

Universitätspoliklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie
an der Martin- Luther- Universität Halle- Wittenberg
Direktor: Univ.- Prof. Dr. H.-G. Schaller

**Vergleich der Mikrohaftkraft von fünf Dentinhaftvermittlern
in Kombination mit fließfähigen Komposits-
eine in vitro Untersuchung**

Dissertation
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Zahnmedizin (Dr. med. dent.)

vorgelegt
der Medizinischen Fakultät
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von Marcus Makowski, geboren am 29.08.1973 in Quedlinburg

Gutachter:

1. PD Dr. Ch. C. Gernhardt
2. Prof. Dr. R. Fuhrmann
3. PD. Dr. W. Buchalla (Zürich)

eingereicht am: 17.05.2011

verteidigt am: 02.11.2011

00.00.0000

00.00.0000

Referat

Das Ziel dieser praxisnahen in vitro Untersuchung war es, die Haftfestigkeiten von fünf aktuellen Dentinhaftvermittlern in Kombination mit und ohne Flowable- Komposit mit dem Mikrohaftkraft- Test zu bestimmen und untereinander zu vergleichen. In 30 kariesfreien, menschlichen Weisheitszähnen wurden mit Hilfe einer modifizierten Kopfräsvorrichtung standardisierte mod- Kavitäten präpariert und diese mit der horizontalen Komposit- Schichttechnik gefüllt. Aus den fünf Dentinhaftvermittlern AdheSE®, ExciTE®, Clearfil®SE Bond, Syntac® und Xeno®III und den beiden gewählten Füllungskombinationen ergaben sich insgesamt 10 Versuchsgruppen aus denen 600 Einzelproben hergestellt wurden. Diese bestanden aus Kunststoff- Dentin- Stäbchen von 1mm Durchmesser, deren Haftkräfte im Mikrohaftkraft- Test in einer Universalprüfmaschine mit Bencor Multi- T Aufsatz ermittelt wurden.

Alle untersuchten Haftvermittler wiesen akzeptable Haftwerte unabhängig von ihrer verwendeten Materialkombination auf. Der am höchsten gemessene Haftwert betrug 40 MPa in der Kombination von ExciTE® mit Tetric® ceram, der niedrigste lag bei 13 MPa in Verbindung von AdheSE® mit Tetric® ceram. Der höchste Mittelwert wurde für die Kombination ExciTE® mit Tetric® ceram mit 28,40 MPa und der niedrigste für die Kombination AdheSE® mit Tetric® ceram mit 20,85 MPa gemessen. Für alle Gruppen ergab sich ein mittlerer Haftwert von 24 MPa. Die kombinierte Verarbeitung mit Flow- Materialien führte nur bei Xeno®III zu einer statistisch signifikanten Erhöhung und nur bei ExciTE® zu einer statistisch signifikanten Erniedrigung der Haftwerte. Somit kann die Funktion der fließfähigen Kompositmaterialien als „Stressbrecher“ und Kompensationsfaktor für die Polymerisationsschrumpfung nur in Verbindung mit bestimmten Adhäsiven angenommen werden.

Der Mikrohaftkraft- Test ist inzwischen die am häufigsten angewandte Methode für die Haftwertbestimmung und erlaubt damit eine erste Beurteilung von Dentinhaftvermittlern vor ihrem praktischen Einsatz. In Verbindung mit thermischer Wechselbelastung und / oder simulierter Kaubelastung ergeben sich damit noch zahlreiche weitere Untersuchungsmöglichkeiten hinsichtlich der Dauerhaftigkeit und der langfristigen Veränderung des Kunststoff- Dentin- Verbundes in verschiedenen Lokalisationen.

I

Inhaltsverzeichnis:

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | EINLEITUNG | 1 |
| 1.1 | Dentin | 2 |
| 1.1.1 | Struktur und Zusammensetzung | 2 |
| 1.1.2 | Permeabilität und Schmierschicht | 4 |
| 1.2 | Dentinvorbehandlung | 4 |
| 1.3 | Dentinhaftung | 5 |
| 1.4 | Dentinhaftvermittler | 6 |
| 1.4.1 | Entwicklung | 6 |
| 1.4.2 | Einteilung | 8 |
| 1.4.3 | Aktueller Stand | 10 |
| 1.5 | Komposite | 11 |
| 1.5.1 | Einteilung | 11 |
| 1.5.2 | Mikrofüllerkomposite | 12 |
| 1.5.3 | Hybridkomposite | 12 |
| 1.5.4 | Fließfähige und stopfbare Komposite | 13 |
| 1.5.5 | Nanotechnologisch modifizierte Komposite | 13 |
| 1.5.6 | Polymerisationskontraktion, E - Modul und C - Faktor | 14 |
| 1.6 | Kriterien für die Qualität von Dentinhaftvermittlern | 15 |
| 1.6.1 | Zugversuch | 16 |
| 1.6.3 | Scherversuch | 16 |
| 1.6.4 | Probleme der derzeitigen Haftversuche | 17 |
| 1.6.5 | Mikrohaftkraft - Test | 18 |
| 2 | ZIEL DER UNTERSUCHUNG | 22 |
| 3 | MATERIAL UND METHODE | 22 |
| 3.1 | Material | 22 |
| 3.1.1 | Zähne, Lagerungs- und Spüllösungen | 22 |
| 3.1.2 | Ätzelgel | 22 |
| 3.1.3 | Dentinhaftvermittler | 22 |
| 3.1.4 | Komposite | 24 |
| 3.2 | Methode | 26 |
| 3.2.1 | Vorbereitung der Zähne | 26 |
| 3.2.2 | Kavitätenpräparation | 26 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 3.2.3 | Applikation der Dentinhaftmittel..... | 27 |
| 3.2.4 | Verarbeitung der Komposite..... | 29 |
| 3.3 | Herstellung der Dentinproben für den Mikrohaftkraft- Test..... | 30 |
| 3.4 | Mikrohaftkraft- Test..... | 31 |
| 3.5 | Untersuchung am REM..... | 32 |
| 3.6 | Statistik..... | 33 |
| 4 | ERGEBNISSE | 33 |
| 4.1 | Quantitative Analyse..... | 33 |
| 4.2 | Qualitative Analyse..... | 40 |
| 5 | DISKUSSION | 45 |
| 5.1 | Material und Methode..... | 45 |
| 5.1.1 | Auswahl, Lagerung und Vorbereitung der Zähne..... | 45 |
| 5.1.2 | Kavitätenpräparation..... | 46 |
| 5.1.3 | Verarbeitung der Dentinhaftvermittler und Komposite..... | 47 |
| 5.1.4 | Herstellung der Dentinproben..... | 51 |
| 5.1.5 | Durchführung des Mikrohaftkraft- Tests..... | 51 |
| 5.2 | Diskussion der Ergebnisse..... | 52 |
| 5.2.1 | Quantitative Ergebnisse..... | 52 |
| 5.2.2 | Qualitative Ergebnisse..... | 53 |
| 6 | SCHLUSSFOLGERUNG | 54 |
| 7 | ZUSAMMENFASSUNG | 54 |
| 8 | LITERATUR | 56 |
| 9 | THESEN | 73 |

LEBENSLAUF

SELBSTSTÄNDIGKEITSERKLÄRUNG

ERKLÄRUNG ÜBER FRÜHERE PROMOTIONSVERSUCHE

DANKSAGUNG

II

Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen:

| | |
|------------------|--|
| Abb. | Abbildung |
| BIS-EMA | Bisphenol-A-Ethoxydimethacrylat |
| BIS-GMA | Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat |
| BMT | Bencor Multi- T |
| ca. | circa |
| Ca ²⁺ | Kalziumionen |
| DGZ | Deutsche Gesellschaft für Zahnerhaltung |
| DGZMK | Deutsche Gesellschaft für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde |
| engl. | englisch |
| et al. | et alii |
| Fa. | Firma |
| Gebr. | Gebrüder |
| Gew. % | Gewichtsprozent |
| GPDM | Glycerinphosphatdimethacrylat |
| HEMA | 2- Hydroxyethylmethacrylat |
| HNPM | Naphtoxypropylmethacrylat |
| H ₂ O | Wasser |
| i.d.R. | in der Regel |
| max. | maximal |
| μTBT | microtensile bond test = Mikrohaftkraft- Test |
| μTBS | microtensile bond strength = Mikrohaftkraft |
| 4- META | 4- Methacryltrioxyethyltrimellitananhydrid |
| MMA | Methylmethacrylat |
| MPP | Methacryloxyethyl- Phenylphosphat |
| Nm | Nanometer |
| NPG- GMA | N- Phenylglycin- Glycidylmethacrylat |
| REM | Rasterelektronenmikroskop |
| Sek. | Sekunden |
| Tab. | Tabelle |
| Vol% | Volumenprozent |
| z.B. | zum Beispiel |

