Philippe KEMOUN)

**PARODONTOLOGIE**

Maîtres de Conférences : Mme Sara LAURENCIN- DALICIEUX, Mme Alexia VINEL, Mme. Charlotte THOMAS  
Assistants : M. Joffrey DURAN, M. Antoine AL HALABI  
Adjointes d'Enseignement : M. Loïc CALVO, M. Christophe LAFFORGUE, M. Antoine SANCIER, M. Ronan BARRE ,  
Mme Myriam KADDECH, M. Matthieu RIMBERT,

### CHIRURGIE ORALE

Professeur d'Université : Mme Sarah COUSTY  
Maîtres de Conférences : M. Philippe CAMPAN, M. Bruno COURTOIS  
Assistants : M. Clément CAMBRONNE, M. Antoine DUBUC  
Adjoints d'Enseignement : M. Gabriel FAUXPOINT, M. Arnaud L'HOMME, Mme Marie-Pierre LABADIE, M. Luc RAYNALDY, M. Jérôme SALEFRANQUE,

### BIOLOGIE ORALE

Professeurs d'Université : M. Philippe KEMOUN, M. Vincent BLASCO-BAQUE  
Maîtres de Conférences : M. Pierre-Pascal POULET, M. Matthieu MINTY  
Assistants : Mme Chiara CECCHIN-ALBERTONI, M. Maxime LUIS, Mme Valentine BAYLET GALY-CASSIT, Mme Sylvie LE  
Adjoints d'Enseignement : M. Mathieu FRANCO, M. Hugo BARRAGUE, Mme Inessa TIMOFEEVA-JOSSINET

## **Section CNU 58 : Réhabilitation Orale**

### 58.01 DENTISTERIE RESTAURATRICE, ENDODONTIE, PROTHESES, FONCTIONS-DYSFONCTIONS, IMAGERIE, BIOMATERIAUX (M. Franck DIEMER)

#### DENTISTERIE RESTAURATRICE, ENDODONTIE

Professeur d'Université : M. Franck DIEMER  
Maîtres de Conférences : M. Philippe GUIGNES, Mme Marie GURGEL-GEORGELIN, Mme Delphine MARET-COMTESSE  
Assistants : M. Ludovic PELLETIER, Mme Laura PASCALIN, M. Thibault DECAMPS  
M. Nicolas ALAUX, M. Vincent SUAREZ, M. Lorris BOIVIN  
Adjoints d'Enseignement : M. Eric BALGUERIE, M. Jean-Philippe MALLET, M. Rami HAMDAN, M. Romain DUCASSE, Mme Lucie RAPP

#### PROTHÈSES

Professeurs d'Université : M. Philippe POMAR, M. Florent DESTRUHAUT,  
Maîtres de Conférences : M. Rémi ESCLASSAN, M. Antoine GALIBOURG,  
Assistants : Mme Margaux BROUTIN, Mme Coralie BATAILLE, Mme Mathilde HOURSET, Mme Constance CUNY  
M. Anthony LEBON  
Adjoints d'Enseignement : M. Christophe GHRENASSIA, Mme Marie-Hélène LACOSTE-FERRE, M. Olivier LE GAC, M. Jean-Claude COMBADAZOU, M. Bertrand ARCAUTE, M. Fabien LEMAGNER, M. Eric SÖLYÖM, M. Michel KNAFO, M. Victor EMONET-DENAND, M. Thierry DENIS, M. Thibault YAGUE, M. Antonin HENNEQUIN, M. Bertrand CHAMPION

#### FONCTIONS-DYSFONCTIONS, IMAGERIE, BIOMATERIAUX

Professeur d'Université : Mr. Paul MONSARRAT  
Maîtres de Conférences : Mme Sabine JONJOT, M. Karim NASR, M. Thibault CANCEILL  
Assistants : M. Julien DELRIEU, M. Paul PAGES, M. Olivier DENY  
Adjoints d'Enseignement : Mme Sylvie MAGNE, M. Thierry VERGÉ, M. Damien OSTROWSKI

-----  
*Mise à jour pour le 15 Mai 2023*

## Remerciements

**A mes parents.** Je vous remercie pour le soutien que vous m'apportez depuis toujours. Les valeurs d'humilité, de rigueur et de tolérance que vous m'avez transmises sont pour moi un exemple à suivre. Je ne serai jamais assez reconnaissant pour tous les sacrifices que vous avez faits. Merci de m'avoir apporté votre amour, je ne puis que vous le rendre.

**A Claire et Pierre.** Vous comptez parmi les personnes les plus importantes.

Merci d'avoir été présents durant mes études. Et merci de me suivre pour la suite !

**A mes cousins,** Fabrice, Anne Laure, Aurore et toute ma famille.

**A Yanis, Clément et Clément.** Merci d'avoir partagé ces années d'étude avec moi. Je vous considère comme ma famille. A nos aventures passées et toutes celles à venir.

**A Alexis.** Je ne pouvais rêver d'un meilleur binôme. Merci pour ton dynamisme et ton humour contagieux. Tu as fait de ces années de clinique des souvenirs impérissables.

**A mes copains auscitains, Hugo, Maxime, Chloé et Laura.** Merci de toujours faire partie de ma vie malgré les années.

**Au Dr Fabienne Bajolle.** Merci pour la confiance que vous m'avez accordée. Vos conseils et votre expérience sont pour moi très précieux.

**Au Dr Aziza Pomies Chaffai.** Je te remercie pour ton accueil et ta générosité. Grâce à toi j'aime encore plus ce métier. Même si ce n'est pas d'actualité, ce sera un honneur de pouvoir travailler avec toi si l'occasion se présente un jour !

**A l'équipe pédagogique de la faculté de chirurgie dentaire de Toulouse.** Merci pour la formation que vous m'avez délivrée.

**A toi Margaux.** Je ne mesure pas la chance que j'ai de partager ta vie au quotidien. Merci de me faire rire, de m'écouter, de m'épauler. Je suis impatient d'écrire notre histoire. Je t'aime.

A notre président du Jury de thèse,

**Monsieur le Professeur Franck DIEMER**

- Professeur des Universités, Praticien Hospitalier d'Odontologie
- Docteur en Chirurgie Dentaire,
- D.E.A. de Pédagogie (Education, Formation et Insertion) Toulouse Le Mirail,
- Docteur de l'Université Paul Sabatier,
- Responsable du comité scientifique de la Société française d'Endodontie
- Responsable du Diplôme Inter Universitaire d'Endodontie à Toulouse
- Responsable du Diplôme universitaire d'hypnose
- Co-responsable du diplôme Inter-Universitaire d'odontologie du Sport
- Lauréat de l'Université Paul Sabatier

*Nous vous remercions de nous avoir fait le plaisir et l'honneur de présider ce jury.*

*Nous tenons à vous remercier pour l'intérêt que vous avez porté à ce travail, et pour les précieux conseils que vous avez pris le temps de nous donner.*

*Nous vous témoignons la plus grande considération pour votre dévouement et votre présence tout au long de notre cursus.*

A notre directrice de thèse,

**Madame le Docteur Marie GURGEL-GEORGELIN**

- Maître de Conférences des Universités, Praticien Hospitalier d'Odontologie,
- Docteur en Chirurgie Dentaire,
- Maîtrise des Sciences Biologiques et Médicales
- D.E.A. MASS Lyon III,
- Ancienne Interne des Hôpitaux,
- Doctorat d'Université - Université d'Auvergne-Clermont

*Nous vous sommes très reconnaissants d'avoir accepté de diriger notre thèse.*

*Nous vous remercions pour votre accompagnement dans ce travail, mais également pour votre disponibilité tout au long de notre cursus.*

*Vous avez su nous apprendre à conjuguer les connaissances théoriques en un sens clinique aiguisé. Nous vous remercions de nous avoir permis d'apprécier votre dynamisme, votre gentillesse et votre bonne humeur.*

*Pour cela, nous tenons à vous signifier notre plus grande admiration.*

A notre jury de these,

**Monsieur le Docteur Mathieu MARTY**

- Maître de Conférences des Universités, Praticien Hospitalier d'Odontologie,
- Docteur en Chirurgie Dentaire,
- CES de Chirurgie Dentaire Odontologie Pédiatrique et Prévention,
- CES de Physiopathologie et diagnostic des dysmorphies cranio-faciales
- Master 2 Sciences de l'éducation Université Paul VALERY Montpellier 3
- Doctorat en Sciences de l'éducation Université Paul VALERY Montpellier 3

*Nous vous remercions d'avoir accepté de faire partie de notre jury de thèse.*

*Nous tenons à vous remercier pour la qualité de vos enseignements tant théoriques que cliniques.*

*Nous vous sommes particulièrement reconnaissants pour votre disponibilité et votre envie de transmettre.*

*Veillez trouver ici le témoignage de notre plus grand respect.*

A notre jury de thèse,

**Madame le Docteur Géromine FOURNIER**

- Assistante Hospitalo-Universitaire d'Odontologie
- Docteur en Chirurgie Dentaire,
- Master 1 Biosanté
- Master 2 Anthropobiologie intégrative
- Lauréate de l'Université Paul Sabatier
- DU Odontologie légale et éthique
- DU Méthode et pratique en identification oro faciale
- Membre du Collège National des Chirurgiens-Dentistes Universitaires en santé Publique
- Membre de l'Association Française d'Identification Odontologie (AFIO) et de l'Unité d'Identification Odontologique (UIO)

*Nous vous remercions d'avoir accepté de faire partie de notre jury de thèse.*

*Nous tenons à vous remercier pour l'intérêt que vous avez suscité pour ce travail, et pour le soutien que vous nous avez apporté.*

*Nous vous sommes très reconnaissants de la gentillesse avec laquelle vous avez accompagné notre cursus.*

*Nous vous prions de trouver ici le témoignage de notre plus grand respect.*

## Table des matières

<b>Introduction .....</b>	<b>12</b>
<b>Partie 1 : Présentation des ciments de silicates de calcium à prise hydraulique : état des connaissances actuelles.....</b>	<b>14</b>
<b>1. Définition, composition et mécanisme d'action .....</b>	<b>14</b>
1.1 Définition.....	14
1.2 Composition et mécanisme d'action.....	14
<b>2. Propriétés des biocéramiques .....</b>	<b>18</b>
2.1 Propriétés Physico-chimiques .....	18
2.1.1 Temps de prise .....	18
2.1.2 Radio-opacité.....	19
2.1.3 pH .....	19
2.1.4 Porosité et solubilité.....	20
2.1.5 Propriétés antibactériennes .....	21
2.1.6 Biocompatibilité et bioactivité .....	21
2.2 Propriétés mécaniques.....	22
2.2.1 Résistance à la compression.....	22
2.2.2 Adhérence, résistance à la traction et stabilité dimensionnelle .....	23
<b>3. Indications des ciments SCPH.....</b>	<b>25</b>
3.1 Techniques de préservation pulpaire .....	25
3.1.1 Le coiffage indirect .....	25
3.1.2 Le coiffage direct .....	25
3.1.3 La pulpotomie.....	26
3.1.4 L'apexogenèse sur dent permanente immature (DPI) .....	26
3.2 Obturation canalair des dents nécrosées.....	27
3.2.1 Traitement orthograde des dents permanentes matures.....	27
3.2.2 Traitement rétrograde des dents permanentes matures.....	28
3.2.3 Thérapeutiques d'apexification .....	29
3.2.4 La revascularisation .....	30
3.3 L'utilisation des biocéramiques sur dents lactéales .....	31
3.4 Gestion des accidents et perforations.....	31
3.5 Traitement des résorptions radiculaires internes et externes .....	32
3.6 Traitement des hypersensibilités dentinaires .....	33
<b>Partie 2 : Perspectives de recherche : proposition d'un protocole expérimental .....</b>	<b>34</b>
<b>1. Introduction.....</b>	<b>34</b>
<b>2. Matériel.....</b>	<b>36</b>
2.1 Design et impression des moules en 3 dimensions .....	36
2.1.1 Création des moules.....	36
2.1.2 Fabrication des moules.....	38
2.2 Autre matériel.....	39
<b>3. Réalisation du protocole .....</b>	<b>41</b>
3.1 Création des groupes .....	41
3.2 Protocole expérimental .....	42
3.2.1 Préparation de la manipulation .....	42
3.2.2 Préparation des échantillons et valeurs de référence.....	43
3.2.3 Recueil des données dans le temps.....	44
<b>4. Résultats.....</b>	<b>45</b>
4.1 Masse.....	45
4.2 Expansion de prise .....	48
4.2.1 Recueil des données.....	48

4.2.2	Observation préalable.....	48
4.2.3	Traitement informatique des données .....	50
4.3	Analyse de l'état de surface .....	54
<b>5.</b>	<b>Analyse statistique.....</b>	<b>59</b>
5.1	Masse.....	59
5.1.1	Analyse des variations de masse au cours du temps : test t de Student.....	59
5.1.2	Comparaison des variations de masse en fonction de l'hygrométrie : ANOVA et test de Tukey .....	61
5.2	Expansion de prise .....	64
<b>6.</b>	<b>Discussion.....</b>	<b>65</b>
6.1	Interprétation des résultats .....	65
6.2	Biais rencontrés.....	68
6.2.1	Biais liés à la manipulation .....	68
6.2.2	Biais liés aux résultats.....	68
<b>7.</b>	<b>Conclusion .....</b>	<b>70</b>
	<b>Conclusion.....</b>	<b>71</b>
	<b>Annexes .....</b>	<b>73</b>
	<b>Table des illustrations .....</b>	<b>73</b>
	<b>Tableaux .....</b>	<b>77</b>
	<b>Bibliographie.....</b>	<b>81</b>

## Introduction

La carie dentaire reste aujourd'hui la pathologie la plus courante à l'échelle mondiale. D'origine infectieuse elle atteint successivement les tissus superficiels de la dent (émail et dentine) puis le réseau pulpaire caméral et radiculaire, garant de « bonne santé » et de longévité sur l'arcade.

Par ailleurs les formidables propriétés biologiques, mécaniques et esthétiques de l'organe dentaire sont telles qu'aucune prothèse ne peut remplacer parfaitement une dent naturelle.

Traiter les pathologies inflammatoires et infectieuses pulpaires et péri-apicales est donc devenu un défi majeur de la dentisterie moderne. L'endodontie s'est ainsi imposée depuis plusieurs décennies comme une discipline phare en médecine bucco-dentaire.

De par la complexité anatomique du réseau canalaire et des processus biologiques mis en œuvre, de nombreux concepts thérapeutiques se sont développés, au gré des avancées technologiques de nos sociétés.

L'ultime étape indispensable du traitement endodontique est l'obturation du réseau canalaire qui permet d'étanchéifier l'endodonte préalablement désinfecté.

Si les ciments à base d'oxyde de zinc/eugénol et de résine époxy sont longtemps restés des ciments de référence pour l'obturation, ils présentent certaines limites. Depuis quelques années, une nouvelle classe de ciments d'obturation, les ciments de silicates de calcium à prise hydrauliques dits biocéramiques, s'est peu à peu démocratisée. Différents des autres ciments par leur comportement, ils interagissent avec le substrat dentaire, et introduisent la notion de bio-activité en endodontie.

La littérature scientifique au sujet des ciments de silicates de calcium à prise hydraulique s'est beaucoup développée ces dernières années. Parmi les propriétés de ces matériaux, certaines restent peu documentées et élargissent les horizons de la recherche.

Dans un premier temps nous détaillerons les différentes propriétés de ces ciments et leur utilisation en endodontie. Dans un second temps nous tenterons d'approfondir

certaines de ces propriétés par la réalisation d'un protocole expérimental visant à étudier l'influence de l'hygrométrie sur la solubilité et l'expansion de prise pour trois d'entre eux.

# Partie 1 : Présentation des ciments de silicates de calcium à prise hydraulique : état des connaissances actuelles

## 1. Définition, composition et mécanisme d'action

### 1.1 Définition

La famille des biocéramiques regroupe un large panel de matériaux aux champs d'applications larges dans de nombreux domaines de la médecine (1)(2)(3). Leur point commun vient de leur biocompatibilité. En effet les « bio » - céramiques ont la capacité de s'intégrer aux tissus du corps humain sans créer de réaction de corps étranger de celui-ci. Plus encore, leur capacité à conduire ou induire des mécanismes de régénération et cicatrisation osseuse font d'eux des outils thérapeutiques en passe de devenir incontournables.

De nombreuses classifications des ciments dits biocéramiques ont été proposées. Chacune s'appuie sur un critère différent : composition, mécanisme de prise, consistance etc ...

Une classification généraliste et souvent retrouvée dans la littérature les range en deux catégories (4) :

- Les biocéramiques dites bio inertes, parmi lesquelles figurent notamment les céramiques à base d'alumine et zircone.
- Les biocéramiques dites bio actives, où l'on retrouve les verres bioactifs, les silicates de calcium, les hydroxyapatites ou encore les phosphates de calcium. Elles peuvent être résorbables ou non résorbables.

### 1.2 Composition et mécanisme d'action

Les ciments dits biocéramiques que l'on connaît aujourd'hui dans le domaine de l'endodontie sont tous dérivés du ciment de Portland mis au point en 1824 dans le secteur

de la construction et sont des ciments de silicates de calcium à prise hydrique (SCPH). Le premier ciment à avoir été mis au point est le MTA (Mineral Trioxy Agregate), qui reprenait largement la composition du ciment de Portland, avec ajout d'éléments radio opacifiants (5)(6).

Phases	Weight fractions			
	Un-hydrated cement		Hydrated cement	
	OPC	MTA	OPC	MTA
Tri-calcium silicate	74.7	53.1	8.2	10.6
Di-calcium silicate	7.4	22.5	0	14.9
Tetra-calcium aluminato ferrite	0	0	0	0
Tri-calcium aluminate	3.6	0	0	0
Gypsum	1.1	0	0	0
Hemi-hydrate	1.1	0.7	0	0
Anhydrite	2.7	1.5	0	0
Calcium hydroxide	2.1	1.0	15.7	14.4
Calcium carbonate	5.0	1.4	3.2	0
Bismuth oxide	0	21.6	0	8.4
Ettringite	0	0	7.5	2.1
Calcium silicate hydrate	0	0	62.2	49.5

OPC, ordinary Portland cement; MTA, mineral trioxide aggregate.

Figure 1 - Composition du ciment Portland et du MTA en pourcentage de phases (Source : Camilleri et al, 2008)

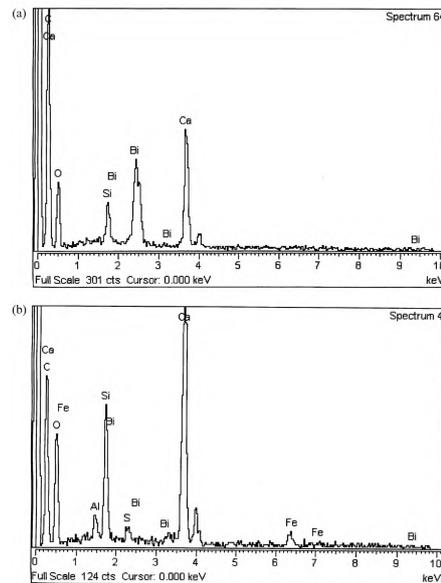


Figure 2 - Mise en évidence de la composition du MTA blanc (a) et gris (b) par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (source : Camilleri et al, 2004)

Ce premier matériau a ensuite évolué vers le WMTA (White-MTA), qui supprimait la phase alumino-ferrite tétracalcique du MTA à l'origine de sa coloration dans le temps (7) puis vers la large gamme de ciments SCPH que l'on connaît aujourd'hui. Ils se présentent sous forme poudre/liquide à mélanger, ou pré-mixés. Leur consistance, pouvant être très variable, conditionne leur indication clinique :

- matériau « putty » pour les « réparations » : coiffages, perforations, ...
- matériau plus fluide pour le scellement lors de l'obturation canalair.



Figure 3 : exemples de ciments SCPH "putty" (MTA Angelus (Angelus, Brésil)) et fluide (Endosequence BC Sealer (Busa, USA)) (Source : Angelus dental, Busa dental)

La réaction de prise des ciments SCPH se fait en plusieurs étapes :

Dans un premier temps le caractère hydrophile des ciments biocéramiques va permettre une réaction dite d'hydratation. Placés dans un milieu tel que les fluides biologiques, les particules du ciment vont réagir avec les molécules d'eau, formant des produits d'hydratation qui à leur tour réagiront dans une seconde réaction de précipitation.

Cependant toutes les particules du ciment ne réagissent pas instantanément, si bien que des processus d'hydratation – précipitation ont lieu en même temps. Ce changement progressif est à l'origine d'un gel amorphe à la structure complexe, en couches, où des phases non hydratées côtoient des produits d'hydratation déjà formés. Parmi ces produits nous retrouvons des hydrates de silicate de calcium et des molécules d'hydroxyde de calcium, qui seront au cœur de la réaction chimique.

A l'échelle atomique la dissolution du silicate de calcium par l'eau produit des molécules d'hydroxyde de calcium  $\text{Ca(OH)}_2$ , ainsi que des silicates hydratés venant s'organiser en couches poreuses.

L'hydroxyde de calcium formé lors de cette réaction d'hydratation ainsi que les phosphates présents dans les fluides biologiques (phosphates de calcium et apatite) précipitent par liaisons avec les groupes silanol  $\text{Si-OH}$  des silicates hydratés. On observe alors une phase de stockage croissant de dépôts de phosphates de calcium et d'apatite venant remplir les pores de la structure formée par les silicates.

Les deux réactions successives peuvent ainsi être présentées sous leur forme simplifiée :

Réaction d'hydratation :



Réaction de précipitation :

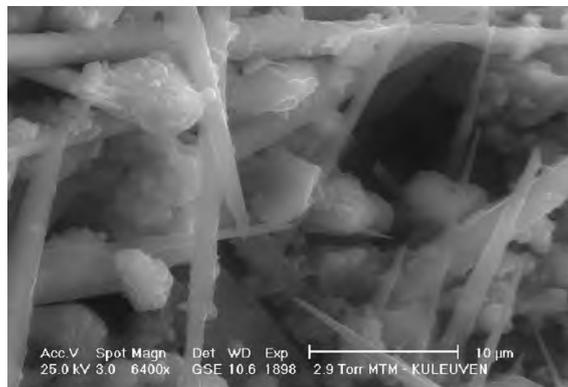


Figure 4 - Réaction d'hydratation d'un ciment biocéramiques : observation d'une phase non hydratée au contact d'une phase de silicates hydratés (source : Prati et Gandolfi, 2015)

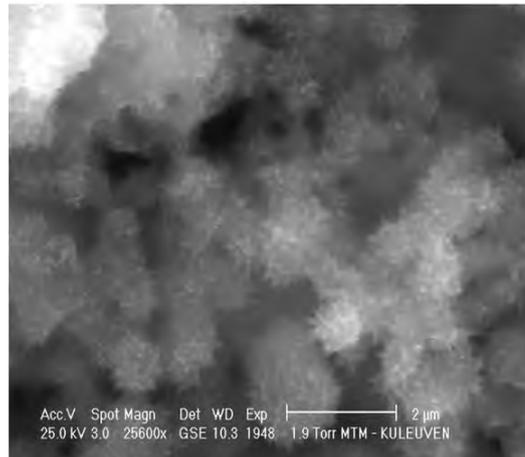


Figure 5 - Observation d'agrégats de cristaux d'apatite lors de la phase de précipitation (*source : Prati et Gandolfi, 2015*)

## 2. Propriétés des biocéramiques

### 2.1 Propriétés Physico-chimiques

#### 2.1.1 Temps de prise

Le temps de prise d'un ciment correspond à la durée nécessaire entre le début de sa prise et le moment où il devient totalement rigide et indéformable.

