

# Fluoruration de l'émail in vitro par laser à rayons ultraviolets

B. VERNOLE\*, D. PALANO\*, G. MOLINARI\*, G. MAJNI\*\*, L. TORRISI\*\*\*

\* Clinique Odontologique, Université de Modène (Italie)

\*\* Faculté d'Ingénieurs, Université d'Ancone (Italie)

\*\*\* Faculté de Physique, Université de Catane (Italie)

## RÉSUMÉ

28 échantillons d'émail dentaire humain ont été analysés afin de quantifier l'absorption du fluor après traitement aux rayons ultraviolets.

Les analyses ont montré que les échantillons soumis à une simple application topique présentent une absorption de fluor modeste, uniquement dans les couches superficielles de l'émail (jusqu'à 0,5  $\mu\text{m}$  de profondeur). L'absorption est plus importante en utilisant une lampe à vapeur de mercure. Avec le laser « excimer », comparé aux deux autres méthodes, la fixation du fluor dans le réseau de l'émail est très supérieure en surface et se produit également en profondeur (3  $\mu\text{m}$ ).

## MOTS-CLÉS:

Email - laser excimer - lampe à vapeur de mercure - fluoruration topique - réaction nucléaire.

## SUMMARY

28 samples of human enamel have been studied in order to measure fluoride absorption after treatment with ultraviolet radiations.

Samples treated with topical application only presented limited fluoride absorption in enamel surface (up to 0,5  $\mu\text{m}$  deep). The absorption rate was higher, using an U.V. lamp. In samples treated with « excimer » laser, fluoride absorption was much higher in the surface layer and occurred also deeper (3  $\mu\text{m}$ ).

## KEY WORDS

Enamel - excimer laser - mercury vapor lamp - topical fluoridation - nuclear reaction.

## INTRODUCTION

Il est maintenant bien connu que la substitution des groupes OH de l'hydroxyapatite aux ions fluor (F) et la formation de fluoroapatite diminuent la solubilité de l'émail dentaire aux acides organiques, augmentent sa résistance à la décalcification et sa dureté, réduisant ainsi l'incidence des caries dentaires (Newesely, 1961; Moreno et coll., 1974; Moreno et coll., 1977; Le Geros, 1981). Le fluor, appliqué topiquement sur l'émail, n'est pas absorbé complètement. Il a en effet

été démontré que la plus grande partie de l'oligo-élément se dépose sur l'émail sous forme de  $\text{CaF}_2$  et peut être enlevée facilement par l'action mécanique de la salive, surtout durant les premières 24 heures qui suivent le traitement (Baud et Bang, 1970; Arends et Schuthof, 1975; Retief et coll., 1980).

Le but du présent travail est de vérifier la possibilité de fixer le fluor de façon stable dans le réseau cristallin de l'émail, au moyen d'une réaction photochimique: en comparant des échantillons

traités topiquement avec des échantillons irradiés, nous avons cherché à évaluer si la présence de fluor dans l'émail de ces derniers était due à la réaction photochimique ou à la simple application topique.

#### MATÉRIEL ET MÉTHODES

14 premières prémolaires supérieures, exemptes de carie, extraites, pour des raisons orthodontiques, chez des enfants âgés de 7 à 14 ans, ont été retenues pour la présente expérimentation.

Les dents ont été sectionnées longitudinalement au couteau de diamant afin d'obtenir deux échantillons de chaque dent. Pour chaque enfant, les deux hémisections d'une prémolaire ont servi de témoin tandis que les deux hémisections de la prémolaire controlatérale étaient traitées (après mordantage ou non), l'une par une simple application topique de fluor, l'autre par une application de fluor suivie d'une irradiation.