1 EINLEITUNG

Der Wunsch vieler Patienten nach ästhetischer Versorgung und die zunehmende Einschränkung, des seit mehr als 100 Jahren dominierenden Füllungswerkstoffes Amalgam, führten zu einem vermehrten Einsatz von Kompositmaterialien auch im Seitenzahnbereich (Newman 1991, Roulet 1994 und 1997). Während die Probleme der Schmelzhaftung durch die von Buonocore (1955) eingeführte Schmelz- Ätz- Technik weitgehend gelöst sind, wirft der Komposit- Dentin- Verbund immer noch zahlreiche Fragen auf. Ursache dafür ist vor allem die strukturelle Besonderheit des Dentins, da es vom histologischen Aufbau her, wegen der mit Dentinliquor gefüllten Dentintubuli, als hydrophil einzustufen ist (Nakabayashi et al. 1991, Haller 1994). Außerdem entsteht nach jeder mechanischen Bearbeitung auf dem Dentin eine Schmierschicht, die den direkten Kontakt zum kompakten Dentin verhindert. Obwohl die Haftfestigkeit und die Randschlussqualität bei der Komposit- Dentin- Haftung stetig verbessert wurden (Lutz und Krejci 1992, Haller 1994), ist die unzureichende dauerhafte marginale Adaptation der Kompositmaterialien die Hauptursache klinischer Misserfolge in der Füllungstherapie (Qvist et al. 1990, Browning und Dennison 1996). Von zentraler Bedeutung ist dabei die Polymerisationsschrumpfung, zu der es bei der Aushärtung von Kompositmaterialien kommt, da sie mit hohen Zugkräften auf den Komposit- Dentin- Verbund wirkt (Bowen et al. 1982b, Feilzer et al. 1988 u. 1993, Setz et. al. 1991, Gee et al.1993). Weiterhin beeinflusst der unterschiedliche thermische Expansionskoeffizient von Kunststoff und Zahnhartsubstanz die Randqualität und Beständigkeit der Füllung (Bullard et al.1988, Yamaguchi et al. 1989b). Moderne Dentinhaftvermittler haben also vielfältige Anforderungen zu erfüllen, wobei durch kurze Entwicklungszyklen und die schnelle Markteinführung neuer Produkte ihre Beurteilung immer schwieriger wird. Durch geeignete und reproduzierbare Prüfverfahren sollte deshalb eine Vergleichbarkeit der Adhäsivsysteme untereinander und eine erste Einschätzung für den Praktiker ermöglicht werden, bevor diese klinisch eingesetzt werden. Vor diesem Hintergrund kam in der vorliegenden Studie der Mikrohaftkraft- Test (μ TBT) zur Ermittlung der Haftkräfte von fünf aktuellen Adhäsivsystemen zum Einsatz.

1.1 Dentin

Der weitaus größte Anteil des menschlichen Zahnes besteht aus Dentin. Es handelt sich hierbei um ein vitales Gewebe, das heterogen aufgebaut ist (Schröder 1992). Seine Entstehung erfolgt aus der Zahnpapille und somit aus dem Ektomesoderm (Linde 1985). Es prägt entscheidend die äußere Formgebung der Zähne. Die maßgeblichen Eigenschaften sind durch das Vorhandensein einer Vielzahl außerordentlich dicht und regelmäßig gelagerter Zellfortsätze bedingt. Sie verlaufen in Kanälen, die sich durch den gesamten Dentinkörper bis zur Peripherie ziehen und über zahlreiche Anastomosen miteinander verbunden sind. Nach Pashley et al. (1994) kann Dentin als ein Komposit bezeichnet werden, bei dem „Hydroxylapatitfüller“ in eine „Kollagenmatrix“ eingebettet sind. Es zeichnet sich im Vergleich zum Schmelz durch einen höheren Anteil an Wasser und organischer Matrix aus.

1.1.1 Struktur und Zusammensetzung

Prozentual zeigt sich beim Dentin folgende Zusammensetzung (Schröder 1992):

- 45 Vol% anorganische, mineralisierte Hartschubstanz in Form von (hauptsächlich 3- 4 nm breiten und 60-70 nm langen) Hydroxylapatitkristallen
- 30-33 Vol% organische Matrix überwiegend aus Kollagenfasern vom Typ I (über 90 %)
- 22- 25 Vol% Wasser hauptsächlich aus proteinhaltigem Dentinliquor bestehend.

Das Gewichtsverhältnis der anorganischen Hauptelemente Kalzium und Phosphor liegt bei 1: 2,13 (Rowles 1967). Neben variablen Fluorkonzentrationen sowie geringen Mengen an Karbonaten und Magnesium konnten von Weatherel und Robinson (1973) auch verschiedene Spurenelemente (Ag, Al, Br, Cr, Fe, K, Mn, Na, S, Si, Zn) nachgewiesen werden. Das peritubuläre Dentin weist eine bis zu 9 % höhere Mineralisation auf als das intertubuläre (Miller et al. 1971, Thomas 1985). Der Anteil der organischen Matrix, in der die anorganischen Hydroxylapatitkristalle ungeordnet eingelagert sind, ist mit 30 Vol% wesentlich ausgeprägter als beim Zahnschmelz (2 Vol%). Sie enthält 91- 92 % Kollagen, welches vorwiegend dem Typ I zuzuordnen ist. Lediglich 8- 9 % bestehen aus nichtkollagener Grundsubstanz (Jones und Leaver 1974), wie z.B. Proteinen, Lipiden und Laktat (Smillie 1973). Mit einer durchschnittlichen Vickers- Härte von 82,5 Kp/mm² bei 25 p Belastung ist Dentin deutlich weicher als Schmelz. Lediglich in einer jeweils 100 µm breiten Zone der Peripherie und in Pulpennähe wurde eine Herabsetzung um ca. 30 % festgestellt (Schemel et al. 1984). Ein typisches Strukturmerkmal für das Dentin sind die Dentinkanälchen (Dentintubuli), die das Dentin von der Pulpaperipherie zur Schmelz- Dentin- Grenze durchziehen und in direkter Verbindung zur Pulpa stehen.

