

---

---

**Produits dentaires — Essais d'adhésion à  
la structure de la dent**

*Dental materials — Testing of adhesion to tooth structure*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 11405:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-  
d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003)



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 11405:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003>

© ISO 2003

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2004

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction .....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Échantillonnage</b> .....	2
5 <b>Méthodes d'essai</b> .....	2
5.1 <b>Généralités</b> .....	2
5.2 <b>Essais de résistance à la rupture de la liaison</b> .....	2
5.3 <b>Essai de mesurage des défauts d'adaptation des bords pour l'adhésion à la dentine</b> .....	9
5.4 <b>Essai de microfuite</b> .....	10
5.5 <b>Essais d'utilisation clinique</b> .....	12
<b>Annexe A (informative) Méthodes d'essai pour le mesurage de la résistance à la rupture de la liaison</b> .....	13
<b>Bibliographie</b> .....	15

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO/TS 11405:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents normatifs:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO/TS 11405 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 106, *Art dentaire*, sous-comité SC 1, *Produits pour obturation et restauration*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO/TR 11405:1994), dont elle constitue une révision technique.

## Introduction

L'importance croissante de l'adhésion en médecine dentaire restauratrice a mis en évidence la nécessité d'informations sur les performances relatives des produits déclarés se lier à la structure de la dent. En l'absence d'épreuves cliniques comparatives, on a insisté sur l'évaluation en laboratoire de la résistance à la rupture de la liaison. Bien que cette résistance ne puisse laisser présager le comportement clinique exact, elle peut servir à des fins de maîtrise de la qualité des lots.

Les produits adhésifs sont utilisés dans de nombreux types de travaux de restauration et de prévention. Même si la sollicitation de la liaison peut, dans la plupart des cas, se définir comme une sollicitation à la traction, au cisaillement ou à une combinaison des deux, il n'existe pas d'essais de laboratoire ou cliniques spécifiques qui puissent être valides pour l'ensemble des diverses applications cliniques des produits adhésifs.

La présente Spécification technique a donc pour objectif de normaliser, dans la mesure du possible, différentes méthodes de laboratoire consistant à pouvoir fournir des preuves de l'effet ou de la qualité d'une liaison entre un produit dentaire et la structure de la dent. En acquérant de l'expérience avec un système spécifique, il convient de rechercher une corrélation entre la performance en laboratoire et la performance clinique des produits.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TS 11405:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO/TS 11405:2003](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003>

# Produits dentaires — Essais d'adhésion à la structure de la dent

## 1 Domaine d'application

La présente Spécification technique donne des conseils pour le choix, le stockage et la manipulation du substrat, et indique les caractéristiques essentielles des différentes méthodes d'essai permettant de vérifier la qualité de la liaison adhésive entre les produits dentaires restaurateurs et la structure de la dent, c'est-à-dire l'émail et la dentine. Elle décrit deux essais de mesurage de la résistance à la rupture de la liaison (traction et cisaillement), un essai de mesurage des défauts d'adaptation des bords autour des obturations et un essai de microfuite. Elle fournit en outre des recommandations sur les essais d'utilisation clinique de ces produits et indique quelques méthodes d'essai spécifiques de mesurage de la résistance à la rupture de la liaison.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 3823-1:1997, *Instruments rotatifs dentaires — Fraises — Partie 1: Fraises en acier et en carbure*

ISO 6344-1:1998, *Abrasifs appliqués — Granulométrie — Partie 1: Contrôle de la distribution granulométrique*

ISO 14155-1, *Investigation clinique des dispositifs médicaux pour sujets humains — Partie 1: Exigences générales*

ISO 14155-2, *Investigation clinique des dispositifs médicaux pour sujets humains — Partie 2: Plans d'investigation clinique*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent. Voir aussi les références [1] et [2] dans la Bibliographie.

