

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
People's Democratic Republic of Algeria
The Minister of Higher Education and Scientific Research
ⵜⴰⴳⴷⴰⵏⵜ ⵏ ⵜⴰⵎⴳⴷⴰⵢⵜ ⵏ ⵜⴰⵎⴳⴷⴰⵢⵜ ⵏ ⵜⴰⵎⴳⴷⴰⵢⵜ ⵏ ⵜⴰⵎⴳⴷⴰⵢⵜ

ABOU BEKR BELKAID UNIVERSITY TLEMCEM
FACULTY OF MEDICINE- Dr. B. BENZERDJEB
PHARMACY DEPARTMENT



جامعة أبو بكر بلقايد - تلمسان
كلية الطب - د. ب. بن زرجب
قسم الصيدلة

**MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES POUR
L'OBTENTION DU DIPLÔME DE DOCTEUR EN PHARMACIE**

THÈME :

**Applications biomédicales et pharmaceutiques de la mesure de la tension
superficielle.**

Présenté par :
**SAIDI Imane
RABHI Amel**

Soutenu le
26-06-2024

Jury

Président :

Dr BRIXI NIGASSA Nawel

Maître de conférences A en Biophysique Médicale .

Membres :

Dr KRIM Latefa

Maître Assistante en Biophysique Médicale.

Dr BENCHACHOU Khadidja

Maitre Assitante en Hydrobromatologie

Encadrant :

Dr BENALLAL Bouchra

Maître de conférences B Biophysique Médicale .

Année universitaire : 2023-2024 .

Remerciements

Nous tenons à remercier tout d'abord ALLAH le tout puissant qui nous a donné le courage et la volonté pour mener ce modeste travail.

A notre encadreur, Dr Benallal Bouchra, Maitre-assistante en biophysique

Pour nous avoir accompagné tout au long de la rédaction de ce mémoire, Pour votre encadrement exemplaire, pour votre disponibilité sans faille et pour le temps que vous nous avez consacré à relire et améliorer notre travail.

Pour tout ceci, et bien plus encore, on vous est ~~sui~~très reconnaissantes.

A notre président de jury,

Dr Brixi Nigassa Nawel, Maitre-Assistante en Biophysique et chef de service de biochimie

Pour nous avoir fait l'honneur de présider ce jury de thèse, Permettez-nous de vous exprimer notre grand respect et notre profonde reconnaissance.

Aux membres du jury :

Dr KRIM Latifa, Maitre-Assistante en Biophysique Médicale.

Pour avoir pris de votre temps afin de participer avec sympathie à ce jury, Veuillez trouver ici l'expression de notre profonde gratitude et nos sincères remerciements.

Dr BENCHACHOU Khadidja, Maitre Assitante en Hydrobromatologie.

Vous nous avez honoré d'accepter de siéger parmi notre jury de mémoire.

Veillez trouver ici l'expression de notre profonde gratitude notre grand respect.

Remerciement de **L'équipe de professeur BENYELLES au département de Médecine dentaire** pour leur aide.

Dédicaces

Je dédie ce mémoire à...

A mes chers parents

Rabah et EMBOUAZZA Fadela

Vous m'avez tellement aidée et avez toujours cru en moi.

Ce travail est le fruit de vos sacrifices, Je vous le dédie en témoignage de mon profond amour.

A mes chères frères :

Rachid, Mohammed, Zakaria

A tous les membres de ma famille

Je vous remercie d'avoir toujours été à mes côtés et de m'avoir toujours soutenue.

Que Dieu préserve notre union et vous garde auprès de moi.

A tous mes collègues et amis

Imane, Donia, Rania.....

Je vous remercie pour votre aide et votre soutien, vous avez ensoleillé mon parcours.

RABHI Amel

Dans ce modeste travail je dédie :

Mes parents

A ma chère mère, Saidi Zohra, peu importe combien je te remercie, je ne pourrai pas te rendre la pareille . Merci beaucoup pour tout, pour ton soutien et ta patience avec moi durant ma étude.

A mon chère père, Saidi Ali, grâce à toi, j'ai acquis une compréhension du travail et de la responsabilité. Je souhaite exprimer ma gratitude pour ton affection, ta générosité et ta compréhension .Ton soutien m'a apporté une lueur dans toute ma trajectoire

A ma grande mère , Abba Mebrouka

A mon seul oncle , Saidi Abdellah

Mes frères Mohammed El Hadj, Abdelmounim et Ahmed , nous vous souhaitons tout le meilleur et le succès.

Mes petites soeurs: Ma belle Merieme , j'espère qu'elle deviendra professeur , et ma belle Israe j'espère qu'elle deviendra future Médecin

A tous ma famille Saidi de Adrar , Tlemcen et Oran.

A ma binome : Rabhi Amel

A mes de meilleurs amis :

*Rabha , le mot de « Merci » est trop petit pour vous, Merci de m'avoir encouragé tout au long de mon cursus , je veux que tu sois ophtalmologiste ou dermatologiste.

*Ma belle Khaoula la future pharmacienne, je te souhaite le meilleur et la réussite dans tes études.

* Meriem , khaoula, Bushra, Imane, Marwa, Om lakhir, Marwa, Khadija.Ahlam et Karima.

Saidi Imane

Table des matières

Remerciements	I
Dédicaces	II
Table des matières	IV
Liste des tableaux	IX
Liste des figures	X
Liste des abréviations	XII
Introduction Générale.....	1
Partie Théorique.....	3
I. Historique :	4
II. Définition de la tension superficielle :	5
III. Les forces de la tension superficielle :	6
III.1. Les Force de Wan der Walls :.....	6
III.2. Force de Kessom : Test d'orientation	6
III.3. Force de Debye :	7
III.4. Force de London : Force de dispersion.....	7
III.5. Force de répulsion :.....	7
IV. Energie de l'adhésion et cohésion de deux liquides :	8
IV.1. Interface Liquide-Liquide :	8
IV.2. Energie d'adhésion de deux liquides :	8
V. Mouillage et angle de contact :	10
VI. Conséquences de la tension superficielle :	11
VI.1. Différence de pression à travers un film superficielle :(loi de la place) :.....	11
VI.1.1. Bulle de savon :	13
VII. Les fonctions thermodynamique relative à la surface :	14
VII.1. Variation de la tension superficielle avec la température :	14
VII.1.1. Equation d'Eötvös :	14
VII.1.2. Relation empirique de Ramsay-Shields :.....	15
VII.1.3. La relation entre la tension superficielle et la viscosité :.....	15
VII.2. Relations de la tension superficielle avec la concentration :.....	16
VII.3. Mécanisme de l'adsorption positive :.....	19
VII.3.1. Modèle de Gibbs :.....	19

Table des matières

VII.3.2. Mesure de l'aire moléculaire :	20
VIII. Mesure de la tension superficielle :	21
VIII.1. Méthode de la goutte pendante ou de la bulle montante :	21
VIII.2. Méthode du stalagmomètre :	22
VIII.3. Méthode de l'anneau de DU Nöuy :	23
VIII.4. Méthode de la plaque selon Wilhelmy :	25
VIII.5. Méthode de la goutte pesée :	25
IX. Les domaines d'application de la tension superficielle en pharmacie :	26
Chapitre 02 : les produits pharmaceutiques destinés à la médecine dentaire	28
I. Généralités :	29
II. L'adhésion et l'adhérence :	30
II.1. Définition :	30
L'adhésion :	30
L'adhérence :	30
II.2. Les théories d'adhésion :	30
II.2.1. La théorie d'ancrage mécanique :	30
II.2.2. La théorie électrique :	31
II.2.3. La théorie de la diffusion / inter-diffusion :	31
II.2.4. La théorie thermodynamique :	32
II.3. L'adhérence à la dent :	32
II.3.1. Au niveau de l'émail :	32
II.3.2. Au niveau de la dentine :	33
III. Les adhésifs :	33
III.1. Définition :	33
III.2. Classification :	33
III.2.1. L'approche historique :	33
III.2.2. L'approche rationnelle :	35
IV. Les Résines composites :	36
IV.1. Définition :	36
IV.2. Classification :	37
IV.2.1. En fonction de la taille :	37
IV.2.2. En fonction de mode de polymérisation :	39
IV.2.3. En fonction de la viscosité :	41

Table des matières

Partie pratique.....	44
Chapitre I : Matériels et méthodes	45
I. Les objectifs :	46
I.1. Objectif principal :	46
I.2. Objectif secondaire :	46
II. Matériels et méthodes :	46
II.1. Type d'étude :	46
II.2. Lieu d'étude :	46
II.3. Période d'étude :	46
III. Mesure de la tension superficielle	47
III.1. Les matériels :	47
III.1.1. Balance électronique :	47
III.1.2. Pipette à usage unique de type pasteur :	47
III.1.3. Thermomètre numérique :	48
III.1.4. La plaque chauffante :	48
III.1.5. Les béchers :	50
III.1.6. Erlenmeyer :	50
III.1.7. La fiole jaugée :	51
III.1.8. Spatule :	51
III.2. Les réactifs :	51
III.2.1. L'eau distillée :	52
III.2.2. Acétone :	52
III.2.3. Ethanol :	53
III.2.4. Méthanol :	53
III.2.5. Eau de javel :	54
III.2.6. Hydroxyde de calcium :	54
III.2.7. Iodure de potassium :	55
III.2.8. Eau oxygéné :	55
III.3. Le mode opératoire :	55
Préparation des solutions :	55
IV. Evaluation de l'adhésion inter faciale entre l'émail et les adhésifs universels... 56	
Matériels et méthodes :	56
Période d'étude :	56

Table des matières

Critère d'inclusion :	56
Critère de non inclusion :	56
IV.1. Matériels :	56
IV.1.1. L'émail :	56
IV.1.2. Les adhésifs :	57
IV.1.3. Ph-mètre :	58
IV.2. Mode de préparation :	59
IV.2.1. Préparation de poudre de l'émail :	59
IV.2.2. Les titrations :	59
IV.2.3. Dosage de calcium :	59
Chapitre II : Résultats	62
I. Détermination de la tension superficielle :	63
I.1. Tension superficielle de l'eau :	64
I.2. La tension superficielle de l'acétone, l'éthanol et le méthanol :	64
I.3. Tension superficielle de l'eau oxygéné, KI, l'eau de javel à température ambiante :	65
I.4. Evaluation de l'effet tensioactif à température ambiante :	66
I.5. Evaluation de l'effet tensioactif sur à température ambiante :	67
II. Évaluation de l'adhésion interfaciale entre l'émail dentaire et les adhésifs universels :	67
II.1. Ph :	67
II.2. Calcium :	69
Chapitre III : Discussion	71
I. Mesure de la tension superficielle :	72
I.1. L'eau distillée :	72
I.2. Acétone :	72
I.3. Ethanol :	73
I.4. Méthanol :	73
I.5. Hypochlorite de sodium :	73
I.6. Hydroxyde de calcium :	73
I.7. Iodure de potassium :	73
I.8. Eau oxygéné :	74
I.9. L'effet tensioactif :	74

Table des matières

II. Évaluation de l'adhésion :	75
II.1. Mesure de Ph :	75
II.2. Dosage de calcium :	77
III. Limites de l'étude.....	80
Conclusion.....	81
Références bibliographiques	83

Liste des tableaux

Tableau 1 : tensions superficielles de quelques liquides purs à différentes températures[9].	- 14
Tableau 2 : valeurs deIP pour certains composés organiques[13].	----- 16
Tableau 3 : compositions des adhésifs testés.	----- 57
Tableau 4 : Les résultats de tension superficielle des produits utilisés.	----- 63
Tableau 5 : Les valeurs de Ph de mélange de l'email et l'adhésif de 8 ^{ème} génération	----- 68
Tableau 6 : Les valeurs de Ph de mélange de l'email et l'adhésif de 2 ^{ème} génération :	----- 68
Tableau 7 : variations des valeurs du Ph observé avec les adhésifs testés au contact de poudre d'email 15 min.	----- 69
Tableau 8 : Les valeurs du calcium dissous en fonction du temps de contact de l'adhésif de 8 ^{ème} génération avec les poudres d'email.	----- 69
Tableau 9 : Les valeurs du calcium dissous en fonction du temps de contact de l'adhésif de 8 ^{ème} génération avec les poudres d'email.	----- 69
Tableau 10 : variation de calcium à t=15min de contact des adhésifs testés avec la poudre l'email.	----- 70

Liste des figures

Figure 1 : Origine microscopique de la tension superficielle [6].....	6
Figure 2 : Potentiels d'interaction entre deux molécules en fonction de leur distance[8].....	7
Figure 3 : Illustration de deux types de mouillage[9].	11
Figure 4 : Gouttelette d'eau dans l'air : illustrations des grandeurs intervenant dans la Loi de La place[6].....	13
Figure 5 : bulle de savon [10].....	13
Figure 6 : Accumulation du soluté au fond de la solution : sédimentation[12].	17
Figure 7 : Accumulation du soluté à la surface du liquide : Flottation[12].	18
Figure 8 : Effet de la concentration NaCl , C ₁₁ H ₂₃ CO ₂ Na et C ₁₂ H ₂₅ SO ₄ Na sur la tension superficielle de l'eau[3].....	18
Figure 9 : Répartition en surface des composés tensioactifs [12].	19
Figure 10 : Variation de la concentration en fonction de la concentration[1].....	20
Figure 11 : Notation utilisée pour décrire la forme d'une goutte pendante[16].....	22
Figure 12 : goutte en équilibre [17].....	22
Figure 13 : le physicien français Pierre Lecomte DU Nöuy (1883-1947)[19].....	24
Figure 14 : un torsionmètre[20]	24
Figure 15 : représentation schématique de la méthode de plaque selon wilhelmy[22].....	25
Figure 16 : Modèle de l'ancrage mécanique. la colle doit recouvrir parfaitement la surface du solide(a) afin d'éviter les bulles d'air (b)[32].	31
Figure 17 : Modèle électrostatique du condensateur plan [32].	31
Figure 18 : Modèle de l'inter-diffusion au travers de l'interface entre un polymère et un autre (l'un des polymères peut être une colle). [32].....	32
Figure 19 : Représentation schématique de la structure interne d'une résine composite A [37]	36
Figure 20 : Schéma de la composition et taille des particules des différents composites [39].	37
Figure 21 : Schéma de la structure d'un composite micro chargé hétérogène. Les complexes	39
Figure 22 : Cliché MEB de la surface non polie d'un composite micro chargé hétérogène, D'après Dietschi D. et Spreafico [40].	39
Figure 23 : Représentation schématique de la chémo-polymérisation [44]	40
Figure 24: Représentation schématique de la photopolymérisation [44].....	41
Figure 25 : balance de précision.....	47

Liste des figures

Figure 26 : pipette en plastique.	47
Figure 27 : thermomètre numérique.	48
Figure 28 : plaque chauffante.	49
Figure 29 : bécher en verre gradué.	50
Figure 30 : Fiole erlenmeyer graduée en verre.	50
Figure 31 : fiole jaugée.	51
Figure 32 : spatule double.	51
Figure 33 : eau distillée.	52
Figure 34: acétone (99.8%)	52
Figure 35 : éthanol (96%).	53
Figure 36 : méthanol (99.8%).	53
Figure 37 : eau de javel.	54
Figure 38 : hydroxyde de calcium poudre.	54
Figure 39 : L'adhésif de scotchbond	57
Figure 40 : L'adhésif de iperbondmax	57
Figure 41 : Ph-mètre de marque (Hanna instruments).	58
Figure 42 : Centrifugeuse de laboratoire HuMax 14k.	60
Figure 43 : l'échantillon de dosage.	60
Figure 44 : Matériel d'analyse siemens ADVIA 1800.	60
Figure 45 : Variation de la tension superficielle de l'eau en fonction de température.	64
Figure 46 : la tension superficielle de l'acétone, l'éthanol et le méthanol à la température ambiante.	64
Figure 47 : la tension superficielle de l'eau oxygéné, KI, et l'eau de javel à la température ambiante.	65
Figure 48 : Tension superficielle de l'action tensioactif à température ambiante.	66
Figure 49 : L'effet tensioactif de l'hypochlorite de sodium, l'eau oxygéné et l'hydroxyde de calcium sur l'eau à température ambiante.	67
Figure 50 : Variation de Ph des adhésifs universels au contact des poudres d'émail en fonction de temps.	68
Figure 51 : Variation de calcium absorbé des adhésifs universels en fonction de temps de contact avec l'émail.	70

Liste des abréviations

C	Concentration
Cs	Concentration de surfactant
D	densité de liquide
DR	Différence entre rayon de courbure
Dr	Rayon de la goutte
G	Accélération de pesanteur
I	Constance, viscosité de constitution
K	Constant d'énergie
M	Masse moléculaire
M	masse moléculaire
η	Viscosité
P	Pression de la goutte
P	Parapher
Pe	Pression extérieur
Pi	Pression intérieur
R	Rayon de courbure
r	Distance de molécule
R_1, R_2	Rayons de courbures
Tc	température critique
Ti	Excès de surface de composant «i »

Liste des abréviations

U_i	Potentiel chimique
V	Volume de la goutte
v	Volume spécifique
W_{AA}	Travail de liquide A
W_{AB}	Travail de AB
W_{ad}	Travail d'adhésion
W_c	Travail de cohésion
W_{ext}	Travail extérieur
W_{int}	Travail intérieur
W_p	Travail de goutte
W_{ts}	Travail de la force de tension superficielle
ΔE	Différence d'énergie
ΔS	Air de surface
σ	Tension superficielle
σ_A	Tension superficielle de liquide A
σ_{AB}	Tension superficielle de AB
σ_{AB}	Tension superficielle de AB
σ_B	Tension superficielle de liquide B
σ_l	Tension superficielle de liquide
θ	Angle de contact

Introduction Générale

Introduction Générale

L'étude des surfaces est cruciale car tout corps liquide ou solide interagit avec son milieu ambiant à travers une surface qui le délimite, qui est considérée comme la partie "extérieure" de ce liquide ou solide. En conséquence, les atomes à la surface présentent une coordination moins complète que ceux au cœur du système, ce qui donne à la surface des propriétés très spécifiques. En fait, la physicochimie des surfaces ne dépend que de quelques couches atomiques superficielles ; cette épaisseur de surface qui nous intéresse ne dépasse pas la vingtaine d'Angstrom. [1]

En réalité, nous aborderons toujours l'interface entre deux phases ; généralement, les propriétés d'une interface seront influencées par les changements physiques ou chimiques dans l'une ou l'autre des deux phases impliquées. Nous discuterons de toutes les interfaces possibles entre les trois états de la matière : solide, liquide et gaz, à différents degrés de détail. Les contraintes imposées par la surface provoquent des phénomènes fascinants à ces interfaces.[2]

Une condition générale pour l'existence d'une interface stable entre deux phases est l'énergie libre de formation de l'interface ; si elle était négative ou positive ou nulle , les fluctuations entraîneraient une dispersion complète d'une phase dans une autre .[2]

Depuis le 19^{ème} siècle, les surfaces et les interfaces ont été étudiées, avec l'introduction de la notation de tension superficielle (T.S) par la place. De nos jours, l'analyse des caractéristiques physico-chimiques des surfaces et des interfaces revêt une grande importance dans divers domaines tels que : L'interface(catalyseur-gaz et/ou liquide)est appelée catalyse, l'électrochimie (interaction entre un métal et une solution, électrolyse, piles sèches,...)et l'électronique (les jonctions,...) . [3]

Concernant l'évaluation des produits pharmaceutiques il y a plusieurs facteurs à considérer dans les propriétés physicochimiques et la tension superficielle n'est pas un paramètre à négliger.

