

Catégorie : Recherche

-38-

## Analyse à l'HPLC du relargage de monomères d'UDMA polymérisés sous haute température haute pression

Page 75

Jean-François NGUYEN<sup>1,2</sup>, Mie -Leng<sup>1</sup> Tang, Anh Chi PHAN<sup>1</sup>, N.Dorin<sup>3</sup> Ruse, Michaël Sadoun<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Unité de Recherches Biomatériaux Innovants et Interfaces (EA 4462), Université Paris Descartes, Paris, France <sup>2</sup> UFR d'Odontologie Université Paris Diderot, Paris, France, <sup>3</sup> Faculty of Dentistry, University of British Columbia, Vancouver, Canada.  
15A route de saint-leu 95360 MONTMAGNY



**INTRODUCTION :** L'inconvénient majeur des résines composites est leur polymérisation incomplète qui induit le relargage de monomères libres dans la cavité orale. Ces derniers peuvent être à l'origine de lésions carieuses secondaires, d'irritations de la pulpe et altèrent la biocompatibilité. Dans cette étude, nous avons testé l'influence de la polymérisation sur le relargage de monomères libres. Pour cela, nous avons comparé par chromatographie liquide à haute pression (HPLC) la libération de monomères provenant d'uréthane diméthacrylate (UDMA) polymérisés sous haute température (190°C) et haute pression (300 MPa) à deux échantillons témoins un thermopolymérisé conventionnellement et un photopolymérisé.

**MÉTHODES:** Cinq polymères d'UDMA (CAS 41137-60-4; Evonik, Essen) ont été produits: a) un polymère contrôle, obtenu par thermo-polymérisation à 90°C, à pression atmosphérique (0,1 MPa) avec 0,5% de peroxyde de benzoylé (BPO) comme initiateur (groupe TC); b) un autre polymère contrôle photopolymérisé avec 0,5% de camphoroquinone, 100 ppm hydroquinonemonomethyl ether et 1% 4,N,N-trimethylanilin (groupe LC); c) un polymère expérimental, obtenu par polymérisation sous HT/HP (190°C, 300 MPa) avec 0,5% BPO (groupe 190I300); d) un polymère expérimental, obtenu par polymérisation sous HT/HP sans initiateur (groupe 190NI300); e) un polymère polymérisé à 90°C et 300 MPa avec BPO (90I300). Les échantillons de polymère ont été immergés dans une solution de 75% d'eau/25% d'éthanol puis prélevée à J1, J7, J14, J28 pour une détermination par HPLC (Agilent 1260 Infinity) des monomères relargués. Une courbe d'étalonnage a été réalisée en utilisant des solutions standards d'UDMA de  $1 \times 10^{-5}$  M à  $1 \times 10^{-7}$  M. Les limites de détection (LOD =  $2,62 \times 10^{-6}$  M) et de quantification (LOQ =  $7,65 \times 10^{-6}$  M) ont été déterminées.

**RÉSULTATS:** Les résultats montrent que la polymérisation d'UDMA sous HT/HP permet une diminution d'un facteur 100 à 1000 du relargage de monomères.

**DISCUSSION ET CONCLUSION :** Les polymères obtenus dans ces conditions de HT/HP ouvrent une direction de recherche permettant l'obtention de blocs résines composites pour CFAO avec une biocompatibilité améliorée.

# Analyse à l'HPLC du relargage de monomères d'UDMA polymérisés sous haute température haute pression

Nguyen Jean-François<sup>1,2</sup>, Anh Chi Phan<sup>1</sup>, Tang Mie-Leng<sup>1</sup>, Ruse N.Dorin<sup>3</sup>, Sadoun Michaël<sup>1</sup>

<sup>1</sup> URB2I (EA 4462), Université Paris Descartes, Paris, France; <sup>2</sup> UFR d'odontologie Garancière Université Paris Diderot, Paris, France; <sup>3</sup> Faculty of Dentistry, University of British Columbia, Vancouver, Canada.