### 3.1

#### **adhérer**

être en état d'adhérence

### 3.2

#### **adhérence**

état dans lequel deux surfaces sont maintenues ensemble par des forces interfaciales

### 3.3

#### **support**

corps qui est maintenu ou destiné à être maintenu en contact avec un autre corps par un adhésif

**3.4 adhésion**  
étant dans lequel deux surfaces sont maintenues en contact par des forces chimiques ou physiques, ou les deux, à l'aide d'un adhésif

**3.5 adhésif**  
substance capable de maintenir des produits en contact

**3.6 résistance à la rupture de la liaison**  
force par unité de surface nécessaire pour rompre un joint collé, la rupture apparaissant à l'interface adhésif/support ou à proximité

**3.7 microfuite**  
passage de substances, par exemple salive, ions, composés ou produits dérivés bactériens, entre une paroi de cavité et le produit restaurateur

**3.8 substrat**  
produit à la surface duquel un adhésif est étalé, par exemple pour les besoins de la liaison ou d'un revêtement

## 4 Échantillonnage

Il convient que la quantité de produit soumis à essai soit suffisante pour tous les essais prévus et que le produit provienne du même lot.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 11405:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003)

**5 Méthodes d'essai** <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298-d4e2b08107cc/iso-ts-11405-2003>

### 5.1 Généralités

Le présente Spécification technique décrit les caractéristiques essentielles de divers types d'essais:

- a) mesurages de la résistance à la rupture de la liaison en traction et en cisaillement;
- b) essai de mesurage des défauts d'adaptation des bords pour l'adhésion à la dentine;
- c) essai de microfuite;
- d) essais d'utilisation clinique.

Les caractéristiques spécifiques s'appliquant au choix, au stockage et à la manipulation du substrat sont décrites en détail, tandis que des lignes directrices sont données en ce qui concerne l'appareillage utilisé pour les mesurages de la résistance à la rupture de la liaison. Il n'est pas envisagé de recommander d'effectuer tous les essais sur chaque produit car certains essais ne seront pas appropriés. Toutefois, la qualité et la complexité d'un essai de laboratoire ne peuvent compenser le fait qu'un essai d'utilisation clinique doit apporter la preuve définitive des propriétés adhésives.

### 5.2 Essais de résistance à la rupture de la liaison

#### 5.2.1 Introduction

Les produits adhésifs sont utilisés dans la bouche à de multiples fins. Le choix de l'essai doit être effectué en fonction de l'utilisation prévue du produit. Le présente Spécification technique décrit deux types d'essais: à la traction et au cisaillement. De plus, elle décrit plusieurs variantes, telles que l'application en couche mince ou



en vrac, un séjour court ou long dans un environnement humide. Un ensemble d'essais peut être nécessaire pour évaluer correctement la résistance à la rupture de la liaison d'un produit. Lorsque la résistance à la rupture de la liaison doit être mesurée, les données brutes sont en unités de force (newtons). Il est nécessaire de les convertir en unités de pression (contrainte), c'est-à-dire en force par unité de surface (mPa). Le contrôle de l'aire et de l'aspect lisse de la surface d'application du produit adhésif est donc capital.

Il existe plusieurs appareils permettant de mesurer la résistance à la rupture de la liaison d'un système adhésif par traction ou par cisaillement. Les exigences à prendre en compte pour le choix d'un instrument convenant pour des éprouvettes de petite taille, parfois fragiles, sont les suivantes:

- la capacité de monter la dent ou l'éprouvette de produit dans l'appareil et la machine d'essai universelle sans appliquer de force (de traction, flexion, cisaillement ou torsion) sur l'éprouvette;
- une construction rigide, afin d'éviter toute déformation (ou déplacement) élastique de l'appareillage et du raccordement à la machine d'essai;
- pour l'essai de traction, la capacité d'appliquer une force lentement et régulièrement, et la capacité d'aligner l'éprouvette pour éviter une répartition inégale des contraintes pendant l'application de la force;
- pour l'essai de cisaillement, la capacité d'appliquer une force sur une zone bien définie de l'éprouvette, afin de garantir la position exacte de l'éprouvette pendant l'application de la force jusqu'à rupture, et afin d'avoir un minimum absolu de frottement pendant le déplacement de l'appareil d'application de la force (lame tranchante).

## 5.2.2 Substrat et stockage

### 5.2.2.1 Substrat

Pour le mesurage de la résistance à la rupture de la liaison, il convient d'utiliser des molaires/prémolaires humaines permanentes, ou des incisives mandibulaires de bovins âgés au maximum de 5 ans.

Lors du mesurage de la résistance à la rupture de la liaison à la dentine humaine, il est recommandé, pour réduire les différences, d'utiliser la dentine superficielle (c'est-à-dire aussi proche de l'émail que possible) au niveau de la surface buccale. Il est préférable d'utiliser la troisième molaire permanente de patients âgés de 16 ans à 40 ans, si cela est possible.