En médecine dentaire, les adhésifs dentaires jouent un rôle crucial dans la réussite des restaurations dentaires. Ils permettent l'adhésion des matériaux de restauration aux structures dentaires naturelles, La sélection d'un adhésif dentaire approprié dépend de plusieurs facteurs, parmi lesquels l'adhésion et la tension superficielle des produits dentaires sont essentiels.

Partie Théorique

I. Historique :

Il est courant d'affirmer qu'un liquide prend la forme du récipient qui le renferme. Ce n'est pas vraiment exact ! Effectivement, un petit volume de liquide peut prendre la forme d'une goutte : Une La présence d'une goutte d'huile dans l'eau ou d'une bulle de savon crée une sphère parfaite, lisse et très lisse.

Il est démontré par ces exemples que la surface d'un liquide est similaire à une membrane tendue, avec une tension de surface ou une tension superficielle qui s'oppose à ses discontinuités.

Les forces capillaires utilisées sont remarquables : elles permettent de comprendre la structure des gouttes et des bulles, ainsi que la formation de mousses, la surfusion, la montée d'un liquide dans un capillaire très fin, et de comprendre pourquoi les insectes se déplacent sur l'eau plutôt que sur une mare polluée avec du détergent.

La capillarité consiste à examiner les interactions entre deux liquides qui ne peuvent pas se mélanger ou entre un liquide et l'air. Ces interfaces ont la capacité de se déplacer et de se déformer afin de réduire leur énergie de surface.

Le phénomène de capillarité est déjà évoqué par Léonard de Vinci qui suppose que l'existence des sources en montagne est associée à un réseau de fins capillaires capables de faire monter l'eau.

Le physiologiste anglais James Jurin (1684-1750) confirme que le rayon d'un tube capillaire est inversement proportionnel à la hauteur atteinte par un liquide[4].

L'expérience, appelée d'après JURIN, 1717, basée sur les observations de HAUKSBEER, 1709 et motivée par la célèbre Query 31 du traité Opticks (NEWTON, 1704/1718), trouve une version commune dans l'ascension de l'eau dans un sucre : c'est souvent notre premier contact, reconnu comme tel, avec la capillarité.

L'ascension du liquide nous indique la présence d'une action spécifique appelée capillaire, contre l'action de la gravité, en cas d'explication pas si triviale. Elle nous apprend que cette action, qui prend souvent la forme d'une force, peut surpasser la gravité jusqu'à une certaine taille.

Partie Théorique

Au début du XIXe siècle, cette discipline a connu un essor grâce à Pierre Simon de Laplace (1749-1827) et Thomas Young (1773-1829), qui ont mesuré la surpression dans les gouttes causée par la tension superficielle, qui peut dépasser la pression atmosphérique normale![4]

Pierre-Gilles de Gennes, né à Paris en 1932 et décédé en 2007, est un physicien français, prix Nobel de physique en 1991, qui s'est spécialisé dans le comportement d'une goutte d'eau et a étendu les études sur la capillarité[4].

L'interprétation énergétique permet finalement, avec succès et en invalidant l'hypothèse d'une « couche superficielle » plus épaisse qu'une molécule, de donner à la tension de surface un ordre de grandeur (ADAMSON & GAST, 1997). Pour $k_B T$ l'échelle d'énergie thermique, du même ordre de grandeur que les interactions moléculaires dans le liquide (k_B est la constante de Boltzmann, T la température thermodynamique), à appliquer sur la surface d^2 , avec d la taille typique moléculaire (entre l'angström et le nanomètre), la tension de surface est évaluée aux températures courantes entre 1 et 100 mJ m^{-2} . Soit la valeur de la tension de surface pour les liquides usuels.

Instabilité de Savart-Plateau-Rayleigh-Weber-Eggers

RAYLEIGH, 1878, a mis en équation l'instabilité linéaire en donnant le taux de croissance $q(k)$ d'une perturbation à la longueur d'onde $\lambda = 2\pi/k$. Il s'agit d'une longueur d'onde spécifique λ . Ce mode est extrêmement instable, c'est pourquoi les perturbations augmentent le plus rapidement.

WEBER, 1931, analyse la situation en prenant en compte des tranches uniformes de fluide et une approximation qualifiée d'ondes longues. Le formalisme permet en particulier la prise en compte de corrections visqueuses et, envisagé sur une période plus longue, la prédiction de la dynamique de pincement, appelée pincement en anglais, qui est responsable de la séparation de la colonne de fluide en fragments. (EGGERS, 1999)[5].

II. Définition de la tension superficielle :

La tension superficielle est une force présente à l'interface entre deux milieux différents. La tension entre deux milieux identiques, tels que deux solides, deux liquides ou même un

Partie Théorique

liquide et un solide est appelée : la tension interconnectée un liquide et un solide est généralement appelée : la tension interrassiale.

Les interactions moléculaires à sa surface provoquent la cohésion. Alors que les forces intermoléculaires n'ont pas de directions préférentielles dans le volume du matériau, les effets de cohésion sont beaucoup plus importants à l'interface avec une autre phase[1].

Les molécules proches de la phase extérieure, comme illustré dans la (Figure 01). La courbure des liquides et la formation de ménisques sont expliquées par la force des molécules situées sur la couche de surface qui pointent vers l'intérieur du volume, perpendiculairement à la surface [5].

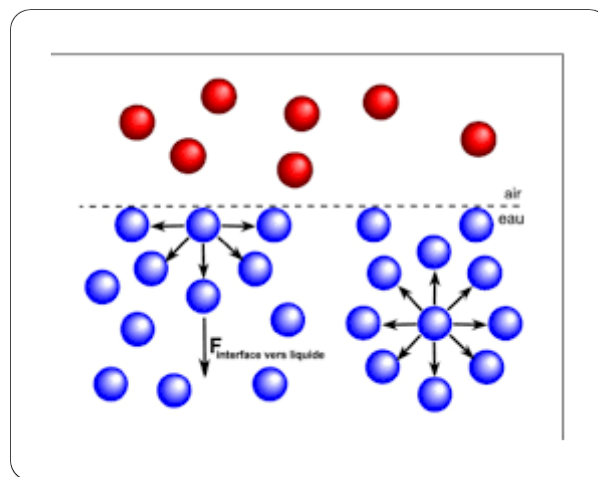


Figure 1 : Origine microscopique de la tension superficielle [6]

III. Les forces de la tension superficielle :

III.1. Les Force de Wan der Walls :

Elles sont de nature électrostatique, due effet de distribution instantanée des électrons autour des atomes, elles englobent :[7]

III.2. Force de Kesson : Test d'orientation

Si les molécules de la phase liquide ont un dipôle permanent (par exemple, alcool, eau...), une interaction s'établit entre les dipôles U_1 et U_2 situés à une distance r . Les dipôles s'alignent pour réduire l'énergie en l'absence de contrainte extérieure.

III.3. Force de Debye :

Debye a eu l'idée d'ajouter les forces des dipôles induits aux forces de Keesom. Un champ électrique est créé dans le voisinage d'une molécule dipolaire. Les molécules polarisées par ce champ électrique sont attirées par les molécules polaires.

III.4. Force de London : Force de dispersion

Londres eut l'idée que les molécules non polaires pouvaient présenter un moment dipolaire à chaque instant en raison du mouvement relatif des électrons et des noyaux. Si la molécule a un moment dipolaire nul en moyenne, elle a toujours un moment électrique qui agit sur ses voisines. Elle y crée des forces d'attraction et des dipôles induits.

III.5. Force de répulsion :

Dès que les orbitales moléculaires tendent à s'interpénétrer, des forces de répulsion prédominent à très courte distance à ces forces d'attraction.

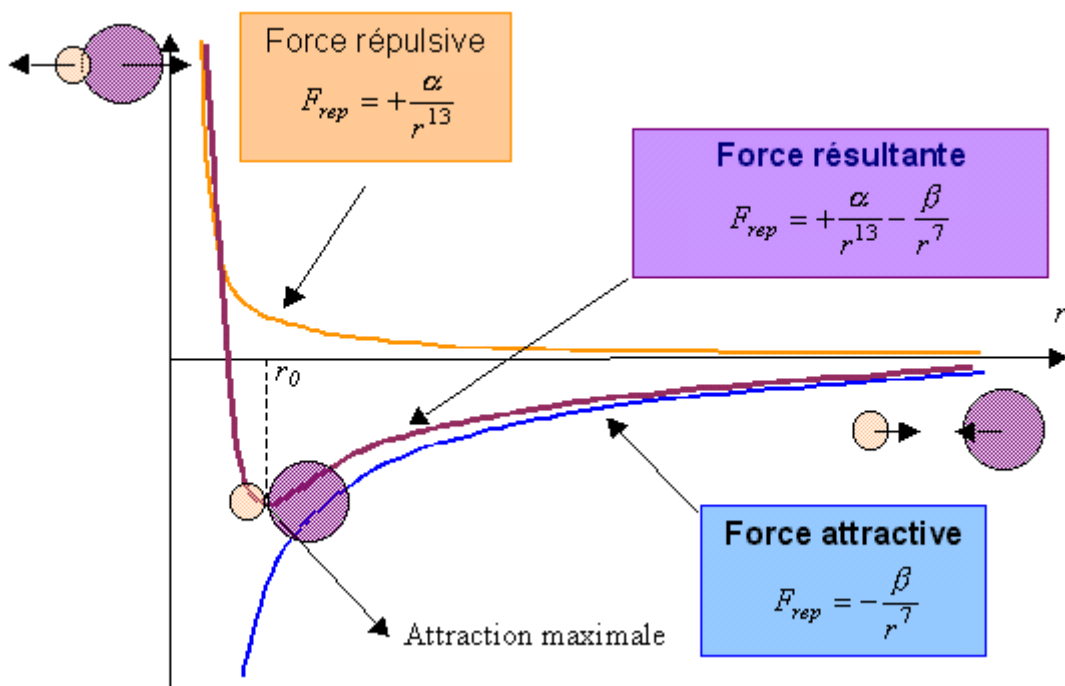


Figure 2 : Potentiels d'interaction entre deux molécules en fonction de leur distance[8].

IV. Energie de l'adhésion et cohésion de deux liquides :

IV.1. Interface Liquide-Liquide :

Une interface liquide (A)-liquide (B) d'aire ΔS possède une énergie :

$$\Delta E = \gamma_{AB} \cdot \Delta S$$

La tension interfacielle est plus grande que les liquides A et B sont moins miscibles, Donc les liaisons intermoléculaires A B sont moins fortes ; le cas correspond à la miscibilité parfaite.

IV.2. Energie d'adhésion de deux liquides :

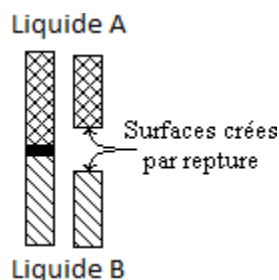
C'est l'ensemble de phénomènes physiques et/ou chimiques qui se produisent lorsque deux surfaces entrent en contact.

L'adhésion est liée à l'adhésivité (aptitude à créer des forces d'interaction entre deux surfaces), état de surface des deux constituants (surface spécifique, porosité, sites actifs, pollution) et mouillabilité.

Les forces d'adhésion des matériaux sont les liaisons interatomiques (fortes liaisons chimiques) ou intermoléculaires (faibles liaisons "physiques").

Le travail d'adhésion entre deux liquides non miscibles : est l'énergie nécessaire pour séparer une unité de surface de l'interface entre les deux liquides en deux surfaces liquide-vapeur, c'est l'énergie nécessaire pour séparer deux liquides sur une surface d'un mètre carré.

En faisant cela, On réduit l'interface d'un mètre carré et crée une unité de surface d'interface liquide-gaz pour chacun des liquides A et B. Le quotient d'une énergie par une surface au point de vue dimensionnel.



Partie Théorique

Le travail d'adhésion est défini par :

$$W_{AB} = \gamma_A + \gamma_B - \gamma_{AB} \Rightarrow W_{ad} = \gamma_A + \gamma_B - \gamma_{AB}$$

Cette même relation reste valable dans le cas du travail de cohésion d'un liquide pur, car il représente le travail de ce liquide avec lui-même.

$$W_{AA} = \gamma_A - W_A - 0 \Rightarrow W_c = 2 \cdot \gamma_A = 2 \cdot \gamma_L [1]$$

V. Mouillage et angle de contact :

La capacité d'un liquide à s'étaler sur une surface et un liquide stable est connue sous le nom de mouillabilité. Si la surface de l'eau est recouverte d'un liquide, elle est considérée comme hydrophile, tandis que si la surface est recouverte d'un liquide, elle est considérée comme hydrophobe[2].

Lorsque l'on dépose un liquide sur un support solide, trois phases (solide, liquide, Gaz) sont en présence, et donc trois interfaces auxquelles sont associées trois tensions de surface traduisant les affinités relatives des différentes phases entre elles. Suivant les valeurs relatives de ces tensions de surface, le système peut avoir énergétiquement intérêt à recouvrir tout le solide d'un film de liquide (si le contact entre liquide et gaz et entre liquide et solide est plus favorable que le contact solide-gaz).

On parle donc dans ce cas de mouillage totalDonc que le **liquide mouille parfaitement** le solide. ($\theta = 0^\circ$)

Si au contraire la création d'interface liquide-gaz est défavorisée, le liquide ne s'étale que sur une partie de la surface. On parle alors de mouillage partiel Donc le **liquide mouille imparfaitement** le solide. ($\theta < 90^\circ$)[9]

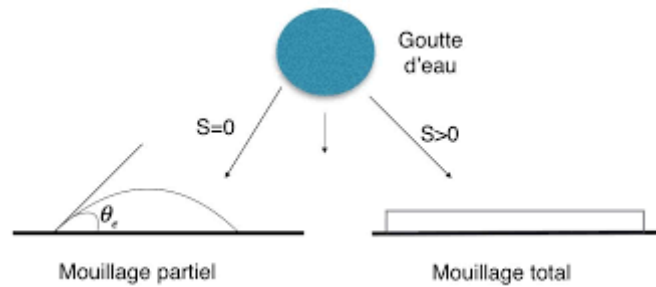


Figure 3 : Illustration de deux types de mouillage[9].

VI. Conséquences de la tension superficielle :

La tension superficielle peut également être considérée comme une force par unité de longueur, bien qu'elle soit considérée comme une énergie libre par unité de surface. Deux exemples de servo pour étayer ces idées. Pensez à[2] :

VI.1. Différence de pression à travers un film superficielle :(loi de la place) :

Lorsque la frontière physique entre un liquide et un gaz est une surface courbe, les pressions sont différentes. La loi de Laplace relie cette différence de pression à la constante de tension superficielle .

Par conséquent, il y a une surpression à l'intérieur de la sphère. La pression interne P_i est supérieure à la pression externe (P_e) en raison de l'existence de cette bulle. En prenant un élément de surface de la bulle, calculons

$$(P_i - P_e).$$

En fonction de R et de γ , on peut calculer la différence

$$P_i - P_e = p$$

En utilisant la loi de Laplace.

Le volume d'une goutte augmente de

$$S.dr = 4 \pi R^2 dR$$

Où S est la surface de la goutte[1].

Partie Théorique

Ainsi, le travail élémentaire total des forces de pression est donné par :

$$\gamma WP = \gamma W_{int} + \gamma W_{ext}$$

Par définition, nous avons

$$W = P \times V.$$

Quand $W < 0$, le travail est cédé par les systèmes

Et quand $W > 0$, le travail est reçu par le système (c'est une convention des signes). Il vient :

$$\gamma WP = P_{int} \times \gamma V - P_{ext} \times \gamma V$$

$$\gamma WP = P_{int} 4 \pi r^2 dr - P_{ext} 4 \pi r^2 dr$$

$$\gamma WP = (P_{int} - P_{ext}) 4 \pi r^2 dr$$

D'un autre côté, nous avons aussi le travail des forces de tension de surface :

$$\gamma W_{TS} = \gamma dA = 8 \pi r dr$$

À l'équilibre (existence de la goutte), les deux travaux sont égaux, soit :

$$\gamma W_p = \gamma W_{ts}$$

Donc :

$$(P_{int} - P_{ext}) 4 \pi r^2 dr = 8 \pi r dr$$

On retrouve ainsi, là l'équation de *Laplace*

$$(P_{int} - P_{ext}) = 2 \gamma / r$$

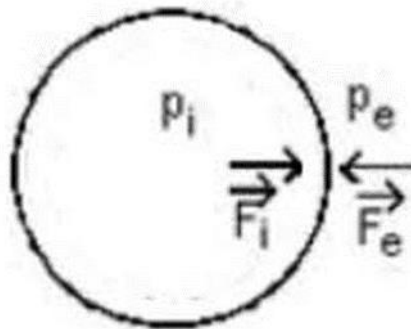


Figure 4 : Gouttelette d'eau dans l'air : illustrations des grandeurs intervenant dans la Loi de La place[6].

VI.1.1. Bulle de savon :

Une bulle de savon est un film sphérique mince possédant deux surfaces de séparation

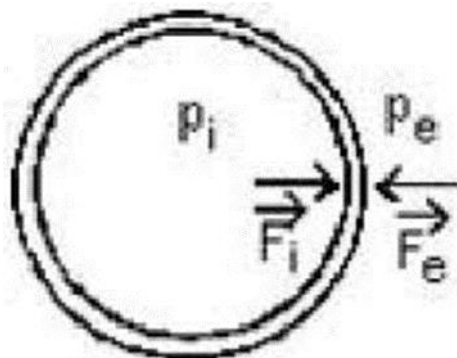


Figure 5 : bulle de savon [10].

$$P_s - P_e = 2\gamma / R$$

$$\Delta P = P_i - P_e = 4\gamma / R$$

Si R augmente, $P_i - P_e$ diminue : la pression est plus grande dans une petite bulle que dans une grande. En conséquence, si on met deux bulles en contact, la plus petite va se dégonfler dans la plus grande[9] .

VII. Les fonctions thermodynamique relative à la surface :

L'approche de Gibbs est en effet pertinente pour modéliser les systèmes d'interface fluide à petites échelles , en prenant en compte la composition chimique de l'interface. Cela permet une meilleure compréhension des interactions entre les composants , en appliquant les principes de la thermodynamique dans des conditions plus générales avec la présence d'un deuxième composant[1].

VII.1. Variation de la tension superficielle avec la température :

Lorsque la température augmente , les molécules dans un liquide absorbent plus d'énergie thermique , entraînant une augmentation de leur agitation. Cela conduit à une diminution des forces d'attraction entre les molécules à la surface du liquide , ce qui à son tour réduit la cohésion à la surface et diminue la tension superficielle[9].

Liquide \ T°C	0	20	40	60	80	100
Eau	75,64	72,75	69,56	66,18	62,61	58,85
Benzène	31,6	28,9	26,3	23,7	21,3	
Toluène	30,74	28,43	26,13	23,81	21,53	19,39
Tétrachlorure de carbone		26,8	24,3	21,9		
Méthanol	24,5	22,65	20,9			15,7
Éthanol	24,05	22,27	20,6	19,01		
Acétone	26,21	23,7	21,16	18,6	16,2	

Tableau 1 : tensions superficielles de quelques liquides purs à différentes températures[9].