Es zeigt sich in Abhängigkeit vom Abstand zur Pulpa ein Unterschied der Dentintubuli in Anzahl, Durchmesser und Flächenanteil (Garberoglio und Brännström 1976, Pashley 1991b). Da im pulpanahem Dentin die Dentintubuli konvergieren und ihre Kanaldurchmesser zunehmen, zeigt sich hier die exponentielle Steigerung der Dentinpermeabilität (Pashley 1991a, Pashley 1992b, Van Meerbeek et al. 1992b). Die Odontoblasten befinden sich in der Peripherie der Pulpa und ihre Fortsätze, die bis zu 500 µm lang werden können, verlaufen in den Dentintubuli (Janda 1988b). Diese teilungsunfähigen Zellen sind nach dem Abschluss der Zahnbildung für die physiologische Unterhaltung des Dentinmantels verantwortlich und in der Lage Sekundär- bzw. Tertiärdentin zu bilden. Ihre Fortsätze erstrecken sich bis in den äußeren Dentinmantel und kommunizieren miteinander über seitliche Ausläufer. Der periodontoblastische Raum ist mit extrazellulärer Flüssigkeit, die unter einem Gewebedruck von 20- 30 cm H₂O steht, und mit organischen Strukturen ausgefüllt. Deshalb kommt es bei der Eröffnung dieser Kanälchen an einem vitalen Zahn zum Austritt von Dentinliquor, der für den hydrophilen Charakter des Dentins verantwortlich ist (Schröder 1992, Haller et al. 1992a, Van Meerbeek et al. 1992c). Vermutlich ist genau diese Bewegung des Dentinliquors durch mechanisch, thermisch oder osmotisch ausgelöste Kapillarkräfte auch für die Sensibilität des Dentins verantwortlich (Brännström 1986, Pashley 1991a, Marshall 1993). Die Lumina der Dentinkanälchen werden von einer ungefähr 1- 1,5 µm starken Manschette aus hypermineralisiertem Dentin umgeben (Pashley 1991b). Dieses kollagenarme peritubuläre Dentin ist sehr dicht und homogen mineralisiert. Es lässt sich dadurch vom wesentlich schwächer mineralisierten intertubulären Dentin differenzieren, welches große Mengen (ca. 50 Vol%) kollagener Fasern enthält (Schröder 1992, Pashley 1991a). Das Manteldentin bildet die ca. 30 µm dicke periphere Schicht zur Schmelz- Dentin- bzw. Zement- Dentin- Grenze. Es ist schwächer mineralisiert als das zirkumpulpale Dentin und zeichnet sich durch zahlreiche Gabelungen der Odontoblastenfortsätze und besonders dicke kollagene Fibrillen aus (Schröder 1992). Die Fähigkeit der Odontoblasten, zeitlebens Dentin bilden zu können, führt zu physiologischen und pathologischen Anpassungsvorgängen. Als Abwehrreaktionen auf physikalische, chemische oder bakterielle Reize aber auch im Rahmen physiologischer Alterungsprozesse kommt es zu einer Verdickung des peritubulären Dentins bis hin zur vollständigen Obliteration der Kanäle, sowie zu einem zusätzlichen Dentinanbau an der Pulpa- Dentin- Grenzfläche in Form von Sekundär- bzw. Tertiärdentin (Schröder 1992). Diese Prozesse können die Dentinpermeabilität erheblich vermindern (Pashley und Pashley 1991, Marshall 1993).

1.1.2 Permeabilität und Schmierschicht

Bei der mechanischen Bearbeitung des Dentins durch rotierende Schleifkörper entsteht auf der Oberfläche eine Schmierschicht (engl. smear layer) (Jones und Leaver 1974, Boyde 1973, Tronstad und Leidal 1974, Goldmann et al. 1982, Dippel et al. 1984). Sie besteht aus denaturiertem Kollagen, Hydroxylapatit und Mikroorganismen. Die Dicke der Schicht schwankt nach Brännström (1984) zwischen 1- 5 µm. Ihre Morphologie ist in Abhängigkeit vom verwendeten Schleifkörper, der Umdrehungsgeschwindigkeit und der Wasserkühlung veränderlich (Eick et al. 1993, Pashley et al. 1988a). Weder mechanisch noch durch Spülung ist eine Entfernung möglich (Pashley 1989). Der Flüssigkeitsausstrom wird durch die bis zu 6 µm tiefe Verpfropfung der Dentintubuli deutlich herabgesetzt (Dippel et al. 1984, Lutz et al. 1993). Obwohl von einigen Autoren als Schutz gegen das Eindringen von Bakterien beschrieben (Olgart et al. 1974), ist die Schleifstaubschicht permeabel für bakterielle Stoffwechselprodukte, welche zu einer Entzündungsreaktion der Pulpa führen können (Bergenholtz und Reit 1980). Eine optimale Adaptation von Füllungsmaterialien auf der Zahnoberfläche ist durch die Schmierschicht erschwert (Powis et al. 1982). Somit kann bei der Verwendung adhäsiver Komposite in Folge der Polymerisationsschrumpfung eine vermehrte Spaltbildung auftreten, welche eine beschleunigte Bakterieninvasion am Füllungsrand begünstigt (Williams und Goldmann 1985, Brännström 1988). Die Schleifstaubschicht wird als einer der wichtigsten, limitierenden Faktoren für die Adhäsion von Kunststoffen am Dentin beschrieben (Lutz et al. 1993, Haller et al. 1993). Deshalb wird heute entweder die Entfernung oder eine entsprechende Modifikation der Schmierschicht für einen stabilen Haftverbund angestrebt.

1.2 Dentinvorbehandlung

Bei der Einflussnahme auf die Schmierschicht können nach Van Meerbeek et al. (1992a u. b) verschiedene Konzepte verfolgt werden. Sie kann entweder vollständig entfernt, nach teilweiser Auflösung imprägniert oder nur mit Kunststoff imprägniert werden. Der einzige Weg zur Entfernung der Schmierschicht ist eine chemische Vorbehandlung (Berry et al. 1987). Die Säureätzung der Dentinoberfläche führt zu einer Auflösung der Schmierschicht und einer Steigerung des Flüssigkeitsausstromes (Brännström und Johnson 1974). Es kommt zu einer Dekalzifizierung des Dentins, deren Tiefe säureabhängig ist (Ikami et al. 1993).

Durch die selektive Entfernung des Kalziumphosphates wird ein Kollagenfasernetzwerk freigelegt (Van Meerbeek et al. 1992a u. b). Außerdem werden durch die Ätzung, auf Grund der höheren Mineralisation peritubulären Dentins, die Tubuli erweitert. Fusayama et al. (1979) konnten eine Steigerung der Kompositahaftung durch Phosphorsäureätzung zeigen.

Den Zusammenhang zwischen Ätzung, Schichttiefe des Dentins und der Haftkraft von Haftvermittlern untersuchten Yoshiyama et al. (1996). Sie zeigten, dass die Tiefe der Schicht lediglich die Stärke der Infiltration des Haftvermittlers beeinflusst, nicht jedoch die Zughaftung. Durch Phosphorsäureätzung konnte im Versuch ebenfalls eine Erhöhung der Haftkraft erzielt werden.

Die teilweise Auflösung der Schmierschicht mit milden Säuren führt nicht zur vollständigen Öffnung und Erweiterung der Dentintubuli. Bei der folgenden Polymerisation werden die gelösten Bestandteile der Schmierschicht in der so genannten Hybridschicht eingeschlossen (Van Meerbeek et al. 1992a u. b, Schaller 1999).

1.3 Dentinhaftung

Als Adhäsion wird die Haftung zweier Stoffe, die in engem Kontakt zueinander stehen, definiert. Sie kommt durch mechanische und/ oder chemische Kräfte zustande, wobei in der Zahnmedizin die mechanische Retention eine wichtigere Rolle spielt (Blunck und Haller 1999). Die mechanische Retention erfolgt über Mikroporositäten und raue Oberflächen, die zur Verankerung ausgenutzt werden. Die Anbindung des hydrophoben Komposits an die feuchte Dentinoberfläche stellt das Hauptproblem in der Dentinhaftung dar (Van Meerbeek et al. 1992a u. b, 1994). Die mikromechanische Verflechtung der im Haftvermittler enthaltenen Harze mit den freigelegten Kollagenstrukturen des Dentins gilt heute als wahrscheinlichster Mechanismus der adhäsiven Verbindung der Komposite mit dem Dentin (Chappel et al. 1990, Eliades et al. 1990, Pashley 1990, Van Meerbeek et al. 1992a u. b). Die dabei entstehende Schicht zwischen Dentin und Adhäsiv wird als Hybridschicht bezeichnet. Lutz et al. (1993) beschrieben für die mechanisch retentive Verankerung vier Möglichkeiten:

1. Zottenbildung durch polymerisiertes Harz in den Tubuli mit bis zu 50 µm Länge
2. Verzahnung in Mikroretentionen demineralisierten Dentins (Pashley 1992a u. b)
3. Verkettung mit freigelegtem Kollagen unter Einschluss nicht gelösten Apatits führt zur Entstehung der Hybridschicht (Erickson 1992, Lutz et al. 1993)
4. Pfropfpolymerisation freier Radikale in der Kollagenstruktur mit Methacrylat unter Verwendung von Tri-n-Butylboran (TBB) (Schmid et al. 1986)

Neben diesen physikalischen wird auch ein chemischer Haftungsmechanismus diskutiert. Nachvollziehbar wäre dies durch den schematischen Aufbau eines Adhäsivs:

- Methacrylatgruppe (M) – Abstandhalter (R) – Reaktive Gruppe (X)
- Komposit - - M – R – X – Dentin

Nach Duncanson et al. (1986) können Doppelbindungen der Methacrylate bei der Polymerisation die kovalente Bindung an das Komposit vermitteln. Der Abstandhalter dient

der Vermeidung von Interferenzen. Die reaktive Gruppe kann befähigt sein, mit anorganischen Bestandteilen des Dentins (Kalzium- Ionen) oder mit den organischen Gruppen (z.B. Amino- und Hydroxylgruppen des Kollagens) zu reagieren (Hellwig et al. 1999).