TABLEAU I  
Caractéristiques techniques du laser «excimer»

	Composition des mélanges	$\lambda$	Energie	Durée	Vie du remplissage
Xe Cl	Xe: Hcl (5% He): He = 40: 80: 2000 mbar	308 nm	100-120 mJ	20-25 nS	$10^6$ impulsions
Xe F	Xe: Fz (5% He): He = 20: 150: 2000 mbar	351 nm	60-80 mJ	15-20 nS	$10^5$ impulsions
Kr F	Kr: Fz (5% He): He = 80: 80: 2000 mbar	249 nm	120-140 mJ	20-25 nS	$10^5$ impulsions
N2	N2: He = 30: 1000 mbar	337 nm	3- 5 mJ	8-10 nS	$10^6$ impulsions

à 249 nm énergie moyenne  
1 mJ =  $2.08 \cdot 10^{-9}$  einsteins  
1 einstein =  $6 \cdot 10^{23}$  photons  
250 mJ =  $3 \cdot 10^{17}$  photons/impulsion

fréquence de répétition = 2 Hz  
puissance de pic =  $2 \cdot 10^6$  W

Pour les applications topiques, nous avons utilisé un gel de fluorure de sodium acide, contenant 0,33% de fluorure de sodium (Medical gel, Conegliano, Italie); ce gel s'est révélé complètement transparent aux radiations ultraviolettes utilisées.

Les échantillons ont été soigneusement lavés plusieurs fois dans de l'eau distillée, en utilisant les ultrasons, afin d'enlever le fluor libre, présent à la surface de l'émail et n'ayant pas pénétré le réseau cristallin, simulant ainsi (bien que de façon plus énergique), l'action de la langue et de la salive.

Le contenu en fluor de l'émail a été déterminé par la réaction nucléaire  $^{19}\text{F} (p, \alpha) ^{16}\text{O}$ , de manière non destructrice et sans manipulation de l'échantillon (Rapisarda et coll., 1984; Torrissi et Rapisarda, 1984; Torrissi et coll., 1985). Cette méthode, seule indiquée pour l'évaluation quantitative du fluor présent dans l'émail, à la surface ou en profondeur, exploite la résonance de la réaction par laquelle le noyau de

Nous avons évalué et comparé les concentrations de fluor dans des zones circonscrites et symétriques de l'émail.

L'irradiation a été faite de deux façons: d'une part, en utilisant une lampe à vapeur de mercure (lampe U.V.), émettant des radiations dans la gamme de spectre ultraviolet, avec une première bande principale centrée sur la longueur d'onde de 254 nm, d'autre part, avec un laser «excimer» (Tableau I), le matériau actif consistant en dimères excités.

Trois échantillons ont été irradiés pendant 5', 10' et 60' respectivement, avec la lampe U.V., quatre ont été traités avec le laser «excimer», deux pendant 10' et deux pendant 20'. Le tableau II résume les différents procédés appliqués aux différents échantillons.

TABLE I  
Technical data of excimer laser

l'atome de  $^{19}\text{F}$  est transformé en noyau de l'atome de  $^{16}\text{O}$ , avec émission de particules  $\alpha$ , avec une énergie de 6,93 MeV, induite par un flux d'ions H à 1,305 MeV, obtenu avec un accélérateur Van de Graaf. En comparant le nombre de particules  $\alpha$  émises par l'échantillon à un standard ayant un taux de fluor connu et constant ( $\text{Cr}_3\text{F}$ , pour lequel la perte d'énergie des protons et des particules  $\alpha$  est presque la même que celle de l'émail dentaire), la concentration en fluor de l'émail peut être établie, ainsi que sa distribution, de la surface à environ 3  $\mu\text{m}$  de profondeur.