Les ciments SCPH sont globalement des matériaux à prise lente. La plupart d'entre eux ont un temps de prise supérieur à une heure (8).

Cependant certains fabricants ont mis récemment au point des ciments qui durcissent plus rapidement, parmi lesquels la biodentine (prise initiale comprise entre 9 et 12 min, prise totale en 45 min) (9), l'endocem MTA (15 min) ou encore le Bioroot RCS (prise initiale d'environ 27 min, prise totale inférieure à 4 heures) (10). De telles données permettent une étanchéité rapide et sont compatibles avec des temps cliniques raisonnables.

### 2.1.2 Radio-opacité

La radio opacité d'un matériau détermine un niveau de densité visible ou non radio graphiquement. Les ciments SCPH doivent avoir une radio opacité qui permette de les distinguer par rapport aux structures anatomiques voisines lors des radio pré, per et post opératoire (obturation canalaire, rapport avec la pulpe lors d'un coiffage etc ...). L'organisation Internationale de Normalisation donne une valeur de 3 mm Al pour une radio opacité minimale compatible avec un ciment de scellement endodontique (11).

Depuis le MTA la composition des ciments SCPH inclut des radios opacifiants pour répondre à cette norme. C'est par exemple le cas de iroot SP, BioRoot RCS, Endoseal MTA, Endo CPM ou encore Endosequence BC Sealer (12). L'oxyde de bismuth fut le premier utilisé. Cependant certaines études ont montré une biocompatibilité diminuée avec les tissus environnants lorsque cet élément est présent dans le ciment (13). De nouveaux radio opacifiants sont donc proposés (oxyde de zirconium, sulfate de barium, or, étain ...) comme dans cette étude de Callimeri et al (14). Leur cytotoxicité et compatibilité cliniques restent cependant à évaluer.

### 2.1.3 pH

Dès le début de leur réaction de prise, les ciments SCPH provoquent une alcalinisation importante du milieu. Comme pour les ciments à base d'hydroxyde de calcium, des valeurs élevées de pH ont été mesurées (15).

	pH of soaking water (n=10)					
	3 h	1 day	3 days	7 days	14 days	28 days
Biodentine	11.60 ± 0.15	11.63 ± 0.51	10.96 ± 0.72	9.21 ± 0.50	9.43 ± 0.28	9.26 ± 0.66
Tetracalcium silicate (pure)	12.02 ± 0.19	11.75 ± 0.32	11.31 ± 0.54	11.43 ± 0.26	10.57 ± 1.13	8.99 ± 0.21
MM MTA	10.54 ± 0.34	11.28 ± 0.16	10.26 ± 0.25	10.58 ± 0.35	9.31 ± 0.35	8.81 ± 0.39
MTA Plus	11.77 ± 0.34	11.48 ± 0.59	10.10 ± 1.06	8.74 ± 0.54	8.68 ± 0.29	8.24 ± 0.45
MTA Plus + gel	12.00 ± 0.23	12.52 ± 0.27	10.90 ± 1.37	9.99 ± 1.18	8.60 ± 0.70	7.99 ± 0.22
MTA Angelus	11.31 ± 0.22	11.22 ± 0.11	11.15 ± 0.72	11.29 ± 0.65	10.34 ± 0.59	8.94 ± 0.73
ProRoot MTA	10.99 ± 0.40	10.53 ± 0.59	9.25 ± 0.30	8.78 ± 0.20	7.87 ± 0.29	7.20 ± 0.12
Tech Biosealer capping	11.42 ± 0.05	11.79 ± 0.25	10.65 ± 0.84	10.14 ± 0.51	7.95 ± 0.42	7.81 ± 0.49
TheraCal	9.53 ± 0.15	7.89 ± 0.02	8.54 ± 0.29	8.00 ± 0.26	8.43 ± 0.22	8.12 ± 0.07
MTA FILLAPEX	9.5 ± 0.1	9.5 ± 0.2	9.1 ± 0.2	9.2 ± 0.1	7.7 ± 0.1	8.4 ± 0.1
Tech Biosealer apex	11.23 ± 0.18	11.61 ± 0.37	10.09 ± 0.70	9.07 ± 0.76	7.73 ± 0.52	7.48 ± 0.21
Tech Biosealer endo	11.23 ± 0.26	10.04 ± 0.34	8.33 ± 0.68	8.38 ± 0.48	7.91 ± 0.47	7.75 ± 0.32

Figure 6 - pH de différents ciments biocéramiques au cours du temps (source : Prati et Gandolfi, 2015)

Dans le temps, le pH de certains ciments reste alcalin jusqu'à 28 jours après le début de leur prise. Nous verrons par la suite que cette alcalinisation joue un rôle important dans les capacités antibactériennes des ciments SCPH.

À titre de comparaison, Candeiro et al ont mis en évidence une différence significative du pH induit par un ciment SCPH, Endosequence BC sealer, (variations entre 10,31 et 11,21 sur une période de 10 jours) par rapport à un ciment conventionnel à base de résine époxy, AH plus (variations entre 7,17 et 7,81 pour la même période) (12).

#### 2.1.4 Porosité et solubilité

La solubilité correspond au pourcentage de perte de masse d'un matériau lorsqu'il est immergé dans l'eau pendant un temps donné (16). Une solubilité trop importante n'est théoriquement pas compatible avec l'obturation canalair, dont le principal objectif est d'étanchéifier le canal vis-à-vis du milieu extérieur.

Lors de la réaction d'hydratation, la dissolution ionique du ciment SCPH par les molécules d'eau entraîne une perte de masse de celui-ci. Ce relargage d'ions calcium est très important durant les premières heures et perdure à moindre intensité jusqu'à 28 jours après la prise du ciment (17), faisant des ciments SCPH des ciments plus solubles que la plupart des ciments de scellement endodontiques.

Par ailleurs ce mécanisme explique également la porosité du matériau. Comme expliqué plus haut, ces phénomènes de dissolution provoquent l'apparition d'une phase poreuse en surface à la jonction avec la dentine, mais également au sein du matériau. Ainsi plusieurs auteurs ont mis en évidence la présence de ces pores par microscopie et calculé leur pourcentage. Ainsi Gandolfi et al ont relevé des porosités apparentes à 24 heures comprises entre 22,93 % et 49,47% pour différents ciments SCPH (Biodentine, MTA Angelus, Tech Biosealer capping, ...) (17). Mais la réaction de précipitation et l'apposition de cristaux minéralisés qui font suite à cette première réaction chimique participent à une diminution de la porosité dans le temps (18).

#### 2.1.5 Propriétés antibactériennes

De par leur pH élevé, les ciments SCPH créent un environnement alcalin entraînant la mort des bactéries endodontopathogènes. En 2004 Mchugh et al montrent une élimination totale de souches d'Enterococcus Faecalis pour des pH supérieurs ou égaux à 11,5, partielle pour des pH situés entre 10,5 et 11, sans effet en dessous (19).

L'hydroxyde de calcium libéré lors de la réaction d'hydratation vue plus haut est à l'origine d'ions hydroxydes. Ces radicaux libres ont un fort potentiel de réaction sur les éléments structurels des cellules bactériennes localement. Comme le résumait Siqueira et Lopes, ils provoquent la destruction de la membrane plasmique, de l'ADN par mutation ou encore l'inhibition de la réplication, mais perturbent également le métabolisme cellulaire géré par les enzymes, qui sont elles-mêmes très sensibles aux variations de pH (20).

Ces deux phénomènes concomitants (pH élevé et libération d'ions carboxyles) participent donc activement au pouvoir antibactérien des ciments SCPH.

#### 2.1.6 Biocompatibilité et bioactivité

On peut définir la biocompatibilité d'un matériau comme sa capacité de ne pas provoquer de réactions de rejet comme une inflammation, réponse allergique, cytotoxicité, carcinogénèse, tératogénèse lorsqu'il est mis au contact du corps humain.

Les ciments SCPH s'avèrent extrêmement bio compatibles. De nombreuses études ont mis en évidence l'absence de réaction inflammatoire et de cytotoxicité de plusieurs ciments au contact de fibroblastes du ligament parodontal, d'ostéoblastes mais aussi de cellules souches de germes dentaires humain (21).

Au-delà de cette « passivité » intéressante, certains auteurs ont montré une réelle bio-activité des ciments SCPH. Ainsi, ils stimuleraient l'expression de gènes impliqués dans les phénomènes cicatriciels de la pulpe (22) ou encore dans les processus de minéralisation. (23) Leur microarchitecture de surface favoriserait les échanges ioniques et la fixation de l'apatite (24).

## 2.2 Propriétés mécaniques

### 2.2.1 Résistance à la compression

Lorsqu'ils sont utilisés dans la partie coronaire de la dent, comme matériau de coiffage de la pulpe ou d'une perforation par exemple, les ciments SCPH doivent posséder une résistance mécanique compatible avec les forces exercées lors de la mastication. Autrement dit, il faut une résistance à la compression similaire à celle de la dentine, 297 MPa.

Pour le MTA, des valeurs de 40 MPa à 24 heures et 67 MPa à 21 jours ont été décrites (9), ce qui en fait un matériau peu résistant mécaniquement.

Pour la Biodentine, Arora et al évoquent une augmentation croissante de la résistance à la compression : 100 MPa au bout d'une heure de prise, 200 MPa à 24 heures pour atteindre plus de 300 MPa à 1 mois, l'équivalent de la résistance de la dentine naturelle (25).

Néanmoins certains facteurs auraient un impact sur cette propriété. D'après Nekoofar et al, la pression exercée sur le matériau lors de sa manipulation altérerait mécaniquement son état de surface (micro-dureté Vickers) à partir de 8,88 MPa (26). De

plus une exposition au sang délivrerait une résistance à la compression significativement inférieure (27).

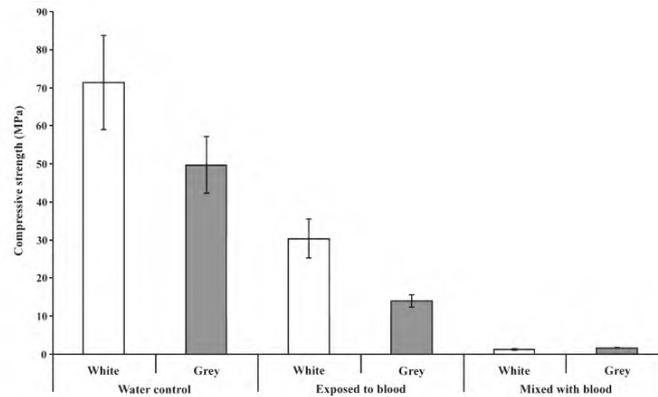


Figure 7 - Evaluation de la résistance à la compression en fonction de l'exposition au sang (source : Nekoofar et al, 2010)

### 2.2.2 Adhérence, résistance à la traction et stabilité dimensionnelle

L'adhérence d'un ciment SCPH est le résultat de plusieurs comportements constatés. Une bonne manière de vérifier la force d'adhésion est de réaliser des tests de résistance à la traction.

On parle d'abord d'adhésion chimique. Comme décrites plus haut, les réactions successives d'hydratation et de précipitation à l'origine de l'apposition et de l'invasion des pores du ciment par des cristaux d'apatite créent un véritable lien chimique entre la paroi dentinaire et le scellant.

D'autre part, les phénomènes de minéralisation au sein du matériau ayant pénétré les tubules dentinaires primaires et secondaires créent des tags à l'origine d'une rétention mécanique, de la même manière que lors d'un protocole de collage.

En 2010, Reyes Carmona et al montrent des valeurs de résistance à la traction significativement plus importantes lorsque que le ciment fait sa prise en présence de phosphate, élément essentiel à la réaction de prise, par rapport à un environnement aqueux simple. En parallèle, leur analyse microscopique révèle l'architecture en tags minéralisés indentés dans les tubulis dentinaires (28).

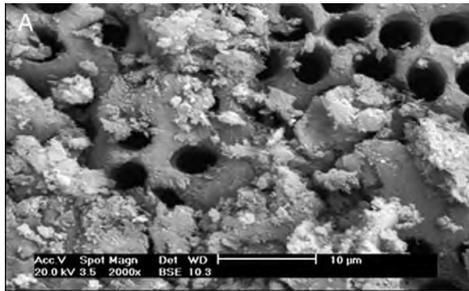


Figure 8 - Occlusion des tubulis dentinaires par dépôts minéraux (source : Reyes-Carmona et al, 2010)

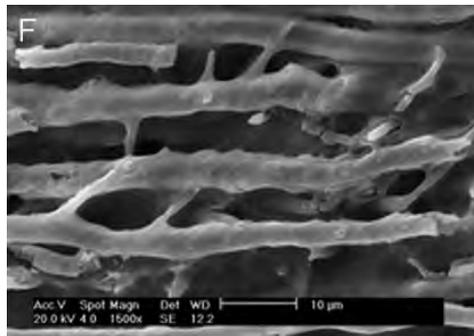


Figure 9 - Microarchitecture du ciment en Tags pénétrant la dentine (source : Reyes-Carmona et al, 2010)

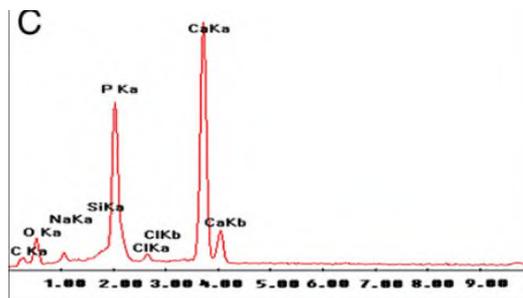


Figure 10 - Eléments constitutifs des dépôts au contact de la dentine (source : Reyes-Carmona et al, 2010)

Enfin, les ciments SCPH bénéficient d'une légère expansion de prise par absorption hydrique au sein du ciment. De cette manière le ciment vient épouser les parois canalaires, facilitant la mise en place de la liaison chimique ciment-paroi canalaire.

Plusieurs auteurs ont ainsi démontré une expansion de prise au sein de ciments de silicates de calcium allant de 0,2% (29)(30) jusqu'à 6% (31).

### 3. Indications des ciments SCPH

#### 3.1 Techniques de préservation pulpaire

##### 3.1.1 Le coiffage indirect

Les protocoles de coiffage pulpaire indirect impliquant les ciments SCPH permettent une préservation des tissus dentaires. Dans le cas des caries profondes, leur activité anti bactérienne entraîne une réduction quantitative significative de la charge bactérienne (32). Cette propriété et leur capacité à induire une régénération osseuse par dépôts progressifs d'apatites autorisent le clinicien à laisser une partie de tissu carié déminéralisé (33).

##### 3.1.2 Le coiffage direct

Le coiffage pulpaire direct répond aux impératifs actuels de la dentisterie conservatrice et minimalement invasive. Cette technique consiste à appliquer un matériau directement au contact d'une pulpe saine pour obtenir la formation d'un pont dentinaire préservant le complexe pulpaire. A l'origine réalisée avec des matériaux tels que l'hydroxyde de calcium, elle s'est démocratisée au fil des années avec le développement des ciments biocéramiques.

En effet de nombreux tests cliniques in vitro et in vivo montrent leur efficacité dans ce type de traitement, en essayant de comprendre les réactions histologiques et chimiques permettant la formation de tissu minéralisé à l'interface ciment – pulpe.

Ainsi, Paranjpe et Al (34) ont mis en évidence une stimulation accrue de facteurs de transcription comme pour le gène Runx2 en présence de MTA, mais également une expression plus importante de protéines impliquées dans les processus de dentinogénèse et de guérison des tissus : ostéocalcine, phosphatase alcaline, DSP, VEGF. Des éléments qui montrent la capacité des ciments SCPH à induire une différenciation des cellules souches pulpaire en cellules odontoblastiques.

Dans un essai clinique randomisé de grande envergure mené sur près de 380 dents avec des périodes de suivi allant jusqu'à deux ans, Hilton et al (35) ont démontré un taux de réussite significativement plus important de la thérapeutique de coiffage pulpaire direct sur le groupe ayant été traité par ciment SCPH par rapport au groupe traité par hydroxyde de calcium (qualité et temps d'élaboration du pont dentinaire).

### 3.1.3 La pulpotomie

En l'absence d'hémostase après une effraction, il convient d'éliminer le tissu inflammatoire résiduel, jusqu'à obtenir une pulpe saine capable de coaguler (36). Ce geste nous mène à amputer partiellement ou totalement la pulpe camérale : c'est la pulpotomie. Cette technique, respectueuse du gradient thérapeutique pulpaire, s'est démocratisée récemment avec l'essor des ciments SCPH, qui lui confèrent des taux de réussite élevés (37).

### 3.1.4 L'apexogénèse sur dent permanente immature (DPI)

Sur les dents permanentes immatures (DPI), ces techniques de coiffage pulpaire sont garantes de la fin de l'édification radiculaire. La richesse de la pulpe en cellules souches et leur aptitude à se différencier notamment en odontoblastes en fait un tissu essentiel dans l'édification de l'organe dentaire. En préservant la pérennité de la vitalité pulpaire, les

ciments SCPH assurent la continuité de ces processus à l'origine de l'apexogenèse de l'organe dentaire en formation.

C'est ce que rapportent deux essais cliniques menés par Farsi et al et Bogen et al concernant des dents permanentes immatures atteintes de caries profondes. La première révèle une édification radiculaire totale sur l'ensemble des 22 dents suivies sur 24 mois (38), la seconde une édification radiculaire de la totalité des 15 dents traitées avec l'absence d'échec du traitement sur neuf ans (39).

Ces thérapeutiques visant à obtenir une apexogenèse ont également fait leurs preuves dans le traitement des fractures des DPI avec exposition pulpaire faisant suite à un traumatisme (40).

## 3.2 Obturation canalaire des dents nécrosées

### 3.2.1 Traitement orthograde des dents permanentes matures

Lors de l'apparition d'une pathologie péri apicale faisant suite à une infection primaire ou secondaire du réseau canalaire, le traitement endodontique de la dent par voie orthograde est le traitement de choix. La dernière étape de celui-ci, l'obturation, doit respecter certains objectifs qui garantiront en partie sa réussite : isoler le péri – apex du milieu buccal et de ses potentielles agressions en remplissant la totalité de l'endodonte, et par la même emmurer les bactéries résiduelles pour éviter leur développement (41).

L'essor des ciments SCPH a vu naître de nouveaux matériaux adaptés au scellement du réseau canalaire. (Voir Annexes : Tableau 1). Les protocoles d'obturation se sont simplifiés avec un intérêt nouveau porté à la technique mono cône, le cône ayant un double objectif de guide permettant de chasser le ciment dans le réseau anatomique complexe qu'est l'endodonte (tubulis dentinaires, canaux accessoires), ainsi qu'un accès à la zone apicale en cas de retraitement. Leurs propriétés biologiques sont également un atout majeur dans la prise en charge de situations complexes : canaux courbes, pronostic biologique défavorable.

Une étude rétrospective évaluant le succès de traitements endodontiques obturés avec un ciment SCPH (EndoSequence BC Sealer), menés sur 307 dents avec des suivis post opératoires de plus de 30 mois en moyenne, fait état d'un taux de succès de 90,9 % (42). Dans une autre étude de Zavattini et al, les taux de succès à un an de traitements endodontiques réalisés avec un ciment à base de résine époxy (AH Plus) et de ciment SCPH (BiorootRCS) sur une cinquantaine de dents pour chaque groupe sont confrontés. Sur la base de critères radiologiques, les auteurs concluent à des taux de succès similaires (80 à 89% pour AH Plus, 84 à 90% pour Bioroot RCS) entre les deux ciments, faisant des ciments SCPH des ciments au moins aussi efficaces que leurs concurrents à base de résine époxy (43).

### 3.2.2 Traitement rétrograde des dents permanentes matures

Dans de nombreux cas la chirurgie péri-apicale est préférable au traitement orthograde : anatomie complexe, présence d'une restauration coronaire étanche et risque de fracture de la dent lié à sa dépose, instruments fracturés dans le réseau canalaire, fausse route trop marquée, dépassements ...

Les ciments SCPH, de manipulation et mise en place aisées, se sont révélés efficaces pour l'obturation à retro, mais aucune étude ne leur donne un taux de succès significativement supérieur par rapport aux autres matériaux. Dans une revue de la littérature publiée en 2018, Abusrewil et al concluent à une efficacité similaire du MTA avec l'IRM et le Super EBA, tandis qu'il semble présenter un meilleur taux de réussite que l'amalgame (44).

Cependant il faut faire attention aux biais car de nombreux facteurs influencent la réussite d'une chirurgie résectrice (45) : âge du patient, position de la dent sur l'arcade, caractérisation de la lésion (taille, étiologie, présence de symptômes pré opératoires, de fistule), et thérapeutique mise en place (longueur d'obturation adéquate, taille de la résection, traitement de première ou seconde intention).

### 3.2.3 Thérapeutiques d'apexification

Dans le cadre d'une dent permanente immature nécrosée, la thérapeutique d'apexification consiste à obturer de manière étanche l'apex ouvert à l'aide d'un matériau adapté afin d'entraîner la fin de l'édification radiculaire par apposition de tissus minéralisés.

Le protocole aujourd'hui admis par la communauté scientifique comprend une première étape de désinfection du canal à l'hydroxyde de calcium, puis un second temps clinique durant lequel une obturation apicale par bouchon de ciment SCPH (souvent du MTA) et complétée par une obturation classique à la gutta percha sont réalisées.

En 2016, Brüsehaber et al publient une revue de la littérature regroupant tous les essais cliniques évaluant la réussite de cette procédure (46). Les résultats révèlent des taux de succès allant de 67% à 100%, ce qui font du MTA et des ciments SCPH des matériaux de choix pour la réalisation de cette technique.

Authors	Year	Reference	No. of teeth	Observation time	Ca(OH) <sub>2</sub>		MTA		Comments
					n	Success	n	Success	
El Meliggy and Avery	2006	28	30	3, 6 and 12 months	15	13 (87%)	15	100%	No. of preoperative lesions not reported
Pradhan et al	2006	29	20		10	Not reported	10	Not reported	Time till resolution of lesion and formation of apical barrier shorter for MTA
Sarris et al	2007	18	17	Mean 12.5 months			Clinical	94.1%	
							Radiogr	76.5%	
Simon et al	2007	19	57 recall rate: 56 (72%)	6 and 12 months			Absolute	67%	
							Relative Healing	72% 81%	Incl improvement of PAI
Mente et al	2009	21	78 recall rate	Median 30.9 months			Healed	84%	Including teeth with apical resorption and apical over-enlargement
							Preop lesion	78%	
							No preop lesion	100%	
Present study			46	Mean 2.6 years			Radiogr	72.7%	
			72	Mean 2.6 years			Clinical	72.7%	

Figure 11 - Taux de succès de différentes études évaluant la réussite de l'apexification (Source : Brüsehaber et al, 2016)

### 3.2.4 La revascularisation

La revascularisation est une technique qui a récemment vu le jour et a pour vocation d'induire la régénération et la formation des tissus apicaux et péri apicaux dans le cadre des dents permanentes immatures nécrosées.