VII.1.1. Equation d'Eötvös :

À des températures plus élevées, l'agitation thermique augmente , ce qui réduit les forces de cohésion intermoléculaire ,cela affaiblit la force qui attire les molécules vers l'intérieur, ce qui conduit à une diminution de la tension superficielle .

La température critique représente le point où la tension superficielle s'annule car les forces de cohésion sont minimisées ,en dehors de cette température critique ,plus le liquide est éloigné de sa température critique plus sa tension superficielle est élevée en raison d'une plus grande cohésion moléculaire.

Partie Théorique

Eötvös propose une équation de la forme :

$$\gamma \left(\frac{M}{D} \right)^{\frac{2}{3}} = K(T_c - T)$$

- γ : La tension superficielle
- M : La masse molaire
- D : Densité de liquide
- T_c : la température critique
- T : La température
- K : Constante d'Eötvös [11] est une valeur constante tel que :
- $K = 2,1 \cdot 10^{-7} \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-2/3}$; pour les liquide.
- $K = 0,7 \text{ à } 1,5 \cdot 10^{-7} \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-2/3}$; pour les alcools .
- $K = 0,9 \text{ à } 1,7 \cdot 10^{-7} \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-2/3}$; pour les acides organiques.
- $K = 2 \cdot 10^{-7} \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-2/3}$; pour les gaz comme Ar, N₂, CO , Cs.....ect[3].

VII.1.2. Relation empirique de Ramsay-Shields :

Ramsay-Shields ont proposé la relation suivante :

$$\frac{\gamma_1(x.M.V_1)^{\frac{2}{3}} - \gamma_2(x.M.V_2)^{\frac{2}{3}}}{T_2 - T_1}$$

- γ : la tension superficielle
- M : la masse moléculaire
- V : volume spécifique
- T : la température
- x : le degré d'association, pour un liquide ne présentant pas d'association $x = 1$

En utilisant cette formule, si nous connaissons la tension superficielle à T1 , nous pouvons trouver la tension superficielle à T2[12].

VII.1.3. La relation entre la tension superficielle et la viscosité :

GUGGENHEIN a proposé la formule suivante pour les composés organiques :

Partie Théorique

$$\gamma^{\frac{1}{4}} = \frac{\log(\log \eta) + 2.9}{I/P}$$

- γ : la tension superficielle.
- η : la viscosité.
- I : constance, viscosité constitution.
- P :parapher[12].

Tableau 2 : valeurs de I/P pour certains composés organiques[13].

composé	I/P	composé	I/P
Hexane	1.255	benzène	1.205
heptane	1.266	toluène	1.202
octane	1.280	o. xylène	1.226
Décane	1.303	m. xylène	1.208
Iodure de méthyle	1.163	p. xylène	1.217
Iodure d'éthyle	1.205	Iodure de propyl	1.222

VII.2. Relations de la tension superficielle avec la concentration :

Lorsque vous ajoutez une substance soluble à un liquide pur ,cela peut modifier la tension superficielle de la solution résultante. Cela est souvent dû aux interactions entre les molécules de la substance ajoutée et celles du liquide, influençant ainsi les forces intermoléculaires à la surface du liquide.il existe deux types du comportement des solutés :

Si $\gamma > \gamma_{liq}$ le soluté aura tendance à s'accumuler au fond de la solution. Cette accumulation au fond de la solution est appelée **adsorption négative**

Exemple : H2O +Nacl

C (%)	0	10.2	18.7	26.2
γ (dyne/cm)	72.8	77	80.7	84.3



Figure 6 : Accumulation du soluté au fonde de la solution : sédimentation[12].

Si $\gamma < \gamma_{liq}$ les solutés ont tendance à s'accumuler à la surface des liquides. Cette accumulation est appelée **adsorption positive** .

Partie Théorique

Exemple : eau +isopropanol

C (g/l)	0	2	4	10
γ (dyne/cm)	72.8	57	52.5	43



Figure 7 : Accumulation du soluté à la surface du liquide : Flottation[12].

a) abaissement de la tension superficielle avec l'adsorption positive :

Les travaux de Gibbs sur la tension superficielle de l'eau ont mis en évidence que les substances qui la réduisent se concentrent à la surface et leur potentiel chimique devient équivalent à celui à l'intérieur de la solution.

L'étude de cette propriété est important notamment pour les tensioactifs afin de comprendre comment elle varie en fonction de la concentration et de la nature du soluté[3]. La figure suivante montre l'effet des tensioactifs sur la tension superficielle de l'eau lorsque différents types de composés sont ajoutés.

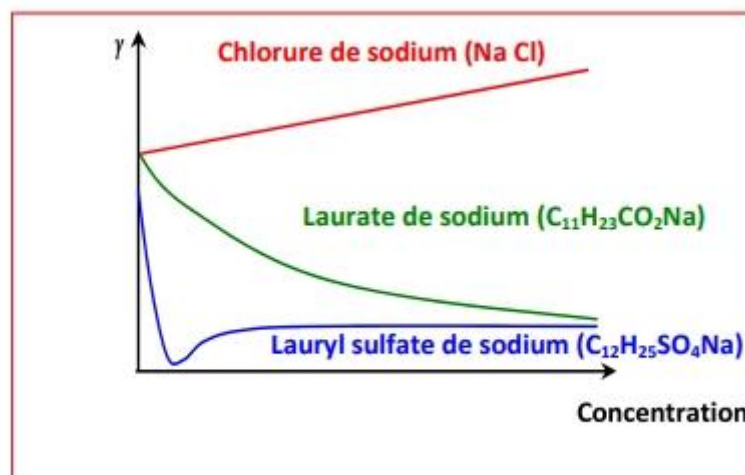


Figure 8 : Effet de la concentration NaCl , C₁₁H₂₃CO₂Na et C₁₂H₂₅SO₄Na sur la tension superficielle de l'eau[3].

VII.3. Mécanisme de l'adsorption positive :

Les molécules amphiphiles ont une portion hydrophobe repoussant l'eau et une portion hydrophile s'attachant à l'eau, permettant ainsi de réduire la tension à la surface de l'eau [1].

À l'intérieur de l'eau, les molécules hydrophobes et hydrophiles s'arrangent de manière à minimiser l'énergie libre de la molécule. À la surface la partie polaire est en contact avec l'eau, tandis que la chaîne hydrocarbonée hydrophobe émerge favorisant une position énergétiquement favorable. cela conduit à une accumulation en surface avec les groupements hydrophiles piégés dans cette disposition [12].

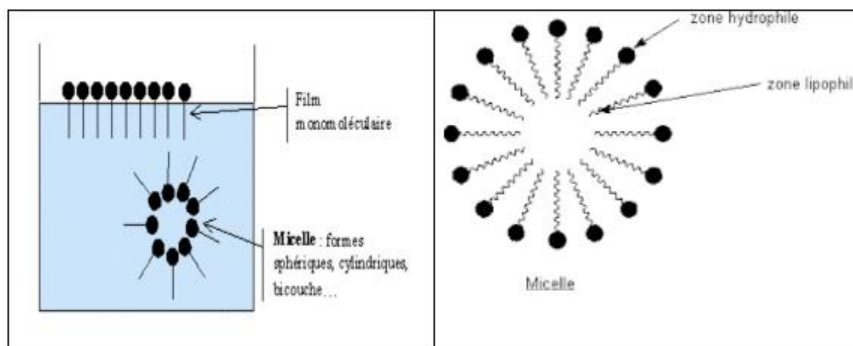


Figure 9 : Répartition en surface des composés tensioactifs [12].

VII.3.1. Modèle de Gibbs :

La thermodynamique offre des modèles mathématiques pour décrire la relation entre l'accumulation d'espèces à la surface d'un liquide et sa tension superficielle .

Ces modèles sont basés sur des concepts tels que l'énergie libre de Gibbs qui permet de quantifier les changements de tension superficielle en fonction de la concentration d'espèces à la surface. Gibbs démontre l'équation suivante :

$$d\gamma = -\Gamma_i * d\mu_i$$

- Γ_i : l'excès de surface du composant « i » mol/m^2
- μ_i : son potentiel chimique.

L'accumulation de surfactant à la surface de l'eau peut réduire la tension superficielle, permettant ainsi à des phénomènes tels que la dispersion des huiles ou la formation de bulles.

Partie Théorique

Cependant, la stabilité de cette accumulation dépend de facteurs tels que la concentration de surfactant et les forces externes, l'équation de de Gibbs se ramène à :

$$d\gamma = -\Gamma_s * d\mu_s$$

En solution diluée :

$$d\mu_s = R * T * d \ln c_s$$

$$R=8.314 \text{ J/mol}\cdot\text{K}$$

- c_s : la concentration du surfactant (M)
- T : température (K)

Il résulte que :

$$d\gamma = -\left(\frac{RT}{c_s}\right) \Gamma_s d c_s \quad \text{ou} \quad \left(\frac{\delta\gamma}{\delta c_s}\right) = -RT \Gamma_s / c_s$$

Cette équation peut être également réécrite sous forme suivantes :

$$\Gamma_s = -\left(\frac{1}{RT}\right) d\gamma / d \ln c_s \text{ [14].}$$

VII.3.2. Mesure de l'aire moléculaire :

À partir de ces courbes (Figure ci-dessous), on constate que l'évolution de $\Gamma = f(c)$ atteint une valeur limite : $\Gamma(c \rightarrow \infty) = \Gamma_{max}$.

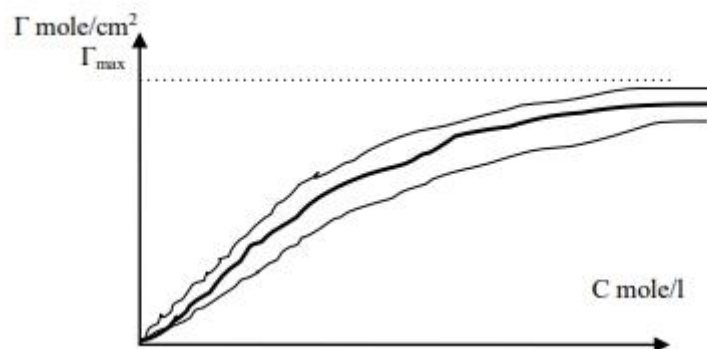


Figure 10 : Variation de la concentration en fonction de la concentration[1].

Effectivement, en supposant une concentration superficielle maximale formant une couche mono moléculaire, vous pouvez calculer l'aire occupée par une seul molécule de soluté en

Partie Théorique

prenant l'inverse de cette concentration, cela vous donne une estimation de la surface qu'une molécule occupe à la surface. Pour une mole de soluté nous avons :

$$A = \frac{1}{\Gamma_{max}}$$

$$a_{m \rightarrow} 1 \text{ molécule}$$

$$A \rightarrow N_A \text{ Molécules}$$

L'aire occupée par une seule molécule est obtenue :

$$a_{m \rightarrow} = \frac{A}{N_A} = \frac{1}{\Gamma_{max} N_A} = \frac{1}{\Gamma_{max}} \cdot \frac{1}{6.023 \cdot 10^{23}} \text{ [6].}$$

VIII. Mesure de la tension superficielle :

VIII.1. Méthode de la goutte pendante ou de la bulle montante :

Cette méthode est basée sur la forme d'une goutte résulte de l'équilibre entre les forces de gravitation et de tension de surface[15].

L'effet de la tension superficielle force la goutte à prendre une forme sphérique, tandis que l'effet de la gravité tend à étirer la goutte, ce qui lui donne une forme de poire dans le cas d'une goutte pendante, la tension superficielle est ensuite dérivée en fonction de la forme de la goutte obtenue[15].

La méthode de la goutte pendante est une méthode couramment utilisée qui nécessite une petite quantité de liquide et permet de mesurer la tension superficielle rapidement et avec une relative précision. Cependant, il ne peut pas être utilisé pour les liquides volatils.

Cette technique présente plusieurs avantages, il peut s'appliquer aussi bien aux interfaces libres (air/liquide) qu'aux interfaces embarquées (liquide/liquide) et permet également des mesures non destructives in situ[16].

L'équation de YONG-LAPLACE dicte la forme de cette goutte axisymétrique :

$$\gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) = -\Delta \rho g y + \gamma \frac{2}{R_0}$$

Partie Théorique

- γ : représente l'ordonnée du point M, l'origine étant prise au sommet O de la goutte.
- R_1 et R_2 : les rayons de courbure principaux au point M de coordonnées (x, y) .
- $\Delta\rho$: la valeur absolue de la différence de masse volumique du fluide dans la goutte par rapport au fluide extérieur à la goutte .
- g : l'accélération de la pesanteur.
- γ : la tension superficielle (exprimé généralement en mN/m).

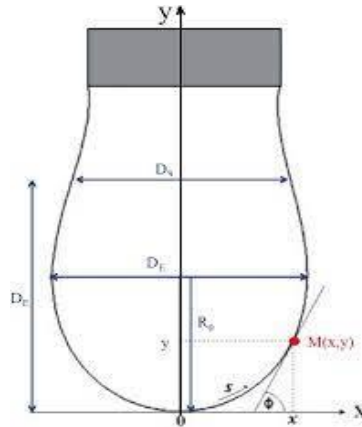


Figure 11 : Notation utilisée pour décrire la forme d'une goutte pendante[16].

VIII.2. Méthode du stalagmomètre :

Il s'agit d'une variante de la méthode précédente, mais elle n'est applicable qu'à la mesure de la tension superficielle «liquide-vapeur » [17].

Il a été démontré que lorsqu'un liquide de masse volumique ρ_l s'écoule dans un tube capillaire, le poids de la goutte sortant du tube est proportionnel à la tension superficielle du liquide et au rayon r intérieur du tube.

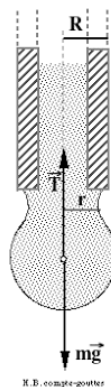


Figure 12 : goutte en équilibre [17]

Partie Théorique

Pour mettre cette loi en pratique, il suffit de représenter l'équilibre de la goutte juste avant qu'elle ne se sépare du reste du liquide remplissant le capillaire, la résultante des forces de tension superficielle qui s'exercent sur tout le périmètre du tube vaut : $2\pi r\gamma$. La goutte est pendante, donc il existe une autre force qui contrecarre celle de la tension superficielle, soit : $mg = 2\pi r\gamma$. Pour un volume V d'une solution, nous avons :

$$M = V * \rho_l = Nl * m$$

Avec, Nl est le nombre des gouttes de la solution. On peut alors écrire :

$$2\pi r\gamma l = mg = \frac{Vl\rho_l}{Nl} * g \rightarrow Vl = \frac{Nl * 2\pi r\gamma l}{g\rho_l}$$

On voit que le même capillaire utilise le même volume de liquide et un liquide de tension superficielle connue, l'eau par exemple ($\gamma_e = 72.8 \text{ dynes/cm}$). on peut écrire de façon analogue :

$$V_e = \frac{N_e * 2\pi r\gamma_e}{g\rho_e}$$

Ainsi :

$$Vl = V_e \leftrightarrow \frac{Nl * 2\pi r\gamma l}{g\rho_l} = \frac{N_e * 2\pi r\gamma_e}{g\rho_e}$$

On peut donc remonter à la tension superficielle inconnue γ_l , selon :

$$\gamma_l = \frac{\frac{\rho_l}{\rho_e} * N_e}{Nl} * \gamma_e [17]$$

VIII.3. Méthode de l'anneau de DU Nöuy :

Historiquement, la méthode de l'anneau a été la première à être développée . DU Nöuy a développée à partir de 1919, d'abord aux Etats-Unis, une méthode de mesure et précise qui nécessite une petit quantité de liquide[18].



Figure 13 : le physicien français Pierre Lecomte DU Nöuy (1883-1947)[19].

Cette méthode permet de mesurer la tension superficielle d'un liquide ou la tension interfaciale entre deux liquides.

Un anneau métallique entièrement mouillable est progressivement retiré de la surface du liquide à mesurer, une lame de liquide se forme entre l'anneau et la masse du liquide.

A l'aide d'un torsiomètre, on mesure la force nécessaire qui est rapporté à la somme (L) des circonférences intérieure et extérieure de l'anneau.



Figure 14 :un torsiomètre[20]

La force maximale (F_{max}) est atteinte lorsque la lame de liquide est perpendiculaire au plan de l'anneau, la tension superficielle σ est donnée par la relation suivante :

$$\sigma = F_{max}/L/\cos(\theta)$$

Remarque : si l'anneau est parfaitement mouillable, l'angle contact $\theta = 0$ degré et \cos .

Cette technique présente plusieurs avantages :

- La méthode de l'anneau permet de mesure a haut sensibilité .
- Une installation analogique qui peut également être utilisée comme expérience de démonstration dans l'amphithéâtre.

- Le dynamomètre de torsion utilisé peut mesurer de très petites forces, ce qui le rend adapté à la mesure d'autres interactions électrostatiques et magnétiques entre les corps[20].

VIII.4. Méthode de la plaque selon Wilhelmy :

En 1863, Wilhelmy proposa une méthode plus simple que nous souhaitons utiliser et l'adapta à notre équipement[21].

Cette méthode permet de mesurer la tension superficielle d'un liquide ou la tension interfaciale entre deux liquides .

Une plaque verticale est mise en contact avec la surface liquide ou interface liquide, il est alors soumis à une force dont l'intensité est liée à la tension superficielle du liquide et à son angle de contact avec la plaque par la relation suivante :

$$\sigma = \frac{F}{L} / \cos(\theta)$$

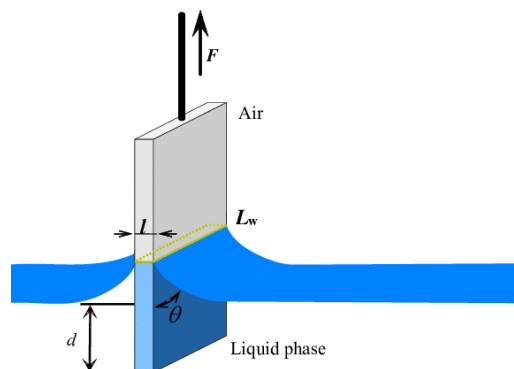


Figure 15 : représentation schématique de la méthode de plaque selon wilhelmy[22].

Remarque : Si le matériau de la plaque est parfaitement mouillable ,l'angle de contact $\theta = 0$ deg et $\cos(\theta)=1$.

Contrairement à la méthode de l'anneau, la mesure contenue est possible car la plaque est fixe et seul la force exercée par le fluide est mesurée [23] .

VIII.5. Méthode de la goutte pesée :

Cette méthode mesure le poids de la goutte tombant d'un capillaire de rayon r connu ,en première approximation , la force agissant sur la goutte est la force due au poids de la goutte

$p = mg$ et à la tension superficielle γ sur la surface capillaire $f = 2\pi r\gamma$. au moment même où la goutte est éjectée, le poids de la goutte correspond à la force capillaire $p = f$, on retrouve la loi de TATE :

$$m = \frac{2\pi r\gamma}{g} [15]$$

IX. Les domaines d'application de la tension superficielle en pharmacie :

- Les tensioactifs :

- Une molécule appelée tensioactif est composée de deux parties principales.
- Une tête hydrophile : elle est attirée par l'eau.
- Une queue lipophile est rejetée lorsqu'elle est en contact avec l'eau.
- Une molécule de ce type est connue sous le nom d'amphiphile[24].