#### RÉSULTATS

##### Echantillons non traités (témoins)

Les surfaces palatines (Fig. 1a) et vestibulaires (Fig. 1b) de l'émail non traité ont été analysées les premières. Les concentrations en fluor ainsi établies

TABLEAU II

Résumé des modalités de traitement des 28 échantillons

TABLE II

Summary of the different treatments applied to the 28 enamel samples (Topical application, U.V. lamp, excimer laser used after etching or not)

Echant. Patients	14		24	
	Cuspide palatine	Cuspide vestibulaire	Cuspide palatine	Cuspide vestibulaire
M.F.	Non mordancée Lampe U.V. 5 minutes	Non mordancée Application topique 5 minutes	Non traitée	Non traitée
D.L.	Non mordancée Lampe U.V. 10 minutes	Non Application topique 10 minutes	Non traitée	traitée
M.A.	Non mordancée Lampe U.V. 60 minutes	Non mordancée Application topique 60 minutes	Non traitée	Non traitée
B.P.	Non traitée	Non traitée	Mordancée Application topique 10 minutes	Mordancée Laser 10 minutes
Non R.M.	Non traitée	Non mordancée traitée	Non mordancée Application topique 10 minutes	Laser 10 minutes
G.C.	Non traitée	Non traitée	Mordancée Application topique 20 minutes	Mordancée Laser 20 minutes
Non D.T.	Non traitée	Non mordancée traitée	Non mordancée Application topique 20 minutes	Laser 20 minutes

ont été prises comme référence pour l'analyse des échantillons symétriques et contralatéraux traités.

On constate que, pour l'émail vestibulaire (Fig. 1b), l'arc sous-jacent au spectre est plus grand que celui de l'émail palatin (Fig. 1a).

Dans les 14 échantillons analysés, le fluor est présent en plus grande quantité en surface et diminue progressivement en profondeur, qu'il s'agisse d'émail palatin ou d'émail vestibulaire (Fig. 2). La concentration en fluor est cependant inférieure, dans l'émail vestibulaire, au premier micron de profondeur (Fig. 2).

### Résultats après lavage

Après 60 minutes de lavage dans l'eau distillée, en utilisant les ultrasons, la quantité de fluor présente dans les échantillons traités par *simple application topique* représente environ 10% de celle qui avait été évaluée avant lavage, cette quantité restant à peu près constante, même après un second lavage de 60 minutes.

Après un lavage de même durée, la quantité de fluor présente dans les échantillons traités *avec laser et lampe U.V.* représente environ 80% et 65% respectivement de celle qui avait été évaluée avant lavage, ces concentrations restant constantes, même après un second lavage de 60 minutes.

### Résultats en fonction de la profondeur de l'émail

TABLEAU III

Concentration en fluor des couches les plus superficielles d'émail (environ 0,03  $\mu\text{m}$  de profondeur) dans 6 échantillons, dont 3 ont été traités avec lampe U.V. et 3 avec application topique, après 1 heure de lavage.

(Concentrations en fluor des échantillons symétriques non traités = 1).

TABLE III

Fluoride concentration in the enamel surface (0.03  $\mu\text{m}$  deep) of 6 samples treated either with U.V. lamp (3) or topical application (3), after 1 hour washing.

(Fluoride concentration in non treated symmetrical samples = 1)

Lieu de l'application	Surface vestibulaire	Surface palatine
Temps Modalité de l'application	Application topique	Lampe U.V.
60 minutes	27.4	33.6
10 minutes	2.5	9.0
5 minutes	1.2	1.4

Le tableau III montre comment, dans les couches supérieures de l'émail, à une profondeur d'environ 0,03  $\mu\text{m}$ , la simple application topique, comme l'irradiation avec la lampe U.V., induisent une fixation de fluor dans l'émail proportionnellement à la durée du traitement. Cette fixation est, cependant, plus