Après une période transitoire de médication dans le canal (antibiotiques, hydroxyde de calcium), un saignement canalaire est recherché par stimulation du péri apex. Une fois l'hémostase obtenue, un bouchon de ciment SCPH est placé dans la partie coronaire du canal. Un suivi clinique et radiographique sont nécessaires.

La réussite de cette technique repose sur une désinfection rigoureuse du système canalaire, un scellement étanche contre les bactéries du milieu extérieur et un apport de cellules souches pro génitrices dans l'endodonte (47).

Grâce à leur bio activité et à leur capacité d'induire le recrutement et la différenciation des cellules souches, les ciments SCPH utilisés dans cette thérapeutique joueraient un rôle important.

La littérature ne fournit cependant pas un niveau de preuve suffisant pour en faire une thérapeutique de choix admise par la communauté scientifique, mais de récentes études et rapports de cas sont très encourageants (48)(49).

Une autre étude comparative conclut à une édification radiculaire significativement plus importante lors de procédures de revascularisation par rapport à des procédures d'apexification (50).

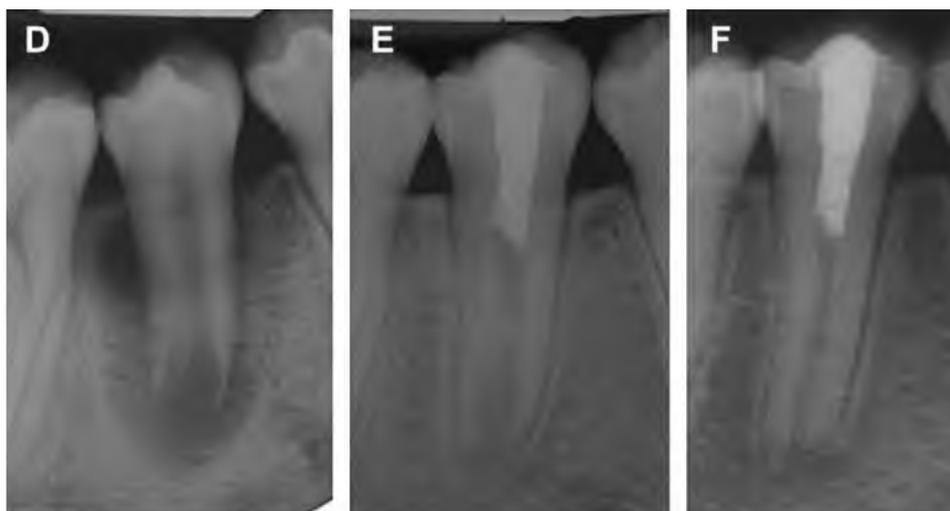


Figure 12 - Suivi radiologique d'une procédure de revascularisation à 7 (E) et 24 mois (F) (source : Geisler, 2012)

### 3.3 L'utilisation des biocéramiques sur dents lactéales

Bien que les dents lactéales fassent l'objet d'une approche moins conservatrice, il peut être intéressant de rallonger leur durée de vie sur l'arcade dentaire dans certaines situations : meilleure efficacité masticatoire (51), moindre nécessité de traitement orthodontique par la suite (52), préjudice esthétique etc.

Ainsi le MTA montre de meilleurs taux de réussite par rapport à d'autres matériaux plus conventionnels tels que l'hydroxyde de calcium ou le formocrésol lors des thérapeutiques de coiffage pulpaire sur dent lactéale (53), tandis que le MTA et la biodentine semblent aussi efficaces l'un que l'autre (54).

### 3.4 Gestion des accidents et perforations

Les causes de perforation sont multiples : anatomie complexe, éviction carieuse nécessaire, geste iatrogène par mauvais contrôle de l'instrumentation. Les perforations peuvent atteindre le plancher de la chambre pulpaire, mais également n'importe quelle zone du réseau canalaire. La réussite de leur prise en charge est multifactorielle :

localisation de la perforation, temps d'exposition de la perforation aux agressions, matériau utilisé (55).

L'objectif thérapeutique de la perforation est d'étanchéifier le réseau canalaire tout en respectant les tissus en cause (ligament parodontal, cément, dentine) et ainsi réduire la réaction inflammatoire qui se produit localement (56).

Dans de telles conditions les propriétés antibactériennes et la bio activité des ciments SCPH font d'eux des matériaux de choix pour le traitement des perforations.

### 3.5 Traitement des résorptions radiculaires internes et externes

Les publications concernant le traitement des résorptions radiculaires avec des ciments SCPH sont peu nombreuses, mais certains rapports de cas sont tout de même encourageants. Plusieurs auteurs ont mis en évidence la formation progressive de tissus durs sur le site de la lésion dans le cadre des résorptions internes (57).

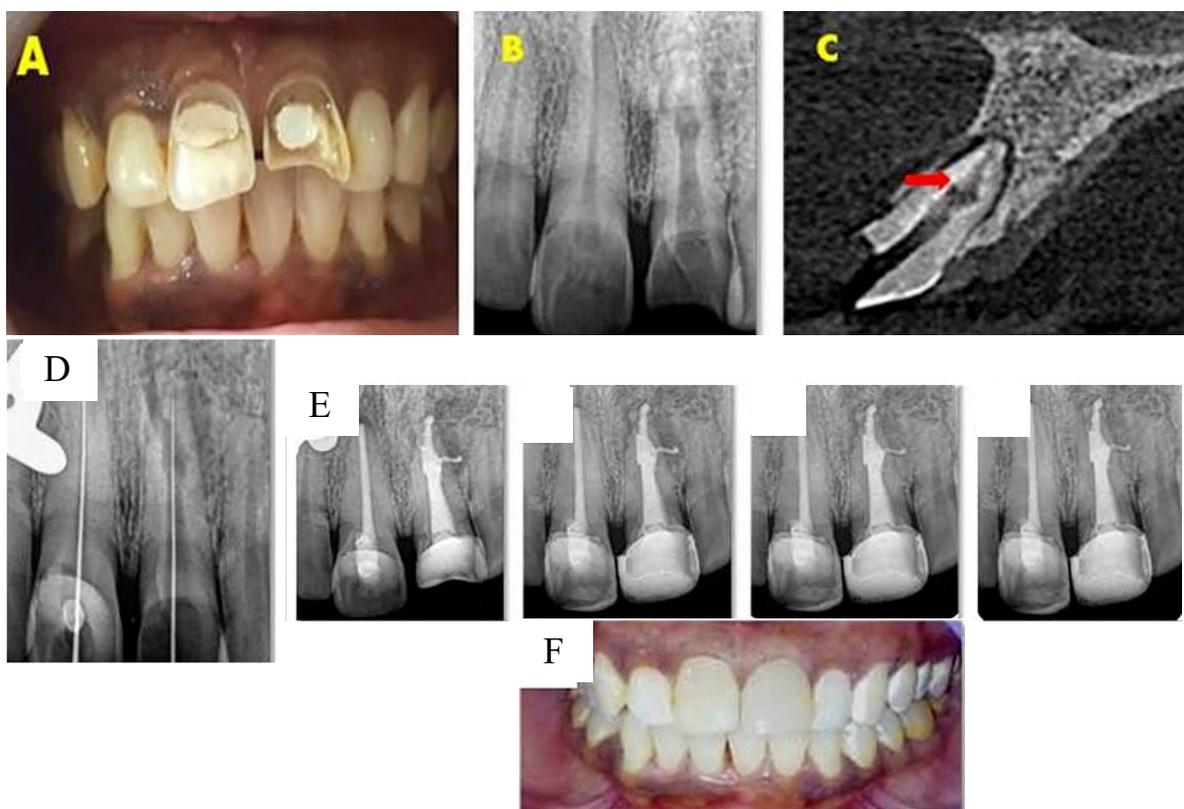


Figure 13 - Gestion d'une résorption radiculaire interne. A/B/C – Situation clinique pré opératoire : clinique et radiographique (2D et 3D). D – Cathétérisme et mise en forme. E – Successivement : situation radiologique post opératoire, à 6, 12 et 18 mois. F – Situation clinique post opératoire (source : Mehra et al, 2018)

Les résorptions radiculaires externes peuvent représenter des situations cliniques assez diverses (Voir annexes : Tableau 2). La situation de la lésion peut rendre difficile voire impossible son curetage. Les propriétés inhérentes aux ciments SCPH (bio compatibilité, bio activité, tolérance à l'humidité, induction osseuse) pourraient permettre de conserver et prolonger la durée de vie de dents présentant ces lésions.

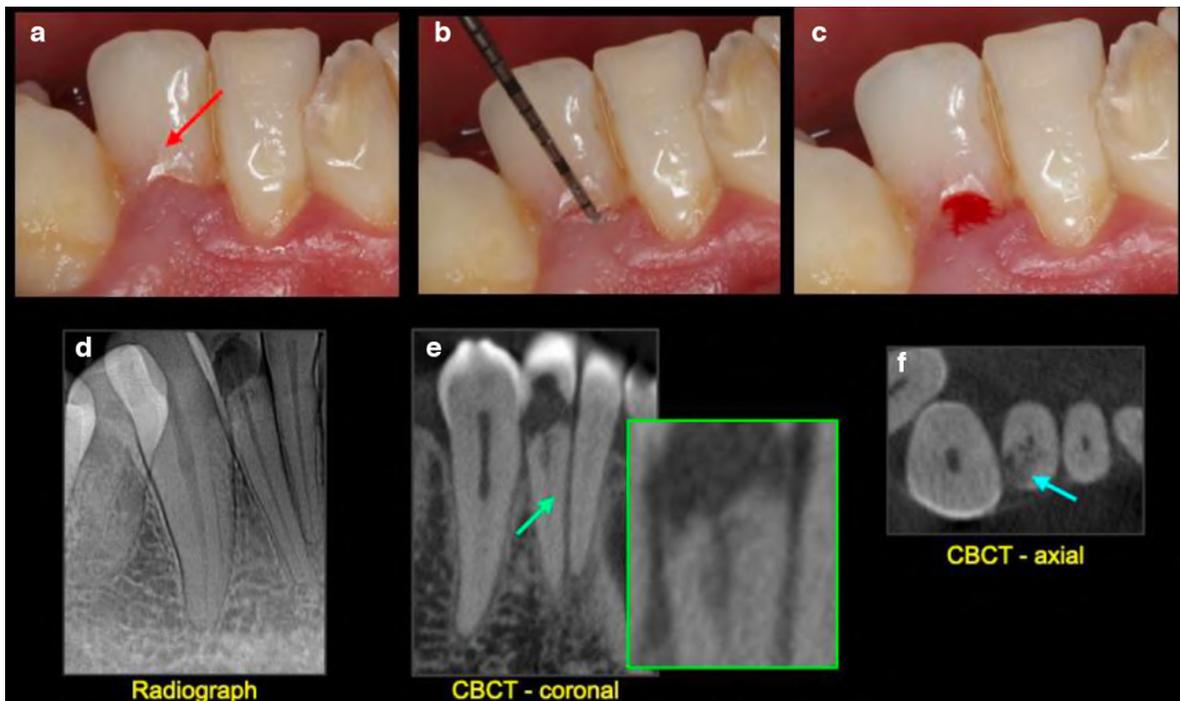


Figure 14 - Examens clinique et radiographique révélant la présence d'une résorption radiculaire externe cervicale. Le traitement de la lésion semble inévitablement nécessiter un aménagement des tissus mous en regard (Source : Patel et al, 2022)

### 3.6 Traitement des hypersensibilités dentinaires

Récemment, l'utilisation des ciments SCPH a été proposée pour le traitement des hypersensibilités dentinaires. De récentes études ont montré une réduction prolongée de la perméabilité dentinaire au contact de ciments à base de silicate de calcium (58), confortée par l'analyse microscopique de dépôts minéralisés obstruant les tubules dentinaires (59). Néanmoins ces études in vitro doivent être complétées et leur efficacité clinique démontrée à l'aide d'essais cliniques avec des échantillons suffisants et des critères de jugement rigoureux.

## Partie 2 : Perspectives de recherche : proposition d'un protocole expérimental

### 1. Introduction

Comme nous l'avons décrit précédemment, l'un des principaux objectifs de l'obturation est d'obtenir une étanchéité la plus importante possible du péri apex vis-à-vis de la partie coronaire de la dent et donc des agressions de la cavité buccale.

La qualité du protocole mis en place et la rigueur de l'opérateur jouant un rôle fondamental dans la qualité de l'obturation, certaines caractéristiques intrinsèques au ciment y participent également. Ainsi on comprend aisément qu'une solubilité trop importante du matériau d'obturation peut entraîner des vides s'organisant en réseaux au sein du matériau, et provoquer de potentielles infiltrations et fuites apicales d'agents pathogènes.

Dans le but de guider la conception et l'utilisation de ciments d'obturation, l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO) a proposé la norme ISO 6876 qui s'intéresse aux « matériaux de scellement des canaux radiculaires » (11). La norme préconise ainsi que la solubilité du matériau de scellement ne doit pas excéder 3% de sa masse (résultat obtenu par rapport au protocole décrit), valeur également reprise par l'ANSI (American National Standards Institute), et l'ADA (American Dental Association), deux autres organismes de normalisation de poids aux Etats-Unis. La faible solubilité d'un ciment assure une étanchéité.

Depuis l'apparition des ciments biocéramiques et leur utilisation comme ciments d'obturation canalaire en endodontie, de nombreux auteurs ont tenté de caractériser leurs propriétés afin d'améliorer la compréhension de leur fonctionnement. Au sein de cette gamme de nouveaux matériaux, les ciments de silicates de calcium à prise hydraulique ont montré des valeurs de solubilité significativement supérieure à la norme précédemment définie de 3%.

Ainsi Poggio et al mettent en évidence une solubilité de 11,05% pour le BioRoot RCS et 13,12% pour le Totalfill BC Sealer (60).

Le même constat est fait concernant le AH Plus BC Sealer : tandis que Chavez de Souza et al calculent une solubilité proche de 11% (61), Donnermeyer et al arrivent à un résultat avoisinant les 33%, soit près d'un tiers de la masse initiale de ciment (62).

Par ailleurs, l'étude approfondie des propriétés des ciments à base de silicate de calcium réalisée dans la partie 1 a révélé deux phénomènes intéressants que sont l'apparition croissante de dépôts minéralisés au sein du matériau et son expansion de prise. Ces deux propriétés pourraient-elles compenser la solubilité importante observée pour ces ciments biocéramiques ?

De plus, ces ciments sont destinés à agir dans le milieu buccal, notamment caractérisé par une température constante autour de 37°C et une humidité variable. En effet le contact avec les fluides biologiques pourra varier en fonction de la situation clinique plus ou moins inflammatoire. La concentration en eau, élément essentiel dans la réaction de prise de ces ciments a-t-elle une influence sur les propriétés précédemment citées ?

Pour répondre à ces problématiques, notre objectif principal sera l'étude de l'influence de l'hygrométrie sur la prise des SCPH. Nos critères de jugement seront l'évolution de la masse des ciments et l'évaluation de leur expansion de prise. Un objectif secondaire de cette étude sera d'observer la prise des ciments testés. Nous la jugerons sur les modifications de l'état de surface observées.

Nous avons donc testé trois ciments SCPH conservés dans des milieux simulant trois hygrométries croissantes : le Bioroot RCS (Steptodont, France) et le AH Bioceramic Sealer (Dentsply Sirona, USA) qui sont des ciments d'obturation canalaire, comparés au TotalFill BC RRM (FKG, Suisse) de consistance putty, indiqué dans le coiffage des perforations radiculaires et effractions de la pulpe.

On peut ainsi formuler les hypothèses nulles suivantes et leurs hypothèses alternatives respectives :

H0a : L'hygrométrie n'exerce aucune influence significative sur les différences de variations de masse observées au cours du temps entre les trois milieux de conservation, pour chaque ciment.

H1a : L'hygrométrie exerce une influence sur les différences de variations de masse observées au cours du temps entre les trois milieux de conservation, pour chaque ciment.

H0b : L'hygrométrie n'influence pas la potentielle expansion de prise du ciment.

H1b : L'hygrométrie influence la potentielle expansion de prise du ciment.

## 2. Matériel

### 2.1 Design et impression des moules en 3 dimensions

Pour les besoins de l'expérience, le format des échantillons doit répondre à plusieurs contraintes :

- Tous identiques
- Taille compatible avec une observation à des grossissements croissants, tout en ne nécessitant pas d'importantes quantités de ciments biocéramiques.
- Faits avec un matériau suffisamment résistant, inerte et stable dans le temps

Trouver de telles pièces dans le commerce s'est avéré difficile. Afin de répondre à un tel cahier des charges, le choix s'est porté vers la création de moules personnalisés imprimés en trois dimensions.

#### 2.1.1 Création des moules

La conception des moules a été réalisée à l'aide d'un logiciel simple de création de volumes, TinkerCAD. A partir d'un modèle d'anneau proposé par le logiciel, nous

déterminons les dimensions que nous voulons lui donner : rayon total, épaisseur de l'anneau, hauteur, ...

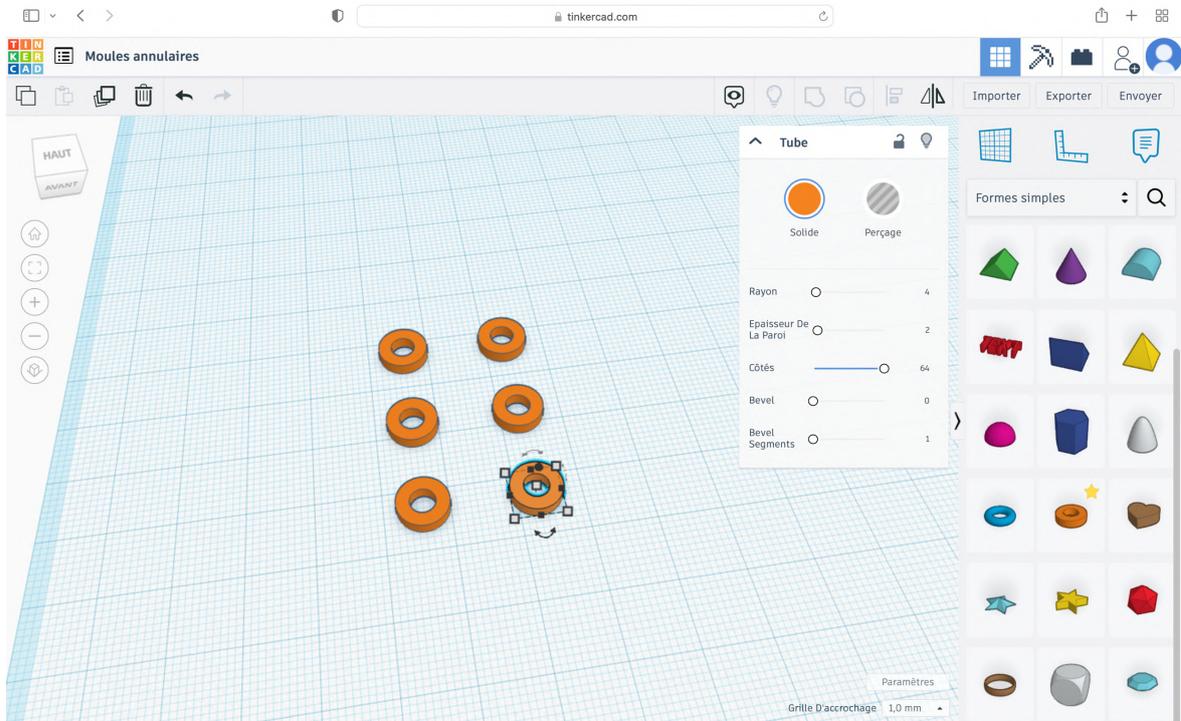


Figure 15 : Interface du logiciel avec les moules créés et leurs dimensions (source : AUTODESK TINKERCAD)

Nous définissons un rayon total de 4 mm et une épaisseur de paroi de 2 mm. Cependant la valeur qui nous intéresse le plus est le diamètre de la lumière de chaque anneau, et cette donnée n'est pas directement déterminable. Avec de telles mesures nous obtenons donc un diamètre intérieur de :

$$4 * 2 = 8 \text{ mm de diamètre total}$$

$$8 - 2 * 2 \text{ (2 fois l'épaisseur de paroi)} = \underline{\underline{4 \text{ mm}}}$$

La hauteur des anneaux est réglée à 2 mm.

On peut ainsi calculer le volume de remplissage des anneaux, avec :

$$V = h\pi r^2 = 0,2 * \pi * 0,4^2 = 0,1 \text{ cm}^3$$

Le fichier est ensuite enregistré au format stl.

### 2.1.2 Fabrication des moules

La fabrication des moules peut maintenant être lancée. À l'aide du logiciel CHITUBOX, des socles numériques sont créés à partir du fichier stl. Des paramètres idéaux pour l'impression sont sélectionnés.