À l'interface entre l'eau et l'air, un tensio-actif s'adsorbe. La partie qui est hydrophobe en contact avec l'air et la partie hydrophile en contact avec l'eau.

L'adsorption du tensioactif à l'interface eau/air réduit la tension inter faciale[24].

Pour plusieurs raisons, l'industrie pharmaceutique est un grand consommateur de tensioactifs.

Ils sont cruciaux :

En tant qu'outils de formulation pour transformer les principes actifs en solutions, émulsions, dispersions, gélules ou comprimés, Pour le rôle qu'ils jouent dans la préparation de médicaments à libération lente du principe actif, pour améliorer la perméabilité du médicament à travers les membranes et les barrières du corps[25].

Les substances tensioactives diminuent la teneur en \square des liquides dans lesquels elles sont ajoutées, ce qui les rend mouillants, moussants, détergents et émulsifiants[26].

- Les émulsions :

Les émulsions sont largement utilisées dans un large éventail d'industries. Dans l'industrie pharmaceutique, ils sont utilisés pour rendre les médicaments plus agréables au goût, augmenter la puissance des ingrédients actifs grâce au contrôle de la dose et améliorer l'apparence des remèdes topiques tels que les onguents. En raison de leur injection directe et

Partie Théorique

de leur compatibilité avec d'autres ingrédients médicamenteux, les émulsions non ioniques sont les plus courantes [27].

Dans le domaine de la phytopharmacie, on utilise différents agents mouillants en pharmacie afin de faciliter l'absorption des médicaments à travers la peau ou la muqueuse. En revanche, il est possible de rechercher des anti-mouillants afin de diminuer la pénétration cutanée des substances toxiques.

En ce qui concerne les produits antiparasitaires, il est essentiel que le liquide adhère parfaitement à la surface afin de bloquer les pores de l'insecte, ce qui l'empêche de respirer. Ainsi, si l'angle de contact est $\theta=0$, nous avons un produit qui se mouille[28].

Chapitre 02 : les produits pharmaceutiques destinés à la médecine dentaire

I. Généralités :

La dentisterie basée sur les résines composites et les capacités de collage a révolutionné la façon dont nous traitons les caries et autres lésions dentaires.

En éliminant uniquement la dentine infectée, nous préservons plus de tissu sain, ce qui est crucial pour la longévité de la dent.

La conservation maximale de la structure dentaire est essentielle pour maintenir la fonctionnalité et l'esthétique à long terme [29].

La dentisterie adhésive a fait d'importants progrès, révolutionnant la pratique dentaire en permettant des restaurations plus durables et esthétiques grâce à l'adhésion efficace des matériaux aux dents.

Les adhésifs dentaires ont évolué en parallèle avec le développement des composites dentaires. Ces composites ont été introduits dans les années 1970, principalement pour des raisons esthétiques dans la région antérieure, remplaçant les obturations en amalgame jugées moins attrayantes.

Les progrès dans les adhésifs ont amélioré l'efficacité de la liaison entre les composites et la structure dentaire, contribuant ainsi aux avancées en dentisterie esthétique.

Dans les années 1990, le remplacement de l'amalgame par les restaurations composites a marqué une avancée significative en dentisterie mini-invasive. La transition a éliminé la nécessité d'un aspect rétentif des cavités d'obturation, car les restaurations composites permettaient des cavités plus petites, adaptées au tissu déminéralisé à retirer.

Le progrès dans les adhésifs amélo-dentaires a joué un rôle crucial dans le développement des composites dentaires, améliorant la fiabilité clinique. La constante évolution de la nature de ces adhésifs et résines composites a contribué aux avancées dans les soins dentaires [30].

II. L'adhésion et l'adhérence :

II.1. Définition :

L'adhésion :

L'adhésion fait référence à l'ensemble des phénomènes physico-chimique se produisant lorsqu'on met en contact intime deux matériaux, favorisant ainsi leur liaison.

Les théories de l'adhésion suggèrent que des liaisons ou interactions spécifiques se forment entre les surfaces en contact, jouant un rôle crucial dans le processus d'adhésion .

Ces interactions peuvent inclure des forces physiques , chimique ou électrostatique, selon le contexte et les matériaux impliqués.

L'adhérence :

L'adhérence mesure la capacité d'attraction entre deux matériaux en contact ,elle est cruciale dans de nombreux domaines , tels que l'ingénierie des matériaux et la fabrication , où la qualité de l'adhérence peut influencer la performance et la durabilité des produits[31] .

II.2. Les théories d'adhésion :

L'adhésion est un phénomène complexe résultant de multiples mécanismes élémentaires, ce qui rend difficile son explication par une seule théorie.

Les approches mécaniciennes, physiennes et chimistes offrent des perspectives différentes mais complémentaires pour comprendre ce phénomène.

II.2.1. La théorie d'ancrage mécanique :

La théorie d'ancrage mécanique, initiée par Mac BAIN en 1926, postule que l'adhésion provient d'un accrochage physique du polymère dans les aspérités du substrat, créant ainsi un lien mécanique entre les deux surfaces.

Cette théorie s'applique lorsque les matériaux sont en contact étroit et que le revêtement mouille efficacement la surface du substrat, permettant une pénétration des aspérités[31].

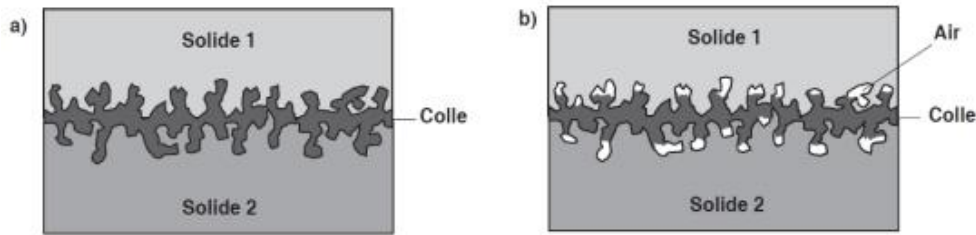


Figure 16 : Modèle de l'ancrage mécanique. la colle doit recouvrir parfaitement la surface du solide (a) afin d'éviter les bulles d'air (b) [32].

II.2.2. La théorie électrique :

La théorie électrique développée par Deryaguin décrit la formation de charges électrostatiques à la surface des couches d'oxydes ioniques en raison des hétérogénéités chimiques et des défauts de surface.

Cependant, cette théorie ne suffit pas à expliquer l'adhésion, et d'autres théories sont nécessaires pour comprendre ce phénomène [4].

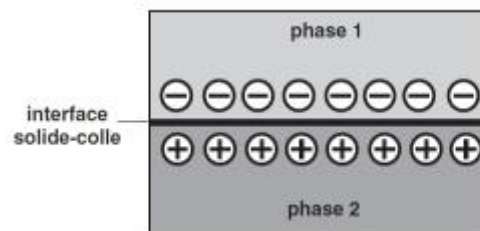


Figure 17 : Modèle électrostatique du condensateur plan [32].

II.2.3. La théorie de la diffusion / inter-diffusion :

La théorie de la diffusion, proposée par Voyuski est appliquée aux matériaux polymères compatibles, notamment à l'autohésion.

Lorsque deux matériaux de même nature, tels que caoutchouc, entrent en contact, l'adhésion résulte de l'inter diffusion des molécules ou chaînes d'un polymère dans l'autre. l'interface entre les deux matériaux disparaît au profit d'une interphase, dont les propriétés physicochimiques varient continûment, depuis celles du premier matériau jusqu'à celles du second.

Ce processus d'adhésion est contrôlé par les phénomènes de diffusion, d'où l'importance de la compatibilité des matériaux impliqués. [33]

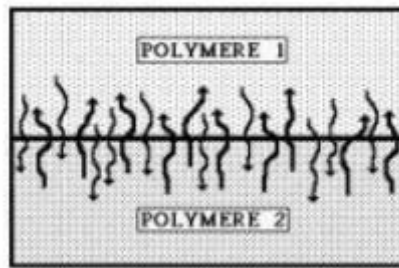


Figure 18 : Modèle de l'inter-diffusion au travers de l'interface entre un polymère et un autre (l'un des polymères peut être une colle). [32]

II.2.4. La théorie thermodynamique :

La théorie du mouillage, a été initiée par Sharpe et Schonhorn. selon cette théorie, l'adhésion est due aux forces intermoléculaires présentes à l'interface, qui sont faibles et dirigées.

Ces liaisons intermoléculaires ont une portée de l'ordre de la distance intermoléculaire, ce qui signifie qu'il est nécessaire de créer un contact entre les deux surfaces pour qu'elles s'établissent. Cela implique une grande maîtrise de la rugosité et de la planéité des surfaces pour assurer un bon mouillage [32].

II.3. L'adhérence à la dent :

Le principe fondamental de l'adhésion des systèmes adhésifs modernes repose en grande partie sur la rétention micromécanique.

Cette rétention est obtenue en déminéralisant la surface dentaire avec acide, ce qui crée des micropores dans l'émail et la dentine, permettant ainsi au matériau adhésif de s'ancrer mécaniquement.

II.3.1. Au niveau de l'émail :

L'attaque acide permet en effet une déminéralisation de la matrice inter prismatique et une dissolution plus prononcée du cœur des prismes, donnant à l'émail mordancé un aspect caractéristique appelé corail .

De plus, l'acide augmente la surface de contact avec l'adhésif. Le protocole idéal est généralement l'application d'acide ortho phosphorique à 37% pendant 15 secondes.

II.3.2. Au niveau de la dentine :

Elle pose des problèmes complexes , peuvent être expliqués par :

La dentine est hydrophile , ce qui peut présenter un défi lors d' l'adhésion avec des matériaux hydrophobes tels que la plupart des adhésifs dentaires . la nature hétérogène de la dentine et la présence de la boue dentaire peuvent également influencer le processus d'adhésion .

Cependant, l'adhésion dentaire réussie repose sur la capacité de l'adhésif à pénétrer les tubuli dentinaires, ce qui permet une ancrage mécanique de la résine à la dentine[29].

III. Les adhésifs :

III.1. Définition :

Dans le domaine de l'adhésion ,notamment en dentisterie , les adhésifs agissent davantage comme des agents de couplage chimique entre les tissus dentaires et les composites , ils contiennent une variété de composants , y compris des agents de couplage des solvants , des oligomères et des déclencheurs de polymérisation , pour faciliter l'adhésion et le durcissement du matériau composite.[34]

III.2. Classification :

III.2.1. L'approche historique :

Regroupe 7 générations d'adhésifs :

1^{ère} génération ou période des pionniers (1952-1982) :

En 1951, le chimiste suisse Hagger a déposé le premier brevet pour un adhésifs dentaire, commercialisé plus tard sous le nom de Sevriton .

Ce produit contenait déjà un monomère réactif , le di-méthacrylate de l'acide glycérophosphorique , associé à un mode de polymérisation chimique efficace en milieu acide .

À cette époque, les résines acryliques étaient proposées comme alternative aux ciments d'obturation à base de silicates , mais elles ne présentaient pas de potentiel spécifique d'adhésion aux tissus dentaires avec seulement une adhérence de 3 MPa.

2^{ème} génération : les esters méthacryliques de l'acide phosphorique (1980-1985)

À la fin des années 1970, l'émergence des composites a nécessité une optimisation de l'adhésion et de l'étanchéité à la dentine pour assurer une meilleur longévité.

Aux Etats-Unis et en Europe, une série d'adhésion d'adhésifs de 2^{ème} génération a été introduire, tous contenant un groupe terminal phosphate acide.

Cependant, malgré l'absence de traitement préalable de la dentine, leur potentiel d'adhérence reste limité à environ 5 MPa, bien en deçà de la rétention offerte par l'émail mordancé, qui atteint 15 à 20 MPa.

3^{ème} génération : introduction de la notion de système adhésif (1985-1991)

Le développement du concept des systèmes adhésifs repose sur l'association de plusieurs produits pour améliorer l'adhérence des matériaux dentaires à la dentine.

En combinant une résine adhésive avec des solutions pour stabiliser les boues dentinaires et faciliter leur mouillage et leur infiltration sur les parois cavitaires, ces systèmes permettent d'obtenir une meilleure adhérence, généralement dans les fourchettes de 8 à 12 MPa.

Cette approche a considérablement amélioré les performances des matériaux dentaires en termes de rétention et de durabilité.

4^{ème} génération : Reconnaissance du concept du mordantage total (1990)

Le concept d'adhésion micromécanique introduit par Nakabayashi en 1982 a effectivement nécessité un changement significatif de perspective on occident .

À l'époque, la boue dentinaire était perçue comme une barrière protégeant la pulpe contre la diffusion de micro-organismes et de produits agressifs.

5^{ème} génération (1995)

Il s'agit de systèmes adhésifs à base de monomères hydrophiles et de solvants organiques. Ils nécessitent un mordantage préalable à l'acide phosphorique pour une meilleure adhésion.

La surface de dentine doit conserver une certaine humidité résiduelle pour permettre une bonne pénétration.

6^{ème} génération : L'auto-mordantage par des monomères (1995)

Développés principalement par l'industrie japonaise, le processus de mordantage et de primaire est combiné dans un seul flacon, utilisant des monomères acides pour déminéraliser et infiltrer simultanément les tissus dentaires calcifiés.

De plus, contrairement aux acides minéraux ou organiques classiques, ces primaires acides ne nécessitent pas de rinçage après application.

Enfin, une résine adhésive classique est utilisée après les primaires acides pour assurer une bonne copolymérisation avec le composite.

7^{ème} génération : les adhésifs tout en un (2000)

Les adhésifs de 7^{ème} génération offrent une simplification ultime du processus de collage en combinant les trois étapes du collage en un seul conditionnement ou mélange.

Ils sont conçus pour mordancer, infiltrer l'émail et la dentine, tout en formant une couche de résine capable de se lier au composite par photo-polymérisation.

Cette innovation représente une avancée significative en attendant des biomatériaux auto-adhésifs [34].

III.2.2. L'approche rationnelle :

Cette classification est basée sur les principes de fonctionnement des différents systèmes adhésifs et sur le nombre de séquences d'application.

Ces principes ont été décrits pour la première fois par Bart Van Meerbeek en 2003 et repris par Michel Degrange en 2004.

Il existe deux grandes classes d'adhésifs dentaires :

- Ceux qui nécessitent un mordantage suivi d'un rinçage avant leur utilisation .
- Ceux que l'on applique directement sur les surfaces dentaires sans aucun traitement préliminaire, regroupant les systèmes auto-mordant.

Il y a généralement deux subdivisions d'adhésifs selon le nombre de séquence de mise en œuvre :

- Ceux à 3 et 2 temps, nécessitant un pré-mordantage.
- Ceux à 2 temps , qui sont auto-mordant.

Cette catégorisation simple nous permet de diviser toutes les variantes de produits actuellement vendues en 4 catégories. [35]

IV. Les Résines composites :

IV.1. Définition :

Un Résine composite est un biomatériau composé d'une matrice organique résineuse et de charges minérales qui sont cohérentes grâce à un agent de couplage, le silane. [36]

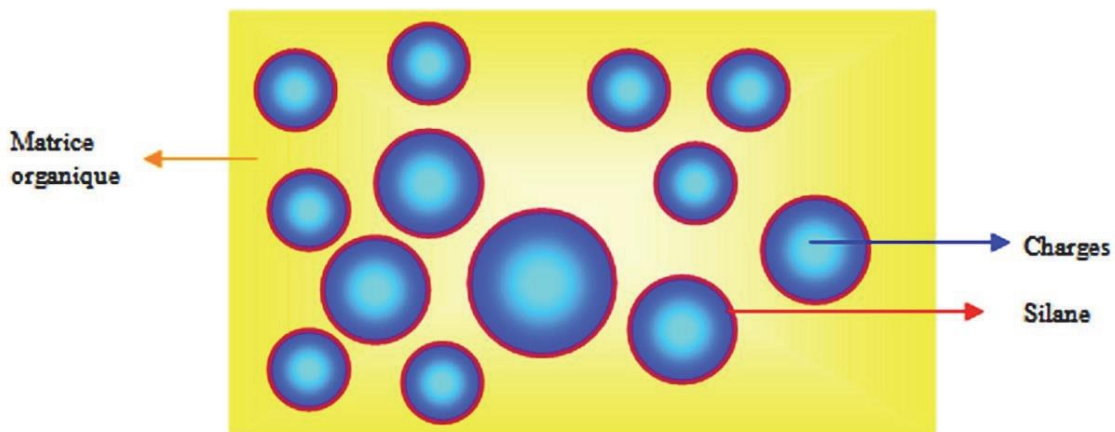


Figure 19 : Représentation schématique de la structure interne d'une résine composite A

[37]

Ils permettent d'obtenir un matériau de restauration dont le mimétisme vis-à-vis des structures dentaires offre un gain esthétique indéniable.

Partie Théorique

Pour Phillips (Phillips, 1981), un composite dentaire est un matériau d'obturation esthétique se composant d'une combinaison tridimensionnelle d'au moins deux substances chimiques différentes, avec entre elles une substance de liaison.

Quand la liaison est correcte, le produit final possède des propriétés que chaque matériau en lui-même ne peut atteindre .[38]

En Odontologie, il s'agit d'un biomatériau composé d'une matrice organique résineuse (ou phase dispersante) et d'une phase inorganique représentée par les charges minérales (ou phase dispersée). Un agent de couplage, une silice. Chacune de ces parties remplit un rôle essentiel et complémentaire dans la structure du composite. [38]

IV.2. Classification :

IV.2.1.En fonction de la taille :

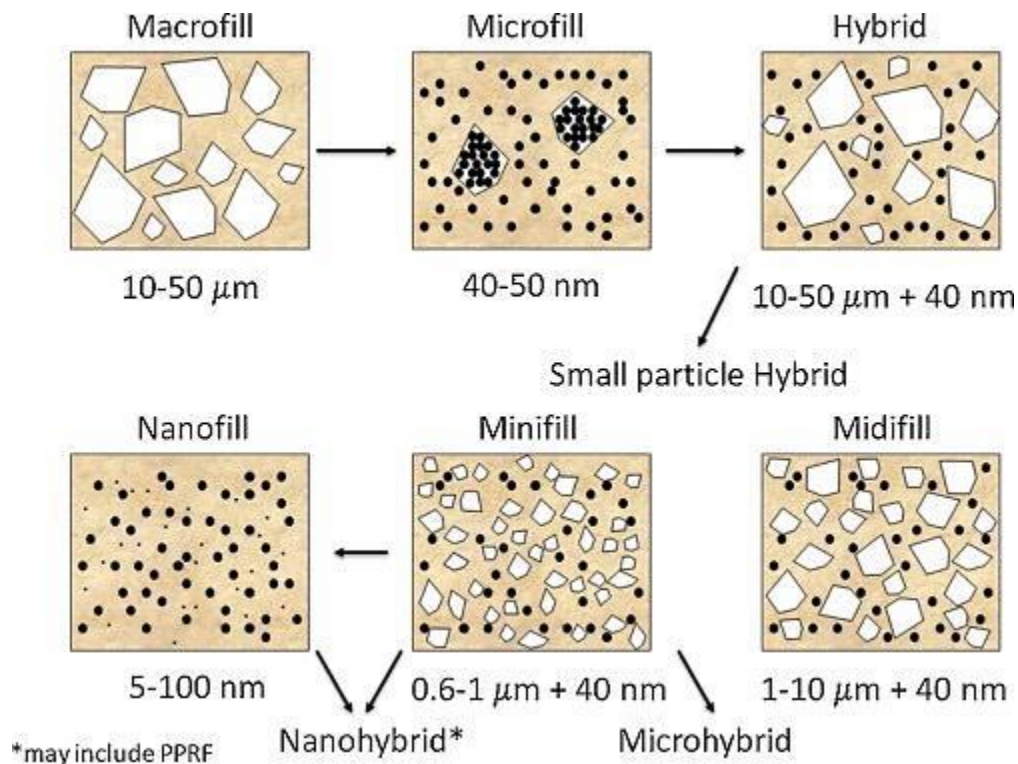


Figure 20 : Schéma de la composition et taille des particules des différents composites [39].