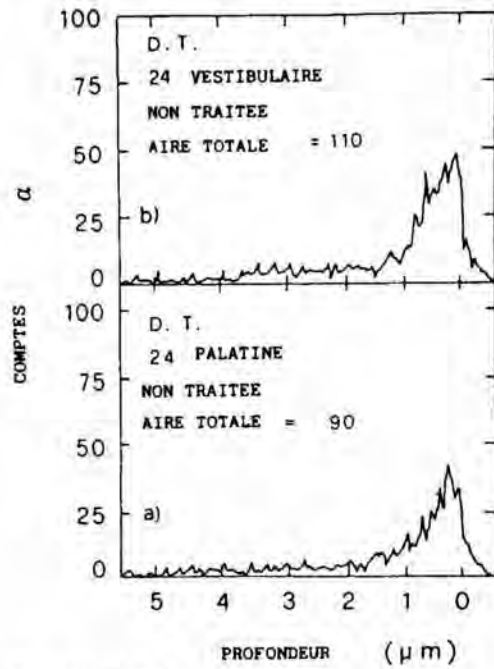


Fig. 1a et 1b

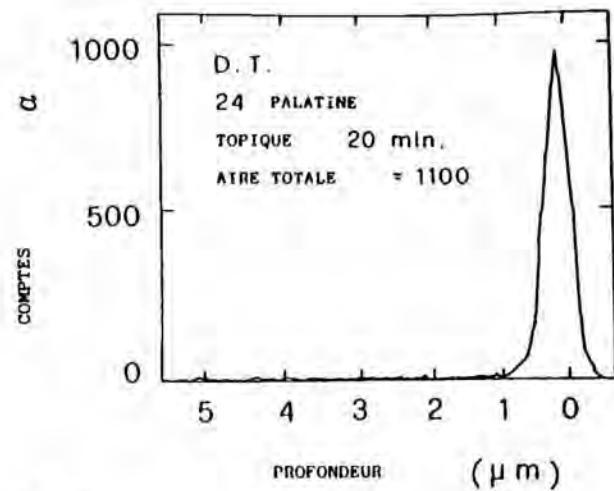


Fig. 4

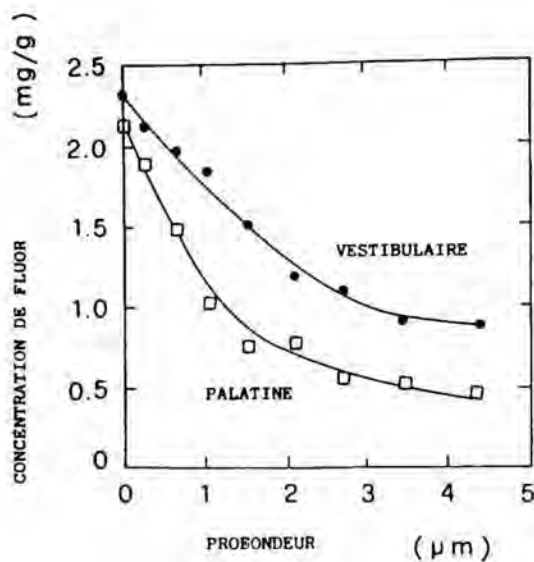


Fig. 2

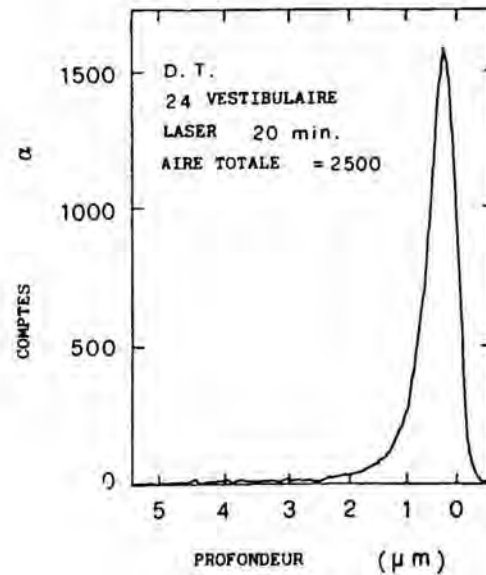


Fig. 5

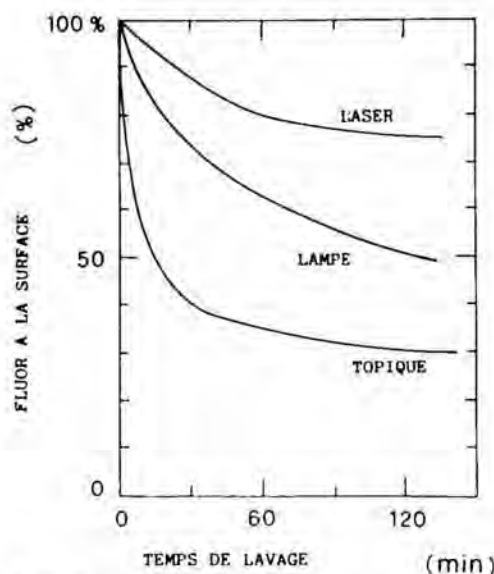


Fig. 3

Fig. 1a et 1b: Spectres  $\alpha$ , obtenus par la méthode de la réaction nucléaire et relatifs à l'émail palatin (Fig. 1a) et à l'émail vestibulaire (Fig. 1b) de la prémolaire non traitée du patient D.T. L'ordonnée indique le nombre des particules  $\alpha$  émises par l'échantillon, ainsi que l'abscisse indique l'épaisseur de l'émail exprimée en  $\mu\text{m}$ .

Le sigle qui se trouve dans la partie supérieure de chaque figure indique le patient, la dent, la surface analysée, les modalités de traitement et l'aire sous-tendue au spectre. L'aire sous-tendue au spectre est proportionnelle à la quantité de fluor présent dans l'épaisseur de l'émail; la forme du spectre est fonction de la distribution du fluor dans l'épaisseur de l'émail.

Fig. 2: Profils des concentrations de fluor naturel présent dans l'émail vestibulaire et palatin des 7 prémolaires non traitées. L'abscisse indique l'épaisseur de l'émail exprimée en  $\mu\text{m}$ , ainsi que l'ordonnée indique la concentration de fluor exprimée en mg/g d'hydroxyapatite.

Fig. 3: Quantité de fluor (exprimée en %) retenue à la surface ( $1\ \mu\text{m}$ ) des échantillons traités topiquement (Topique), de ceux qui ont été irradiés avec la lampe à vapeur de mercure (Lampe) et avec le laser «excimer» (Laser), quantité qui est fonction du temps de lavage (exprimé en minutes) dans de l'eau distillée avec ultrasons.