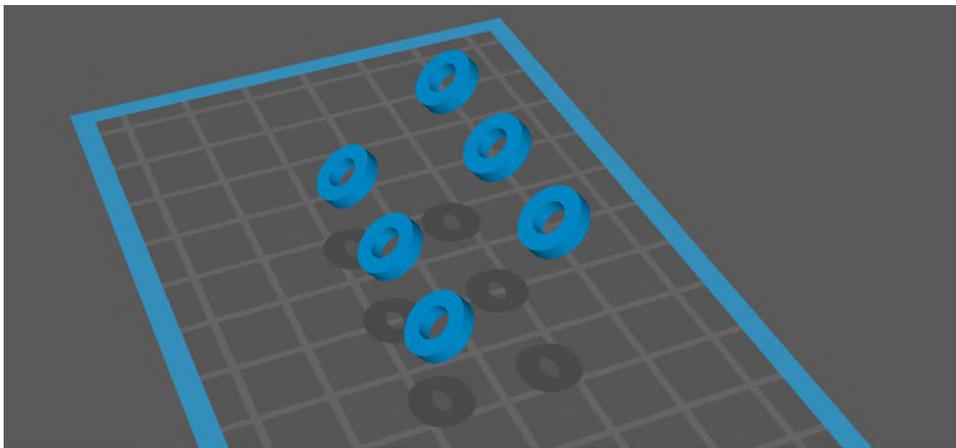


Figure 16 : Positionnement numérique des moules dans un plan angulé afin de faciliter leur pré traitement (source : *iconographie personnelle, Chitubox*)

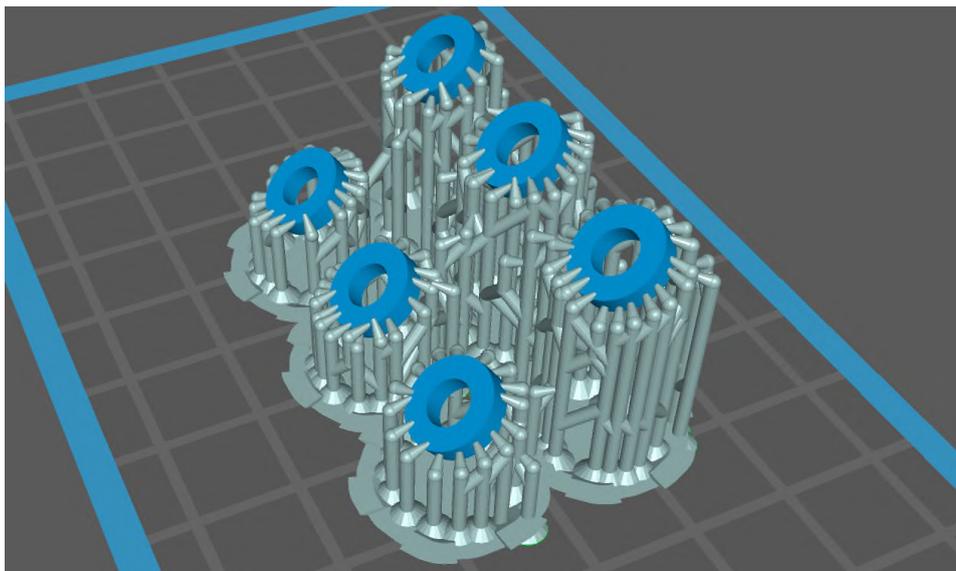


Figure 17 : Création des supports d'impression (source : *iconographie personnelle, Chitubox*)

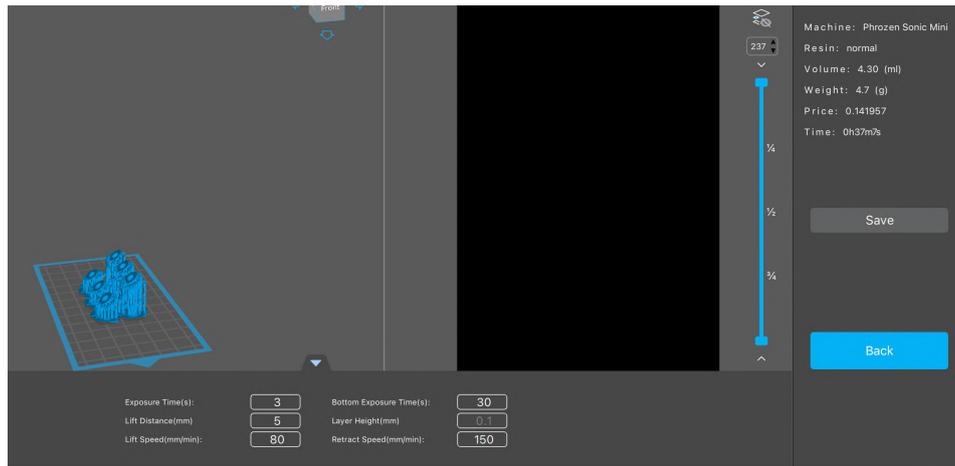


Figure 18 : Sélection des paramètres d'impression (source : iconographie personnelle, Chitubox)

Les modifications ainsi réalisées sont à nouveau enregistrées sous la forme d'un fichier au format phz. Les moules sont imprimés à l'aide de l'imprimante 3D Sonic mini 4K (Phrozen, Maisons-Laffitte). En effet une impression par stéréolithographie (SLA).

Après l'impression, les socles sont éliminés à l'aide d'une fraise résine sur pièce à main et une marque est réalisée sur chaque moule avec un feutre indélébile. Cela permettra par la suite de repositionner chaque moule dans la même position sous le microscope.

## 2.2 Autre matériel

- Blocs de verre à spatuler stériles (70x70 mm)
- Presselles, spatules à ciment, spatules à bouche stériles
- Boîtes de Pétri (90 mm x 15 mm)
- Eau distillée
- Thermomètre / Hygromètre
- Ciments SCPH testés + bloc à spatuler pour le BioRoot RCS



Figure 19 : présentation des ciments testés : Bioroot RCS, AH Plus BC Sealer, TotalFill BC RRM (sources : Steptodont, Dentsply Sirona, FKG)

- Stéréo microscope Leica WILD M3B (Wetzlar, Allemagne) Grossissements possibles : x6,4, x16, x40



Figure 20 : Stéréo microscope Leica WILD M3B (source : iconographie personnelle, Leica)

- Incubateur (Sainovo)
- Appareil photo Canon EOS 600D (Tokyo, Japon)

## 3. Réalisation du protocole

### 3.1 Création des groupes

- Groupe 1 : ciment SCPH BioRoot RCS (Steptodont, France), à mélanger
- Groupe 2 : ciment SCPH AH Plus Bioceramic Sealer (Dentsply, USA), pré mixée
- Groupe 3 : ciment SCPH Totalfill BC RRM (FGK, Suisse), pré mixée

Chaque groupe est composé de 3 sous-groupes correspondant aux 3 milieux de conservation choisis.

Sous-groupe 1 : conservation dans l'atmosphère ambiante. Cela implique donc une conservation soumise à des variations de température et d'hygrométrie. Ces deux données seront relevées.

Sous-groupe 2 : conservation dans un incubateur réglé à 37°C et permettant une hygrométrie de 80 à 90%. Ce milieu se rapproche des conditions d'humidité relative retrouvées en bouche.

Sous-groupe 3 : conservation dans une eau distillée maintenue à 37°C par un incubateur. Les échantillons sont donc immergés complètement et sont soumis à une humidité totale.

Les groupes 1 et 2 contiennent 30 échantillons chacun (10 échantillons pour chaque milieu de conservation). Le groupe 3 contient 15 échantillons (5 échantillons pour chaque milieu de conservation). Le tableau 3 (voir annexes) récapitule le contenu de chaque groupe et sous-groupe.

## 3.2 Protocole expérimental

### 3.2.1 Préparation de la manipulation

- Allumer l'incubateur
- Régler la température de l'incubateur à 37°C
- Remplir d'eau distillée l'étage du bas
- Placer trois boîtes de Pétri remplies d'eau sur l'étage du haut. Elles correspondent au milieu de prise et conservation des sous-groupes 3.
- Placer dans l'incubateur un thermomètre / hygromètre.

Cette étape est validée lorsque le thermomètre/hygromètre affiche les valeurs désirées de manière stable dans le temps.

- Création d'un support en silicone lourd qui permettra de positionner chaque moule de la même manière sur la tranche.
- Un calque indiquant la bonne position du support en silicone est fixé à l'aide de scotch sur la base du microscope. Le support pourra ainsi être replacé de la même manière indéfiniment. Cela est indispensable pour obtenir des photos reproductibles.



Figure 21 : dispositif pour l'observation de profil des moules au microscope (source : *iconographie personnelle*)

- Tester et valider l'observation d'un moule à vide.
- Numérotation de chaque moule

### 3.2.2 Préparation des échantillons et valeurs de référence

- Pesée des moules à vide, individuellement
- Positionnement des moules de chaque sous-groupe sur une plaque de verre.
- Préparation des différents ciments biocéramiques conformément aux instructions des fabricants. La préparation par un même opérateur réduira les biais de manipulation. Le AH Plus Bioceramic sealer et le Totalfill BC RRM étant prés mixés, seule la notice du Bioroot RCS est utile pour le mélange.

#### **Mode d'emploi**

##### **INSTRUCTIONS POUR LE MÉLANGE**

1. Aérer la poudre en retournant le flacon de poudre à deux reprises, et ouvrir ledit flacon.
2. A l'aide de la cuillère fournie, prendre une cuillerée de poudre et la verser dans le bloc de mélange.
3. Détacher une monodose de solution de mélange. L'ouvrir en tournant le bouchon. Verser 5 gouttes de la monodose sur le bloc de mélange, sans relâcher la pression.
4. Ajouter progressivement la poudre au liquide jusqu'à l'obtention de la consistance souhaitée. Le mélange doit être préparé immédiatement avant utilisation.
5. Rincer et nettoyer immédiatement les instruments utilisés afin d'éliminer tout résidu de matériau.

Figure 22 : Instructions pour le mélange du Bioroot RCS (*source : Steptodont, France*)

La procédure suivante est réalisée pour chaque ciment et pour chaque milieu de conservation (sous-groupe). On considère que les observations réalisées à ce moment constituent T0.

<ul style="list-style-type: none"> <li>• Remplir le moule légèrement au-delà du volume maximal autorisé par celui-ci.</li> <li>• Élimination des excès de ciment par recouvrement avec une spatule à ciment stérilisée. A l'aide de coton, éliminer les excès sur les bords du moule.</li> <li>• Pesée de l'échantillon</li> <li>• Photos calibrées et reproductibles de face et de profil de l'échantillon à l'aide du microscope.</li> </ul>		
<b>Sous-groupe 1 :</b>  Positionnement des échantillons au contact de l'air ambiant.	<b>Sous-groupe 2 :</b>  Positionnement des échantillons dans l'incubateur sur plaque de verre.	<b>Sous-groupe 3 :</b>  Immersion des échantillons dans leur boîte de pétri respective dans l'incubateur.
<ul style="list-style-type: none"> <li>• L'heure est relevée. La température et hygrométrie ambiante sont relevées.</li> </ul>		

Figure 23 : protocole pour le remplissage et l'analyse à T0 des échantillons (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word)

### 3.2.3 Recueil des données dans le temps

La procédure suivante est réalisée pour chaque ciment et aux temps suivants :

- T1 = T0 + 24 heures
- T2 = T0 + 7 jours
- T3 = T0 + 14 jours

<b>Sous-groupe 1 :</b>  La température et hygrométrie ambiantes sont relevées	<b>Sous-groupe 2 :</b>  Pas de procédure particulière	<b>Sous-groupe3 :</b>  <ul style="list-style-type: none"> <li>• L'échantillon est déposé sur une feuille de papier absorbant</li> <li>• L'échantillon est séché par séchage doux avec projecteur d'air pendant 5 secondes</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pesée de l'échantillon.</li> <li>• Photos calibrées et reproductibles de face et de profil de l'échantillon. Des photos aux trois grossissements suivants sont réalisées : x6,4, x16, x40.</li> <li>• L'échantillon est repositionné dans son milieu de conservation respectif (air libre, incubateur, immergé dans l'incubateur).</li> </ul>		

Figure 24 : Protocole du recueil des données pour chaque ciment et pour chaque milieu de conservation (sous-groupe) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word)

## 4. Résultats

### 4.1 Masse

Dans un premier temps nous vérifions que chaque échantillon n'a pas subi de dommages qui empêcheraient d'étudier sa masse. Les critères d'inclusion sont les suivants : le moule doit rester entier, et le ciment doit rester dans le moule lorsqu'on déplace celui-ci. L'application de ces critères nous a amené à exclure deux échantillons pour les calculs de masse.

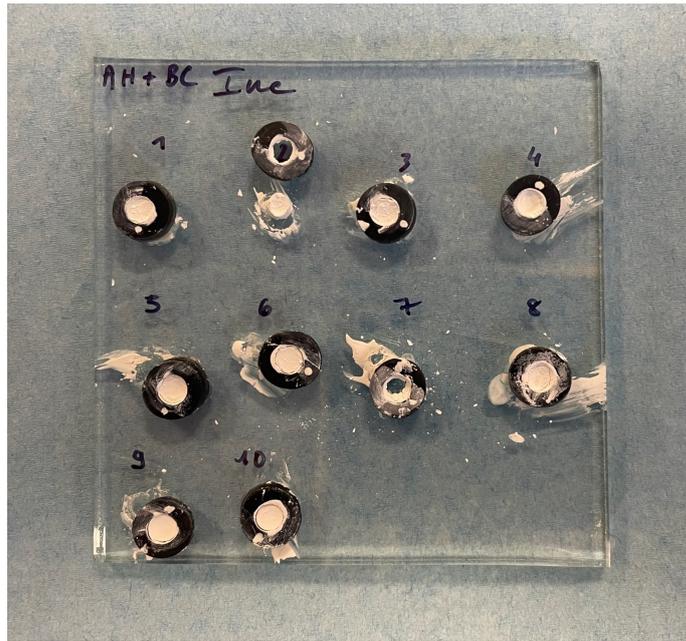


Figure 25 : Échantillons d'AH Plus BC Sealer conservés à 90% d'humidité. Les échantillons 2 et 7 ont perdu leur ciment, ils ne sont donc pas exploitables. (Source : iconographie personnelle)

Les relevés des masses de chaque échantillon et leur variation dans le temps sont calculés dans des tableaux Excel. Une moyenne des masses relevées est réalisée dans chaque sous-groupe et à chaque temps d'observation. Les diagrammes ci-dessous permettent ainsi de visualiser l'évolution de la masse des échantillons au cours du temps, pour chaque milieu de conservation et pour chaque ciment testé.

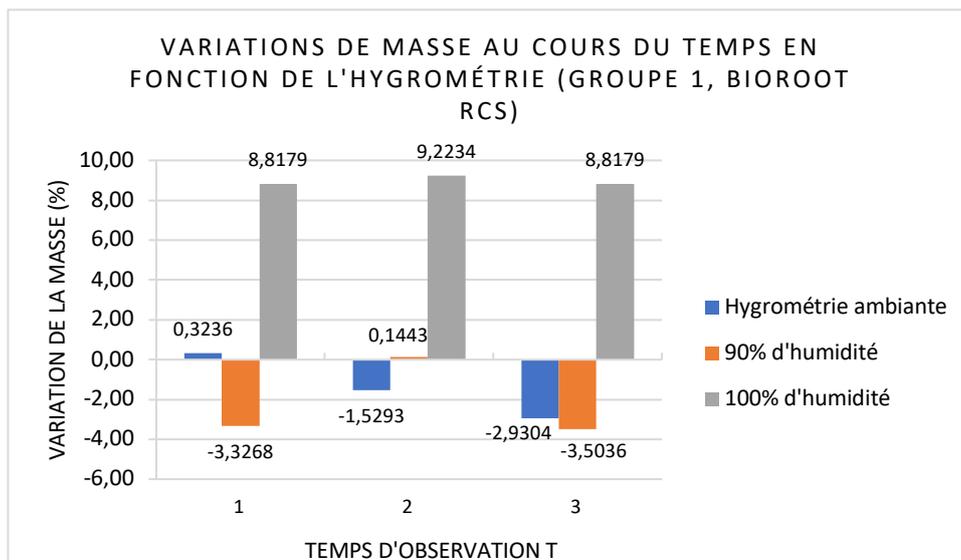


Figure 26 : diagramme des variations de masse (par rapport à T0) des échantillons de Bioroot RCS en fonction de l'hygrométrie, 24 heures, 7 jours et 14 jours après le mélange. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel)

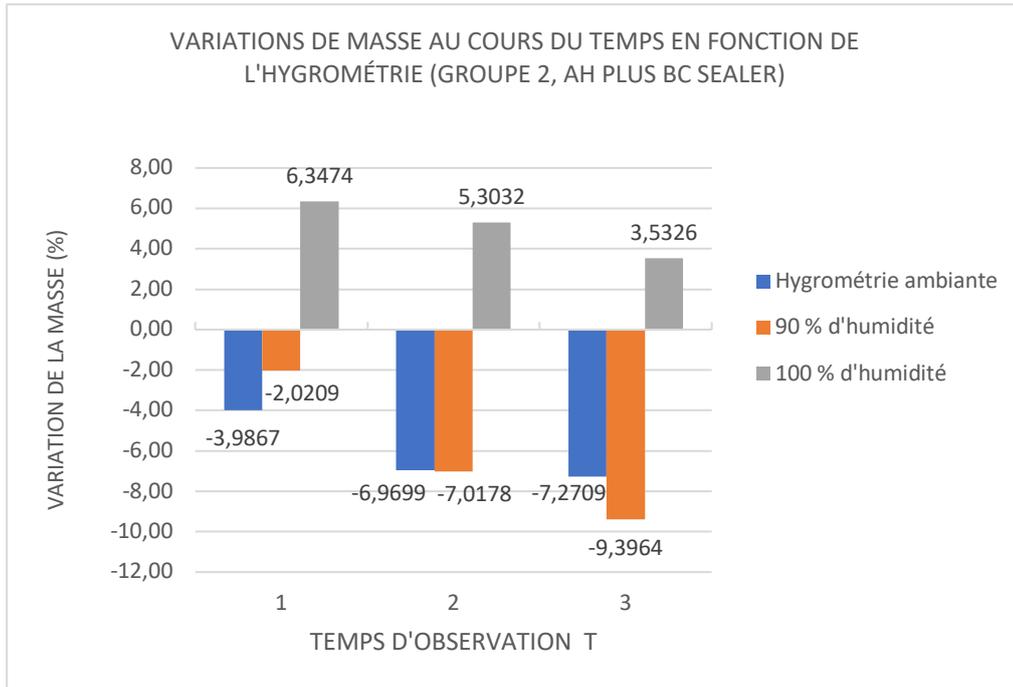


Figure 27 : diagramme des variations de masse (par rapport à T0) des échantillons d'AH Plus BC Sealer en fonction de l'hygrométrie, 24 heures, 7 jours et 14 jours après le mélange. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel)

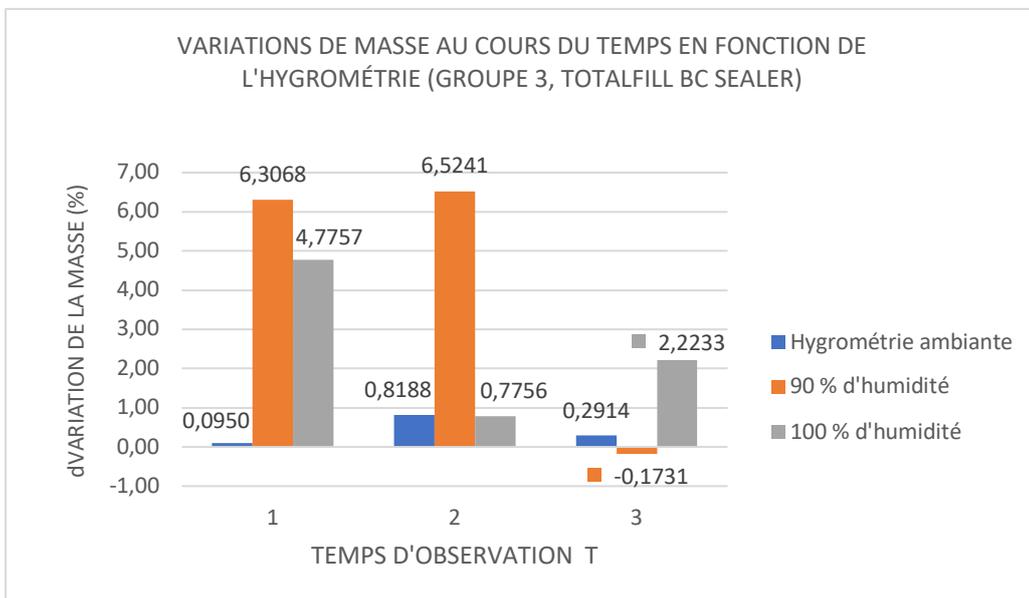


Figure 28 : diagramme des variations de masse (par rapport à T0) des échantillons de TotalFill BC RRM en fonction de l'hygrométrie, 24 heures, 7 jours et 14 jours après le mélange. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel)

## 4.2 Expansion de prise

### 4.2.1 Recueil des données

Comme expliqué précédemment chaque moule a été photographié sur un socle positionné sous le microscope de manière à obtenir une reproductibilité maximale des images. Malgré la mise en place de ce dispositif, la précision exigée par le grossissement du microscope et les limites de mise au point de l'appareil photo ne permettent pas d'inclure tous les échantillons. Une observation à posteriori de chaque image est réalisée. Seuls les moules dont les photos sont visuellement comparables entre elles aux quatre temps d'observation (T0, T1, T2 et T3) sont retenues. Pour le groupe 1 (Bioroot RCS), 4, 6 et 6 moules sont conservés (respectivement sous-groupes 1, 2 et 3). Pour le groupe 2 (AH Plus BC Sealer), 2, 5 et 7 moules sont conservés. Pour le groupe 3 (TotalFill BC RRM), 2, 4 et 4 moules sont conservés.

### 4.2.2 Observation préalable

Une première observation visuelle des échantillons de profil permet de voir de manière assez claire une expansion du ciment pour tous les échantillons immergés à 37°C (sous-groupes 3) entre T0 et T1. Par la suite, le volume de ciment semble rester stable.

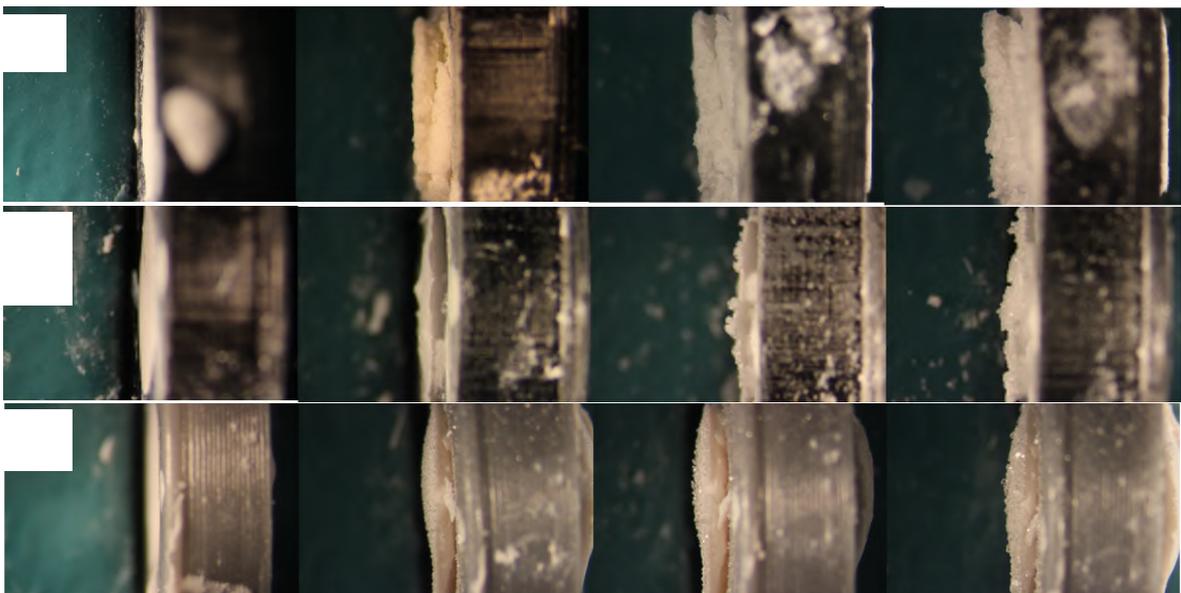


Figure 29 : Évolution du volume de ciment à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés immergés à 37°C (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word)

Concernant les échantillons conservés à 90% d'humidité et 37°C, il ne semble y avoir aucun changement de volume pour le Bioroot RCS (Figure 32 A). Les échantillons remplis d'AH Plus BC Sealer semblent perdre du volume entre T0 et T1, puis présenter une certaine stabilité dimensionnelle dans le temps (Figure 32 B). Au contraire les échantillons de TotalFill BC RRM paraissent gagner en volume entre T0 et T1, puis rester stables jusqu'à 14 jours (Figure 32 C).