### 5.2.2.2 Laps de temps après l'extraction

Il est de plus en plus évident que des changements pouvant influencer sur les mesurages de la résistance à la rupture de la liaison se produisent dans la dentine après extraction. L'effet peut varier avec les différents types de produits de liaison. L'idéal serait de mesurer les résistances de liaison immédiatement après l'extraction, mais ce n'est généralement pas faisable. Il apparaît que les changements se produisent pour la plupart dans les premiers jours ou les premières semaines qui suivent l'extraction. Il convient donc d'utiliser les dents dans un laps de temps de 1 mois, mais au maximum de 6 mois, après l'extraction.

NOTE Les dents extraites depuis plus de 6 mois peuvent avoir subi des dégénérescences de la protéine de la dentine.

### 5.2.2.3 État des dents

Il convient que les dents humaines utilisées pour le mesurage de la résistance à la rupture de la liaison soient exemptes de carie et de préférence non restaurées. Toutefois, de petites restaurations superficielles qui ne se situent pas dans la zone d'essai d'adhésion peuvent être admises. Il convient de pas utiliser de dents précédemment dépulpées.

Il y a des indices qui suggèrent que différentes dents de la dentition peuvent donner des résultats différents en matière de liaison à la dentine et à l'émail. Il n'est pas possible de contrôler des variables telles que l'âge

du donneur, son passé culturel et alimentaire, son état de santé ou encore de normaliser la composition et la structure des dents.

#### 5.2.2.4 Stockage des dents

Immédiatement après l'extraction, il convient de laver soigneusement les dents à l'eau courante et, lorsqu'il s'agit de dents humaines, d'en retirer toute trace de sang et de tissu adhérent; il est préférable que cela soit fait par le praticien. En ce qui concerne le tissu mou de la chambre pulpaire des dents de bovins, il convient de le retirer mécaniquement.

Il y a lieu de placer ensuite les dents dans de l'eau distillée (qualité 3 selon l'ISO 3696) ou dans une solution bactériostatique/bactéricide à 0,5 % de chloramine-T trihydratée pendant une semaine au maximum et de les stocker ensuite dans de l'eau distillée, soit au réfrigérateur à une température nominale de 4 °C, soit au congélateur au-dessous de -5 °C. Afin de limiter au maximum la détérioration, il convient de remplacer périodiquement le milieu de stockage. Il est essentiel de n'utiliser aucun autre agent chimique car ils sont susceptibles d'être absorbés par la substance de la dent et de l'altérer.

#### 5.2.2.5 Préparation de la surface des dents

Une surface lisse, normalisée et reproductible est nécessaire. Il convient que la surface des dents soit maintenue humide en permanence. L'exposition à l'air de la surface d'une dent durant plusieurs minutes peut provoquer des modifications irréversibles de la nature de la liaison. La dentine est particulièrement sensible à la déshydratation.

Afin de contrôler la planéité et le biais de la surface pendant la préparation, il convient de placer la dent dans un support à l'aide d'un ciment dentaire pour modèle ou d'une résine durcissant à froid.

L'absorption de la résine et la chaleur de la polymérisation peuvent avoir une influence négative sur la dent. Utiliser une résine visqueuse à prise lente. Il convient d'obturer la chambre pulpaire des dents de bovins (par exemple à l'aide de cire) pour éviter toute pénétration de résine dans la dentine.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/048f6c61-5fc9-4017-9298->

S'assurer que la forme, les évidements, trous ou broches permanentes de la dent garantissent son maintien dans le support. Il convient que la partie de la dent destinée à être aplanie, polie et liée soit positionnée au-dessus de la face supérieure du support, de manière à pouvoir effectuer le polissage sans contaminer la surface de la dent avec du matériau de montage. Dès que possible, placer la dent montée dans de l'eau à  $(23 \pm 2)$  °C.

La résine prend sous l'eau. Les matériaux à base de plâtre prennent avec 100 % d'humidité relative.

Il convient de préparer une surface standard en la frottant, sous l'eau courante, au papier-émeri à base de carbure de silicium de grain P600 selon l'ISO 6344-1:1998 [grain moyen  $(25,8 \pm 1)$  µm].

Aplanir la surface exposée de la dent sur un papier humide au carborundum, fixé sur une surface dure et plane. Meuler jusqu'à ce que la surface soit plane et lisse à l'examen sous un grossissement de  $\times 2$ . Rejeter les dents ayant des perforations jusqu'à la chambre pulpaire.