Fig. 4 et 5: Spectres  $\alpha$  relatifs aux 2 échantillons traités, topiquement (Fig. 4) et avec laser «excimer» (Fig. 5), du patient D.T., lavés dans de l'eau distillée avec ultrasons pendant 1 heure. (Voir la légende des Fig. 1a et 1b).

importante dans les échantillons irradiés avec la lampe U.V. A une profondeur de 1  $\mu\text{m}$ , les concentrations en fluor des 6 échantillons traités (par application topique ou par lampe U.V.) sont presque semblables à celles des échantillons non traités.

Si l'on compare le spectre relatif à l'émail vestibulaire traité par irradiation au laser (Fig. 4) avec celui de l'émail palatin ayant subi une simple application topique (Fig. 5) et le tableau des concentrations en fluor respectives pour les 8 échantillons traités avec l'une ou l'autre méthode (Tableau IV), on constate que l'application topique de gel fluoré n'induit une absorption du fluor que dans les couches supérieures de l'émail. Au-delà de 0,5  $\mu\text{m}$  de profondeur, la concentration en fluor est presque la même pour les échantillons traités par simple application topique que pour les témoins non traités. En revanche, la concentration en fluor, pour les échantillons traités avec le laser «excimer», est environ 45 fois supérieure en surface (0,2  $\mu\text{m}$  de profondeur) et 3 fois supérieure en profondeur (3  $\mu\text{m}$ ) à celle des témoins non traités.