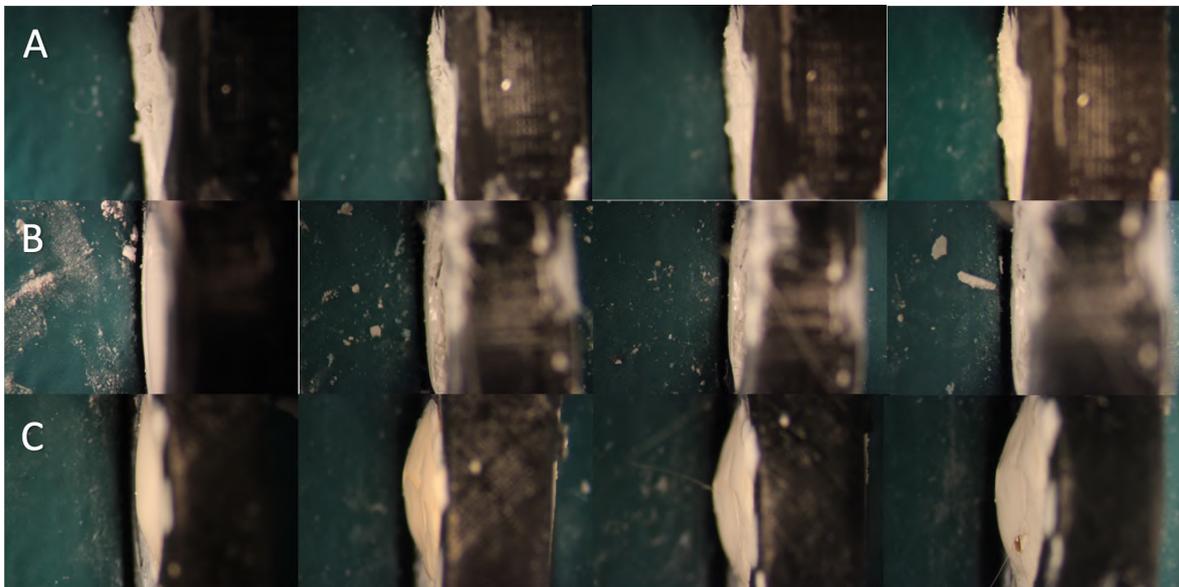


Figure 30 : Évolution du volume de ciment à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés à 90% d'humidité et 37°C (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word)

Pour les échantillons conservés au contact de l'air ambiant (sous-groupes 1), aucune modification de volume dans le temps n'est objectivable.

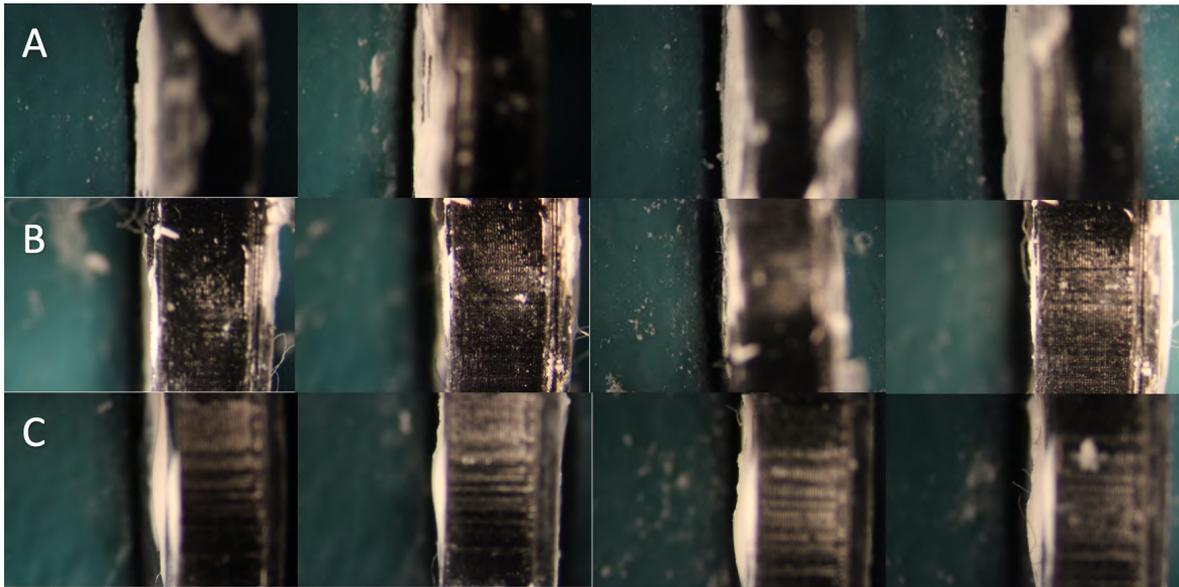


Figure 31 : Évolution du volume de ciment à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés à humidité et température ambiantes (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word)

#### 4.2.3 Traitement informatique des données

Afin de démontrer mathématiquement une potentielle expansion de prise, chaque photographie est traitée à l'aide du logiciel de traitement d'image ImageJ. L'objectif de cette analyse est de calculer puis comparer les aires correspondant à la présence de ciment sur chaque image. Les étapes de ce traitement de données sont détaillées ci-dessous :

Par défaut le logiciel est programmé pour compter les pixels de l'image. Afin de pouvoir calculer l'aire d'une surface dans le système métrique, nous déterminons une distance de référence sur chaque image, à partir de la hauteur connue du moule, 2 mm. La distance est prise au milieu du moule.

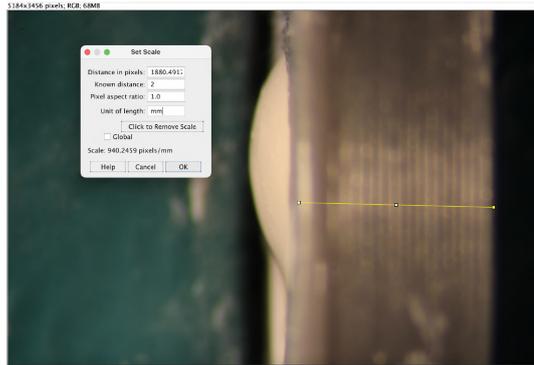


Figure 32 : Calibrage de l'image dans le système métrique (Source : iconographie personnelle, ImageJ)

A l'aide de l'outil de sélection par pointeur, la surface de ciment visible sur l'image est entourée.

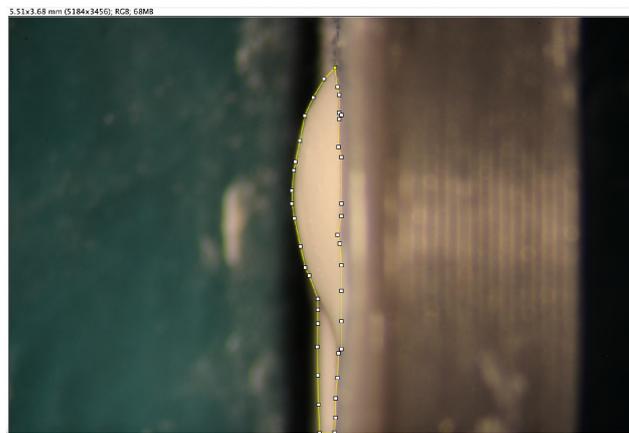


Figure 33 : détermination de la surface de ciment visible (Source : iconographie personnelle, ImageJ)

Le logiciel calcule alors l'aire de la surface sélectionnée, en mm<sup>2</sup>.

Results					
	Area	Mean	Min	Max	Perim.
1	1.234	164.561	65	212	7.516
2	0.857	175.596	60	221	7.834
3	1.417	175.377	65	209	7.452
4	0.859	177.195	44	215	6.726

Figure 34 : tableau des surfaces de ciment de chaque échantillon dans un même sous-groupe (Source : iconographie personnelle, ImageJ)

Cette méthode permet ainsi de calculer les surfaces de ciment pour les échantillons inclus dans l'analyse dans chaque sous-groupe et aux différents temps d'observation :

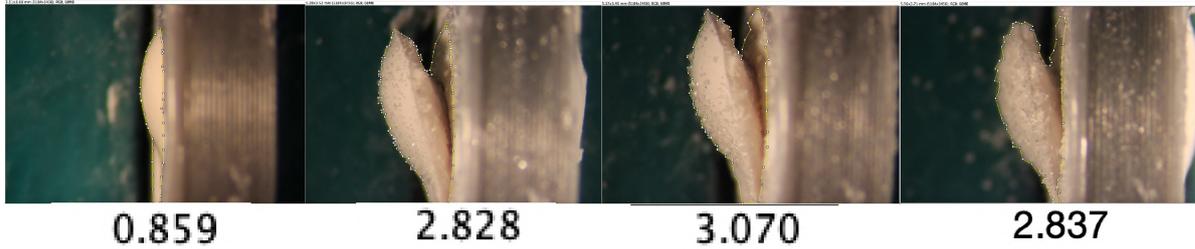


Figure 35 : Calcul des aires (en mm<sup>2</sup>) pour un même échantillon à T0, 1, 2 et 3. Ici échantillon rempli de TotalFill BC RRM et conservé immergé à 37°C (Source : Iconographie personnelle, ImageJ)

Les graphiques suivants récapitulent les moyennes des aires de chaque sous-groupe pour chaque ciment, de T0 à T3.

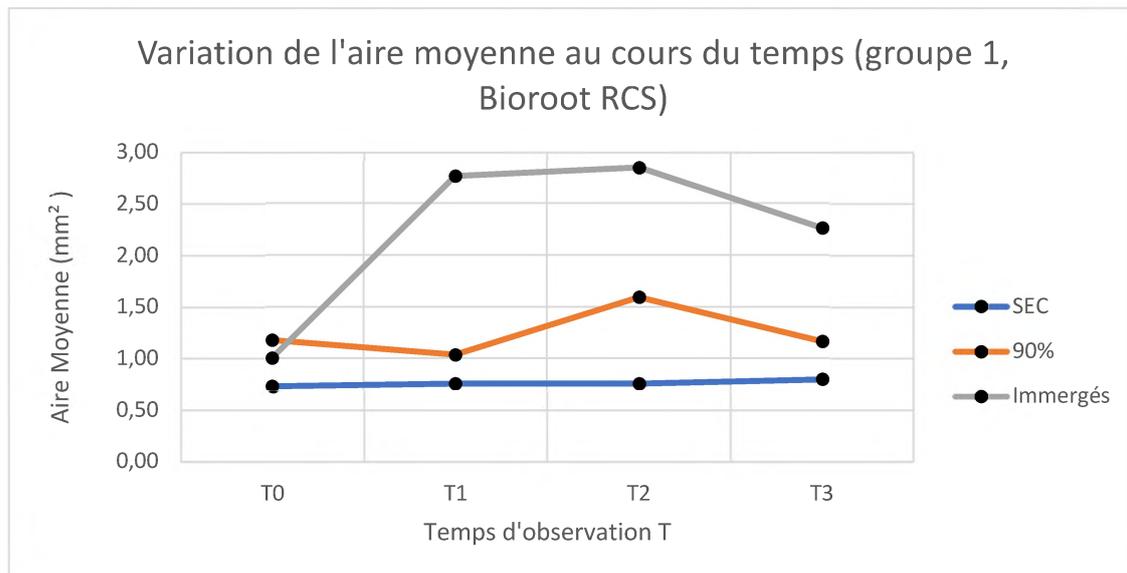


Figure 36 : courbes suivant la variation moyenne de l'aire dans le temps pour les échantillons du groupe 1 (Bioroot RCS) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel)

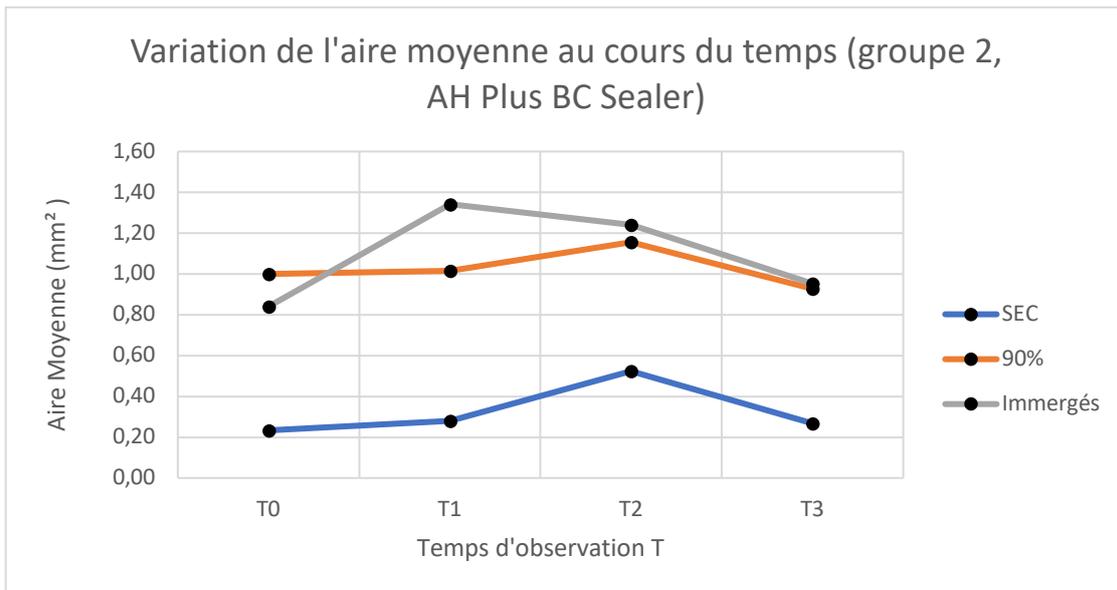


Figure 37 : courbes suivant la variation moyenne de l'aire dans le temps pour les échantillons du groupe 2 (AH Plus BC Sealer) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel)

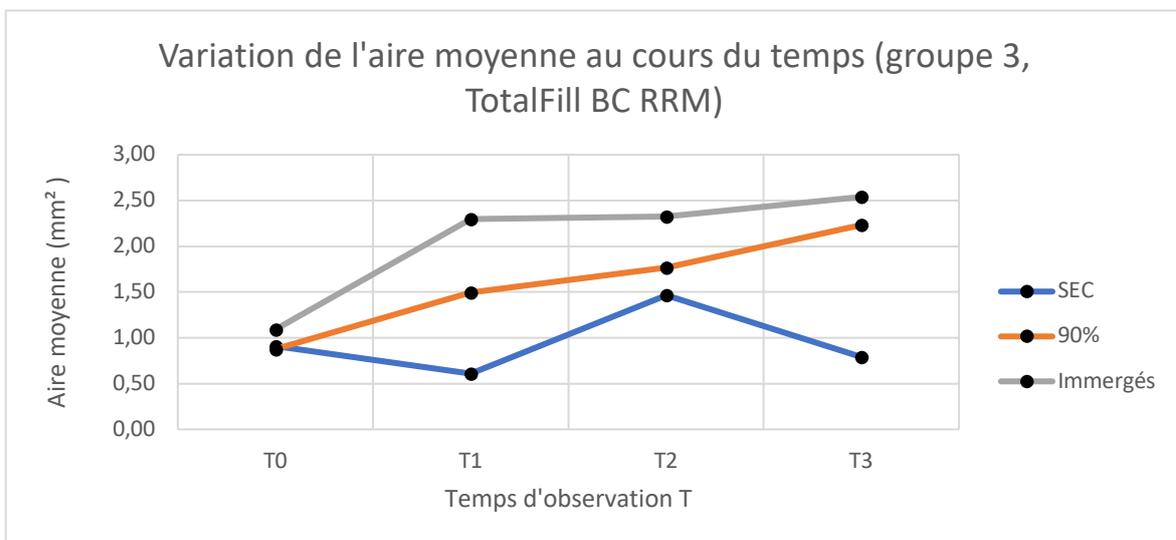


Figure 38 : courbes suivant la variation moyenne de l'aire dans le temps pour les échantillons du groupe 3 (TotalFill BC RRM) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel)

### 4.3 Analyse de l'état de surface

A présent, les photos de face de chaque échantillon sont comparées entre les quatre temps d'observation. Nous précisons que tous les échantillons dans chaque sous-groupe ont présenté le même comportement.

Concernant les échantillons conservés à hygrométrie et température ambiante :  
Pour le Bioroot RCS et le TotalFill BC RRM, nous n'observons aucune différence aux quatre temps d'observation. AH Plus BC Sealer semble perdre en volume avec une « rétraction » du ciment à T1, laissant apparaître un gap entre le ciment et les parois du moule. Dans le même temps des rugosités apparaissent à la surface du matériau. Une observation à plus fort grossissement ne donne pas plus d'informations et ne permet pas d'assimiler ces changements d'état de surface à la production de produits de la réaction de prise. Après T1 l'état de surface n'évolue plus.



Figure 39 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés à humidité et température ambiantes (grossissement x6,4) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word)

Concernant les échantillons conservés à 90% d'humidité et 37°C :

Le Bioroot RCS ne présente aucune modification de son état de surface au cours du temps. AH Plus BC Sealer semble perdre en volume avec un effondrement du ciment à T1, laissant apparaître un gap entre le ciment et les parois du moule. Dans le même temps des rugosités apparaissent à la surface du matériau. Une observation à plus fort grossissement ne donne pas plus d'informations et ne permet pas d'assimiler ces changements d'état de surface à la production de produits de la réaction de prise. Le TotalFill BC RRM laisse apparaître une augmentation de son volume à T1, observation en accord avec l'analyse visuelle et statistique des photos de profil. A partir de T1 des fissures apparaissent à la surface du ciment, puis l'état de surface n'évolue plus.

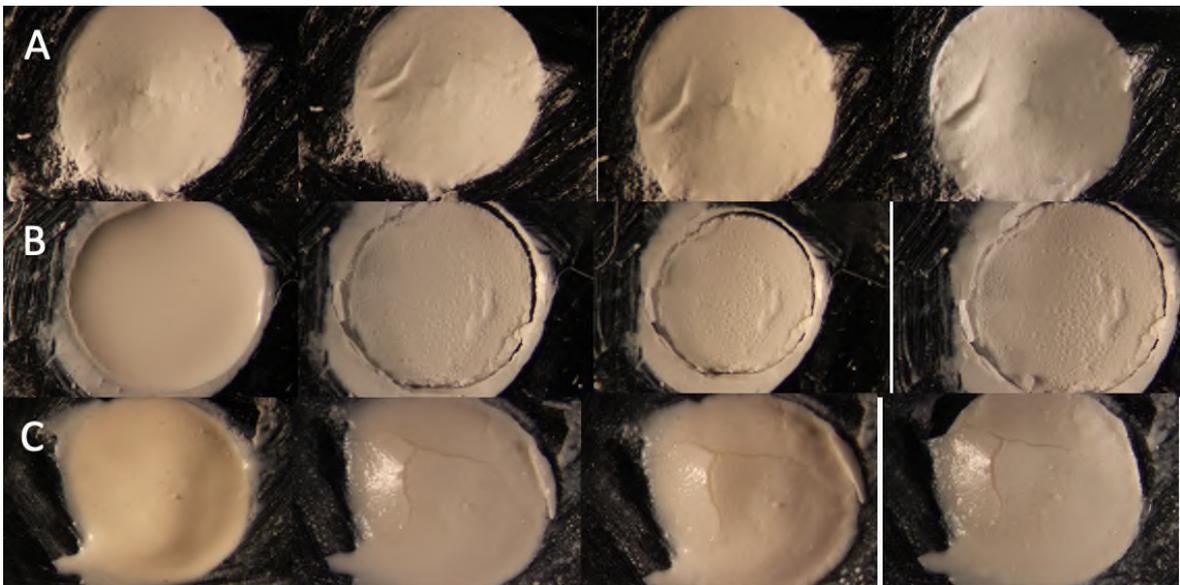


Figure 40 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés à 90% d'humidité et 37°C (grossissement x6,4) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word)

Concernant les échantillons immergés à 37°C :

Pour le Bioroot RCS, l'expansion du ciment entre T0 et T1 est nettement visible. Celle-ci ne semble pas évoluer par la suite. Entre T0 et T1, nous distinguons un changement important de l'état de surface, mais également entre T1 et T2, puis entre T2 et T3. Une observation à des grossissements plus importants (x16 et x40) permet de mettre en évidence la présence de formations géométriques fusiformes et ramifiées entre elles, en grand nombre à la surface de l'échantillon. Ces précipités font largement penser à des dépôts cristallins.

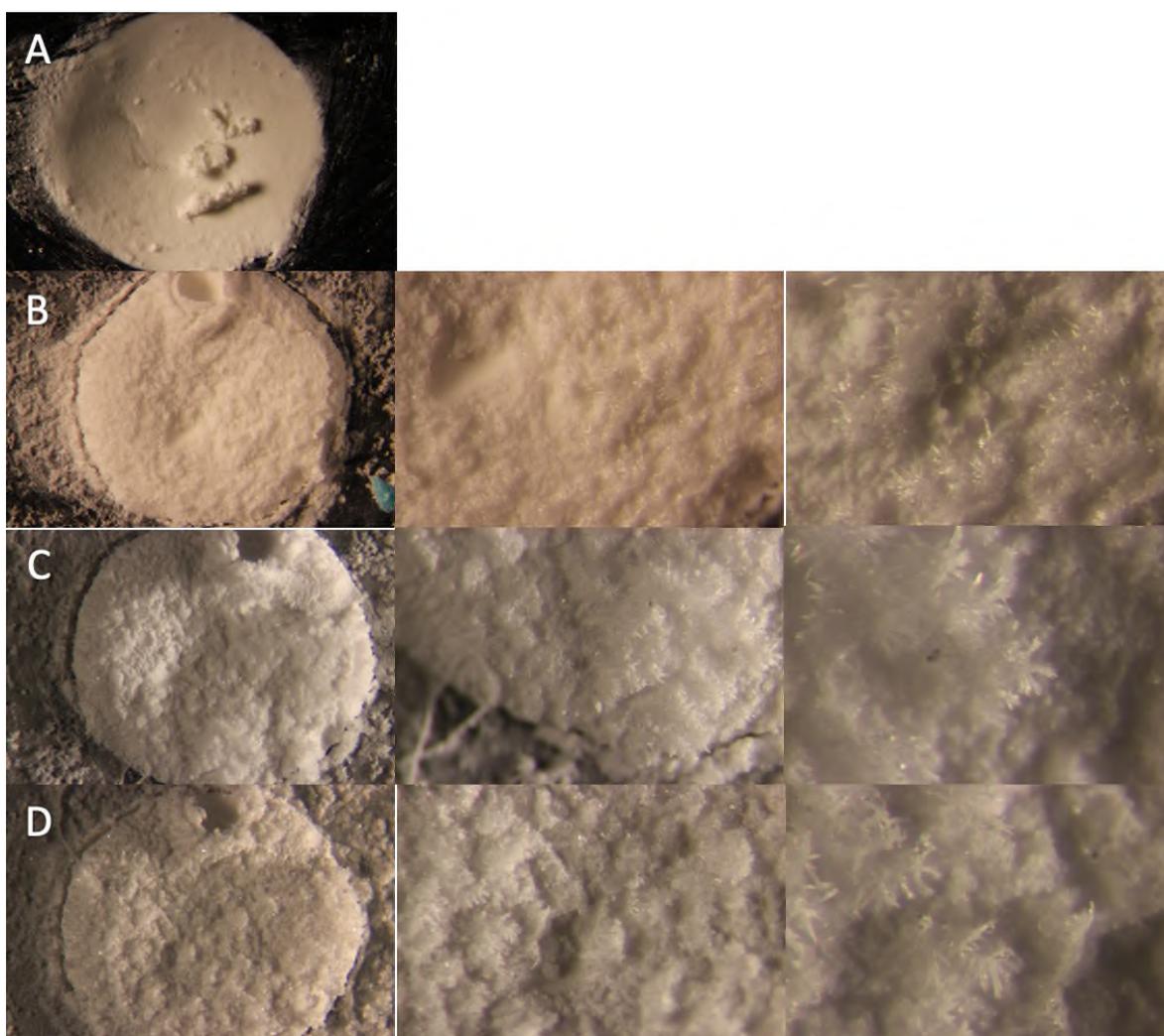


Figure 41 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de haut en bas, A, B, C et D respectivement) d'un échantillon de Bioroot RCS immergé à 37°C (grossissement x6,4, x16 et x40 de gauche à droite) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word).