1.4 Dentinhaftvermittler

1.4.1 Entwicklung

Materialien zur Befestigung von Kunststoffen am Dentin sind erst seit Mitte des 20. Jahrhunderts bekannt. Hagger patentierte 1951 die Verwendung von Glycerophosphorsäure ohne Vorbehandlung als erstes Dentinhaftmittel (Paul und Schärer 1993). Die weitere Entwicklung gestaltete sich schwierig, da die theoretisch erwarteten Haftmechanismen entweder schlecht funktionierten oder zu schnell wieder versagten. So konnten weder das von Buonocore et al. (1956) vorgestellte - noch das von Masuhara et al. (1962) entwickelte und später als Palkav ® (Kulzer, Wehrheim, D) vermarktete Adhäsiv überzeugen. Auch das von Bowen (1965) vorgestellte oberflächenaktive NPG- GMA erwies sich als praxisuntauglich, da nach kurzer Zeit die Haftwerte stark nachließen. 1972 wurde unter dem Namen Orthomite II S® (Kuraray, Osaka, J) ebenfalls ein haftfähiges Monomer, das HNPM am Markt platziert. Die klinischen Ergebnisse blieben jedoch auch hier weit hinter den Erwartungen zurück (Nakabayashi und Masuhara 1978). Eines der wenigen Systeme, die eine entsprechend hohe Haftkraft besaßen, war das unter dem Handelsnamen Clearfill bonding agent® (Kuraray, Osaka, J) bekannte System, welches auf MPP basierte (Fusayama et al. 1979). In einer Weiterentwicklung als 4- META (Nakabayashi et al. 1982) wurde dieses unter dem Produktnamen Orthomite Super Bond® (Sun- Medical, Kyoto, J) vertrieben und konnte in klinischen Untersuchungen gute Ergebnisse erzielen (Nakabayashi et al. 1992). Anfang der 1980er Jahre kam eine zweite Generation der Dentinhaftvermittler auf den Markt, die fast ausschließlich auf Methacrylat- Phosphateestern basierten und wie beschrieben eine Bindung zu den Kalziumionen des Hydroxylapatits ermöglichen sollten (Causton 1984).

Die Vertreter dieser Systeme, z.B. Scotchbond® DC bzw. LC (3M, Loughborough, GB) und Bondlite® (Kerr, Karlsruhe, D) wurden immer noch ohne Dentinvorbehandlung verarbeitet. Die erreichten Haftkräfte lagen zwischen 1 und 10 MPa (Eliades et al. 1985), was nach Haller (1994) etwa der Schmierschichthaftung am Dentin entspricht. Die angegebenen Werte für die Polymerisationsschrumpfung von Davidson et al. (1984) liegen mit etwa 20 MPa allerdings weit darüber.

Ende der 1980er Jahre kamen die ersten klinisch erfolgreichen Dentinadhäsive der 3. Generation auf den Markt, die bis heute in ihrer Effektivität und Zuverlässigkeit unbestritten sind. Bei ihrer Entwicklung wurde die Dentinvorbehandlung erstmals als unverzichtbar angesehen. Dabei verfolgte man die von Van Meerbeek et al. (1992a u. b) vorgezeichneten Strategien. Zum Teil finden Primer Verwendung, die hydrophile, penerationsfähige Monomere und Filmbildner in saurer Lösung enthalten, wobei keine Dentinätzung stattfindet. Nach Verflüchtigung des Lösungsmittels bleibt dann eine mit Monomer imprägnierte Schmierschicht zurück, die durch geringe Eigenfestigkeit die Haftung limitiert (Haller 1994). Bei der vollständigen Entfernung der Schmierschicht werden zur Konditionierung Phosphorsäure (Optibond®, Kerr, Karlsruhe, D) oder Maleinsäure (Scotchbond TM Multi-Purpose, 3M, Loughborough, GB) verwendet. Die teilweise Auflösung der Schmierschicht erfolgt durch milde Demineralisierung, um Hydroxylapatit als Kollagenstütze zu erhalten. Dabei kommen selbstkonditionierende Primer zum Einsatz (Syntac®, Vivadent, Ellwangen, D).

Im nächsten Entwicklungsschritt verifizierte man durch weitere Ansätze zur chemischen Vereinfachung Primer und Bonding Agent in einem Applikationsschritt und entwickelte die damals als One- Bottle- Adhäsive bezeichneten Systeme. Für diese Zwei- Schritt- Systeme mit Total- Etch- Technik lässt sich heute eine sehr gute Schmelzhaftung bescheinigen (Van Meerbeek et al. 2003, Peumans et al. 2005, Tay et al. 2005). Auch in Bezug auf ihre Effektivität am Dentin und ihrer Dauerhaftigkeit sind sie den älteren Adhäsivklassen ebenbürtig (Frankenberger et al. 2001, Frankenberger und Tay 2005, Van Meerbeek et al. 2003 u. 2005).

Die letzte Entwicklungsstufe, die so genannten All- in One- oder selbstätzenden Adhäsive kamen mit dem ersten Vertreter Etch & Prime 3.0 (Fa. DeguDent Hanau) gefolgt von Prompt L- Pop (Fa. 3M Espe) auf den Markt. Beide arbeiten als selbstätzendes und selbstprimendes Bonding Agent mit integrierten Phosphorsäureestern, wie auch Xeno®III (Fa. Dentsply De Trey, Konstanz). Die Instabilität dieser Systeme erforderte jedoch eine Darreichung in Form getrennter Flüssigkeiten, um nach kurzem Mischen den Dentinhaftvermittler zu erhalten.

Deshalb wurde auch dieser Schritt noch vereinfacht durch die aktuellste Entwicklung der All- in- One- Adhäsive ohne Mischvorgang. Diese werden auch als selbstätzende Ein- Schritt- Adhäsive bezeichnet (iBond, Fa. Heraeus Kulzer Hanau; Brush&Bond, Fa. Parkell, Edgewood, USA; G-Bond, Fa. GC Germany, München; Clearfil S3 Bond Fa. Kuraray Europe).