➤ Composite Macro chargées :

Les charges anguleuses de quartz de taille moyenne de 30 à 40 μm étaient présentes dans ces matériaux. Cependant, bien qu'ils possédaient de bonnes propriétés mécaniques, la taille élevée de leurs particules, obtenues par concassage, a conduit à des défauts majeurs tels que la viscosité élevée, l'usure rapide, surface rugueuse. Les produits destinés à la reconstitution des dents postérieures ne sont plus utilisés en odontologie[40].

➤ **Composites Micro chargées :**

Les composites micro chargés, comme leur nom l'indique, étaient constitués de micro charges de silice de 0,04 μm en moyenne, et ont été introduits sur le marché pour combler les déficits des composites macro chargés[36].

- **Homogène :**

Les composites micro fins (à microparticules) homogènes sont constitués uniquement de résine et de microparticules isolées de silice.[36]

En polymérisant, ces résines produisent une restauration uniforme et une surface polie, même après usure. Néanmoins, en raison de leur taille et de leur effet épaisissant lors de l'ajout de la matrice, la quantité maximale de silice est limitée à 10 % en poids, ce qui diminue considérablement la résistance du matériau. Par conséquent, d'autres méthodes ont été développées pour augmenter la quantité de charge présente dans les résines micro chargées[41].

- **Hétérogène :**

Des charges pré polymérisées (10 à 50 μm) sous forme d'amas contenant ces micro charges ont été incorporées dans la matrice car l'incorporation de microparticules rend le matériau impossible à manipuler [36].

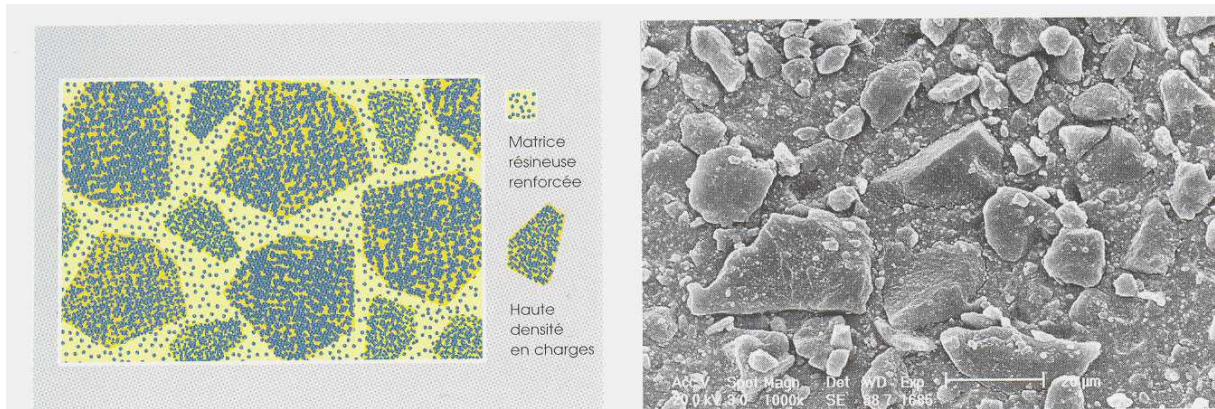


Figure 21 : Schéma de la structure d'un composite micro chargé hétérogène. Les complexes

Pré polymérisés, présentant une haute densité en charges, sont noyés dans une matrice renforcée, d'après Dietschi D. et Spreafico

Figure 22 : Cliché MEB de la surface non polie d'un composite micro chargé hétérogène, D'après Dietschi D. et Spreafico [40].

➤ Composites hybrides :

Les résines hybrides composites (ou mélange) sont constituées d'une combinaison de particules colloïdales et fines (0,5 à 3,0 µm) en tant que remplisseurs. Les particules colloïdales occupent environ 60 à 65% du volume de l'espace entre les particules fines et la matrice. En ce moment, les hybrides occupent une place prépondérante sur le marché et peuvent être encore classés par catégorie en fonction des dimensions moyennes des particules de remplissage[42].

IV.2.2.En fonction de mode de polymérisation :

Le mode de prise des composites utilisés en technique directe est principalement photo polymérisable, parfois chémo polymérisable et très rarement dual. La photo polymérisation présente des avantages par rapport à la chémo polymérisation. Effectivement, les composites qui peuvent être chémo polymérisés, même s'ils ont une cinétique de dissipation.

Les composites photo polymérisables présentent des contraintes de rétraction favorables, ce qui entraîne des propriétés inférieures : temps de travail réduit, temps de prise long, l'incorporation de bulles d'air qui limitent la polymérisation et augmentent la rugosité de

Partie Théorique

surface, des décolorations fréquentes, un taux de conversion réduit, une esthétique moins satisfaisante, un pourcentage de charges plus faible, ce qui entraîne des propriétés mécaniques inférieures.

Malgré cela, les chémo-polymérisables ont été et sont encore utilisés, en particulier dans le secteur postérieur.

Les arguments offrent l'opportunité de les présenter en grande quantité et de gagner du temps. Toutefois, le gain de temps n'est pas évident et l'utilisation de la technique en masse ne favorise pas le facteur C (nombre de parois collées/nombre de parois non collées) ni la réduction de la rétraction de prise. En outre, il est maintenant connu que la rétraction de la prise ne se produit pas en direction de la lumière, ce qui signifie qu'il n'y a pas de risque accru de décollement dans le fond[43].

➤ La chémo-polymérisation :

La chémo-polymérisation consiste en une polymérisation qui commence par un amorçage chimique où deux éléments sont mis en contact : un amorceur (le peroxyde de benzoïle) et un initiateur (un amine tertiaire). Ces deux composants seront ensuite mélangés par spatulation. Au début, une base (amorceur ou initiateur) est décomposée en radicaux libres par un catalyseur (accélérateur ou activateur).

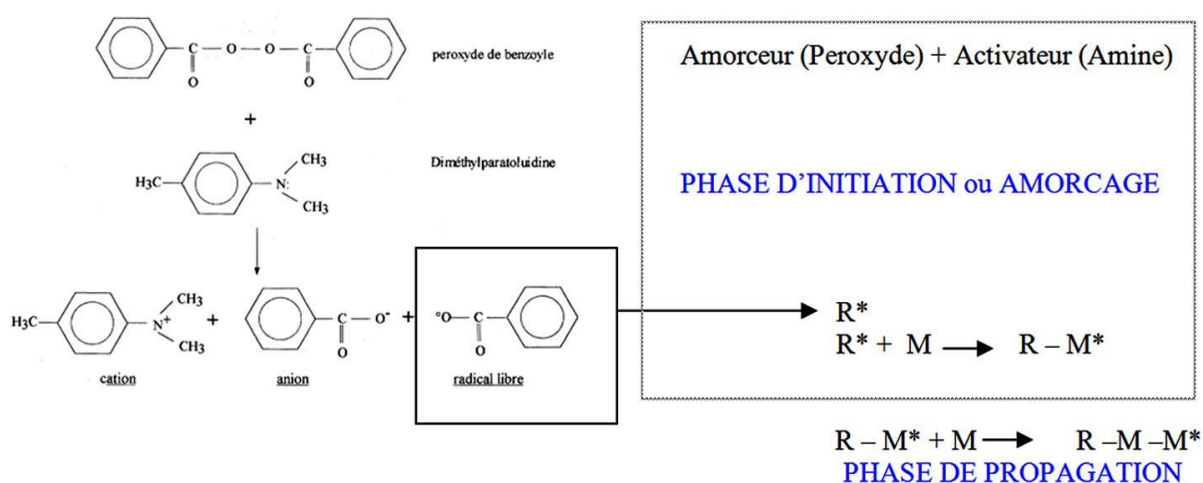


Figure 23 : Représentation schématique de la chémo-polymérisation [44]

*R** : radical libre, *M* : Monomère, *M** : Monomère activé

➤ Principe de chemo-polymerisation :

- Un électron de l'azote (N) se fixe sur le peroxyde (de benzoyle) créant un radical libre (R*).
- Il s'agit d'une réaction d'oxydo-réduction [44].

➤ La photo-polymérisation :

La photopolymérisation est une polymérisation qui commence par un ou plusieurs photo-initiateurs. Un matériau photo-polymérisable ne nécessite pas de mélange et doit bien évidemment être conservé à l'abri de la lumière[45]

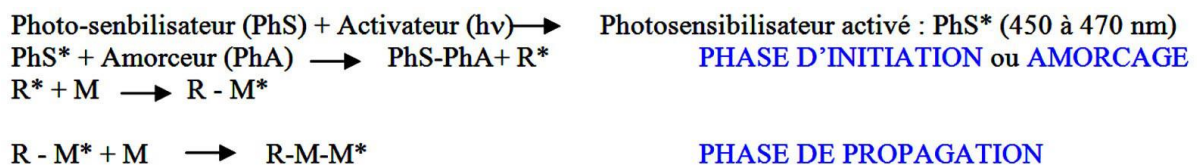


Figure 24: Représentation schématique de la photopolymérisation [44]

IV.2.3.En fonction de la viscosité :

La cohérence d'un composite est un critère essentiel pour le choix du praticien pour une restauration spécifique. Pendant une même intervention, le médecin peut utiliser différents composites avec des consistances très variées. Il s'agit d'une modification des compositions effectuée par les fabricants. On peut classer les composites actuellement disponibles sur le marché en trois catégories :

➤ Les composites de viscosité moyenne :

Ces composites (microhybrides) faciles à manipuler sont qualifiés de "universels". Leur viscosité est appropriée pour de nombreuses indications, tant antérieures que postérieures. En fonction de l'indication clinique visée et/ou de la complexité des teintes à reproduire (émail, dentine et opacité intermédiaire), les fabricants ajustent leur opacité. Les composites présentent un taux de charges d'environ 78% en poids et 60% en volume.

➤ Les composites fluides :

Les composites hybrides sont généralement recommandés pour des situations cliniques particulières telles que des microcavités occlusales, des cavités slot, des cavités cervicales ou

des substituts dentinaires. Grâce à leur fluidité, ils se déploient facilement, ce qui entraîne une bonne adaptation aux parois cavitaires. Ces composites sont captivants pour des films de petite taille. Ils sont recommandés lorsque le fond de cavité est recouvert avant d'ajouter un composant plus visqueux. De plus, il est important de prendre en considération le fait qu'ils ont une importante diminution de la polymérisation (jusqu'à 5% en volume) et des propriétés mécaniques moindres (par rapport aux composites universels) en raison de leur faible taux de charges (entre 50 et 70% en poids et moins de 50% en volume).

➤ **Les composites compactables ou condensables :**

Dans les années 1990, ces composites ont été créés pour des restaurations ultérieures, dans le but de remplacer les amalgames tout en préservant leurs caractéristiques d'utilisation (facilité, vitesse de manipulation). En raison d'un nombre élevé d'échecs lors de leur utilisation clinique, ce genre de composite a progressivement été écarté.[46]

1) Propriétés physico-chimiques :

La stabilité dimensionnelle d'un composite est influencée par divers éléments :

- La polymérisation se contracte ;
- la capacité d'absorption d'eau ;
- la coefficient d'expansion thermique. (résine composite avec les deux dernier) [36]

➤ **Contraction de polymérisation:**

C'est une caractéristique intrinsèque de la réaction de polymérisation, qui varie en fonction de la proportion de charges et du degré de polymérisation.

Elle entraîne des limitations dont les répercussions sont :

- La déformation des cuspides.
- Sensibilité après une opération.
- Création d'une ouverture en périphérie [47]

➤ **Coefficient d'expansion thermique :**

L'intégrité du joint périphérique est également influencée par la disparité entre le coefficient d'expansion thermique du composite et celui des tissus dentaires, qui est de 2%. [41]

➤ **Capacité de l'adsorption de l'eau :**

L'eau est absorbée par les composites. Les matériaux composites absorbent des quantités importantes d'eau, allant d'environ 2 % en poids ou plus, en fonction du type de matériau utilisé. L'assimilation de l'eau est un processus qui s'étend sur plusieurs semaines, voire plusieurs mois, avant d'atteindre son stade final. Les composites avec une concentration en charges (microfins) plus faible augmentent l'absorption d'eau, car l'eau pénètre dans le polymère. Un matériau composite ayant une conversion faible absorbera davantage d'eau.[36]

Partie pratique

Chapitre I : Matériels et méthodes

Les multiples produits pharmaceutiques et solutions utilisés en Médecine dentaire ont différentes tensions superficielles influençant l'adhésion inter faciale entre les dents et les composites polymérisés.

Pour évaluer cette adhésion la méthode stalagmométrie a été choisie pour la première partie dédiée au calcul de la tension superficielle et les mesures du Ph entre l'émail dentaire et adhésif ont été réalisées pour appréciation de l'adhésion inter faciale ainsi que le taux de calcium dissous.

I. Les objectifs :

I.1. Objectif principal :

La détermination expérimentale de la tension superficielle des différentes solutions utilisées en médecine dentaire en fonction de la température et les comparer avec la valeur théorique.

I.2. Objectif secondaire :

Évaluer l'adhésion inter faciale entre l'émail dentaire et les adhésifs universels.

II. Matériels et méthodes :

II.1. Type d'étude :

Il s'agit d'une étude expérimentale in vitro.

II.2. Lieu d'étude :

L'étude se déroule au laboratoire de biophysique de département de pharmacie de la faculté de médecine de Tlemcen.

II.3. Période d'étude :

Entre janvier 2024 et Mai 2024

III. Mesure de la tension superficielle

III.1. Les matériels :

III.1.1. Balance électronique :

L'instrument de mesure utilisé pour peser de petites quantités avec grande précision est une balance(OHAUS) comme montre la figure (25).



Figure 25 : balance de précision.

III.1.2. Pipette à usage unique de type pasteur :

Cet outil de laboratoire conçu pour le transfert précis de liquide. Elle est en plastique transparent et dispose d'un embout effilé pour faciliter le prélèvement et le versement de petites quantités de liquide comme montre la figure (26).



Figure 26 : pipette en plastique.

III.1.3. Thermomètre numérique :

Un appareil est utilisé pour mesurer la température de manière électronique (TP 101) comme montre la figure (27).



Figure 27 : thermomètre numérique.

III.1.4. La plaque chauffante :

Cet équipement utilisé pour chauffer des substances dans un environnement du laboratoire est constituée d'une plaque en métal chauffée électriquement, permettant de chauffer des récipients contenant des liquides, des solides ou des mélanges, ces plaques sont souvent utilisées pour des réactions chimiques, des évaporations ou des maintiens de température précis comme montre la figure (28).



Figure 28 : plaque chauffante.

III.1.5. Les béchers :

Les récipients de laboratoire sont utilisés pour mesurer, mélanger et chauffer des liquides. Ils ont une forme cylindrique avec un fond plat et graduations pour mesurer le volume. Ils sont indispensables dans de nombreux domaines scientifiques, notamment la chimie et la biologie (la figure (29)).



Figure 29 : bécher en verre gradué.

III.1.6. Erlenmeyer :

C'est un flacon conique utilisé en laboratoire pour effectuer des réactions chimiques ou pour contenir des liquides. Il est souvent utilisé parce que sa forme permet un mélange plus efficace des réactifs grâce à sa large base et à son col étroit (la figure (30)).



Figure 30 : Fiole erlenmeyer graduée en verre.

III.1.7. La fiole jaugée :

La figure (31) illustre cet instrument de verrerie de laboratoire utilisé pour préparer des solutions avec une grande précision.



Figure 31 : fiole jaugée.

III.1.8. Spatule :

Un outil de laboratoire essentiel utilisé principalement pour manipuler de petites quantités de substances chimiques (figure (32)).



Figure 32 : spatule double.

III.2. Les réactifs :

Les solutions dont on a mesuré la tension superficielle ont été préparées aux concentrations utilisées couramment en médecine dentaire.

III.2.1. L'eau distillée :

Une eau dépourvue de minéraux



Figure 33 : eau distillée.

III.2.2. Acétone :

C'est le plus simple des cétones et un liquide incolore, volatil et inflammable, il est utilisé à une concentration de 99.8 % la (figure (34)).

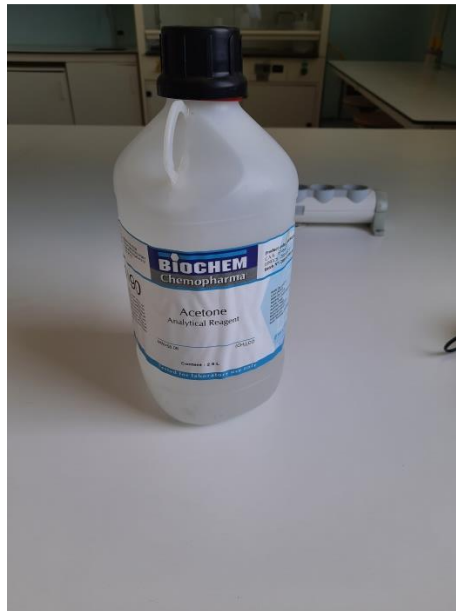


Figure 34: acétone (99.8%)

III.2.3. Ethanol :

Alcool éthylique, c'est un liquide volatil, incolore et qui a une odeur, il est utilisé à une concentration de 96 %, illustré dans la figure (35).



Figure 35 : éthanol (96%).

III.2.4. Méthanol :

Alcool, léger, incolore, fortement inflammable, et volatil, il est utilisé à une concentration de 99,8 % comme montre la figure (36).



Figure 36 : méthanol (99.8%).

III.2.5. Eau de javel :

Blanchissant, détachant, désinfectant, l'hypochlorite de sodium est connu sous le nom d'eau de javel, il est utilisé à une concentration de 3.5% (figure (37)).



Figure 37 : eau de javel.

III.2.6. Hydroxyde de calcium :

C'est une base forte qui présente généralement sous la forme d'une poudre blanche, il est utilisé à une concentration de %25 comme montre la figure (38).



Figure 38 : hydroxyde de calcium poudre.

III.2.7. Iodure de potassium :

Il se présente sous forme de fins cristaux blancs, inodore, ininflammable et au goût salé amer, il est utilisé à une concentration de %45.

III.2.8. Eau oxygénée :

C'est le peroxyde d'hydrogène, est un liquide transparent utilisé comme désinfectant et agent de blanchiment, il est utilisé à une concentration de %10.