Pour AH Plus BC Sealer, l'expansion du ciment entre T0 et T1 est nettement visible. Celle-ci ne semble pas évoluer par la suite. Entre T0 et T1 nous distinguons un changement important de l'état de surface, accompagné de l'apparition de formations géométriques cubiques à la surface de l'échantillon. Leur nombre et leur taille semblent ensuite augmenter entre T1 et T2, puis entre T2 et T3. Ces précipités font largement penser à des dépôts cristallins.

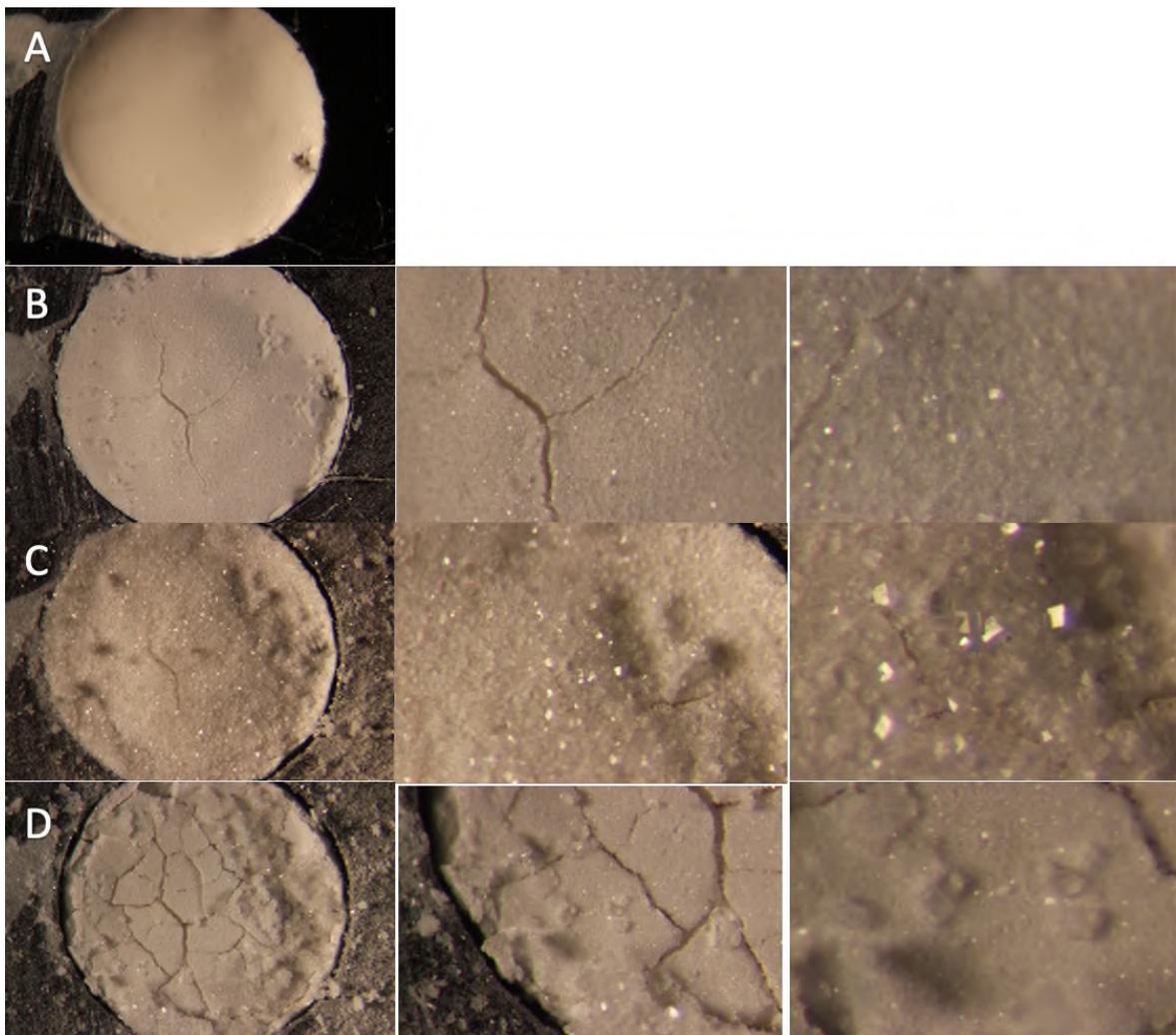


Figure 42 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de haut en bas, A, B, C et D respectivement) d'un échantillon d'AH Plus BC Sealer immergé à 37°C (grossissement x6,4, x16 et x40 de gauche à droite) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word)

Pour le TotalFill BC RRM, l'expansion du ciment entre T0 et T1 est nettement visible. Celle-ci ne semble pas évoluer par la suite. Entre T0 et T1 nous distinguons un changement important de l'état de surface, accompagné de l'apparition de formations géométriques de forme variable à la surface de l'échantillon. Leur nombre et leur taille semblent ensuite augmenter entre T1 et T2, puis entre T2 et T3. Ces précipités font largement penser à des dépôts cristallins.



Figure 43 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de haut en bas, A, B, C et D respectivement) d'un échantillon de TotalFill BC Sealer immergé à 37°C (grossissement x6,4, x16 et x40 de gauche à droite) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word)

Afin de donner une valeur scientifique à ces observations trois tests statistiques sont successivement réalisés pour chaque critère de jugement.

## 5. Analyse statistique

### 5.1 Masse

#### 5.1.1 Analyse des variations de masse au cours du temps : test t de Student

Dans un premier temps il peut être intéressant de déterminer si les variations de masse observées dans chaque sous-groupe sont réellement significatives. Pour ce faire nous réalisons un test de Student apparié. Le test de Student est utilisable lorsque les individus de la variable étudiée suivent une répartition normale (courbe de Gauss). Le test de Shapiro-Wilk qui permet de vérifier la normalité d'une variable est applicable pour des petits échantillons allant jusqu'à 50 valeurs et est donc le plus adapté ici. Tous les calculs ont été réalisés à partir des formules du logiciel Excel. Pour l'ensemble des données étudiées ci-après la normalité est confirmée et autorise donc l'utilisation du test de Student.

Le test de Student apparié est réalisé à partir de la formule suivante :

$$t = \frac{m}{s/\sqrt{n}}$$

Avec  $m$  et  $s$  la moyenne et l'écart-type de la série de valeurs  $d$  représentée par la différence entre chaque paire de valeurs ; et  $n$  la taille de la série  $d$ .

Le  $t$  calculé est ensuite comparé à la table de Student (voir annexes tableau 4), qui donne les valeurs critiques permettant de rejeter ou non  $H_0$ , en prenant en compte le risque  $\alpha$  choisi et le degré de liberté ( $d.d.l = n-1$ ). Ainsi on retiendra que si la valeur absolue de  $t$  est supérieure à la valeur critique, alors la différence est significative.

On choisit un risque  $\alpha = 5\%$ . Cela correspond au risque de conclure à l'existence d'une différence significative qui n'existe pas en réalité.

Tous les calculs ont été réalisés à l'aide des formules du logiciel Microsoft Excel.

	<b>T1-T0</b>	<b>T2-T1</b>	<b>T3-T2</b>	<b>T critique</b>
<b>Sec</b>	0,3994	11,0081	1,8516	2,263
<b>90%</b>	9,4666	15,8994	22,1614	2,263
<b>Immergés</b>	20,8018	1,5862	2.8146	2,263

Figure 44 : Tableau des t calculés pour chaque milieu de conservation et entre chaque temps d'observation successifs, Bioroot RCS. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel)

	<b>T1-T0</b>	<b>T2-T1</b>	<b>T3-T2</b>	<b>T critique</b>
<b>Sec</b>	7,367	9,1118	4,8467	2,263
<b>90%</b>	3,3969	12,9078	38,8229	2,365
<b>Immergés</b>	14,2106	3,3689	8,2977	2,263

Figure 45 : : Tableau des t calculés pour chaque milieu de conservation et entre chaque temps d'observation successifs, AH Plus BC Sealer. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel).

	<b>T1-T0</b>	<b>T2-T1</b>	<b>T3-T2</b>	<b>T critique</b>
<b>Sec</b>	0,5269	4,6346	12,362	2,776
<b>90%</b>	17,6623	0,7717	24,997	2,776
<b>Immergés</b>	6,4902	11,5334	5,2459	2,776

Figure 46 : Tableau des t calculés pour chaque milieu de conservation et entre chaque temps d'observation successifs, TotalFill BC RRM. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel)

Une première observation des diagrammes en bâtons montre que le Bioroot RCS et le AH Plus BC sealer semblent avoir des comportements globalement similaires dans les trois milieux de conservation contrairement au TotalFill BC RRM.

Au sec le Bioroot perd significativement de la masse uniquement entre 24 heures et 7 jours après le mélange, tandis que AH Plus perd continuellement de la masse jusqu'à 14 jours après le mélange où celle-ci atteint -7,27% de la masse initiale.

Conservé à 90% d'humidité le Bioroot passe par trois phases successives et significatives de perte, regain et de nouvelle perte de masse entre les temps d'observation. Dans le même milieu la masse des échantillons d'AH Plus ne cesse de diminuer de manière significative au cours du temps, et atteint -9,4% de leur masse initiale à 14 jours.

Immergés dans l'eau, la masse des échantillons de Bioroot et AH Plus augmente significativement et de manière importante 24 heures après mélange (+8,82% et +6,35% respectivement). Tandis qu'elle semble stable à T2 pour le bioroot (légère augmentation non significative), elle diminue lentement pour le AH plus, et ce jusqu'à T3, où elle conserve tout de même une augmentation de 3,53% par rapport à T0. A T3, la masse de Bioroot a légèrement diminué (t calculé légèrement supérieur à la valeur critique).

A propos du TotalFill, les variations de masse sont significatives pour les échantillons conservés au sec entre T1 et T2 puis entre T2 et T3, mais restent faibles (+ 0,82% au maximum). C'est parmi les échantillons conservés à 90% d'humidité que les variations observées sont les plus importantes : +6,3% de la masse initiale 24 heures après le mélange, stable entre 24 heures et 7 jours (+6,52%, différence non significative), puis l'on observe une chute brutale entre 7 et 14 jours, la masse retrouvant des valeurs proches de T0 avec -0,17%. Immergés l'augmentation de masse observée entre T0 et T1 est significative (+4,78%). Elle diminue significativement entre T1 et T2 (+0,78% par rapport à T0) et ré augmente entre T2 et T3.

#### 5.1.2 Comparaison des variations de masse en fonction de l'hygrométrie : ANOVA et test de Tukey

Dans un premier temps l'analyse de la variance ANOVA va nous permettre de savoir si l'hygrométrie exerce une influence sur les changements de masse observés pour chaque ciment. Le test ANOVA compare les moyennes de différents groupes d'échantillons, et permet de dire s'il existe ou non un lien entre une variable quantitative et une ou plusieurs variable(s) qualitatives.

Dans notre cas on recherche donc un potentiel lien entre les différences de masse observées au cours du temps pour chaque sous-groupe (variable quantitative) et les niveaux d'humidité étudiés (variable qualitative). On parle alors d'analyse ANOVA bivariée. La formule mathématique associée à ANOVA est la suivante :

$$F = \frac{\frac{SCE_{interclasse}}{DDL_{interclasse}}}{\frac{SCE_{intraclasse}}{DDL_{intraclasse}}}$$

Avec

SCE<sub>interclasse</sub> la somme des carrés des écarts entre les classes

DDL<sub>interclasse</sub> le degré de liberté entre les classes, égal au nombre de classes k-1

SCE<sub>intraclasse</sub> la somme des carrés des écarts à l'intérieur de de la classe

DDL<sub>intraclasse</sub> le degré de liberté entre les classes, égal au nombre d'éléments - k

F est ensuite comparée à la valeur critique de la table de Fisher pour les degrés de libertés correspondants (voir annexes tableau 5), pour un risque  $\alpha = 0,05$ . Si  $F >$  à la valeur critique de la table, on peut alors conclure à l'existence d'un impact significatif de la variable qualitative sur la variable quantitative.

Tous les calculs ont été réalisés à l'aide des formules du logiciel Microsoft Excel.

Analyse de variance: un facteur						
RAPPORT DÉTAILLÉ						
Groupes	Nombre d'échantillons	Somme	Moyenne	Variance		
SEC	10	0,0042	0,00042	1,1057E-05		
90% D'HUMIDITE	10	-0,0535	-0,00535	3,1939E-06		
IMMERGES	10	0,1641	0,01641	6,2232E-06		
ANALYSE DE VARIANCE						
Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Probabilité	Valeur critique pour F
Entre Groupes	0,002541569	2	0,001270784	186,200559	1,60098E-16	3,354130829
A l'intérieur des groupes	0,00018427	27	6,82481E-06			
Total	0,002725839	29				

Figure 47 : rapport détaillé du calcul d'ANOVA, ici réalisée pour les échantillons du groupe 1 (Bioroot RCS) entre T1 et T0 (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel).

L'étude de F permet de conclure à l'existence d'une influence significative de l'hygrométrie sur les différences de variations de masse entre les sous-groupes, pour les trois ciments testés et entre chaque temps d'observation successifs.

Si ANOVA est un prérequis permettant de conclure à l'existence d'un tel lien de causalité, elle ne détermine pas précisément entre quels groupes ce lien opère. Ce premier test d'analyse des variances est complété par un test de Tukey qui compare les moyennes entre tous les groupes de la population étudiée.

Il s'agit de comparer la différence des moyennes (en valeur absolue) entre chaque groupe à une valeur calculée Q. Voici la formule de Q :

$$Q = Qc * \sqrt{\frac{m}{n}}$$

Où

Qc est une valeur critique de référence choisie dans la table q (voir annexes tableau 5) en fonction du nombre de groupes k et du d.d.l n-k pour  $\alpha = 0,05$ .

m est la moyenne des variances des groupes.

n est le nombre d'échantillons dans un groupe.

Si la différence des moyennes entre deux groupes est supérieure à Q, alors on peut conclure à une influence significative de la variable qualitative sur la variable quantitative entre ces deux groupes.

Comparaison	Différence entre les moyennes	Q	significativité
Sec VS 90%	0,0577	0,002896392	Oui
Sec VS IMMERGES	0,1599	0,002896392	Oui
90% VS IMMERGES	0,2176	0,002896392	Oui

Figure 48 : Comparaison entre la différence entre les moyennes de chaque groupe et Q, ici réalisée pour les échantillons du groupe 1 (Bioroot RCS) entre T1 et T0 (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel).

L'étude de la comparaison des moyennes entre les sous-groupes de chaque groupe et entre chaque temps d'observation successifs via le test de Tukey permet de conclure que :

Pour le Bioroot RCS, l'hygrométrie joue un rôle déterminant sur les variations de masse entre les trois niveaux d'humidité et sur la période étudiée, hormis entre les échantillons conservés au sec et immergés entre T2 et T3.

Pour AH Plus BC Sealer, l'hygrométrie joue un rôle déterminant sur les variations de masse entre les trois niveaux d'humidité et sur la période étudiée, hormis entre les échantillons conservés au sec et à 90% d'humidité entre T0 et T1.

Pour le TotalFill BC RRM, l'hygrométrie ne joue pas un rôle significatif sur les variations de masse : Entre T0 et T1, entre les échantillons conservés à 90% d'humidité et les échantillons immergés. Entre T1 et T2, entre les échantillons conservés au sec et les échantillons conservés à 90% d'humidité. Pour l'ensemble des autres paires, l'hygrométrie joue un rôle déterminant.

Ces observations nous conduisent à rejeter  $H_0a$  et à admettre  $H_{1a}$ , sauf pour les cas cités ci-dessus.

## 5.2 Expansion de prise

De manière semblable à l'analyse des masses, un test de Student apparié, une ANOVA et un test post hoc de Tukey sont consécutivement réalisés pour l'analyse statistique des aires.

Le test de Student révèle une augmentation significative de l'aire pour les échantillons immergés à 37°C des 3 ciments entre T0 et T1, ce qui confirme l'observation initiale décrite au 5.2.2. Ce test statistique permet également de conclure à une augmentation significative des aires entre T0 et T1 pour les échantillons de TotalFill BC RRM conservés à 90% d'humidité et 37°C, en accord avec la première analyse visuelle, ainsi qu'entre T2 et T3 pour les échantillons d'AH Plus BC Sealer conservés à 90% d'humidité et 37°C, non visible lors de la première observation.

L'analyse de la variance ANOVA montre que l'hygrométrie joue un rôle significatif sur les changements d'aires observés pour le Bioroot RCS et le TotalFill BC RRM entre T0 et T1. D'après le test de Tukey, si l'hygrométrie influence significativement les changements d'aires entre échantillons conservés au sec et à 90% d'humidité par rapport aux échantillons immergés pour le Bioroot RCS, elle ne semble avoir un effet qu'entre les échantillons conservés au sec et les échantillons immergés pour le TotalFill BC RRM.

D'après ANOVA les variations d'aires observées pour AH Plus BC Sealer sont imputables à la variable hygrométrie uniquement entre T0 et T1. Le test post hoc permet de conclure à une réelle influence de l'hygrométrie uniquement entre les échantillons conservés au sec et les échantillons immergés entre ces deux temps d'observation.

Ces résultats nous permettent de rejeter H0b et d'admettre H1b pour les sous-groupes 3 (échantillons immergés) de tous les ciments, ainsi que pour le sous-groupe 2 (90% d'humidité et 37°C) du groupe 3 (TotalFill BC RRM).

## 6. Discussion

### 6.1 Interprétation des résultats

En accord avec la littérature et les normes citées plus haut, les variations de masse peuvent être associées à la notion de solubilité. Une perte de masse correspond à la perte d'une fraction du matériau, et donc à la solubilité de celui-ci. Quant à l'analyse de l'expansion des différents ciments faite grâce au microscope et à l'outil d'analyse Image J, les résultats les plus importants concernent les échantillons immergés (sous-groupes 3) de chaque ciment testé.

Mettre en relation ces variables permet d'expliquer le comportement de ces matériaux lorsqu'ils sont au contact d'un liquide.

Entre T0 et T1, l'augmentation significative de la masse des échantillons de Bioroot s'accompagne d'une expansion significative de leur volume et de l'apparition des précipités

de la réaction. Par la suite ces valeurs se stabilisent, puis la masse baisse entre T2 et T3, laissant supposer une capacité de ce ciment à rester soluble près de deux semaines après sa prise, bien que celle-ci soit faible.

Entre T0 et T1, l'augmentation significative de la masse des échantillons d'AH Plus BC Sealer s'accompagne d'une expansion significative de leur volume de ciment, et de l'apparition des précipités de la réaction. Cependant la masse moyenne de ces échantillons ne cesse de diminuer par la suite, tandis que l'expansion du matériau n'évolue pas et la surface du ciment voit apparaître un nombre croissant de précipités minéraux, de taille toujours plus importante. Malgré une solubilité importante qui semble durer dans le temps, la fraction du matériau ayant déjà effectué sa réaction de prise conserve une architecture permettant une stabilité physique du matériau. Si le ciment se solubilise peu à peu, sa partie diluée par le milieu est remplacé par une phase minérale croissante. L'étude de ce ciment un est bon exemple de la réaction de prise décrite par Prati et Gandolfi (63), qui mettent en avant le caractère progressif de cette réaction dans laquelle se côtoient les deux réactions d'hydratation et de précipitation.

Le comportement du TotalFill BC RRM est caractérisé par une première phase d'augmentation de masse entre T0 et T1, accompagné d'une expansion de prise et formation de précipités de la réaction. Entre T1 et T2, la masse moyenne des échantillons diminue significativement, tandis que l'expansion reste la même et la formation de précipités augmente. La première réaction d'hydratation semble à ce moment-là plus rapide que la seconde réaction de précipitation, le ciment se diluant plus vite que la production de précipités. Entre T2 et T3 la masse augmente de nouveau, laissant penser que la solubilité du ciment a diminué par rapport à la seconde réaction de précipitation. Ces analyses permettent de conclure que les trois ciments testés conservent une bio activité plusieurs semaines après leur prise.

Il est néanmoins impossible de caractériser plus précisément les produits formés à la surface des échantillons immergés. Une analyse par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie serait nécessaire afin de définir quantitativement les éléments présents aux différents temps d'observation et permettrait d'apporter des conclusions plus approfondies.

Comparons maintenant ces observations avec les échantillons soumis à une hygrométrie de 90% et 37°C.

Des pertes significatives de masse ont été décrites. Pour Bioroot RCS et AH Plus BC Sealer, cela démontre une certaine solubilité de ces matériaux jusqu'à 14 jours après le mélange, AH Plus BC sealer semblant présenter une solubilité plus importante (9,4% de perte) que Bioroot RCS (3,5% de perte). Cela confirme les observations faites sur les échantillons des sous-groupes 2. Néanmoins aucun de ces ciments n'a présenté d'expansion ni la formation d'une phase cristalline caractéristique de leur prise. Cela permet de conclure à une hygrométrie suffisante à leur dilution partielle, mais insuffisante à l'enclenchement de leur réaction de prise.

Au contraire les échantillons de TotalFill BC RRM ont présenté un comportement similaire aux échantillons immergés. Une augmentation importante de masse entre T0 et T1 s'accompagnant d'une expansion elle aussi significative du matériau. Tandis que le volume reste stable dans le temps la masse diminue significativement entre T2 et T3, démontrant une solubilité active du ciment à 14 jours. Cependant il est difficile d'expliquer l'absence de produits de la réaction à la surface des échantillons. Une explication pourrait être une expansion hydrique, le ciment se gorgeant d'eau. En l'absence des éléments nécessaires à la première réaction d'hydratation, le ciment saturé en eau se solubilise peu à peu, et sa masse diminue.

Ces observations montrent étonnement peu de résultats pour des ciments soumis à une humidité relative simulant celle de la cavité buccale. Elles permettent de conclure à la nécessité pour ces ciments d'être au contact des fluides biologiques, caractérisés ici par un milieu d'eau liquide.

Le TotalFill BC RRM semble néanmoins présenter un comportement légèrement différent des autres ciments étudiés en présence d'une atmosphère chargée à 90% d'humidité, mais les résultats de cette étude ne permettent pas de définir dans quelle mesure.

## 6.2 Biais rencontrés

### 6.2.1 Biais liés à la manipulation

Le matériel utilisé est une potentielle source de biais pour les résultats.

Bien que précis et adapté à chaque moule, le support en silicone créé pour l'observation des moules de profil a suggéré une marge de non-reproductibilité de toutes les images entre elles lors de l'analyse des photos. La conception et la fabrication 3D d'un support en résine pour accueillir les échantillons aurait pu permettre une plus grande précision d'observation.