#### 5.2.2.6 Application de l'adhésif

Il convient que la surface de la dent préparée pour l'application d'un produit adhésif soit préconditionnée selon les instructions du fabricant. En l'absence d'instructions, rincer à l'eau courante pendant 10 s et retirer l'eau visible à la surface à l'aide d'un papier-filtre ou d'un léger/bref jet d'air comprimé déshuilé immédiatement avant l'application du produit adhésif. Mélanger si nécessaire et appliquer le produit adhésif selon les instructions du fabricant. Il convient d'opérer à  $(23 \pm 2)$  °C et à  $(50 \pm 5)$  % d'humidité relative.

#### 5.2.3 Traitement des résultats

Les valeurs de résistance à la rupture de la liaison obtenues par essai de traction ou de cisaillement présentent généralement d'importants coefficients de variation (entre 20 % et 50 %) et il convient de procéder

à des essais statistiques selon une méthode appropriée. Si la variation excède 50 %, il est recommandé d'effectuer un contrôle approfondi de l'ensemble du mode opératoire.

Il convient de baser les résultats de résistance de la liaison sur des méthodes statistiques fiables et sur un nombre suffisant d'éprouvettes. Si la loi normale s'applique aux données, on peut calculer un écart-type et un coefficient de variation moyens. Les moyennes peuvent être comparées par analyse de la variance (ANOVA). Toutefois, très souvent la loi normale ne s'applique pas aux résultats des essais d'adhésion. Cependant, la probabilité de rupture, calculée à partir de la fonction de distribution de Weibull, fournit un bon moyen de comparaison de nombreux produits<sup>[3]</sup>. La force donnant 10 % de rupture ( $P_{f10}$ ) et celle donnant 90 % de rupture ( $P_{f90}$ ) sont des méthodes pratiques pour caractériser la résistance à la rupture d'une liaison. Un minimum de 15 éprouvettes est requis dans chaque groupe pour l'application des statistiques de Weibull.

## 5.2.4 Résistance de la liaison à la traction

### 5.2.4.1 Exigences générales

Pour la conception du matériel d'essai et la préparation des éprouvettes pour l'essai de résistance de la liaison à la traction, il convient de prendre en compte deux paramètres critiques:

- a) l'alignement des forces de traction appliquées à l'éprouvette;
- b) la délimitation claire de la zone de liaison.

### 5.2.4.2 Alignement

Il convient que l'appareillage d'essai assure l'alignement entre le substrat et le produit adhésif, c'est-à-dire que la force de traction soit appliquée selon un angle de 90° par rapport à la surface aplanie du substrat.

Il convient que l'appareillage et la tête de déplacement de la machine d'essai universelle soient reliés par une articulation à cardan, une chaîne ou un cordon.

### 5.2.4.3 Adhésif et/ou produit support en vrac

S'il est prévu d'appliquer l'adhésif en couche mince avec le produit support en vrac, ou si le produit adhésif doit être appliqué en vrac, il est important de limiter la zone de liaison. Pour cela, utiliser une cupule ayant une arête tranchante au contact de la surface de la dent et permettant de stabiliser le(s) matériau(x) pour qu'il(s) durcisse(nt) sur la surface de la dent.

Pour les adhésifs ou les produits supports durcissant à la lumière, il convient que la cupule laisse suffisamment passer la lumière (par exemple en étant partiellement ou totalement constituée d'un matériau transparent).

Lors de l'utilisation de cupules à usage multiple, enduire l'intérieur de la cupule d'un agent de démoulage. Éviter d'enduire le bord du support. Appliquer une mince couche de produit adhésif sur la surface de la dent. Remplir la cupule d'adhésif ou de produit support légèrement à l'excès et la placer fermement en position correcte sur la dent. S'assurer que la cupule de produit reste en contact avec la surface de la dent, dans l'alignement correct, au cours de la fixation. Il convient que la fixation de la cupule soit terminée dans les temps indiqués par le fabricant du produit adhésif.

### 5.2.4.4 Produit adhésif en couche mince et produit support sous forme de baguette préformée

Si l'on utilise une baguette préformée comme produit support, appliquer sur la surface aplanie de la dent un fin ruban de produit ne réagissant pas avec l'adhésif et comportant un trou de mêmes dimensions que la zone de contact de la baguette. Appliquer une mince couche de produit adhésif sur la surface de la dent, à l'intérieur du trou du ruban, et abaisser la baguette support au contact du produit adhésif, à l'intérieur du trou. Fixer la baguette dans la position et l'alignement exacts, et appliquer une force de 10 N sur le dessus pendant 10 s. Il convient d'effectuer l'ensemble de l'opération, de l'application du produit à la fixation de la baguette