1.4.2 Einteilung

Die in der Literatur lange Zeit gebräuchlichste Einteilung der Dentinhaftvermittler nach Generationen beruhte auf dem Zeitpunkt ihrer Markteinführung, wobei diese klassische Einteilung nach Janda (2008) in **Tabelle 1** dargestellt ist:

Tabelle 1: Einteilung der Dentinhaftvermittler nach Generationen, Janda 2008

| Generation | Wirkmechanismus |
|------------|--|
| 1 | 1. Dentin- Ätzung, Entfernung des Smear Layer 2. Universaladhäsiv (hydrophob = Schmelzbonding) |
| 2 | 1. Smear Layer belassen, infiltrieren mit Primer (methacrylierte Phosphorsäureester.) 2. Adhäsiv (hydrophile Monomere, z. B. HEMA) |
| 3 | 1. Smear Layer modifizieren, infiltrieren mit leicht sauren Primern (z. B. Maleinsäure mit hydrophilen Monomeren z.B. HEMA) 2. Universaladhäsiv (hydrophob = Schmelzbonding) |
| 4 | 1. Schmelz- und Dentinätzung in einem Schritt (Total- Etch- Technik) 2. Primer(amphiphile Monomere = hydrophober + hydrophiler Charakter) 3. Universaladhäsiv (hydrophob = Schmelzbonding) |
| 5 | 1. Schmelz- und Dentinätzung in einem Schritt (Total- Etch- Technik) 2. Primer- Adhäsiv- Kombinationsprodukt |
| 6 | 1. Schmelz- und Dentinätzung in einem Schritt mit saurem Primer 2. Adhäsiv (amphiphile Monomere: hydrophober u. hydrophiler Charakter) |
| 7 | 1. Kombinationsprodukt Ätzen, Primer u. Adhäsiv (Einflaschenprodukt) |

Da jedoch der Wirkmechanismus und die Anzahl der Applikationsschritte weit wichtiger sind, ging man inzwischen zu der nun obligaten Einteilung nach Frankenberger (2006) über:

Tabelle 2: Einteilung der Adhäsivsysteme nach Wirkmechanismus und Anzahl der Applikationsschritte (Frankenberger 2006)

| | | | |
|---|---|----------------|----------------|
| 1. Vier- Schritt- Selective- Etching | | | |
| Phosphorsäure | Primer 1 | Primer 2 | Bonding Agent |
| Nur Schmelz | Schmelz/Dentin | Schmelz/Dentin | Schmelz/Dentin |
| Beispiel: Syntac (Etchant, Primer, Adhesive (2.Primer), Heliobond) | | | |
| 2. Drei- Schritt- Selective- Etching | | | |
| Phosphorsäure | Primer 1 | Primer 2 | Bonding Agent |
| Nur Schmelz | Mischen und applizieren: Schmelz/Dentin | | Schmelz/Dentin |
| Beispiel: A.R.T. Bond (Etchant, Primer A+B, Bond) | | | |
| 3. Vier- Schritt- Total- Etching | | | |
| Phosphorsäure | Primer 1 | Primer 2 | Bonding Agent |
| Schmelz/Dentin | Schmelz/Dentin | Schmelz/Dentin | Schmelz/Dentin |
| Beispiel: Syntac (Etchant, Primer, Adhesive (2.Primer), Heliobond) | | | |
| 4. Drei- Schritt- Total- Etching | | | |
| Phosphorsäure | Primer 1 | Primer 2 | Bonding Agent |
| Schmelz/Dentin | Mischen und applizieren: Schmelz/Dentin | | Schmelz/Dentin |
| Beispiel: A.R.T. Bond (Etchant, Primer A+B, Bond) | | | |
| Phosphorsäure | Primer | | Bonding Agent |
| Schmelz/Dentin | Schmelz/Dentin | | Schmelz/Dentin |
| Beispiele: Adper Scotchbond Multi-Purpose, All-Bond 2, Gluma Solid Bond, Opti Bond FL | | | |
| 5. Zwei- Schritt- Total- Etching | | | |
| Phosphorsäure | Primer + Bond | | |
| Schmelz/Dentin | Schmelz/Dentin | | |
| Beispiele: Prime & Bond NT, Adper Scotchbond 1, Gluma Comfort Bond, One Step, Solobond M, Admira Bond, One Coat bond | | | |
| 6. Zwei- Schritt- Self- Etching | | | |
| Phosphorsäure | Primer | | Bonding Agent |
| - | Schmelz/Dentin | | Schmelz/Dentin |
| Hydrophobes Bond: AdheSE, Clearfill SE Bond, Clearfill Protect Bond, Resulcin Aquaprime+Monobond, One Coat SE; Hydrophiles Bond: Opti Bond Solo Plus SE, NRC+ Prime&Bond NT | | | |
| 7. Ein- Schritt- Self- Etching (Mischpräparate) | | | |
| Phosphorsäure | Etchant+ Primer+ Bond | | |
| - | Schmelz/Dentin | | |
| Beispiele: Adper Prompt, Xeno III, Etch&Prime 3.0, One Up Bond F | | | |
| 8. Ein- Schritt- Self- Etching (Ein- Flaschen- Präparate) | | | |
| Phosphorsäure | Etchant+ Primer+ Bond | | |
| - | Schmelz/Dentin | | |
| Beispiele: iBond, Brush&Bond, G- Bond, Clearfill S3 Bond | | | |

1.4.3 Aktueller Stand

In der heutigen klinischen Anwendung befinden sich immer noch die so genannten klassischen Dentinhaftvermittler der 3. und 4. Generation, die schon lange mit guten Ergebnissen eingesetzt werden. Die Herstellung des Haftverbundes folgt bei ihnen dabei prinzipiell einem gemeinsamen Muster (Schaller 1999):

- A. Auflösung oder Präzipitation der Schmierschicht und Demineralisation des Dentins
- B. Benetzung des freigelegten Dentins und der Kollagenfasern mit hydrophilen Monomeren
- C. Infiltration des Kollagengeflechtes und der Tubuli mit Monomeren
- D. Polymerisation dieser Haftverbundschicht

Heute weiß man, dass kein Zusammenhang zwischen der Dicke der Hybridschicht und der Effektivität des Bondings besteht, da die Hybridschichtbildung ein phänomenologischer Ausdruck für Säuredemineralisation und Harzinfiltration ist. Allerdings ist es wichtig, dass die Adhäsivmonomere die durch Säureätzung demineralisierte Substanz in ihrer ganzen Tiefe vollständig durchdringen. Dies erfordert entweder die Anwendung HEMA- haltiger, wässriger Benetzungsmittel oder einer „Moist- Bonding“ Technik (Tay 2003). Allerdings enthalten alle auf dem deutschen Markt angebotenen Zwei- Schritt- Total- Etch- Systeme kein oder nicht genügend Wasser, was eine Wiederbefeuchtung des Dentins mit Wasser (sog. Rewetting) nötig macht. Damit wird diese Adhäsivklasse per se wieder zu einem Drei- Schritt- Haftvermittler (Perdigao und Frankenberger 2001).

Die momentane Tendenz geht zur weiteren Vereinfachung des Klebevorgangs hin. Die neueste Materialgruppe sind die selbstätzenden Adhäsive, die auch als All in One- Systeme bezeichnet werden. Sie haben einige charakteristische Merkmale mit der Gruppe der selbstätzenden Primer gemeinsam. Ein erster Vertreter der selbstätzenden Adhäsive war Etch& Prime 3.0 (Fa. Degussa heute DeguDent, Hanau), danach folgte Prompt L-Pop (Fa. 3M Espe), das anfangs nur für Kompomere entwickelt wurde. Bei diesem selbstätzenden und selbstprimenden Bonding arbeitet man mit integrierten Phosphorsäureestern, ähnlich wie bei Etch& Prime 3.0 und auch Xeno®III.

Es ist mittlerweile nachgewiesen, dass alle Adhäsive ohne hydrophoben Bondinganteil, also die Klassen 4, 6 und 7 wie permeable Membranen wirken können. Damit stellen sie ein gewisses Undichtigkeitsrisiko dar (Chersoni et al. 2004, Tay und Pashley et al. 2004 a und Tay et. al. 2004 b, Carvalho et al. 2005, Frankenberger et al. 2005, Frankenberger und Tay 2005).

Im Hinblick auf die Zeitersparnis stellte Frankenberger (2006) beim Vergleich von Mehr-Flaschen Adhäsiven zu All in One- Systemen maximal einen Nettogewinn von 50 Sekunden fest. Vor dem Hintergrund des Aufwandes für Präparation und Exkavation und der unterschiedlichen Effektivität der verschiedenen Systeme fällt diese Zeitersparnis praktisch kaum ins Gewicht. Zusammenfassend zeigen die aufwändigeren Mehrflaschensysteme also immer noch klare Vorteile für den Dentin- Komposit- Verbund (Frankenberger et al. 2000, Frankenberger und Perdigao et al. 2001, De Munck und Van Meerbeek et al. 2003 a und b, Van Meerbeek et al. 2003 und 2005, Frankenberger und Strobel et al. 2004, Nikolaenko et al. 2004, Tay et al. 2004, Frankenberger und Tay 2005).