La difficulté à capturer les moules de profil de manière parfaitement identique est aussi liée aux limites de l'appareil photo. En effet la mise au point effectuée par l'appareil n'a pas permis d'englober toute la profondeur de champ correspondant à la surface de ciment. Des flous sont donc apparus sur certaines photos, modifiant les surfaces de ciment et compromettant leur analyse informatique par la suite.

Enfin les échantillons des sous-groupes 1 ont été conservés à température ambiante par rapport aux échantillons des sous-groupes 2 et 3 conservés à 37°C. On peut imaginer que la température a influencé le comportement de ces échantillons et l'hygrométrie ne serait pas la seule variable ayant provoqué les différences observées entre les sous-groupes 1 et les autres sous-groupes. Pour s'affranchir de ce biais, les échantillons des sous-groupes 1 auraient pu être conservés dans un second incubateur, à 37°C sans eau pour conserver de faibles valeurs hygrométriques.

### 6.2.2 Biais liés aux résultats

Le nombre d'échantillons initialement présents a pu constituer un biais au moment des résultats, notamment pour les masses où la quasi-totalité des échantillons ont été pris en compte. En effet le groupe 3 (TotalFill BC RRM) possède 5 échantillons par sous-groupe, contre 10 par sous-groupe pour les groupes 1 (Bioroot RCS) et 2 (AH Plus BC Sealer).

Concernant l'analyse des aires, la sélection de moules reproductibles entre eux aux quatre temps d'observation est à l'origine de perdus de vue, de sorte que les sous-groupes présentent un nombre d'individus compris entre 2 et 7 en fonction des sous-groupes.

Malgré les précautions prises pour valider la normalité des données, des échantillons de cette taille limitent la puissance des tests effectués. Dans une étude publiée par Donnermeyer et al, les auteurs réalisent un test de solubilité similaire et utilisent le logiciel G\*Power afin de déterminer la taille minimale d'individus nécessaires par groupe. Elle est de 9.

De plus l'analyse numérique des aires est une potentielle source de biais. Comme évoqué précédemment la précision de repositionnement des échantillons exigée par le microscope et la mise au point limitée de l'appareil photo conduisent à des différences infimes de position lors de la superposition des photos, même parmi les photos non rejetées.

Pour une même photo de profil, la distance calculée par le logiciel pour l'épaisseur du moule n'est pas la même à tous les niveaux du moule. De potentielles différences de mesure peuvent donc apparaître en fonction du site de la mesure, répercutées sur le calcul de l'aire. Pour limiter ce biais chaque mesure d'épaisseur du moule a été effectuée au milieu de la bande formée par le moule.

D'autre part la manipulation, l'observation et l'analyse des masses et des aires ont été réalisées par le même opérateur. Cela a permis un relevé des données plus reproductibles entre elles, et un calcul des résultats selon la même méthodologie, permettant de réduire les biais et de donner un niveau de preuve suffisant à cette étude.

## 7. Conclusion

L'hygrométrie joue un rôle essentiel dans la réaction de prise et l'activité biologique des ciments de silicates de calcium. Nous avons démontré que les ciments testés présentent une expansion de prise et une production de dépôts minéralisés uniquement lorsqu'ils sont immergés au contact d'un milieu liquide. Ces phénomènes s'accompagnent d'une augmentation de la masse de ciment et semblent compenser la solubilité importante qui les caractérisent. Par ailleurs une solubilité est observée pour les trois ciments immergés jusqu'à 14 jours après leur prise et assure la libération du potentiel bioactif de ces ciments plusieurs semaines après leur prise.

Une hygrométrie simulant l'humidité relative de la cavité buccale ne semble pas leur permettre de délivrer tout leur potentiel bioactif, tout comme une conservation à hygrométrie ambiante.

## Conclusion

L'obturation vient pérenniser les étapes préalables de désinfection du réseau canalaire. Une obturation tridimensionnelle stable dans le temps associant la gutta percha à un ciment endodontique permet d'obtenir une étanchéité de qualité.

Aujourd'hui couramment utilisés pour l'obturation en endodontie, les ciments biocéramiques ont un comportement assez différent des autres ciments d'obturation canalaire connus de plus longue date. Ils possèdent des propriétés intéressantes les rendant bioactifs, telles que le relargage de calcium participant à un effet antibactérien via l'augmentation du pH, ou encore l'induction de la formation d'apatites permettant une cicatrisation et une conservation de l'intégrité des tissus. Cependant ces nouveaux mécanismes d'action soulèvent de nouvelles questions.

Les résultats obtenus nous ont permis de conclure que la présence d'eau est indispensable à la prise des ciments biocéramiques de silicates de calcium. L'immersion entraîne une expansion de leur volume et l'apparition de produits minéraux (hydroxy apatite). Nous pouvons imaginer qu'in vivo le ciment est exposé aux fluides biologiques et ainsi soluble jusqu'à 14 jours permettant une libération du potentiel bioactif dans le temps localement.

Cette étude, si elle ne fait que confirmer des observations faites par le passé, soulève de nouvelles problématiques qui ouvrent le champ de la recherche.

Cette solubilité ne représente-t-elle tout de même pas un risque de contamination dans les semaines suivant l'obturation ?

Après les 14 jours nous notons une expansion de prise, La pression exercée par l'expansion du ciment peut-elle endommager les parois canalaires et engendrer une diminution de la résistance mécanique de la dent ?

Aujourd'hui, même si nous ne pouvons cliniquement pas noter plus de fractures radiculaires avec ces nouveaux ciments, des études de suivi clinique seraient intéressantes à mener.

Vu, la Directrice de thèse :

Dr Marie GURGEL-GEORGELIN

A handwritten signature in black ink on a light gray background. The signature consists of a horizontal line that is crossed by a diagonal line from the bottom left to the top right. To the right of this intersection, there are two large, overlapping loops.

Vu, le Président du jury :

Pr Franck DIEMER

A handwritten signature in black ink on a white background. The signature starts with a large, sweeping curve on the left side that goes up and then down. To the right of this curve, there are several horizontal strokes and dots, forming a stylized representation of the name.

## Annexes

### Table des illustrations

Figure 1 - Composition du ciment Portland et du MTA en pourcentage de phases (Source : Camilleri et al, 2008) .....	15
Figure 2 - Mise en évidence de la composition du MTA blanc (a) et gris (b) par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (source : Camilleri et al, 2004).....	15
Figure 3 : exemples de ciments SCPH "putty" (MTA Angelus (Angelus, Brésil)) et fluide (Endosequence BC Sealer (Busa, USA)) (Source : Angelus dental, Busa dental) .....	16
Figure 4 - Réaction d'hydratation d'un ciment biocéramiques : observation d'une phase non hydratée au contact d'une phase de silicates hydratés (source : Prati et Gandolfi, 2015).....	17
Figure 5 - Observation d'agrégats de cristaux d'apatite lors de la phase de précipitation (source : Prati et Gandolfi, 2015).....	18
Figure 6 - pH de différents ciments biocéramiques au cours du temps (source : Prati et Gandolfi, 2015) .....	20
Figure 7 - Evaluation de la résistance à la compression en fonction de l'exposition au sang (source : Nekoofar et al, 2010) .....	23
Figure 8 - Occlusion des tubulis dentinaires par dépôts minéraux (source : Reyes-Carmona et al, 2010) .....	24
Figure 9 - Microarchitecture du ciment en Tags pénétrant la dentine (source : Reyes-Carmona et al, 2010) .....	24
Figure 10 - Eléments constitutifs des dépôts au contact de la dentine (source : Reyes-Carmona et al, 2010) .....	24
Figure 11 - Taux de succès de différentes études évaluant la réussite de l'apexification (Source : Brüsehauer et al, 2016) .....	29
Figure 12 - Suivi radiologique d'une procédure de revascularisation à 7 (E) et 24 mois (F) (source : Geisler, 2012).....	31
Figure 13 - Gestion d'une résorption radiculaire interne. A/B/C – Situation clinique pré opératoire : clinique et radiographique (2D et 3D). D – Cathétérisme et mise en forme. E –	

Successivement : situation radiologique post opératoire, à 6, 12 et 18 mois. F – Situation clinique post opératoire (source : Mehra et al, 2018) .....	32
Figure 14 - Examens clinique et radiographique révélant la présence d'une résorption radiculaire externe cervicale. Le traitement de la lésion semble inévitablement nécessiter un aménagement des tissus mous en regard (Source : Patel et al, 2022) .....	33
Figure 15 : Interface du logiciel avec les moules créés et leurs dimensions (source : AUTODESK TINKERCAD) .....	37
Figure 16 : Positionnement numérique des moules dans un plan angulé afin de faciliter leur pré traitement (source : iconographie personnelle, Chitubox) .....	38
Figure 17 : Création des supports d'impression (source : iconographie personnelle, Chitubox) .....	38
Figure 18 : Sélection des paramètres d'impression (source : iconographie personnelle, Chitubox) .....	39
Figure 19 : présentation des ciments testés : Bioroot RCS, AH Plus BC Sealer, TotalFill BC RRM (sources : Steptodont, Dentsply Sirona, FKG) .....	40
Figure 20 : Stéréo microscope Leica WILD M3B (source : iconographie personnelle, Leica) .....	40
Figure 21 : dispositif pour l'observation de profil des moules au microscope (source : iconographie personnelle) .....	42
Figure 22 : Instructions pour le mélange du Bioroot RCS (source : Steptodont, France) ...	43
Figure 23 : protocole pour le remplissage et l'analyse à T0 des échantillons (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word) .....	44
Figure 24 : Protocole du recueil des données pour chaque ciment et pour chaque milieu de conservation (sous-groupe) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word) .....	45
Figure 25 : Échantillons d'AH Plus BC Sealer conservés à 90% d'humidité. Les échantillons 2 et 7 ont perdu leur ciment, ils ne sont donc pas exploitables. (Source : iconographie personnelle) .....	46
Figure 26 : diagramme des variations de masse (par rapport à T0) des échantillons de Bioroot RCS en fonction de l'hygrométrie, 24 heures, 7 jours et 14 jours après le mélange. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel) .....	46

Figure 27 : diagramme des variations de masse (par rapport à T0) des échantillons d'AH Plus BC Sealer en fonction de l'hygrométrie, 24 heures, 7 jours et 14 jours après le mélange. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel).....	47
Figure 28 : diagramme des variations de masse (par rapport à T0) des échantillons de TotalFill BC RRM en fonction de l'hygrométrie, 24 heures, 7 jours et 14 jours après le mélange. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel).....	47
Figure 29 : Évolution du volume de ciment à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés immergés à 37°C (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word) .....	49
Figure 30 : Évolution du volume de ciment à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés à 90% d'humidité et 37°C (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word) .....	49
Figure 31 : Évolution du volume de ciment à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés à humidité et température ambiantes (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word) .....	50
Figure 32 : Calibrage de l'image dans le système métrique (Source : iconographie personnelle, ImageJ) .....	51
Figure 33 : détermination de la surface de ciment visible (Source : iconographie personnelle, ImageJ) .....	51
Figure 34 : tableau des surfaces de ciment de chaque échantillon dans un même sous-groupe (Source : iconographie personnelle, ImageJ) .....	51
Figure 35 : Calcul des aires (en mm <sup>2</sup> ) pour un même échantillon à T0, 1, 2 et 3. Ici échantillon rempli de TotalFill BC RRM et conservé immergé à 37°C (Source : Iconographie personnelle, ImageJ) .....	52
Figure 36 : courbes suivant la variation moyenne de l'aire dans le temps pour les échantillons du groupe 1 (Bioroot RCS) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel).....	52
Figure 37 : courbes suivant la variation moyenne de l'aire dans le temps pour les échantillons du groupe 2 (AH Plus BC Sealer) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel) .....	53

Figure 38 : courbes suivant la variation moyenne de l'aire dans le temps pour les échantillons du groupe 3 (TotalFill BC RRM) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel).....	53
Figure 39 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés à humidité et température ambiantes (grossissement x6,4) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word) .....	54
Figure 40 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de gauche à droite) pour un échantillon de Bioroot RCS (A), d'AH Plus BC Sealer (B) et de TotalFill BC RRM (C) conservés à 90% d'humidité et 37°C (grossissement x6,4) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word) .....	55
Figure 41 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de haut en bas, A, B, C et D respectivement) d'un échantillon de Bioroot RCS immergé à 37°C (grossissement x6,4, x16 et x40 de gauche à droite) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word).....	56
Figure 42 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de haut en bas, A, B, C et D respectivement) d'un échantillon d'AH Plus BC Sealer immergé à 37°C (grossissement x6,4, x16 et x40 de gauche à droite) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word) .....	57
Figure 43 : Évolution de l'état de surface à T0, T1, T2 et T3 (de haut en bas, A, B, C et D respectivement) d'un échantillon de TotalFill BC Sealer immergé à 37°C (grossissement x6,4, x16 et x40 de gauche à droite) (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word) .....	58
Figure 44 : Tableau des t calculés pour chaque milieu de conservation et entre chaque temps d'observation successifs, Bioroot RCS. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel) .....	60
Figure 45 : : Tableau des t calculés pour chaque milieu de conservation et entre chaque temps d'observation successifs, AH Plus BC Sealer. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel). .....	60
Figure 46 : Tableau des t calculés pour chaque milieu de conservation et entre chaque temps d'observation successifs, TotalFill BC RRM. (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel) .....	60

Figure 47 : rapport détaillé du calcul d'ANOVA, ici réalisée pour les échantillons du groupe 1 (Bioroot RCS) entre T1 et T0 (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel).....62

Figure 48 : Comparaison entre la différence entre les moyennes de chaque groupe et Q, ici réalisée pour les échantillons du groupe 1 (Bioroot RCS) entre T1 et T0 (Source : iconographie personnelle, Microsoft Excel). .....63

## Tableaux

Tableau 1 : Tableau regroupant les principaux ciments biocéramiques pour l'obturation canalaire (Sources : Staffoli et al, 2019 ; Mancino, 2019)

Conditionnement	Ciment	Fabricant
Bi phase poudre + liquide	BioRoot RCS	Steptodont, France
	ProRoot Canal Sealer	Dentsply, USA
	Tech BiosSealer Endo	Isasan, Italy
Premixé, injectable	Totalfill BC Sealer	FKG, Suisse
	Endosequence BC Sealer	Brasseler, USA
	Iroot SP	Innovative BioCeramix (Canada)
	EndoSeal MTA	Maruchi, Corée du Sud
	MTA Fillapex	Angelus, Brésil
	Theracal LC	Bisco, USA
	CeraSeal Sealer	Meta Biomed, Corée du Sud

Tableau 2 : Principales caractéristiques cliniques et radiologiques des résorptions radiculaires internes et externes (Source : Patel et al, 2022)

		Internal root resorption				External root resorption			
Type of resorption	Internal inflammatory resorption	Internal replacement resorption	External inflammatory resorption	External replacement resorption	External cervical resorption	External inflammatory resorption	External replacement resorption	Transient apical resorption	
Clinical features	Asymptomatic (early), symptoms of pulpitis and/or apical periodontitis (advanced)	Asymptomatic (early), symptoms of pulpitis and/or apical periodontitis (advanced)	Symptoms of apical periodontitis	Variable, none or ankylosis and/or exhibit high-pitched metallic sound on percussion in advanced cases.	Asymptomatic (early), symptoms of pulpitis and/or apical periodontitis (advanced), ± probable periodontal defect with profuse bleeding	Symptoms of apical periodontitis	None	None	
Clinical appearance	Healthy (vital), discoloured (necrotic), pink spot (rare)	Healthy (vital), discoloured (necrotic), pink spot (rare)	Healthy (vital), discoloured (necrotic)	Healthy	Healthy (vital), discoloured (necrotic)	Healthy (vital), discoloured (necrotic)	Discoloured, usually resolve within 1 year		
Location on root	Anywhere	Anywhere	Anywhere	Anywhere	Cervical third (early) but can extend to middle or apical third (advanced)	Anywhere	Anywhere	Apical third	
Pulp sensibility testing	+ve in (partially) vital cases, -ve in necrotic cases	+ve in (partially) vital cases, -ve in necrotic cases	-ve	Usually +ve, may exhibit -ve/delayed response due to tertiary dentin formation	Usually +ve, -ve in advanced necrotic cases	-ve	-ve or delayed response, usually returns to normal within 1 year		
Radiographic features	Oval/round ballooning of root canal	Oval/round ballooning of root canal but with cloudy/mottled inclusions	Rugged saucer-shaped indentations along the root surface, adjacent bone loss, periapical radiolucency, Perforation of root canal in advanced cases	Asymmetrical bony replacement of root surface, absence of PDL space, root appears 'fused' to adjacent bone. Intact root canal	(A)symmetrical radiolucency in early cases, mottled radiopaque appearance in advanced cases. Perforation of root canal in advanced cases	Widened PDL space, blurred/loss of apical lamina dura. Intact root canal			

Tableau 3 : Tableau récapitulatif des ciments testés (groupes) et de leurs milieux de conservation (sous-groupes). (Source : iconographie personnelle, Microsoft Word).

	Groupe 1	Groupe 2	Groupe 3
	BioRoot RCS	AH Plus Bioceramic Sealer	Totalfill BC RRM
Sous-groupe 1	Milieu ambiant	Milieu ambiant	Milieu ambiant
Sous-groupe 2	37 °C / 80-90 % d'humidité	37 °C / 80-90 % d'humidité	37 °C / 80-90 % d'humidité
Sous-groupe 3	37°C/ immergés	37°C/ immergés	37°C/ immergés

Tableau 4 : Table de Student (Source : [www.STHDA.com](http://www.STHDA.com))

d.d./a	0.9	0.5	0.3	0.2	0.1	0.05	0.02	0.01	0.001
1	0.158	1	2	3.078	6.314	12.706	31.821	64	637
2	0.142	0.816	1.386	1.886	2.92	4.303	6.965	10	31.598
3	0.137	0.765	1.25	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841	12.929
4	0.134	0.741	1.19	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604	8.61
5	0.132	0.727	1.156	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032	6.869
6	0.131	0.718	1.134	1.44	1.943	2.447	3.143	3.707	5.959
7	0.13	0.711	1.119	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499	5.408
8	0.13	0.706	1.108	1.397	1.86	2.306	2.896	3.355	5.041
9	0.129	0.703	1.1	1.383	1.833	2.263	2.821	3.25	4.781
10	0.129	0.7	1.093	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169	4.587
11	0.129	0.697	1.088	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106	4.437
12	0.128	0.695	1.083	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055	4.318
13	0.128	0.694	1.079	1.35	1.771	2.16	2.65	3.012	4.221
14	0.128	0.692	1.076	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977	4.14
15	0.128	0.691	1.074	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947	4.073
16	0.128	0.69	1.071	1.337	1.746	2.12	2.583	2.921	4.015
17	0.128	0.689	1.069	1.333	1.74	2.11	2.567	2.898	3.965
18	0.127	0.688	1.067	1.33	1.734	2.101	2.552	2.878	3.922
19	0.127	0.688	1.066	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861	3.883
20	0.127	0.687	1.064	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845	3.85

Tableau 5 : Table de Fisher (Source : <https://www.supagro.fr/cnam-lr/statnet/tables.htm>)

v1 : degrés de liberté du numérateur															
v2 : degrés de liberté du dénominateur															
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	161.45	199.50	215.71	224.58	230.16	233.99	236.77	238.88	240.54	241.88	242.98	243.90	244.69	245.36	245.95
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.40	19.41	19.42	19.42	19.43
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.76	8.74	8.73	8.71	8.70
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.94	5.91	5.89	5.87	5.86
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.70	4.68	4.66	4.64	4.62
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.03	4.00	3.98	3.96	3.94
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.60	3.57	3.55	3.53	3.51
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.31	3.28	3.26	3.24	3.22
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.10	3.07	3.05	3.03	3.01
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.94	2.91	2.89	2.86	2.85
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.82	2.79	2.76	2.74	2.72
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.72	2.69	2.66	2.64	2.62
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.63	2.60	2.58	2.55	2.53
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.57	2.53	2.51	2.48	2.46
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.51	2.48	2.45	2.42	2.40
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.46	2.42	2.40	2.37	2.35
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.41	2.38	2.35	2.33	2.31
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.37	2.34	2.31	2.29	2.27
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.34	2.31	2.28	2.26	2.23
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.31	2.28	2.25	2.22	2.20
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.28	2.25	2.22	2.20	2.18
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.26	2.23	2.20	2.17	2.15
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.24	2.20	2.18	2.15	2.13
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.22	2.18	2.15	2.13	2.11
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.20	2.16	2.14	2.11	2.09
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.18	2.15	2.12	2.09	2.07
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.20	2.17	2.13	2.10	2.08	2.06
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.15	2.12	2.09	2.06	2.04
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.14	2.10	2.08	2.05	2.03
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.13	2.09	2.06	2.04	2.01

Tableau 6 : Table des valeurs critiques q (Source : <https://real-statistics.com/statistics-tables/studentized-range-q-table/>)

df	k -->									
	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
1	17.969	26.976	32.819	37.082	40.408	43.119	45.397	47.357	49.071	
2	6.085	8.331	9.798	10.881	11.734	12.435	13.027	13.539	13.988	
3	4.501	5.910	6.825	7.502	8.037	8.478	8.852	9.177	9.462	
4	3.926	5.040	5.757	6.287	6.706	7.053	7.347	7.602	7.826	
5	3.635	4.602	5.218	5.673	6.033	6.330	6.582	6.801	6.995	
6	3.460	4.339	4.896	5.305	5.628	5.895	6.122	6.319	6.493	
7	3.344	4.165	4.681	5.060	5.359	5.606	5.815	5.997	6.158	
8	3.261	4.041	4.529	4.886	5.167	5.399	5.596	5.767	5.918	
9	3.199	3.948	4.415	4.755	5.024	5.244	5.432	5.595	5.738	
10	3.151	3.877	4.327	4.654	4.912	5.124	5.304	5.460	5.598	
11	3.113	3.820	4.256	4.574	4.823	5.028	5.202	5.353	5.486	
12	3.081	3.773	4.199	4.508	4.750	4.950	5.119	5.265	5.395	
13	3.055	3.734	4.151	4.453	4.690	4.884	5.049	5.192	5.318	
14	3.033	3.701	4.111	4.407	4.639	4.829	4.990	5.130	5.253	
15	3.014	3.673	4.076	4.367	4.595	4.782	4.940	5.077	5.198	
16	2.998	3.649	4.046	4.333	4.557	4.741	4.896	5.031	5.150	
17	2.984	3.628	4.020	4.303	4.524	4.705	4.858	4.991	5.108	
18	2.971	3.609	3.997	4.276	4.494	4.673	4.824	4.955	5.071	
19	2.960	3.593	3.977	4.253	4.468	4.645	4.794	4.924	5.037	
20	2.950	3.578	3.958	4.232	4.445	4.620	4.768	4.895	5.008	
21	2.941	3.565	3.942	4.213	4.424	4.597	4.743	4.870	4.981	
22	2.933	3.553	3.927	4.196	4.405	4.577	4.722	4.847	4.957	
23	2.926	3.542	3.914	4.180	4.388	4.558	4.702	4.826	4.935	
24	2.919	3.532	3.901	4.166	4.373	4.541	4.684	4.807	4.915	
25	2.913	3.523	3.890	4.153	4.358	4.526	4.667	4.789	4.897	
26	2.907	3.514	3.880	4.141	4.345	4.511	4.652	4.773	4.880	
27	2.902	3.506	3.870	4.130	4.333	4.498	4.638	4.758	4.864	
28	2.897	3.499	3.861	4.120	4.322	4.486	4.625	4.745	4.850	
29	2.892	3.493	3.853	4.111	4.311	4.475	4.613	4.732	4.837	
30	2.888	3.486	3.845	4.102	4.301	4.464	4.601	4.720	4.824	