TABLEAU IV

Concentration du fluor à la surface et dans les premiers 3  $\mu\text{m}$  de profondeur de l'émail de 8 échantillons, 4 traités avec laser «excimer» et 4 avec application topique, après 1 heure de lavage. (Concentrations en fluor des échantillons symétriques non traités = 1).

TABLE IV

*Fluoride concentration at enamel surface and down to 3  $\mu\text{m}$  deep) in 8 samples treated either with excimer laser (4) or with topical application (4), after 1 hour washing.*

*(Fluoride concentration in non treated symmetrical samples = 1)*

Lieu de l'application	Surface vestibulaire	Surface palatine
Zone Modalités d'émail analysée	Laser «excimer»	Topique
0.2 $\mu\text{m}$ de profondeur	45	25
0.5 $\mu\text{m}$ de profondeur	35	8
1 $\mu\text{m}$ de profondeur	25	1
1.5 $\mu\text{m}$ de profondeur	10	1
2 $\mu\text{m}$ de profondeur	3	1
3 $\mu\text{m}$ de profondeur	3	1

## DISCUSSION

L'accord entre les données de la littérature sur la concentration en fluor de l'émail (Hallsworth et Weatherell, 1969; Rapisarda et coll., 1984; Torrisi et coll., 1985) et les résultats de la présente expérimentation en ce qui concerne l'émail non traité, montre la

fiabilité de la réaction nucléaire pour évaluer la concentration en fluor de l'émail, tant en surface qu'en profondeur. Le choix de zones circonscrites et symétriques d'émail pour mesurer la quantité de fluor liée chimiquement au réseau cristallin a permis d'éviter les erreurs induites par une analyse globale de la surface, dans laquelle le fluor est, on le sait, réparti de façon variable (Isaac et coll., 1958; Brudevold et Soremark, 1967; Hallsworth et Weatherell, 1969).

Après application topique de gel fluoré, il se produit, uniquement dans la couche la plus superficielle de l'émail, une modeste absorption de fluor, proportionnelle à la durée du traitement, mais la concentration en fluor de l'émail n'est pas modifiée au-delà de 0,5  $\mu\text{m}$  de profondeur.

La quantité de fluor fixée dans les couches superficielles de l'émail est plus importante après traitement avec la lampe U.V. qu'après application topique.

Comparé à la simple application topique et à l'irradiation avec la lampe U.V., le traitement au laser induit une fixation du fluor, non seulement en surface, où elle est très supérieure à celle obtenue avec les deux autres méthodes, mais également en profondeur. Le laser «excimer» présente donc un potentiel considérable pour la fluoruration de l'émail.

Des études physico-chimiques ont montré comment la radiation par rayons ultraviolets menait à la dissociation des liaisons moléculaires, entraînant une réaction chimique spécifique (Oster, 1969; Kimel et Speiser, 1977; Moore, 1977; Ron, 1979). De plus, des analyses par spectrophotométrie et photoréaction ont montré comment la radiation par des rayons ultraviolets d'environ 250 nm de longueur d'onde favorisait la pénétration du fluor dans le réseau cristallin de l'apatite (Palano et coll., 1988).

Nos résultats comparatifs des échantillons irradiés avec ceux traités par simple application topique confirment ces données. Le fluor peut ainsi être fixé dans l'émail par réaction photochimique, en utilisant une irradiation ultraviolette d'environ 250 nm de longueur d'onde. La meilleure fixation du fluor obtenue avec le laser «excimer», comparé à la lampe U.V., et le fait que l'attaque chimique et le temps d'exposition de l'émail au laser n'influencent pas l'absorption, peuvent être attribués à l'énergie élevée du laser, qui induit un grand nombre de photoréactions dans l'unité de temps, avec une saturation rapide des zones où le fluor est fixé dans l'apatite. Il semble donc que la durée d'exposition de l'émail à la lumière du laser ne peut influencer le temps d'irradiation que de l'ordre de quelques secondes et lorsque le laser est utilisé à très faible intensité.