1.5 Komposite

Seit mehr als zwei Jahrzehnten werden Komposite bereits als ästhetische Alternative zu metallischen Restaurationen eingesetzt, wobei die Häufigkeit in den letzten Jahren stark angestiegen ist (Kelsey et al. 2000). Erfahrungen und klinische Daten zu Beginn der 1980er Jahre waren vor allem wegen der ungenügenden mechanischen Eigenschaften nicht ermutigend. Die geringe Abrasionsbeständigkeit der damaligen Kompositmaterialien führte meistens zum Verlust der Füllungskonturen. Frakturen, Randeinbrüche und Randundichtigkeiten als Folge der Polymerisationsschrumpfung waren weitere Gründe, welche die Lebensdauer der Füllungen stark limitierten (Lutz et al. 1984, Lambrechts et al. 1988, Roulet 1988, 1994 u. 1997). Durch die stetigen Materialentwicklungen der Adhäsive und Komposite konnten diese Unzulänglichkeiten erheblich verbessert werden, dennoch stellt die Polymerisationsschrumpfung immer noch das größte Problem der kunststoffbasierten Werkstoffe dar (Manhart et al. 2000).

1.5.1 Einteilung

Nach der Art und Größe der verwendeten anorganischen Füllkörper kann man die Komposite einteilen (Lutz und Phillips 1983) in:

- Konventionelle Makrofüllerkomposite
- Mikrofüllerkomposite und
- Hybridkomposite

Weitere Klassifikationen ergaben sich durch die Einführung innovativer Kompositderivate wie Kompomere, Ormocere sowie der fließfähigen und stopfbaren Komposite. Dabei kann z.B. nach der Füllkörpermenge oder Unterschieden in der Monomermatrix unterschieden werden (Kunzelmann und Hickel 2001).

1.5.2 Mikrofüllerkomposite

Während die konventionellen Makrofüllerkomposite mit ihrer Füllpartikelgröße von 1 bis 100 µm wegen der schlechten Polierbarkeit und dem starken Verschleiß heute nicht mehr eingesetzt werden, finden Mikrofüllerkomposite wegen ihrer exzellenten Politureigenschaften und des langfristigen Glanzerhalts vor allem im Frontzahnbereich noch praktische Verwendung. Sie enthalten mit dem Verfahren der Flammenpyrolyse hergestellte sphärische Siliziumdioxid- Füllkörper mit einer primären Partikelgröße von 0,02 und 0,05 µm, die allerdings nicht frei- sondern immer in agglomerierter Form vorliegen. Die mechanische Belastbarkeit, die hauptsächlich von den anorganischen Füllstoffen determiniert ist, wird limitiert, da sich bei Zugabe in eine organische Matrix durch die große spezifische Oberfläche der Mikrofüllkörper die Viskosität sehr stark erhöht. Versuche den Füllstoffgehalt durch den Zusatz von so genannten Vorpolymerisaten zu erhöhen, verbessern zwar die physikalischen Eigenschaften, sind jedoch nicht ausreichend, um diese Materialien als dauerhafte Versorgungen im Seitenzahnbereich verwenden zu können (Ilie et al. 2005). Im Vergleich zu Hybridkompositen frakturieren Mikrofüllerkomposite aufgrund ihrer unterlegenen mechanischen Eigenschaften vor allem in hoch belasteten Klasse II- Kavitäten deutlich mehr (Manhart und Hickel 2001). Auch bei Eckenaufbauten werden nach einigen Jahren oft kohäsive Materialausbrüche beobachtet. Somit beschränkt sich ihre Anwendung auf Kavitäten, die keinen hohen Belastungen ausgesetzt sind, vor allem auf Klasse III- Läsionen und Zahnhalsdefekte.

1.5.3 Hybridkomposite

Hybridkomposite enthalten ein Gemisch aus gemahlene Glas- oder Quarzfüllkörpern mit einer Partikelgröße im Mikrometerbereich und Siliziumdioxid- Mikrofüller.

Da sich die Herstellungstechnik der Glaskörper durch Mahlen stetig verbessert hat, unterscheidet man inzwischen (Kunzelmann und Hickel 2001):

- Hybridkomposite mit mittlerer Partikelgröße < 10µm,
- Feinpartikelhybridkomposite mit mittlerer Partikelgröße < 5µm,
- Feinstpartikelhybridkomposite mit mittlerer Partikelgröße < 3µm und
- Submikrometerhybridkomposite mit mittlerer Partikelgröße < 1µm

Zum einen verfügen Hybridkomposite aufgrund ihrer Füllkörpertechnologie und des Füllkörperanteils über die notwendigen physikalischen und mechanischen Eigenschaften, um auch große Frontzahn- aufbauten sowie Kaulast tragende Klasse- I- und -II- Kavitäten klinisch dauerhaft erfolgreich zu restaurieren.

Zum anderen gewährleisten sie mittlerweile eine gute bis sehr gute Polierbarkeit der Oberfläche mit andauerndem Glanz. Damit sind sie zur Versorgung aller Kavitätenklassen einsetzbar, weshalb sie auch als Universalkomposite bezeichnet werden.

1.5.4 Fließfähige und stopfbare Komposite

Die rheologischen Eigenschaften (Viskosität) des Komposits können durch Variationen des Anteils anorganischer Füllkörper in der organischen Matrix stark beeinflusst werden. Die fließfähigen Komposite wurden als Derivate der Hybridkomposite entwickelt und sind dabei um etwa 10% geringer gefüllt. Ihre guten Benetzungseigenschaften und das etwas geringere Elastizitätsmodul prädestiniert sie zum Einsatz bei minimalinvasiven Kavitäten, zur erweiterten Fissurenversiegelung, für Zahnhalsfüllungen sowie als erste etwa 0,5 mm starke „Auskleidung“ unter hochviskosen Kompositmaterialien, wo sie noch zusätzlich als „Stressbrecher“ wirken können. Einige Studien zeigten, dass durch Unterschichtung mit fließfähigen Kompositen ein verbessertes Randschlussverhalten resultiert, was mit der besseren Benetzung und der bereits beschriebenen Stressbrecherfunktion begründet wird (Feilzer et al. 1993, Frankenberger et al. 1999, Ernst et al. 2002). Bei dem genannten Einsatzspektrum sind sie klinisch inzwischen unverzichtbar geworden. Letzteres kann man von den weiteren Abkömmlingen der traditionellen Hybridkomposite, den speziell für den Seitenzahnbereich entwickelten hochviskosen stopfbaren Komposite, nicht behaupten. Sie konnten die in sie gesetzten hohen Erwartungen nicht erfüllen. Neben geringen Veränderungen in der Zusammensetzung der organischen Matrix beruhen ihre Eigenschaften vor allem auf Modifikationen der Füllkörperarten, -größen, -zusammensetzung und -verteilung (Manhart 2006). Die stopfbaren Eigenschaften werden durch verschiedene Abwandlungen der Füllkörper erreicht. Dabei sind weder die beworbenen Erleichterungen bei der Handhabung realisiert worden, noch sind sie den Hybridkompositen überlegen (Manhart und Hickel 2001).

1.5.5 Nanotechnologisch modifizierte Komposite

Mit Hilfe neuer Verfahren in der Nanotechnologie werden inzwischen nanoskalige Füllpartikel hergestellt, wobei die Einstellung der Korngröße nicht mehr durch einen Mahlprozeß erfolgt, sondern die Partikel durch die Sol- Gel- Chemie aus verschiedenen Bausteinen gezielt aufgebaut werden. Am gewünschten Zielpunkt wird dieser Prozess dann beendet, so dass sphärische Teilchen mit genau definierter Korngröße und Zusammensetzung entstehen.