## Bibliographie

1. Dorozhkin, Sergey V. « Medical Application of Calcium Orthophosphate Bioceramics », s. d.
2. Vallet-Regí, María, Montserrat Colilla, et Blanca González. « Medical Applications of Organic–Inorganic Hybrid Materials within the Field of Silica-Based Bioceramics ». *Chem. Soc. Rev.* 40, n° 2 (2011): 596-607. <https://doi.org/10.1039/C0CS00025F>.
3. Li, J., et G. W. Hastings. « Chapter 5 Oxide Bioceramics: Inert Ceramic Materials in Medicine and Dentistry ». In *Handbook of Biomaterial Properties*, édité par William Murphy, Jonathan Black, et Garth Hastings, 339-52. New York, NY: Springer New York, 2016. [https://doi.org/10.1007/978-1-4939-3305-1\\_21](https://doi.org/10.1007/978-1-4939-3305-1_21).
4. Utneja, Shivani, Ruchika Roongta Nawal, Sangeeta Talwar, et Mahesh Verma. « Current Perspectives of Bio-Ceramic Technology in Endodontics: Calcium Enriched Mixture Cement - Review of Its Composition, Properties and Applications ». *Restorative Dentistry & Endodontics* 40, n° 1 (2015): 1. <https://doi.org/10.5395/rde.2015.40.1.1>.
5. Camilleri, J, F Montesin, K Brady, R Sweeney, R Curtis, et T Ford. « The Constitution of Mineral Trioxide Aggregate ». *Dental Materials* 21, n° 4 (avril 2005): 297-303. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.05.010>.
6. Camilleri, J. « Characterization of Hydration Products of Mineral Trioxide Aggregate ». *International Endodontic Journal* 41, n° 5 (mai 2008): 408-17. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2007.01370.x>.
7. Ioannidis, K., I. Mistakidis, P. Beltes, et V. Karagiannis. « Spectrophotometric Analysis of Coronal Discolouration Induced by Grey and White MTA ». *International Endodontic Journal* 46, n° 2 (février 2013): 137-44. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2012.02098.x>.
8. Staffoli, Simone, Gianluca Plotino, Barbara Nunez Torrijos, Nicola Grande, Maurizio Bossù, Gianluca Gambarini, et Antonella Polimeni. « Regenerative Endodontic Procedures Using Contemporary Endodontic Materials ». *Materials* 12, n° 6 (19 mars 2019): 908. <https://doi.org/10.3390/ma12060908>.
9. Raghavendra, Srinidhi Surya, Ganesh Ranganath Jadhav, Kinjal Mahesh Gathani, et Pratik Kotadia. « Bioceramics in endodontics – a review ». *Journal of Istanbul University Faculty of Dentistry* 51, n° 3 Suppl 1 (2 décembre 2017): S128-37. <https://doi.org/10.17096/jiufd.63659>.
10. Khalil, Issam, Alfred Naaman, et Josette Camilleri. « Properties of Tricalcium Silicate Sealers ». *Journal of Endodontics* 42, n° 10 (octobre 2016): 1529-35. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2016.06.002>.
11. « ISO 6876:2012 ». <https://www.iso.org/fr/standard/45117.html>.

12. Candeiro, George Táccio de Miranda, Fabrícia Campelo Correia, Marco Antônio Húngaro Duarte, Danieli Colaço Ribeiro-Siqueira, et Giulio Gavini. « Evaluation of Radiopacity, PH, Release of Calcium Ions, and Flow of a Bioceramic Root Canal Sealer ». *Journal of Endodontics* 38, n° 6 (1 juin 2012): 842-45. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2012.02.029>.
13. Gandolfi, Maria Giovanna, Gabriela Ciapetti, Francesca Perut, Paola Taddei, Enrico Modena, Piermaria L. Rossi, et Carlo Prati. « Biomimetic Calcium-Silicate Cements Aged in Simulated Body Solutions. Osteoblast Response and Analyses of Apatite Coating ». *Journal of Applied Biomaterials and Biomechanics* 7, n° 3 (1 septembre 2009): 160-70. <https://doi.org/10.1177/228080000900700303>.
14. Camilleri, J., et M. G. Gandolfi. « Evaluation of the Radiopacity of Calcium Silicate Cements Containing Different Radiopacifiers: Radiopacity of Calcium Silicate Cements ». *International Endodontic Journal* 43, n° 1 (janvier 2010): 21-30. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2009.01621.x>.
15. Siqueira, J. F., R. C. Fraga, et P. F. Garcia. « Evaluation of Sealing Ability, PH and Flow Rate of Three Calcium Hydroxide-Based Sealers ». *Dental Traumatology* 11, n° 5 (octobre 1995): 225-28. <https://doi.org/10.1111/j.1600-9657.1995.tb00493.x>.
16. AL-Haddad, Afaf, et Zeti A. Che Ab Aziz. « Bioceramic-Based Root Canal Sealers: A Review ». *International Journal of Biomaterials* 2016 (2016): 1-10. <https://doi.org/10.1155/2016/9753210>.
17. Gandolfi, Maria Giovanna, Francesco Siboni, Tatiana Botero, Maurizio Bossù, Francesco Riccitiello, et Carlo Prati. « Calcium Silicate and Calcium Hydroxide Materials for Pulp Capping: Biointeractivity, Porosity, Solubility and Bioactivity of Current Formulations ». *Journal of Applied Biomaterials & Functional Materials* 13, n° 1 (janvier 2015): 43-60. <https://doi.org/10.5301/jabfm.5000201>.
18. Gandolfi, M. G., A. P. Parrilli, M. Fini, C. Prati, et P. M. H. Dummer. « 3D Micro-CT Analysis of the Interface Voids Associated with Thermafil Root Fillings Used with AH Plus or a Flowable MTA Sealer ». *International Endodontic Journal* 46, n° 3 (mars 2013): 253-63. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2012.02124.x>.
19. Mchugh, C, P Zhang, S Michalek, et P Eleazer. « PH Required to Kill Enterococcus Faecalis in Vitro ». *Journal of Endodontics* 30, n° 4 (avril 2004): 218-19. <https://doi.org/10.1097/00004770-200404000-00008>.
20. Siqueira, J. F., et H. P. Lopes. « Mechanisms of Antimicrobial Activity of Calcium Hydroxide: A Critical Review ». *International Endodontic Journal* 32, n° 5 (septembre 1999): 361-69. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2591.1999.00275.x>.
21. Donnermeyer, David, Sebastian Bürklein, Till Dammaschke, et Edgar Schäfer. « Endodontic Sealers Based on Calcium Silicates: A Systematic Review ». *Odontology* 107, n° 4 (octobre 2019): 421-36. <https://doi.org/10.1007/s10266-018-0400-3>.

22. Mandeep Kaur, Harpreet Singh. « Biodentine: A Promising Dentin substitute ». *JBR Journal of Interdisciplinary Medicine and Dental Science* 02, n° 05 (2014). <https://doi.org/10.4172/2376-032X.1000140>.
23. Gandolfi, M. G., P. Taddei, A. Tinti, et C. Prati. « Apatite-Forming Ability (Bioactivity) of ProRoot MTA: Bioactivity of ProRoot MTA ». *International Endodontic Journal* 43, n° 10 (octobre 2010): 917-29. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2010.01768.x>.
24. Sarkar, N, R Caicedo, P Ritwik, R Moiseyeva, et I Kawashima. « Physicochemical Basis of the Biologic Properties of Mineral Trioxide Aggregate ». *Journal of Endodontics* 31, n° 2 (février 2005): 97-100. <https://doi.org/10.1097/01.DON.0000133155.04468.41>.
25. Department of Conservative Dentistry and Endodontics, Subharti Dental College, Meerut, India, et Dr Vipin Arora. « Bioactive Dentin Replacement ». *IOSR Journal of Dental and Medical Sciences* 12, n° 4 (2013): 51-57. <https://doi.org/10.9790/0853-1245157>.
26. Nekoofar, M. H., G. Adusei, M. S. Sheykhrezae, S. J. Hayes, S. T. Bryant, et P. M. H. Dummer. « The Effect of Condensation Pressure on Selected Physical Properties of Mineral Trioxide Aggregate ». *International Endodontic Journal* 40, n° 6 (juin 2007): 453-61. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2007.01236.x>.
27. Nekoofar, M. H., D. F. Stone, et P. M. H. Dummer. « The Effect of Blood Contamination on the Compressive Strength and Surface Microstructure of Mineral Trioxide Aggregate: Effect of Blood on MTA ». *International Endodontic Journal* 43, n° 9 (1 juillet 2010): 782-91. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2010.01745.x>.
28. Reyes-Carmona, Jessie F., Mara S. Felipe, et Wilson T. Felipe. « The Biomineralization Ability of Mineral Trioxide Aggregate and Portland Cement on Dentin Enhances the Push-out Strength ». *Journal of Endodontics* 36, n° 2 (février 2010): 286-91. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.10.009>.
29. Debelian, Gilberto, et Martin Trope. « The use of premixed bioceramic materials in endodontics ». *Giornale Italiano di Endodonzia* 30 (1 novembre 2016). <https://doi.org/10.1016/j.gien.2016.09.001>.
30. Kaul, Shalan, Ajay Kumar, Bhumika Kamal Badiyani, Laxmi Sukhtankar, M. Madhumitha, et Amit Kumar. « Comparison of Sealing Ability of Bioceramic Sealer, AH Plus, and GuttaFlow in Conservatively Prepared Curved Root Canals Obturated with Single-Cone Technique: An In vitro Study ». *Journal of Pharmacy & Bioallied Sciences* 13, n° Suppl 1 (juin 2021): S857-60. [https://doi.org/10.4103/jpbs.jpbs\\_52\\_21](https://doi.org/10.4103/jpbs.jpbs_52_21).
31. « Elsevier Enhanced Reader ». Consulté le 24 octobre 2022. <https://doi.org/10.1016/j.tripleo.2009.07.039>.
32. Petrou, Marina Agathi, Fadi Alhaddad Alhamoui, Alexander Welk, Mohammed Basel Altarabulsi, Mohammed Alkilzy, et Christian H. Splieth. « A Randomized Clinical Trial on the Use of Medical Portland Cement, MTA and Calcium Hydroxide in Indirect Pulp Treatment ». *Clinical Oral Investigations* 18, n° 5 (juin 2014): 1383-89.

<https://doi.org/10.1007/s00784-013-1107-z>.

33. Gruythuysen, René, Guus van Strijp, et Min-Kai Wu. « Long-Term Survival of Indirect Pulp Treatment Performed in Primary and Permanent Teeth with Clinically Diagnosed Deep Carious Lesions ». *Journal of Endodontics* 36, n° 9 (septembre 2010): 1490-93. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2010.06.006>.

34. Paranjpe, Avina, Hai Zhang, et James D. Johnson. « Effects of Mineral Trioxide Aggregate on Human Dental Pulp Cells after Pulp-Capping Procedures ». *Journal of Endodontics* 36, n° 6 (juin 2010): 1042-47. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2010.02.013>.

35. Hilton, T.J., J.L. Ferracane, L. Mancl, for Northwest Practice-based Research Collaborative in Evidence-based Dentistry (NWP), C. Baltuck, C. Barnes, D. Beaudry, et al. « Comparison of CaOH with MTA for Direct Pulp Capping: A PBRN Randomized Clinical Trial ». *Journal of Dental Research* 92, n° 7\_suppl (juillet 2013): S16-22. <https://doi.org/10.1177/0022034513484336>.

36. Grolier, Florine. « La pulpotomie des dents permanentes matures », s. d., 95.

37. Linu, S., M.S. Lekshmi, V.S. Varunkumar, et V.G. Sam Joseph. « Treatment Outcome Following Direct Pulp Capping Using Bioceramic Materials in Mature Permanent Teeth with Carious Exposure: A Pilot Retrospective Study ». *Journal of Endodontics* 43, n° 10 (octobre 2017): 1635-39. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2017.06.017>.

38. Farsi, Najat, Najlaa Alamoudi, Khalid Balto, et Abdullah Al Mushayt. « Clinical Assessment of Mineral Trioxide Aggregate (MTA) as Direct Pulp Capping in Young Permanent Teeth ». *Journal of Clinical Pediatric Dentistry* 31, n° 2 (1 janvier 2007): 72-76. <https://doi.org/10.17796/jcpd.31.2.n462281458372u64>.

39. « Direct Pulp Capping With Mineral Trioxide Aggregate | Elsevier Enhanced Reader ». Consulté le 18 octobre 2022. <https://doi.org/10.14219/jada.archive.2008.0160>.

40. Abuelniel, Gihan Mohamed, Monty Singh Duggal, et Nihal Kabel. « A Comparison of MTA and Biodentine as Medicaments for Pulpotomy in Traumatized Anterior Immature Permanent Teeth: A Randomized Clinical Trial ». *Dental Traumatology* 36, n° 4 (août 2020): 400-410. <https://doi.org/10.1111/edt.12553>.

41. Atlan, Anthony, Quentin Dantan, et Guillaume Jouanny. « La technique monocône est-elle une technique d'avenir ? », 2015, 5.

42. Chybowski, Elizabeth A., Gerald N. Glickman, Yogesh Patel, Alex Fleury, Eric Solomon, et Jianing He. « Clinical Outcome of Non-Surgical Root Canal Treatment Using a Single-Cone Technique with Endosequence Bioceramic Sealer: A Retrospective Analysis ». *Journal of Endodontics* 44, n° 6 (juin 2018): 941-45. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2018.02.019>.

43. Zavattini, Angelo, Alan Knight, Federico Foschi, et Francesco Mannocci. « Outcome of Root Canal Treatments Using a New Calcium Silicate Root Canal Sealer: A Non-Randomized Clinical Trial ». *Journal of Clinical Medicine* 9, n° 3 (mars 2020): 782. <https://doi.org/10.3390/jcm9030782>.

44. Abusrewil, Sumaya M., William McLean, et J. Alun Scott. « The Use of Bioceramics as Root-End Filling Materials in Periradicular Surgery: A Literature Review ». *The Saudi Dental Journal* 30, n° 4 (1 octobre 2018): 273-82. <https://doi.org/10.1016/j.sdentj.2018.07.004>.
45. Serrano-Giménez, Mireia, Alba Sánchez-Torres, et Cosme Gay-Escoda. « Prognostic factors on periapical surgery: A systematic review ». *Medicina Oral, Patología Oral y Cirugía Bucal* 20, n° 6 (novembre 2015): e715-22. <https://doi.org/10.4317/medoral.20613>.
46. Bruesehaber, Martin, Clemens Bargholz, et Michael Hülsmann. « Mineral trioxide aggregate for root-end closure of non-vital immature permanent teeth: A retrospective study ». *ENDO (Lond Engl)* 10 (1 janvier 2016): 175-81.
47. Bezgin, Tuğba, et Hayriye Sönmez. « Review of Current Concepts of Revascularization/Revitalization ». *Dental Traumatology* 31, n° 4 (2015): 267-73. <https://doi.org/10.1111/edt.12177>.
48. Ding, Rui Yu, Gary Shun-pan Cheung, Jie Chen, Xing Zhe Yin, Qian Qian Wang, et Cheng Fei Zhang. « Pulp Revascularization of Immature Teeth With Apical Periodontitis: A Clinical Study ». *Journal of Endodontics* 35, n° 5 (mai 2009): 745-49. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.02.009>.
49. Sönmez, Is, A Akbay Oba, et M Erkmen Almaz. « Revascularization/Regeneration Performed in Immature Molars: Case Reports ». *Journal of Clinical Pediatric Dentistry* 37, n° 3 (1 avril 2013): 231-34. <https://doi.org/10.17796/jcpd.37.3.j6007761g8811453>.
50. Jeeruphan, Thanawan, Jeeraphat Jantararat, Kallaya Yanpiset, Lalida Suwannapan, Phannarai Khewsawai, et Kenneth M. Hargreaves. « Mahidol Study 1: Comparison of Radiographic and Survival Outcomes of Immature Teeth Treated with Either Regenerative Endodontic or Apexification Methods: A Retrospective Study ». *Journal of Endodontics* 38, n° 10 (octobre 2012): 1330-36. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2012.06.028>.
51. Martin, Adeline G, Prathima Gajula Shivashakarappa, Selvabalaji Arumugam, et Nandakumar Sundaramurthy. « Posts in Primary Teeth—Past to Present: A Review of Literature ». *International Journal of Clinical Pediatric Dentistry* 14, n° 5 (2021): 705-10. <https://doi.org/10.5005/jp-journals-10005-2034>.
52. Bhujel, « The Impact of Premature Extraction of Primary Teeth on the Subsequent Need for Orthodontic Treatment ».
53. Moretti, A. B. S., V. T. Sakai, T. M. Oliveira, A. P. C. Fornetti, C. F. Santos, M. A. A. M. Machado, et R. C. C. Abdo. « The Effectiveness of Mineral Trioxide Aggregate, Calcium Hydroxide and Formocresol for Pulpotomies in Primary Teeth ». *International Endodontic Journal* 41, n° 7 (juillet 2008): 547-55. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2008.01377.x>.
54. Rajasekharan, S., L. C. Martens, J. Vandenbulcke, W. Jacquet, P. Bottenberg, et R. G. E. C. Cauwels. « Efficacy of Three Different Pulpotomy Agents in Primary Molars: A Randomized Control Trial ». *International Endodontic Journal* 50, n° 3 (mars 2017): 215-28. <https://doi.org/10.1111/iej.12619>.

55. Main, C, N Mirzayan, S Shabahang, et M Torabinejad. « Repair of Root Perforations Using Mineral Trioxide Aggregate: A Long-Term Study ». *Journal of Endodontics* 30, n° 2 (février 2004): 80-83. <https://doi.org/10.1097/00004770-200402000-00004>.
56. Yildirim, Tahsin, Nimet Gençoğlu, Ibrahim Firat, Cem Perk, et Ozlem Guzel. « Histologic Study of Furcation Perforations Treated with MTA or Super EBA in Dogs' Teeth ». *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology* 100, n° 1 (1 juillet 2005): 120-24. <https://doi.org/10.1016/j.tripleo.2004.09.017>.
57. Patel, Shanon, Navid Saberi, Tiago Pimental, et Peng-Hui Teng. « Present Status and Future Directions: Root Resorption ». *International Endodontic Journal* 55, n° S4 (2022): 892-921. <https://doi.org/10.1111/iej.13715>.
58. « The Use of Calcium-Silicate Cements to Reduce Dentine Permeability | Elsevier Enhanced Reader ». Consulté le 27 octobre 2022. <https://doi.org/10.1016/j.archoralbio.2012.02.024>.
59. Gandolfi, Maria Giovanna, Farascioni Silvia, Pashley David H, Giorgio Gasparotto, et Prati Carlo. « Calcium Silicate Coating Derived from Portland Cement as Treatment for Hypersensitive Dentine ». *Journal of Dentistry* 36, n° 8 (août 2008): 565-78. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.03.012>.
60. Poggio, Claudio, Alberto Dagna, Matteo Ceci, Maria-Vittoria Meravini, Marco Colombo, et Giampiero Pietrocola. « Solubility and pH of bioceramic root canal sealers: A comparative study ». *Journal of Clinical and Experimental Dentistry* 9, n° 10 (1 octobre 2017): e1189-94. <https://doi.org/10.4317/jced.54040>.
61. Souza, Letícia Chaves de, Glauca Schuindt Teixeira Neves, Timothy Kirkpatrick, Ariadne Letra, et Renato Silva. « Physicochemical and Biological Properties of AH Plus Bioceramic ». *Journal of Endodontics* 49, n° 1 (1 janvier 2023): 69-76. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2022.10.009>.
62. Donnermeyer, David, Patrick Schemkämper, Sebastian Bürklein, et Edgar Schäfer. « Short and Long-Term Solubility, Alkalinizing Effect, and Thermal Persistence of Premixed Calcium Silicate-Based Sealers: AH Plus Bioceramic Sealer vs. Total Fill BC Sealer ». *Materials* 15 (19 octobre 2022). <https://doi.org/10.3390/ma15207320>.
63. Prati, Carlo, et Maria Giovanna Gandolfi. « Calcium Silicate Bioactive Cements: Biological Perspectives and Clinical Applications ». *Dental Materials* 31, n° 4 (avril 2015): 351-70. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.01.004>.

---

**SILICATES DE CALCIUM A PRISE HYDRAULIQUE, PROTOCOLE  
EXPERIMENTAL : INFLUENCE DE L'HYGROMETRIE SUR LA  
SOLUBILITE ET L'EXAPNSION DE PRISE**

---

**RESUME EN FRANÇAIS :** L'obturation canalair est une étape essentielle pour assurer la réussite d'un traitement endodontique. Les ciments de silicates de calcium dits biocéramiques présentent des propriétés bioactives intéressantes qu'il convient d'étudier.

**Objectifs :** Mettre en lien les variations de masse, l'expansion de prise et la formation de produits minéraux de la réaction de prise de ciments d'obturation de silicates de calcium sélectionnés pour leur solubilité importante. **Matériel et méthodes :** Des moules annulaires personnalisés imprimés en 3D sont remplis de trois ciments hydrauliques de silicate de calcium : Bioroot RCS (Septodont, France), AH Plus BC Sealer (Dentply Sirona, USA) et TotalFill BC RRM (FKG, Suisse) puis positionnés dans 3 milieux de prise et de conservation d'hygrométries croissantes (ambiante, 90%, immergés). Une mesure de la masse et une observation de face et de profil par stéréo microscopie sont réalisées après mélange, puis à 24 heures, 7 et 14 jours. **Résultats :** Dès 24 heures après le mélange, la masse des échantillons immergés a significativement augmenté, associée à une expansion de prise elle aussi significative et à un changement de l'état de surface accompagné de l'apparition de formations cristallines produits de la réaction de prise. Conservés à hygrométrie ambiante et 90% d'humidité, ce lien n'est pas significativement admis, hormis pour les échantillons de TotalFill BC RRM à 90% d'humidité. **Conclusion :** L'hygrométrie semble donc être un paramètre essentiel dans la libération du potentiel bio actif de ces ciments.

---

**TITRE EN ANGLAIS: HYDRAULIC CALCIUM SILICATES, EXPERIMENTAL  
PROTOCOL: INFLUENCE OF HYGROMETRY ON SOLUBILITY AND SETTING  
EXPANSION**

---

DISCIPLINE ADMINISTRATIVE : CHIRURGIE DENTAIRE

MOTS CLES : Endodontie, biocéramiques, ciment de silicates de calcium, bioactivité, solubilité, expansion de prise, hygrométrie

---

INTITULE ET ADRESSE DE L'UFR /

Université Toulouse III – Paul Sabatier

Faculté de santé – département d'odontologie 3 chemin des Maraîchers

31062 Toulouse Cedex 09

---

DIRECTRICE DE THESE : Dr Marie GURGEL-GEORGELIN