## REMERCIEMENTS

Les auteurs remercient Monsieur Ponterini (Faculté de Chimie, Université de Modène) et Monsieur Vanini (Ecole d'Electronique Quantique CNR de Florence).

## BIBLIOGRAPHIE

- Arends, J., Schuthof, J. — Fluoride content in human enamel after fluoride application and washing. *Caries Res.*, 9: 363-372, 1975.
- Baud, C.A., Bang, S. — Electron probe and X-ray diffraction microanalysis of human enamel treated in vitro by fluoride solution. *Caries Res.*, 4: 1-13, 1970.
- Brudevold, F., Soremark, R. — Chemistry of the mineral phase of enamel. Structural and Chemical organisation of teeth. Vol. II. Ch. 18, Miles, New York 1967.
- Halssworth, A.S., Weatherell, J.A. — The microdistribution, uptake and loss of fluoride in human enamel. *Caries Res.*, 3: 109-118, 1969.
- Isaac, S., Brudevold, F., Smith, F.A., Gardner, D.E. — The relation of fluoride in the drinking water to the distribution of fluoride in enamel. *J. dent. Res.*, 37: 318-325, 1958.
- Kimel, S., Speiser, S. — Lasers and chemistry. *Chemical Reviews* 77, 4: 437-472, 1977.
- Le Geros, R.Z. — Apatites in biological systems. *Prog. Crystal Growth Charact.*, 4: 1-45, 1981.
- Moore, C.B. — Chemical and biochemical applications of lasers. Vol. 3, New York, 1977.
- Moreno, E.C., Kresak, M., Zahradnik, R.T. — Fluoridated hydroxyapatite solubility and caries formation. *Nature, Lond.*, 247: 64-65, 1974.
- Moreno, E.C., Kresak, M., Zahradnik, R.T. — Physicochemical aspects of fluoride-apatite systems relevant to the study of dental caries. *Caries Res. II* (Suppl. 1): 142-171, 1977.
- Newesely, H. — Changes in crystal types of low solubility calcium phosphates in the presence of accompanying ions. *Archs. oral Biol.*, 6: 174-180, 1961.
- Oster, G. — Effetti chimici della luce. *Le scienze*, 8: 38-45, 1969.
- Palano, D., Maiolani, S., Gelli, E., Rinaldi, R., Molinari, G. — Possibilità e limiti della fluoroprofilassi topica mediante laser I.R. 904 nm. *Min. Stom.*, 37: 97, 1988.
- Rapisarda, E., Torrissi, L., Scala, F. — Differenza delle concentrazioni di fluoro tra lo smalto vestibolare e il palatino di denti fluorotici e non, analizzati mediante reazioni nucleari. *Stomat. Medit. IV*, 3: 387, 1984.
- Retief, D.H., Sorvas, P.G., Bradley, E.L., Taylor, R.E., Walker, A.R. — In vitro fluoride uptake, distribution and retention by human enamel after 1 and 24 hour application of various topical agents. *J. dent. Res.*, 59: 573-582, 1980.
- Ronn, A.M. — Il laser in chimica. *Le scienze*, 131: 66-82, 1979.
- Torrissi, L., Rapisarda, E. — Le concentrazioni di fluoro nello smalto e nella dentina di denti sani, cariati e fluorotici studiate mediante reazioni nucleari. *Min. Stom.*, 33: 17-21, 1984.
- Torrissi, L., Sheng, K.L., Rapisarda, E., Foti, G. — Depth distribution of fluorine in enamel teeth by  $^{19}\text{F}$  (p,  $\alpha$ )  $^{16}\text{O}$  reaction. *Il Nuovo Cimento, Vol. 5*, 2: 164, 1985.

Adresse des auteurs: Dr. B. Vernole, Clinique Odontologique, Université de Modène, Italie.