III.3. Le mode opératoire :**Préparation des solutions :****Iodure de potassium :**

A l'aide de spatule, on mesure 0.6 g en poudre d'iodure de potassium, puis on dépose dans un bécher et on complète à l'eau distillé jusqu'à 50 ml

Hydroxyde de calcium :

Peser 12 g en poudre d'hydroxyde de calcium, et compléter par l'eau distillé jusqu'à 40ml et bien mélanger après poser dans un bécher.

Protocole de mesure :

Il suffit de peser 30 gouttes avec un liquide de tension superficielle connue σ_1 et le même nombre de gouttes avec le liquide de tension superficielle σ_2 inconnue. On aura donc :

$$\frac{P_1}{P_2} = \frac{\sigma_1}{\sigma_2}$$

- Noter la température ambiante : $T=21.8^\circ\text{C}$.
- Pesage des gouttes : À l'aide d'une pipette remplie d'eau distillée, faire tomber 30 gouttes dans un récipient disposé sur un plateau de balance et noter la masse de 30 gouttes. Faire la même chose pour les autres liquides de tension superficielle inconnue.
- Préparer les solutions suivantes pour évaluer l'effet tension actif :
 - 20ml d'eau distille +5gouttes d'eau oxygénée

- 20ml d'eau distillé + 5gouttes d'eau javel
- 20ml d'eau distillé + 5gouttes d'hydroxyde de calcium

Pour chaque solution, déterminer la masse des 30 gouttes à température ambiante puis après chauffage jusqu'à température 30° puis à température 40°.

IV. Evaluation de l'adhésion inter faciale entre l'émail et les adhésifs universels.

Matériels et méthodes :

Période d'étude :

De janvier 2024 à avril 2024

Critère d'inclusion :

- Patient âgé de (18-25) ans avec un molaire saine extractée pour pathologie d'évolution

Critère de non inclusion :

- Patient <18 ans.
- Dent non saine

IV.1. Matériels :

IV.1.1.L'émail :

05 molaires de patients âgés de (18-25) ans ont été extractés pour pathologie d'évolution avec séparation de la couronne des racines .(Réalisé au département de médecine dentaire faculté de médecine).

IV.1.2. Les adhésifs :

Les adhésifs testés sont des adhésifs universels, les figures (39) et (40) représentent les deux types d'adhésif, scotchbond adhésif de 2^{ème} génération et iperbandmax adhésif de 8^{ème} génération.



Figure 39 : L'adhésif de scotchbond



Figure 40 : L'adhésif de iperbondmax

Tableau 3 : compositions des adhésifs testés.

Adhésif	Fabricant	Composition	Numéro de lot	Date de péremption
Scotchbond	Deutschland GMBH	MDP, Bis-GMA, HEMA, Méthylcrylate fonctionnel copolymère, polyéthylène glycol, eau, éthanol, silane, initiateurs.	74978	30/06/2024
iperbondmax	ITENA	10-MDP, 4META, Bis-GMA, Méthacrylates, photo-initiateurs, éthanol.	2022006172	31/07/2024

IV.1.3.Ph-mètre :

Un Ph-mètre est un appareil permettant la mesure du Ph d'une solution à l'aide d'une échelle numérique de 1 à 14 (Hanna instruments) comme montre la figure (41).



Figure 41 : Ph-mètre de marque (Hanna instruments).

Cette sonde est une électrode combinée, c'est-à-dire qu'elle est constituée de deux électrodes :

- Une dont le potentiel est connu et constant (appelée électrode de référence).
- Une électrode indicatrice, appelée électrode de verre, dont le potentiel varie avec le Ph.

Le potentiel entre ces deux électrodes est nul à Ph=7.

Pour calibrer le Ph-mètre, vous aurez besoin de deux types de solutions tampons : Ph7 et Ph4. Utilisez une nouvelle solution tampon pour chaque calibrage. Commencez par placer l'électrode dans la solution Ph7. Après environ 1 minute, la mesure sera stable. Le compteur devrait alors indiquer un Ph de 7,0. Si ce n'est pas le cas, calibrez le Ph-mètre à cette valeur vous-même. Rincez l'électrode avec de l'eau déminéralisée, puis placez l'électrode dans la solution tampon pH4. Répétez ces étapes jusqu'à obtenir une mesure fiable. Le Ph-mètre doit indiquer une valeur la plus proche possible de Ph4, plus la valeur affichée est éloignée de cette valeur, plus la déviation sera importante.

Après configuration, rincez l'électrode avec de l'eau déminéralisée puis placez-la à nouveau dans le liquide d'étalonnage. Répétez ces étapes jusqu'à l'obtention d'une valeur fiable.

IV.2. Mode de préparation :

On prend 05 molaires de patient âgés de 18 à 25 ans, sont utilisées puis conservées dans une solution de thymol 40 % à une température de 4°C pour une durée maximale de 3 mois.

IV.2.1. Préparation de poudre de l'émail :

Pour la poudre de l'émail on utilise des dents dont on sépare la couronne des racines, la coque d'émail est prélevée à l'aide d'une fraise diamantée puis moulue à l'aide d'un broyeur sous l'azote liquide à basse température (réaliser au département de médecine dentaire faculté médecine).

IV.2.2. Les titrations :

Les mesures de Ph sont effectuées à l'aide d'un ph mètre (HANNA instruments) combiné à une électrode en verre.

0.5 g des adhésifs testés sont prélevés et dilués sous agitation dans 25 ml d'éthanol absolue, après dispersion complète, 25 ml d'eau distillée sont ajoutés et l'ensemble homogénéisé.

- Une première mesure au temps ($t=0s$) est effectuée, cette valeur correspond au Ph de la solution stabilisée sans poudre d'émail.
- Ensuite, 0.1g de poudre d'émail est ajoutée au mélange sous agitation continue à l'aide d'un agitateur magnétique à 100rpm, et les mesures du Ph en fonction du temps sont effectuées chaque 5 minutes pendant 15min (3 mesures).

IV.2.3. Dosage de calcium :

Protocol de dosage :

- A $t=0$ min : 0.1 g d'émail a été mélangé avec 50 ml d'eau distillée puis centrifugé par le centrifugeuse (HuMax 14 K) comme montre la figure (42) et analysé par l'auto analyseur (siemens ADVIA 1800) comme représente la figure (44).

- A $t=15$ min : rajouter 0.5g d'adhésif avec 0.1g d'email +50ml d'eau distillée, temps de contact 15 min et on mesure.



Figure 42 : Centrifugeuse de laboratoire HuMax 14k.

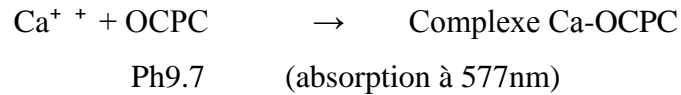


Figure 43 : l'échantillon de dosage.



Figure 44 : Matériel d'analyse siemens ADVIA 1800.

La méthode de dosage de calcium sur automate ADVIA 1800 s'est faite selon la réaction suivante :



Le calcium réagit avec l'OCPC (o-crésolphtaléine-complexone) pour former un complexe violet. La quantité de complexe ainsi formé est proportionnelle à la concentration de calcium et se mesure grâce à une technique bichromatique (577 ,540 nm) en point final.

Matériel d'étalonnage : Calibrateur CHEM

- la distribution des réactifs, le mélange, le traitement et l'impression des résultats sont automatiquement réalisée par système dimension en mg /dl

Les conditions de test :

- Volume d'échantillon : 5µl
- Volume de réactif 1 : 145µl
- Volume de réactif 2 : 33µl
- Volume de diluant : 258µl
- Température : 37°
- Longueur d'onde :577 et 540 nm
- Type de mesure : Bichromatique en point final .

Chapitre II : Résultats

I. Détermination de la tension superficielle :

Le tableau (4) représente les valeurs de la tension superficielle des différentes solutions utilisées en médecine dentaire.

Tableau 4 : Les résultats de tension superficielle des produits utilisés.

Les solutions	Concentration(%)	Nombre de gouttes	Les masses (g)	Les températures(°C)	La valeur pratique (mN/m)	La valeur théorique (mN/m)
Acétone	99.8	30	0.6	21.8	27.46	23.4
Ethanol	96	30	0.6	21.8	25.37	22
Méthanol	99.8	30	0.53	21.8	28.67	22.6
Iodure de potassium	45	30	1.11	21.8	60.05	71.8
Eau oxygéné	10	30	1.29	21.8	69.79	70
Hydroxyde de calcium	25	30	2.01	21.8	108.75	72
Eau de javel	3.5	30	1.26	21.8	68.17	73.8-75.7
20 ml de l'eau +5gouttes d'eau de javel		30	1.07	21.8	70.89	
20 ml de l'eau+5gouttes d'eau oxygéné		30	1.17	21.8	63.3	
20 ml de l'eau +5gouttes d'hydroxyde de calcium		30	1.84	21,8	99.55	

I.1. Tension superficielle de l'eau :

Le figure (45) représente la variation de la tension superficielle de l'eau suite à l'augmentation de la température.

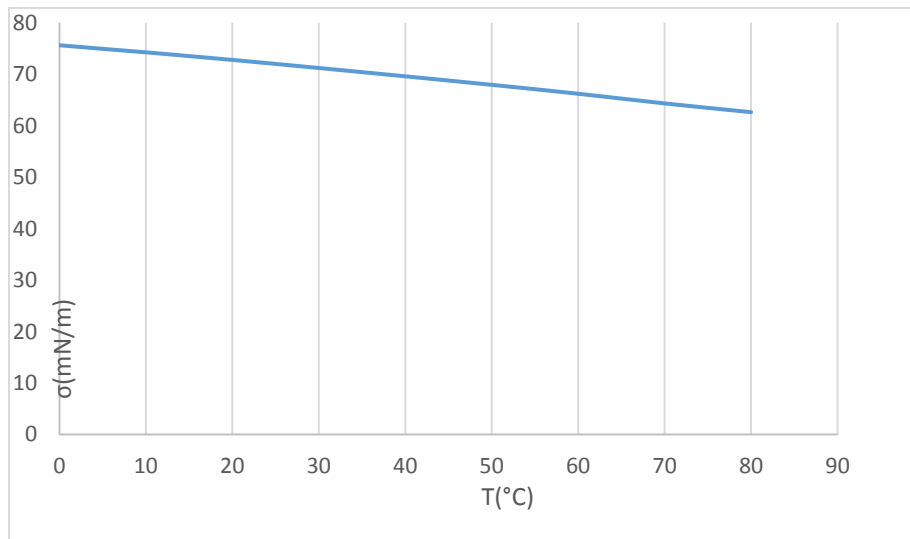


Figure 45 : Variation de la tension superficielle de l'eau en fonction de température.

Les résultats démontrent que la tension superficielle de l'eau diminue lorsque la température augmente.

I.2. La tension superficielle de l'acétone, l'éthanol et le méthanol :

La figure (46) montre les valeurs de la tension superficielle de l'acétone, l'éthanol et le méthanol à température ambiante (21.8°C).

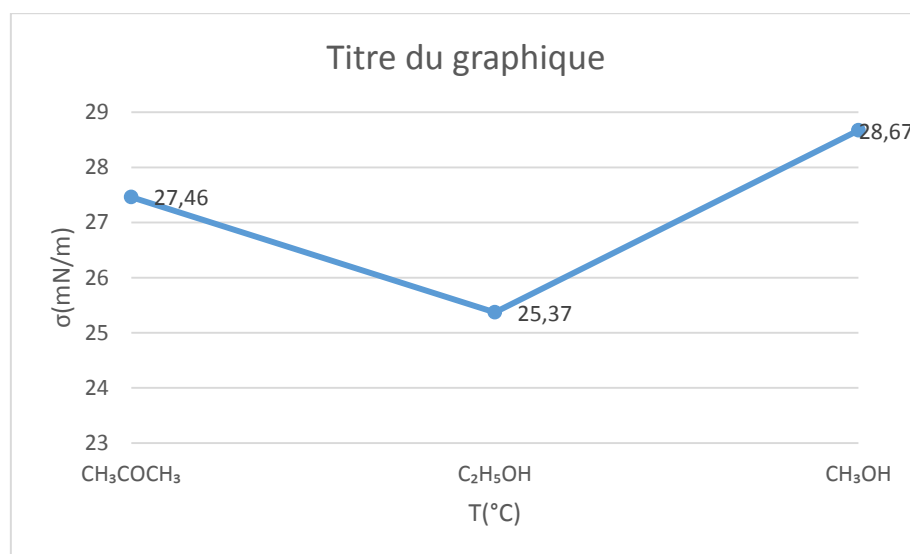


Figure 46 : la tension superficielle de l'acétone, l'éthanol et le méthanol à la température ambiante.

Les résultats montrent la tension superficielle de méthanol est supérieur à l'acétone, qui est supérieur à l'éthanol

I.3. Tension superficielle de l'eau oxygéné, KI, l'eau de javel à température ambiante :

La figure (47) représente la valeur de la tension superficielle de l'eau oxygéné, KI, l'eau de javel respectivement.

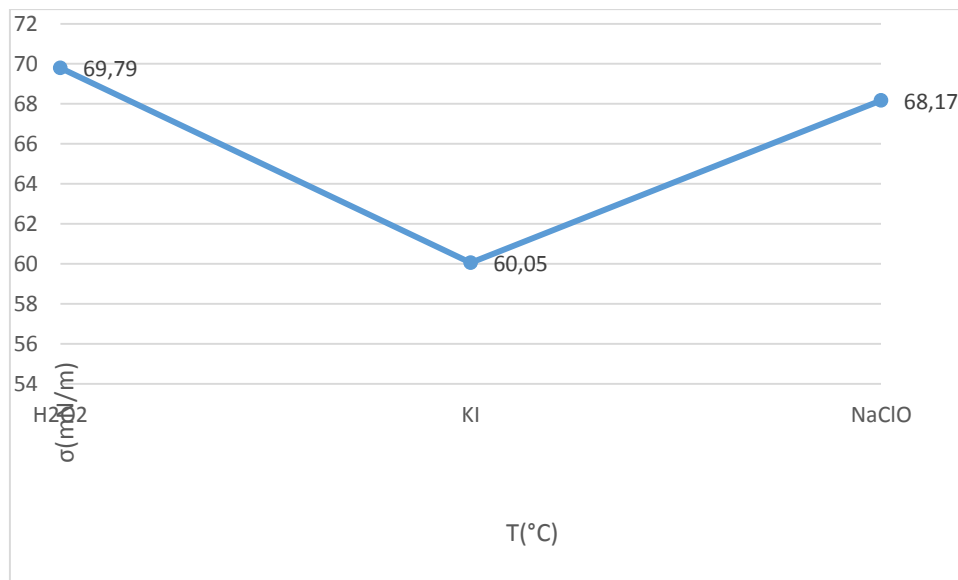


Figure 47 : la tension superficielle de l'eau oxygéné, KI, et l'eau de javel à la température ambiante.

Les résultats montrent les valeurs de tension superficielle de l'eau oxygénée et le KI sont rapprochées mais la valeur de tension superficielle de l'eau de javel est inférieure par rapport aux deux liquides précédents.

I.4. Evaluation de l'effet tensioactif à température ambiante :

La figure (48) représente la valeur de tension superficielle de l'action tensioactif des produits suivants : l'eau de javel, l'eau oxygéné et l'hydroxyde de calcium respectivement à température ambiante.

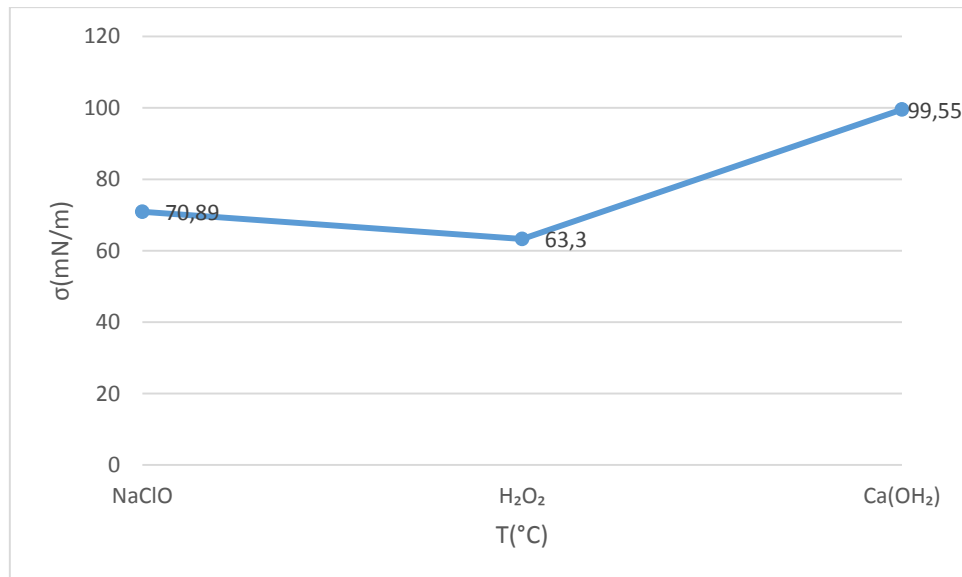


Figure 48 : Tension superficielle de l'action tensioactif à température ambiante.

Les résultats montrent que l'effet tensioactif de l'hydroxyde de calcium est supérieur à l'effet tensioactif de l'eau de javel qui est supérieure à celle de l'eau oxygéné.

I.5. Evaluation de l'effet tensioactif sur à température ambiante :

La figure (49) montre la valeur de tensioactif de l'eau et de l'effet tensioactif précédents

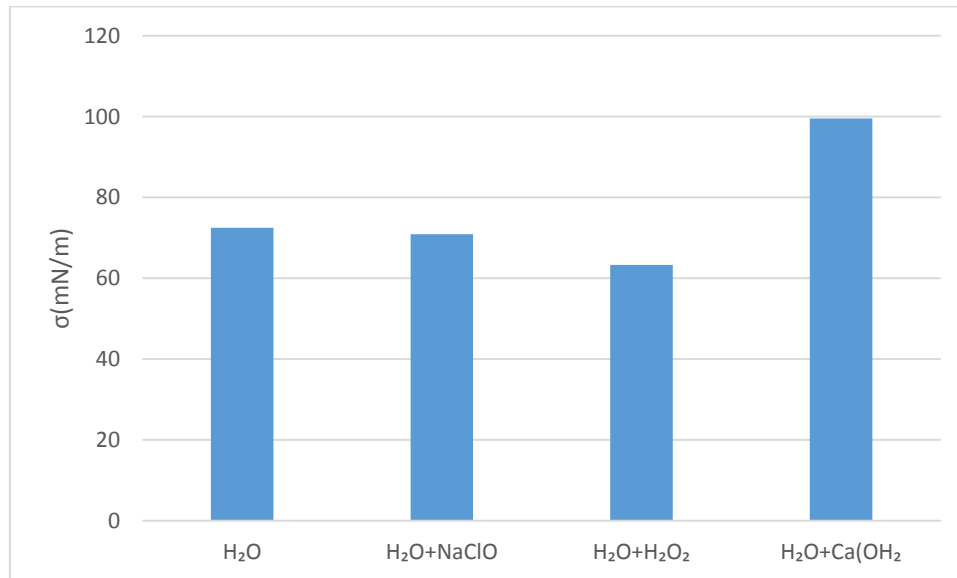


Figure 49 : L'effet tensioactif de l'hypochlorite de sodium, l'eau oxygéné et l'hydroxyde de calcium sur l'eau à température ambiante.