## Objectif

L'inconvénient majeur des résines composites provient de leur polymérisation incomplète qui induit le relargage de monomères libres dans la cavité orale. Ces derniers peuvent être à l'origine de lésions carieuses secondaires, d'irritations de la pulpe et altèrent la biocompatibilité.

Peut-on diminuer le relargage de monomères libres en polymérisant sous haute température haute pression (HT/HP) ?

Dans cet objectif, nous avons comparé par chromatographie liquide à haute pression (HPLC) la libération de monomères provenant d'uréthane diméthacrylate (UDMA) polymérisés sous haute température (190°C) et haute pression (300 MPa) à deux échantillons témoins: un thermopolymérisé conventionnellement et un photopolymérisé.

## Matériel et méthodes

### POLYMERISATION

Photopolymérisation+ CQ (LC)

90°C 0,1 MPa 0,5 % Peroxyde de benzoyle (TC)

90°C 300 MPa 0,5 % Peroxyde de benzoyle (90I300)

190°C 300 MPa (190NI300)

190°C 300 MPa 0,5 % Peroxyde de benzoyle (190I300)

UDMA

75% eau 25% éthanol - étuve 37°C

J1

J7

J14

J28

HPLC (1260 Infinity Quaternary LC. A Poroshell 120 EC-C18)



Colonne de dimension 4.6x50 mm avec des particules de 2,7 µ.

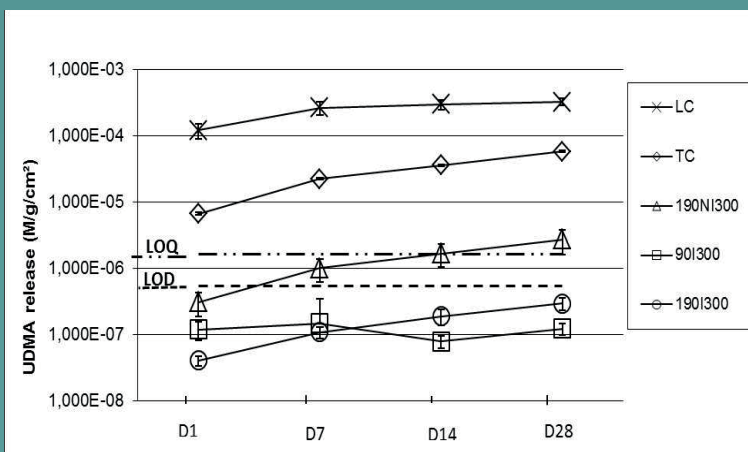
Le solvant est une solution 65% acetonitrile et d'eau qualité HPLC, à un débit de 1 µL/min

La limite de détection (LOD) et la limite de quantification (LOQ) ont été calculées à partir de la courbe de calibration obtenue dans les zone de faible concentration (1x10<sup>-7</sup>, 5x10<sup>-6</sup>, 1x10<sup>-6</sup>, 5x10<sup>-5</sup> à 1x10<sup>-5</sup> mol/L) selon la formule:

LOD = 3.3 σ/S et LOQ = 10 σ/S

avec σ = écart type résiduel and S = pente.

## Résultats



## Discussion et conclusion

Cette étude montre que la polymérisation d'UDMA sous HT/HP permet une diminution d'un facteur 100 à 1000 du relargage de monomères. La HP confère une meilleure réactivité des monomères en réduisant le volume libre. Les polymères obtenus dans ces conditions de HT/HP ouvrent une direction de recherche permettant l'obtention de blocs résines composites pour CFAO avec une biocompatibilité améliorée.

## Bibliographie

Kaminski K, Paluch M, Wrzalik R, Zoilo J, Bogoslovov R, Roland CM. Pressure-induced polymerization of tetraethylene glycol dimethacrylate. J Polym Sci Part A Polym Chem 2008;46:3795-801.

Phan AC, Tang MI, Nguyen JF, Ruse ND, Sadoun M. High-temperature high-pressure polymerized urethane dimethacrylate-Mechanical properties and monomer release. Dent Mater, 2014. 30(3): p. 350-6.

Sideridou ID, Achilias DS. Elution study of unreacted Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, and Bis-EMA from light-cured dental resins and resin composites using HPLC. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2005;74:617-26.