Diese Nanofüller besitzen gegenüber konventionellen Partikeln völlig neue Eigenschaften wie z.B. ein flüssigkeitsähnliches Verhalten. Damit wirken sie in einer Harzmatrix deutlich weniger viskositätserhöhend als konventionelle Füllstoffe. Obwohl die Füllkörper ähnlich groß wie bei Mikrofüllerkompositen sind, verteilen sich die einzelnen nicht agglomerierten Nanomere gleichmäßiger in der organischen Matrix und der Füllkörpergehalt entspricht dem der Hybridkomposite, deren gute mechanische Eigenschaften sie auch aufweisen. Es gibt sowohl reine Nanokomposite als auch gemischte Nano- Hybridkomposite, die heute universell im Front- und Seitenzahnbereich eingesetzt werden. Damit stellen sie eine interessante und auf den neuesten Forschungsergebnissen beruhende Entwicklung dar (Manhart 2006).

1.5.6 Polymerisationskontraktion, E- Modul und C- Faktor

Bei der Aushärtungsreaktion der Komposite kommt es immer zu einer Dimensionsänderung, die als Polymerisationskontraktion bezeichnet wird (Silikas et al. 2000, Alomari et al. 2007). Dieser Schrumpfungsprozess und die sich daraus ergebende Kontraktionsspannung werden für zahlreiche klinische Probleme der adhäsiven Füllungstechnik verantwortlich gemacht (Davidson und Feilzer 1997). Die Volumenänderung beruht auf einer Verkleinerung der intermolekularen Abstände der Monomerbausteine bei der Verkettung durch kovalente Bindungen (Patel et al. 1987, Venhoven et al. 1993, Davidson und Feilzer 1997). Das Ausmaß der Schrumpfung ist sowohl von der Anzahl der kovalenten Bindungen als auch von der Größe der Monomere abhängig (Floyd und Dickens 2006). Da nur die Matrixphase schrumpft, die Füllkörper hingegen volumenstabil bleiben, haben letztere einen entscheidenden Einfluss auf die effektive Polymerisationsschrumpfung (Chung und Greener 1990, Condon und Ferracane 2000, Kleverlaan und Feilzer 2005). Die heute marktüblichen Komposite haben ein Schrumpfungsvolumen von 1,5- 3 Vol% (Labella et al. 1999, Bryant und Mahler 2007). Die Volumenkontraktion kann in die Prägel- und die Postgel- Phase eingeteilt werden (Sakaguchi et al. 1992).

Während der Prägel- Phase ist das Komposit noch fließfähig und kann durch Nachfließen die Kontraktionsspannung verringern (Davidson et al. 1984). Der Punkt, an dem das Komposit aufgrund der fortgeschrittenen Polymerisation nicht mehr nachfließen kann, ist als Gel- Phase definiert (Davidson und Feilzer 1997). Bei vorangehender Polymerisation entsteht in der folgenden Postgel- Phase eine Stresssituation für den Verbund zwischen Zahn und Komposit (Davidson et al. 1984).

Das Elastizitätsmodul ist ein Materialkennwert, der die Steifigkeit eines Werkstoffes beschreibt. Dabei besteht folgende Beziehung zwischen E-Modul und Kontraktionsspannung: je größer das E- Modul also die Steifigkeit des Komposits, desto höher die Spannungsentwicklung (Ilie et al. 2006, Kahler et al. 2006, Borkowski et al. 2007). Ebenfalls ist das E- Modul vom Füllstoffgehalt abhängig, wobei eine Erhöhung des Füllstoffgehalts eines Komposits zu einem höheren E- Modul führt (Masouras et al. 2008). Demnach führt eine Verringerung der Polymerisationsschrumpfung durch Erhöhung des Füllstoffgehalts nicht zwingend zu einer Verringerung der Polymerisationsspannung, da das E- Modul steigt. Den größten Einfluss auf die Polymerisationsschrumpfung hat ein materialunabhängiger Faktor, der durch die Kavitätenform bestimmt wird- der Konfigurationsfaktor (C- Faktor). Er wird als Quotient aus gebundener und freier Oberfläche definiert, bezogen auf eine Kompositrestauration beschreibt er somit das Verhältnis von geklebter zu freier Oberfläche (Feilzer 1987). Dabei besteht eine Beziehung zwischen Spannungsentwicklung und Konfigurationsfaktor (Nikolaenko et al. 2004, Watts und Satterthwaite 2008): je kleiner der C- Faktor desto kleiner die auftretenden Kontraktionsspannungen (Davidson et al. 1984, Feilzer et al. 1987), da mit steigendem C- Faktor die Möglichkeit des Nachfließens während der Prägel- Phase vermindert wird (Feilzer et al. 1987).

1.6 Kriterien für die Qualität von Dentinhaftvermittlern

Heute werden ständig neue und verbesserte Versionen von Dentinhaftvermittlern auf den Markt gebracht, was die Auswahl für den Zahnarzt im klinischen Einsatz nicht eben vereinfacht. Hinzu kommen noch die verschiedenen Konzepte und Anwendungsempfehlungen, die immer wieder Änderungen unterworfen sind. Klinische Langzeitstudien sind teuer und zeitaufwändig, und die Hersteller sind nicht verpflichtet, diese bei der Markteinführung eines neuen Produkts durchzuführen. Deshalb werden meist nur in vitro Haftkräfte ermittelt, um die Qualität eines Adhäsivs gegenüber seinen Mitbewerbern zu zeigen. Viele Hersteller bewerben ihre Produkte auf der Basis von Durchschnittswerten, die sie durch Scher- oder Zugversuche im Labor ermitteln lassen. Damit wird indirekt impliziert, dass hohe Haftwerte als Indikator für eine gute klinische Leistungsfähigkeit anzusehen sind. Inwieweit diese Prüfmethode aber reproduzierbar und untereinander vergleichbar sind, wird dabei oft übersehen (Van Noort 1999).

1.6.1 Zugversuch

Im typischen Zugversuch bei dem extrahierte menschliche oder tierische Zähne in einem geeigneten Medium gelagert werden, wird eine flache Klebestelle auf der Dentinoberfläche durch nasse Bearbeitung mit einer Silicon- Karbidscheibe hergestellt. Die vorbereitete Klebestelle wird meistens nach den vom Hersteller ermittelten Vorgaben für den entsprechenden Dentinhaftvermittler behandelt. Ein zylindrisch geformtes Restaurationsmaterial wird dann auf die behandelte Dentinoberfläche aufgebracht. Nach Kurz- oder Langzeitlagerung der Proben, eventuell kombiniert mit Belastung durch Temperaturwechselbad und/ oder zyklische Kausimulation, wird die Klebprobe in einer Universalprüfmaschine fixiert und einer Zugkraft senkrecht zur Zahnoberfläche ausgesetzt. Der prinzipielle Testaufbau ist in **Abb.1** dargestellt.

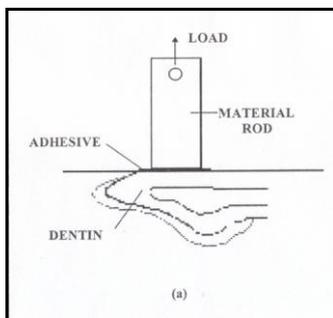


Abb.1 Allgemeines Prinzip des Zugversuches (Van Noort 1999)

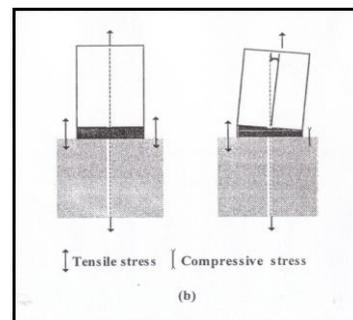


Abb.2 Ungleichmäßige Krafteinwirkung durch falsche Ausrichtung (Van Noort 1999)

Die Hauptschwierigkeit bei diesem Prüfverfahren ist die Einhaltung der senkrechten Ausrichtung sowohl beim Kleben als auch beim Test selbst, um ungleichmäßige Krafteinwirkung durch falsche Schnittstellen- Geometrie zu vermeiden, wie bei **Abb.2** zu sehen (Sudsangiam und Van Noort 1999) und eine tatsächlich senkrecht wirkende Zugkraft zu erhalten.