Les résultats montrent que la tension superficielle de l'eau et l'effet tensioactif de de l'hypochlorite de sodium sont rapprochées, et l'effet tensioactif de l'eau oxygéné est inférieur à la tension superficielle de l'eau, mais l'effet de l'hydroxyde de calcium est très important.

II. Évaluation de l'adhésion interfaciale entre l'émail dentaire et les adhésifs universels :

II.1.Ph :

Lorsque les poudres d'émail sont mélangées avec l'adhésif universel, les valeurs de Ph, augmentent en fonction du temps de contact.

A t=15 min : Pour l'adhésif de 8ème génération, le Ph varie de 3.6 à 3.9 et pour l'adhésif de 2ème génération est varié de 3.5 à 3.6

Les résultats sont illustrés dans les tableaux (5 et 6).

Tableau 5 : Les valeurs de Ph de mélange de l'email et l'adhésif de 8^{ème} génération

Temps(s)	Ph					Moyenne	Ecart-type
00	3.3	3.3	3.4	3.4	3.4	3.46	0.05
05	3.5	3.5	3.6	3.5	3.5	3.52	0.04
10	3.7	3.6	3.8	3.7	3.7	3.7	0.07
15	3.9	3.7	3.9	3.6	3.7	3.76	0.13

Tableau 6 : Les valeurs de Ph de mélange de l'email et l'adhésif de 2^{ème} génération :

Temps (s)	Ph					Moyenne	Ecart-type
00	3.3	3.3	3.4	3.4	3.4	3.36	0.05
05	3.35	3.3	3.45	3.4	3.4	3.38	0.05
10	3.4	3.5	3.45	3.45	3.45	3.45	0.03
15	3.6	3.6	3.5	3.6	3.5	3.56	0.05

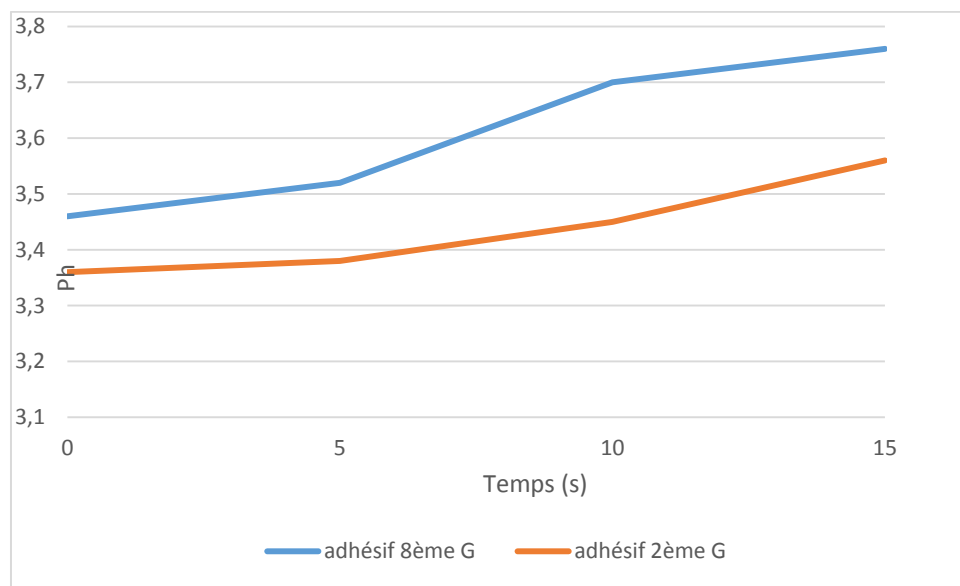


Figure 50 : Variation de Ph des adhésifs universels au contact des poudres d'email en fonction de temps.

Les analyses statistiques ont été réalisées par le test U manne Whitney, les résultats listés dans le tableau (7), montrent une différence significative :

L'adhésif de 8ème génération est différent à l'adhésif de 2ème génération.

Tableau 7 : variations des valeurs du Ph observé avec les adhésifs testés au contact de poudre d'émail 15 min.

Adhésif	Variation de Ph à 15 min	Test de U manne Whitney
Adhésif 8ème génération	3.6 à 3.9	0.017
Adhésif 2ème génération	3.5 à 3.6	(p< 0.05)

II.2. Calcium :

Les valeurs du dosage du calcium dissous par l'adhésif universel après contact de poudre d'émail sont représentées dans le tableau (8 et 9).

Tableau 8 : Les valeurs du calcium dissous en fonction du temps de contact de l'adhésif de 8ème génération avec les poudres d'émail.

Temps (s)	Calcium (mg)					Moyenne	Ecart-type
00	1.2	1.1	1.3	1.3	1.1	1.2	0.1
15	7.9	8.1	8.4	7.9	7.9	8.04	0.69

Tableau 9 : Les valeurs du calcium dissous en fonction du temps de contact de l'adhésif de 8ème génération avec les poudres d'émail.

Temps (s)	Calcium					Moyenne	Ecart-type
00	1.2	1.1	1.3	1.4	1.2	1.24	0.11
15	7.3	7.6	7.9	7.5	7.8	7.62	0.49

On observe que la quantité du calcium dissous par l'adhésif de 8ème génération est plus élevée que celle de l'adhésif de 2ème génération après contact de poudre d'émail. Comme montre la figure (51).

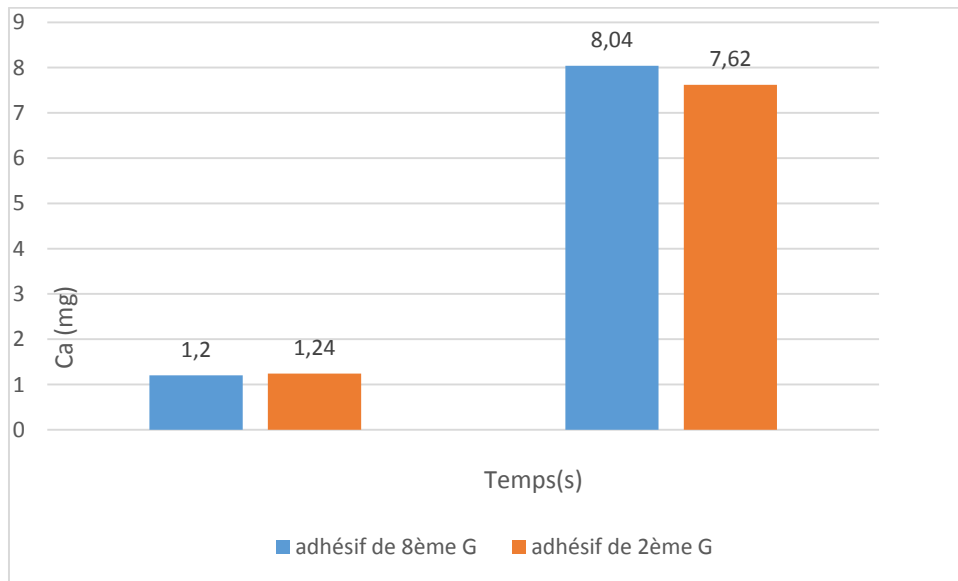


Figure 51 : Variation de calcium absorbé des adhésifs universels en fonction de temps de contact avec l'émail.

L'analyse statistique par le test de U manne Whitney montre une différence significative entre les deux adhésifs comme représente le tableau (10).

Tableau 10 : variation de calcium à t=15min de contact des adhésifs testés avec la poudre l'émail.

Adhésifs	Variation de calcium à t=15 min	Test de U manne Whitney
8ème génération	7.9 à 8.4	0.018 (p<0.05)
2ème génération	7.3 à 7.9	

Chapitre III : Discussion

L'évaluation de la tension superficielle des produits pharmaceutiques fréquemment utilisées en Médecine dentaire a été réalisée par la méthode stalagmométrique, en ce qui concerne l'évaluation de l'adhésion interfaciale cela a été abordé par une approche chimique avec des mesures du PH entre l'émail dentaire et l'adhésif ainsi que le taux de calcium dissous après collage.

I. Mesure de la tension superficielle :

I.1. L'eau distillée :

Dans notre étude, lors de la mesure de la tension superficielle de l'eau distillée par la méthode stalagmométrie à température ambiante, on trouve $\sigma = 72.5 \text{ mN/m}$, en comparaison avec d'autres études, une étude publiée dans le "Journal of Physical and Chemical Reference Data" fournit des données de la tension superficielle de l'eau à différentes températures, on trouve que $\sigma = 72.75 \text{ mN/m}$ à la température ambiante [48].

La variation de la tension superficielle de l'eau avec la température peut être expliquée principalement par des changements dans la mobilité moléculaire. À des températures plus élevées, les molécules d'eau ont tendance à être plus mobiles et à avoir une énergie cinétique plus élevée. Cela conduit à une diminution de la force d'attraction entre les molécules à la surface de l'eau, ce qui entraîne une diminution de la tension superficielle.

À des températures plus basses, les molécules d'eau ont moins d'énergie et sont moins mobiles. Les forces d'attraction entre les molécules à la surface de l'eau sont donc plus fortes, ce qui augmente la tension superficielle. [49]

I.2. Acétone :

Nous avons mesuré la tension superficielle de l'acétone à la température ambiante, et nous avons trouvé $\sigma = 27,46 \text{ mN/m}$. En comparaison avec la valeur qui a été trouvée dans l'étude Howard et McAllister ($\sigma = 23.4 \text{ mN/m}$) [50], nos résultats indiquent une valeur de la tension superficielle est supérieure à la valeur de cette étude. Cette différence peut être expliquée par les variations de la température de mesure ainsi que les incertitudes liées à la technique de mesure et de son matériel.

I.3. Ethanol :

Nous avons mesuré la tension superficielle de l'éthanol à la température ambiante ,et les calculs ont donné $\sigma= 25.37\text{mN/m}$, en comparaison avec l'étude de Anthony Hutin , ils ont trouvé $\sigma=22 \text{ mN/m}$ [51]

I.4. Méthanol :

Nous avons mesuré la tension superficielle de Méthanol à la température ambiante ,et nous avons trouvé $\sigma=28.67\text{mN/m}$, en comparaison l'étude de W.M.Haynes ont une valeur de $\sigma=22.6\text{mN/m}$ [52].

I.5. Hypochlorite de sodium :

Nous avons mesuré la tension superficielle de l'hypochlorite de sodium à la température ambiante, et nos mesures de la tension superficielle ont donné $\sigma= 68.17\text{mN/m}$. En comparaison avec la valeur d'une étude brésilienne ($\sigma=73.8-75.7 \text{ mN/m}$), nos résultats de la mesure de la tension superficielle ont inférieure à la valeur mesurée dans l'étude de Guerisoli,D,M,Z [53].

I.6. Hydroxyde de calcium :

Nous avons mesuré la tension superficielle de l'hydroxyde de calcium à la température ambiante, et nous avons trouvé $\sigma=108.75 \text{ mN/m}$. En comparaison avec la valeur théorique ($\sigma=72\text{mN/m}$), la valeur pratique de la tension superficielle est supérieure à la valeur théorique [54].

Cette différence peut être due à la différence de concentration de la solution que nous avons utilisée habituellement plus concentrée pour les besoins de la médecine dentaire.

I.7. Iodure de potassium :

Nous avons mesuré la tension superficielle de l'iodure de potassium à la température ambiante, et nous avons trouvé $\sigma= 60.05\text{mN/m}$. En comparaison avec la valeur théorique ($\sigma=75\text{mN/m}$)[55], la valeur pratique de la tension superficielle est inférieure à la valeur théorique. Cette différence est due à la différence de température et de concentration.

I.8. Eau oxygéné :

Nous avons mesuré la tension superficielle de l'eau oxygénée à la température ambiante, et nous avons trouvé $\sigma = 69.79 \text{ mN/m}$. En comparaison avec la valeur théorique ($\sigma = 70 \text{ mN/m}$)[52], la valeur pratique de la tension superficielle est très proche de la valeur théorique.

Les différences perçues entre la valeur théorique et la valeur mesurée au laboratoire de Biophysique de la tension superficielle de ces solutions peut être attribuée à plusieurs facteurs :

- 1) **Pureté du produit :** La valeur théorique est souvent basée sur des calculs idéaux pour une substance pure. Cependant, dans la pratique, les produits chimiques peuvent contenir des impuretés qui peuvent influencer les propriétés physiques, y compris la tension superficielle.
- 2) **Conditions expérimentales :** Les valeurs pratiques de la tension superficielle sont souvent mesurées en laboratoire dans des conditions spécifiques de température, de pression et de pureté de l'échantillon. Des différences dans ces conditions peuvent entraîner des variations dans les mesures expérimentales.
- 3) **Méthode de mesure :** Différentes méthodes de mesure peuvent être utilisées pour déterminer la tension superficielle. Des techniques différentes peuvent donner des résultats légèrement différents
- 4) **Interactions avec le milieu environnant :** La tension superficielle d'une substance peut également être influencée par les interactions avec l'environnement environnant, tels que les contaminants atmosphériques ou les impuretés dans le solvant utilisé pour la mesure.

I.9. L'effet tensioactif :

Nous avons mesuré l'effet tensioactif de l'eau de javel, l'eau oxygénée, hydroxyde de calcium respectivement sur la tension superficielle de l'eau. La tension superficielle de l'eau à la température ambiante était initialement de $\sigma = 72,5 \text{ mN/m}$.

Hypochlorite de Sodium : Nos mesures révèlent qu'il n'y a pas une grande variation de la tension superficielle vu que l'hypochlorite de sodium n'est pas un produit tensioactif ($\sigma = 70,89 \text{ mN/m}$)[56].

Eau oxygénée : D'après nos résultats l'eau oxygénée exerce un léger effet tensioactif ($\sigma = 63,3 \text{ mN/m}$).

Hydroxyde de calcium : Les mesure que nous avons effectué montre que l'hydroxyde de calcium a augmenté la tension superficielle de l'eau ($\sigma = 99,55 \text{ mN/m}$) D'après les travaux de c'est plutôt l'hypochlorite de calcium qui nécessiterait l'action d'un produit tensioactif pour améliorer l'adhérence en bloquant l'accès de l'eau et des ions calcium à ces faces, ce qui modifie la solubilité et la stabilité de l'hypochlorite de calcium[53] .

II. Évaluation de l'adhésion :

Les deux types d'adhésifs ont été testés dans l'étude : adhésifs de 2^{ème} génération (scotchbond) et adhésifs de 8^{ème} génération (iperbonmax).

Pour évaluer l'adhésion des adhésifs, l'utilisation de l'émail sous forme d'une poudre est importante en raison de la grande surface réactive disponible sur les particules d'émail.

II.1. Mesure de Ph :

Pour l'adhésif de 2^{ème} génération : les mesures de Ph en fonction du temps de contact de l'adhésif de 2^{ème} génération avec l'émail :

- A $t=0-5 \text{ min}$: peu de changement, le Ph varie de 3.46 à 3.52.
- A $t=5-15 \text{ min}$: il y a une croissance rapide, Ph varie de 3.56 à 3.76.

Pour l'adhésif de 8^{ème} génération :

- $t=0-5 \text{ min}$: on observe un changement de ph lent, il varie de 3.36 à 3.38.
- $t=5-10 \text{ min}$: l'évolution est rapide, elle varie de 3.38 à 3.45 suivi par un effet faible et lent-après 10 min, il varie de 3.45 à 3.56 .

L'analyse statistique par le test de U manne Whitney montre une différence significative ($P < 0.05$) entre les deux adhésifs, l'augmentation de Ph est plus marquée pour l'adhésif de 8^{ème} génération que l'adhésif de 2^{ème} génération.

On compare les résultats de notre étude avec d'autre travaux , l'étude de Miyazaki et al (2003) a montré que les adhésifs avec un ph plus bas (plus acides) ont tendance à mieux

adhérer à l'émail en raison de la capacité de déminéralisation de l'émail , créant ainsi une surface rugueuse favorable à l'adhésion[57].

La recherche de Van Meerbeek et al.(2003) a exploré comment différents niveaux de Ph des adhésifs affectent la morphologie de l'émail , les adhésifs plus acides créent des micro rétentions plus prononcées en raison d'une déminéralisation plus intense de l'émail[58].

Une étude comparative de Perdigão et al (2012) a montré que les adhésifs self-etch , qui ont généralement un Ph plus élevé , offrent une adhésion moins forte à l'émail par rapport aux systèmes de détournement total[59].

L'étude de Sarah [60] est montrée le pH est peu modifié en fonction du temps de contact de l'adhésif universel avec les tissus dentaires. Les différences sont très faibles, mais Il y a tout de même un pouvoir tampon garanti par les composants minéraux de l'émail.

L'adhésif d Scotchbond (2ème génération) de notre étude contient MDP , C'est en partie dû à sa capacité à se fixer chimiquement à l'hydroxyapatite de l'émail, ainsi qu'à sa forte capacité hydrophobe qui préserve la couche hybride de la dégradation acide.[61]

L'adhésif IPERBOND MAX (8ème génération) de notre étude contient 10-MDP . Selon Yoshihara , la structure et la taille des cristaux d'hydroxyapatite de l'émail peuvent perturber l'adhésion chimique établie avec le 10-MDP, car les cristaux dentinaires sont perçus comme plus petits que ceux de l'émail[62].

Pour expliquer nos résultats on constate qu'au début, le changement de Ph est lent car les molécules de l'adhésif commencent à diffuser et à s'absorber sur la surface de l'émail, l'émail composé d'hydroxyapatite ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) a une structure compacte et minéralisée, ce qui ralentit la pénétration initiale de l'adhésif [56].

Les ions H^+ ou OH^- présents dans l'adhésif doivent atteindre un équilibre avec les ions de surface de l'émail, ce qui prend du temps.

Une fois que l'adhésif a pénétré la couche superficielle de l'émail, les réactions chimiques deviennent rapides et l'adhésif dissout légèrement l'hydroxyapatite , libérant des ions de calcium et phosphate dans le milieu.

Cette dissolution accélère la libération des ion H^+ ou OH^- , modifiant rapidement le ph local.

L'émail a une capacité tampon limitée en raison de ses composants minéraux, lorsqu'il réagit avec un adhésif acide, la libération d'ion calcium et phosphate dans le milieu peut neutraliser une partie de l'acidité, ralentissant initialement le changement de Ph, cependant, une fois cette capacité tampon dépassée, le ph peut varier rapidement[63].

La variation du Ph joue un rôle important dans l'adhésion des adhésifs à l'émail, et cette relation est liée à la tension superficielle des surfaces impliquées.

L'émail est composé principalement d'hydroxyapatite, une forme cristalline de phosphate, le ph de l'environnement peut influencer l'adhésion des adhésifs à l'émail.

Un ph acide peut entraîner la déminéralisation de l'émail, cela crée une surface rugueuse et poreuse, favorisant une meilleure rétention mécanique des adhésif, cependant, un excès d'acidité peut endommager l'émail de manière excessive, réduisant ainsi l'adhésion [64].

La tension superficielle est une mesure de la force qui réagit à la surface d'un liquide, tendant à minimiser la surface libre de liquide, elle joue un rôle crucial dans l'adhésion car elle influence la mouillabilité de la surface de l'émail par l'adhésif.

Pour qu'un adhésif adhère efficacement, il doit bien mouiller la surface de l'émail, une bonne mouillabilité signifie que l'adhésif s'étale bien sur la surface de l'émail, maximisant le contact et l'adhérence.

La mouillabilité est déterminée par l'angle de contact entre l'adhésif et l'émail, un angle de contact faible indique une bonne mouillabilité[64].

II.2.Dosage de calcium :

Pour l'adhésif de 2ème génération :

- À $t=0$ min, le dosage de calcium est 1.24 mg avant l'ajout de l'adhésif de 2ème génération.
- A $t=15$ min, le dosage de calcium est 7.62 mg après 15 min de l'ajout de l'adhésif, il y a une dissolution importante de calcium.

Pour l'adhésif de 8^{ème} génération :

- A $t=0$ min, le dosage de calcium est 1.2 mg avant l'ajout de l'adhésif de 8^{ème} génération.
- A $t=15$ min, le dosage de calcium est 8.04 mg après 15 min de l'ajout de l'adhésif, il y a une dissolution très importante de calcium.

L'analyse statistique par le test de U manne Whitney montre une différence significative ($P<0.05$) entre les deux adhésifs, la dissolution de calcium est plus marquée pour l'adhésif de 8^{ème} génération que l'adhésif de 2^{ème} génération.

En comparant les résultats de notre étude avec d'autres travaux, "Effect of Calcium Dissolution on Enamel Bond Strength" cette étude explore l'effet de la dissolution du calcium sur la force de liaison de l'émail, elle démontre que des niveaux élevés de calcium dissous peuvent affaiblir la liaison de l'adhésif à l'émail[65].

Une étude publiée dans le "Journal of Dental Research" a montré que les solutions de conditionnement contenant du calcium améliorent significativement la force de liaison des adhésifs à l'émail, les chercheurs ont constaté que le calcium augmentait l'adhésion par la formation de liaisons chimiques plus robustes entre l'adhésif et l'émail [66].

Une autre recherche publiée dans le "Journal of Adhesive Dentistry" a révélé que l'utilisation de solutions de préparation dentaire enrichies en calcium améliore la résistance au cisaillement des adhésifs, ce qui traduit par une liaison plus forte et plus durable[67].

Les poudres de l'émail pur, la dissolution du calcium est légèrement plus importante.[60]

Le calcium joue un rôle important dans l'adhésion de l'adhésif à l'émail car il peut participer à la formation de liaisons chimiques avec les composantes de l'émail dentaire. Cela renforce l'adhésion de l'adhésif à la surface de la dent, assurant ainsi une meilleure rétention des restaurations dentaires[67].

Concernant l'efficacité d'un adhésif universel sur le collage de l'émail dentaire avec un composite, de nombreux facteurs sont décisifs, parmi ces facteurs la tension superficielle et l'adhésion interfaciale sont un paramètre peu exploité en routine, il offre pourtant de nombreux avantages lorsqu'il est maîtrisé en permettant de trouver les solutions

pharmaceutiques les plus adaptés et aux bonnes concentration pour favoriser un collage optimale.

La tension superficielle est directement liée à la capacité d'un liquide à mouiller une surface. Le mouillage est essentiel pour l'adhésion, car il détermine la zone de contact entre le liquide (ou l'adhésif) et le substrat. Une bonne adhésion nécessite un bon mouillage, ce qui signifie que l'angle de contact entre le liquide et la surface doit être faible. Une faible tension superficielle du liquide favorise une meilleure étalement sur la surface, améliorant ainsi l'adhésion.[68].

L'adhésion entre la dent et l'adhésif est un sujet complexe influencé par plusieurs facteurs liés à la tension superficielle. Voici quelques facteurs :

1) Propriétés de Surface de la Dent et de l'Adhésif

Rugosité de la Surface : La rugosité de la surface de la dent peut affecter la mouillabilité de l'adhésif, influençant ainsi l'adhésion. Une surface plus rugueuse peut améliorer la rétention mécanique.[68]

État de la Surface : La propreté et l'humidité de la surface dentaire sont cruciales. Une surface propre et bien humidifiée peut améliorer la tension superficielle, favorisant une meilleure adhésion[69].

2) Caractéristiques de l'Adhésif :

Viscosité et Composition : La viscosité et la composition chimique de l'adhésif jouent un rôle crucial dans la mouillabilité et la tension superficielle. Un adhésif avec une viscosité appropriée peut mieux pénétrer dans les micro-irrégularités de la surface dentaire[69]

3) Techniques de Préparation

Conditionnement de la Dent : L'utilisation de conditionneurs (comme les acides phosphoriques) peut modifier la tension superficielle en augmentant l'énergie de surface de la dent, favorisant ainsi l'adhésion de l'adhésif[70]

4) Interactions Physico-Chimiques

Hydrophile/Hydrophobie : Les propriétés hydrophiles ou hydrophobes de l'adhésif influencent la tension superficielle. Un adhésif hydrophile peut mieux mouiller la dent humide, ce qui est souvent nécessaire pour une adhésion efficace[70]

5) Phénomènes de Mouillage :

Un angle de contact plus faible entre l'adhésif et la surface dentaire indique une meilleure mouillabilité et une tension superficielle adéquate, favorisant une adhésion plus forte[71]

III. Limites de l'étude

Notre étude présente plusieurs limitations liées principalement aux moyens expérimentaux, notamment en appareillage de mesure de l'adhésion entre deux interfaces.

Concernant les mesures du PH et du calcium, des techniques d'affinement et de conservation des échantillons auraient sans doute apporter plus de précisions dans les mesures.

Conclusion

Conclusion

L'efficacité d'un adhésif universel pour le collage de l'émail dentaire avec un composite dépend de nombreux facteurs. Parmi ceux-ci, la tension superficielle et l'adhésion interfaciale sont des paramètres souvent négligés en pratique courante. Pourtant, une maîtrise de ces paramètres offre de nombreux avantages, permettant d'identifier les solutions pharmaceutiques les plus adaptées, à des concentrations optimales, pour garantir un collage optimal, la force d'adhésion peuvent évaluer par l'augmentation de ph le plus marqué et le calcium le plus dissous .

Pour pouvoir évaluer les qualités d'un produit pharmaceutique, la tension superficielle est un paramètre essentiel cela nécessite évidemment un laboratoire équipé permettant diverses techniques telle que

Il existe d'autres techniques dont notre laboratoire a besoin tels que :

- Test de traction permet de mesure la force nécessaire pour séparer deux matériaux collés
- Test de cisaillement pour évalue la resistance au cisaillement d'un adhésif
- Test de pelage pour mesure la force requise pour séparer un matériau adhésif d'un surface
- Test de compression permet l'évaluation de la résistance à la compression d'un assemblage collé.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] « Baba Ahmed. Phénomènes de surface et catalyse hétérogène. (2022) ».
- [2] « Arthur W. Adamson, Alice P. Gast - Physical chemistry of surfaces-Wiley (1997). »
- [3] « HAID-Slimane. Phénomènes de Surface et Catalyse Hétérogène. (2021) »
- [4] « Olivier Granier, Delphine Chareyron, Nicolas Taberlet. accessibilité physique animée. tension superficielle. (2016) ».
- [5] « Baptiste Néel. Déstabilisation, rupture et fragmentation spontanées et stimulées de films liquides. (2018) ».
- [6] « Samir Kenouche. Physico-chimie des surfaces et catalyse hétérogène. (2016) ».
- [7] « Jean-Charles Dupin. La méthode de mesure et/ou les conditions opératoires influencent-elles le comportement de la tension superficielle d'un mélange eau-heptanol en fonction de la température. (2008) ».
- [8] « 42.doc ».
- [9] « Abdelmounaïm Safer. Introduction à la chimie des surfaces. (2016) ».
- [10] « B. Bonnel. Tension superficielle et capillarité. (2006) ».
- [11] « cours de chimie des surfaces (2004) ».
- [12] « HENINI. G. Phénomènes de surface et catalyse hétérogène. (2017) ».
- [13] « ZELLOUMA Hamza. Détermination de la tension superficielle de quelques solutions par la méthode d'ascension capillaire. (2009) ».
- [14] « RZ. TENSION DE SURFACE (2009) ».
- [15] « tplic_tensiometrie. (2003) ».
- [16] « Pierre-Marie GASSIN. Mesure de la tension superficielle par la technique de la goutte pendante (2014) ».
- [17] « CHAPITRE 1 Phénomènes de surface-L3-converti.pdf ».
- [18] « Collection lhst ».
- [19] « Pierre Lecomte du Nouÿ - Babelio ».
- [20] « Mesure de la tension de surface par la méthode de l'anneau (Méthode Du Nouÿ) », El Eslèk.
- [21] « OLIVIER BURID. ANTYLC53-force-dune-goutte. (2019) ».
- [22] « Schematic representation of Wilhelmy plate method | Download Scientific Diagram ».
- [23] « Mesure de tension superficielle ».
- [24] « Chapitre 03 Phénomènes de surfaces.pdf ».
- [25] « Fahima et al. - Caractérisation physico-chimique de différentes cl.pdf ».

Références Bibliographiques

- [26] « TENSION SUPERFICIELLE 2016 ».
- [27] « Ahmed et al. - Etude expérimentale et caractérisation physico-chi.pdf ».
- [28] « Naouel et al. - Cours et Exercices corrigés 2ème année Licence, Fa.pdf ».
- [29] « Cours OCE - 4ème - Thérapeutiques restauratrices adhésives principes et techniques (2).pdf ».
- [30] « Noudeau - L'utilisation des adhésifs universels dans l'omnip.pdf ».
- [31] « Aufray - Adhésion et Adhérence des Matériaux.pdf ».
- [32] « Martin et al. - Caractérisation de l'amorçage de fissure dans les .pdf ».
- [33] « Sauvage - L'Université de Haute Alsace.pdf ».
- [34] « adhésifs-Dr-BOUSSALIA.R (3).pdf ».
- [35] « Les systèmes adhésifs amélo-dentaires.pdf ».
- [36] « composite-Dr.arfa.pdf ».
- [37] « Choucha - 1993 - Restaurations composites occluso-proximales postér.pdf ».
- [38] « Balthazard - 2015 - La porosité des résines composites utilisées en od.pdf ».
- [39] « Thod_2017_HILL_Julia (1).pdf ».
- [40] « 2009_CHARTON_C.pdf ».
- [41] « 1992-171-sept-oct-p350.pdf ».
- [42] « MGSILAISSANINASSIRA2010.pdf ».
- [43] « Raskin et Lehmann - Résines composites en technique directe..pdf ».
- [44] « cours (1).pdf ».
- [45] « SCDPHA_TD_2011_JAGER_STEPHANIE.pdf ».
- [46] « Chaput et Faure - 2021 - Composites dentaires.pdf ».
- [47] « Les-résines-composites_Dr-BOUDEN.pdf ».
- [48] « Vargaftik et al. - 1983 - International Tables of the Surface Tension of Wat.pdf ».
- [49] « Butt et al. - 2003 - Physics and chemistry of interfaces.pdf ».
- [50] « Howard et McAllister - 1957 - Surface tension of acetone-water solutions up to t.pdf ».
- [51] « (PDF) 1. La tension superficielle ». Consulté le: 7 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://www.researchgate.net/publication/331207951_1_La_tension_superficielle
- [52] « CRC Handbook of Chemistry and Physics 95th Edition.pdf ».
- [53] « Physico-chemical properties of hypochlorite solutions ». Consulté le: 7 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://www.forp.usp.br/restauradora/Trabalhos/prnaclo.html>
- [54] « as.58897181.pdf ».

Références Bibliographiques

- [55] « Surface Tension of Liquids - Table ». Consulté le: 8 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://matmake.com/properties/surface-tension-of-liquids.html>
- [56] « Etude de stabilité de détergent gel javel D'OZ Mlle ISKOUNEN Sarah.2019 - Recherche Google ». Consulté le: 7 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://www.google.com/search?q=Etude+de+stabilit%C3%A9+de+d%C3%A9tergent+gel+javel+D%E2%80%99OZ+Mlle+ISKOUNEN+Sarah.2019+%0D%0A%0D%0A&sca_esv=66046235350063f2&sca_upv=1&sxsrf=ADLYWILNd3Jyjd4QvbEMVkwGJqclsNQoSQ%3A1717791879094&ei=h2xjZtu2Bejdi-gPwY-EkAU&ved=0ahUKEwibloG2qcqGAXo7gIHHcEHAVIQ4dUDCBA&oq=Etude+de+stabilit%C3%A9+de+d%C3%A9tergent+gel+javel+D%E2%80%99OZ+Mlle+ISKOUNEN+Sarah.2019+%0D%0A%0D%0A&gs_lp=Egxnd3Mtd2l6LXNlcnAiTkV0dWRIIGRIIH N0YWJpbGl0w6kgZGUgZMOpdGVyZ2VudCBnZWwgamF2ZWwgROKAmU9aIE1sbGUgSVNLT1VORU4gU2FyYWguMjAxOSAkcGkAUABYAHAAeACQAQCYAQCgAQCqAQC4AQzIAQCYAgCgAgCYAwCSBwCgBwA&sclient=gws-wiz-serp
- [57] « LES ADHESIFS AMELO-DENTINAIRES AUTOMORDANCANTS ».
- [58] « De Munck et al. - 2003 - Four-year Water Degradation of Total-etch Adhesive.pdf ».
- [59] « Mayou et al. - Systèmes adhésifs évolution et efficacité.pdf ».
- [60] « Belmabrouk et al. - DIFFÉRENTS COMPORTEMENTS CHIMIQUES D'UN ADHÉSIF UN.pdf ».
- [61] « Yoshihara et al. - 2010 - Nano-controlled molecular interaction at adhesive .pdf ».
- [62] « Yoshihara et al. - 2011 - Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on e.pdf ».
- [63] « (PDF) The Featherstone laboratory pH cycling model: A prospective, multi-site validation exercise ». Consulté le: 7 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: https://www.researchgate.net/publication/51874785_The_Featherstone_laboratory_pH_cycling_model_A_prospective_multi-site_validation_exercise
- [64] « Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges - PubMed ». Consulté le: 7 juin 2024. [En ligne]. Disponible sur: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/12760693/>
- [65] « Yamamoto et al. - 2003 - Effects of tooth-conditioning agents on bond stren.pdf ».
- [66] « Seligman et al. - 1988 - The Prevalence of Dental Attrition and its Associa.pdf ».
- [67] « the-journal-of-adhesive-dentistry.htm ».
- [68] « Adamson - Physical Chemistry of Surfaces.pdf ».
- [69] « Van Meerbeek et al. - 2011 - State of the art of self-etch adhesives.pdf ».

Références Bibliographiques

- [70] « nihms-256691 (1).pdf ».
- [71] « Van Meerbeek et al. - 2011 - State of the art of self-etch adhesives.pdf ».

Résumé:

En médecine dentaire, les adhésifs dentaires jouent un rôle crucial dans la réussite des restaurations dentaires. Ils permettent l'adhésion des matériaux de restauration aux structures dentaires naturelles, La sélection d'un adhésif dentaire approprié dépend de plusieurs facteurs, parmi lesquels l'adhésion et la tension superficielle des produits dentaires sont essentiels.

L'objectif de notre travail est principalement la détermination expérimentale de la tension superficielle des différentes solutions utilisées en médecine dentaire en fonction de la température et les comparer avec la valeur théorique et accessoirement Évaluer l'adhésion inter faciale entre l'émail dentaire et les adhésifs universels

Les comparaisons entre les valeurs théoriques et les valeurs pratiques , elles sont proches , juste l'hydroxyde de calcium , même l'effet tensioactif sont proches à la valeur de l'eau juste l'eau avec hydroxyde de calcium important .

Pour l'évaluation de l'adhésion , le comparaison des moyens de Ph et le calcium :

Le valeur de Ph de l'adhésif de 8^{ème} génération est différent significativement et élevé à l'adhésif de 2^{ème} génération (P<0.05).

En conclusion, L'efficacité d'un adhésif universel pour le collage de l'émail dentaire avec un composite dépend de nombreux facteurs. Parmi ceux-ci, la tension superficielle et l'adhésion interfaciale, , la force d'adhésion peuvent évaluer par l'augmentation de ph le plus marqué et le calcium le plus dissous .

Mots clés : Tension superficielle, Adésion, Ph, Calcium.

Abstract :

In dentistry, dental adhesives play a crucial role in the success of dental restorations. They allow the adhesion of restorative materials to natural tooth structures. The selection of an appropriate dental adhesive depends on several factors, among which the adhesion and surface tension of dental products are essential.

The aim of our work is mainly the experimental determination of the surface tension of the different solutions used in dentistry as a function of temperature and to compare them with the theoretical value and, secondarily, to evaluate the interfacial adhesion between dental enamel and universal adhesives.

Comparisons between theoretical values and practical values, they are close, just calcium hydroxide, even the surfactant effect are close to the value of water just water with significant calcium hydroxide.

For adhesion evaluation, comparison of means of Ph and calcium:

The Ph value of 8th generation adhesive is significantly different and high to 2nd generation adhesive (P<0.05).

In conclusion, the effectiveness of a universal adhesive for bonding dental enamel with composite depends on many factors. Among these, surface tension and interfacial adhesion, the adhesion strength can be assessed by the most marked increase in pH and the most dissolved calcium.

Keywords: Surface tension, Adhesion, Ph, Calcium.

ملخص:

في طب الأسنان، تلعب المواد اللاصقة للأسنان دورًا حاسمًا في نجاح ترميمات الأسنان. أنها تسمح بالالتصاق المواد الترميمية بهياكل الأسنان الطبيعية. يعتمد اختيار المادة اللاصقة المناسبة للأسنان على عدة عوامل، من بينها الالتصاق والتوتر السطحي لمنتجات طب الأسنان أمران ضروريان

الهدف من عملنا هو بشكل أساسي التحديد التجريبي للتوتر السطحي للمحاليل المختلفة المستخدمة في طب الأسنان كدالة لدرجة الحرارة ومقارنتها بالقيمة النظرية، وثانيًا، تقييم الالتصاق البيني بين مينا الأسنان والمواد اللاصقة العامة المقارنات بين القيم النظرية والقيم العملية فهي متقاربة فقط هيدروكسيد الكالسيوم، حتى تأثير الفاعل بالسطح قريب من قيمة الماء فقط ماء به نسبة هيدروكسيد الكالسيوم لتقييم الالتصاق، مقارنة وسائل الحموضة والكالسيوم

تختلف قيمة الرقم الهيدروجيني للمادة اللاصقة من الجيل الثامن اختلافًا كبيرًا وترتفع عن المادة اللاصقة من الجيل الثاني. (P < 0.05) في الختام، فإن فعالية المادة اللاصقة الشاملة لربط مينا الأسنان بالمركب تعتمد على عوامل عديدة. من بين هذه التوترات السطحية والالتصاق السطحي، يمكن تقييم قوة الالتصاق من خلال الزيادة الأكثر وضوحًا في الرقم الهيدروجيني والكالسيوم الأكثر ذوبانًا. الكلمات المفتاحية: التوتر السطحي، الالتصاق، الرقم الهيدروجيني، الكالسيوم.