1.6.2 Scherversuch

Probleme, die die Probenausrichtung betreffen, sind weitgehend im Scherversuch gelöst. Die Probenherstellung ist fast identisch wie beim Zugversuch, aber im Scherversuch wird der Haftverbund durch eine Kraft, die parallel zur Zahnoberfläche gerichtet ist, gelöst (**Abb. 3**).

Der Vorteil besteht in der einfachen Herstellung von Proben und Versuchsvorrichtungen, weshalb er eine der bekanntesten- und am meisten benutzten Prüfmethode war. Allerdings kann dieser Test leicht zu einem Dehn- oder Spaltungstest werden, wobei dann vor allem Zug- und nicht Scherkräfte dominieren (wie **Abb. 4** zeigt).

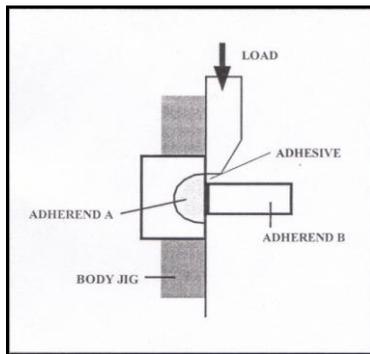


Abb. 3 Allgemeiner Aufbau des Scherversuches

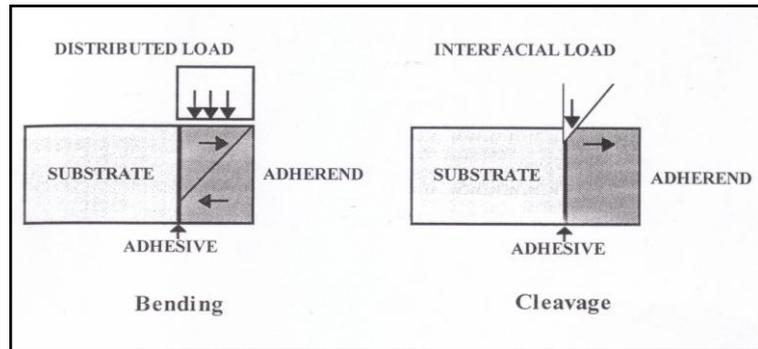


Abb. 4 Fehlerquellen Dehnung und Spaltung beim Scherversuch (beide nach Van Noort 1999)

1.6.4 Probleme der derzeitigen Haftversuche

Es konnte wiederholt gezeigt werden, dass Dentinhaftwerte eine erhebliche Streuung aufwiesen und keine Übereinstimmung bestand, wenn Ergebnisse von verschiedenen Arbeitsgruppen verglichen wurde (Holtan et al. 1994, Oilo und Austrheim 1993). Deshalb muss man beim Vergleich der angegebenen Haftwerte vorsichtig sein. Alternativ dazu wurde festgestellt, dass der Vergleich von Haftwerten aussagekräftiger ist als die absoluten Höchstwerte die gemessen wurden (FDI Report 1990). Während in einigen Studien Scher- und Zugversuche dieselben Vergleichswerte der Produkte ergaben, mit etwas höheren Werten im Scher- als im Zugversuch (Kitasako et al. 1995), zeigten andere Studien genau das Gegenteil (May et al. 1997). Eine große Anzahl von Variablen, welche die Untersuchungsergebnisse beeinflussen können, sind durch Pashley et al. (1995) zusammengefasst worden. Wichtige Größen, welche durch die Auswahl, die Lagerung und Vorbereitung der Proben für Haftversuche Bedeutung haben, wurden ebenfalls durch Rueggeberg (1991) erfasst. Wahrscheinlich ist aber viel entscheidender, dass sogar kleine Modifikationen derselben Versuchsmethode für das gleiche Produkt zwei bis vierfache Unterschiede ergeben können, was sowohl durch Oilo und Olsson (1990) als auch durch Van Noort et al. (1991) bestätigt wurden.

Das Fehlen einheitlicher Standards bei Haftversuchen führte deshalb immer wieder zu Forderungen nach gemeinsamen Standards (Tyas 1991, Stanley 1993), um die Ergebnisse von Haftversuchen auch international vergleichen zu können. Eine für die Internationale Organisation für Standardisierung (ISO) arbeitende Expertengruppe hat Richtlinien (CD TR 11405, Zahnärztliche Materialien: „Anleitung für Haftversuche an Zahnflächen“) entwickelt, mit der Absicht die Haftversuche so weit wie möglich zu standardisieren.

Allerdings wird dieser Standard kaum beachtet und auch immer wieder stark kritisiert (Sheriff 1993).

Einige Arbeitsgruppen zeigten, dass an der Verbundgrenzfläche leicht eine nicht geradlinige Kraftübertragung sowohl im Zug- als auch im Scherversuch erfolgen kann. Das Auftreten von prominenten Stresskonzentrationen steht in Konflikt mit der zugrunde liegenden Annahme der nominalen Haftkraft, die als die durchschnittliche Stressgröße des Querschnitts definiert ist. Van Noort et al. (1989 und 1991) benutzten die Finite Element Analyse (FEA) um zu zeigen, dass die maximalen Stresskräfte in Zug- und Scherversuchen am Rand der Grenzfläche auftreten und die nominalen Haftwerte weit übersteigen. Dies wurde in einer detaillierten 3- D FEA Studie durch De Hoff et al. (1995) bestätigt. Die entstehende Fraktur geht wahrscheinlich von einem Punkt um die Klebegrenzfläche aus, wo ein Defekt von kritischer Größe entsteht, der sich zusammen mit den hohen lokalen Stresskräften an der Grenzfläche weiter fortsetzt. Van Noort (1989 u. 1991) und De Hoff et al. (1995) stellten übereinstimmend fest, dass die Haftkraft in beiden Versuchen stark von der Geometrie des Versuchsaufbaus, der Art des Kraftansatzes, dem Auftreten von plötzlichem Haftversagen (sog. adhesive flash) und den physikalischen Eigenschaften des Materials abhängig ist.

1.6.4 Mikrohaftkraft- Test (microtensile bond test = μ TBT)

Einfache Scher- und Zugversuche zur Ermittlung des Haftverbundes von restaurativen Materialien funktionierten gut, solange die Haftkraft der Dentinhaftvermittler zwischen 10 - 15 MPa lag. Als die Haftvermittler und die Klebetechnik weiterentwickelt wurden, konnte es durch die erhöhten Haftwerte zum kohäsiven Versagen des Haftverbundes im Dentin kommen. Das heißt, die Kunststoff- Dentin- Grenzfläche blieb intakt, und der Bruch erfolgte im Dentin. Wenn die Haftwerte 25 MPa erreichen, kann die Häufigkeit kohäsiver Brüche im Dentin bis zu 80% betragen (Pashley et al. 1995) und damit bei konventionellen Haftversuchen eine Messung des Haftverbundes zwischen Dentin und Kunststoff verhindern. Das heißt nicht, dass der Kunststoff- Dentin- Verbund immer stärker als der intrinsische Dentinverbund sein muss. Durch die jeweilige Belastungsart kommt es aber zur konzentrierten Kraftübertragung auf die schwächste Schicht der gesamten Dentinfläche. Dort bildet sich ein Riss, der sich weiter im Dentin fortsetzt und zum endgültigen Verlust des Haftverbundes führt. Diese lokal konzentrierten Stresskräfte übersteigen oft 100 MPa, auch wenn die gemessene Durchschnittskraft nur 25 MPa beträgt. Um kohäsive Dentinbrüche bei Haftversuchen zu vermeiden, muss die Kraftübertragung verbessert werden.

Das wird durch den μ TBT ermöglicht (Van Noort et al. 1989, Versluis et al. 1997, Sudsangiam und Van Noort 1999). Der Vorteil der präziseren Kraftverteilung führt zu weniger kohäsiven Dentinbrüchen als bei konventionellen Prüfmethoden. Durch die geringere Fehleranfälligkeit des μ TBT liegen die ermittelten Haftwerte oft deutlich höher als bei Versuchen mit größeren Zahnproben (Cardoso et al. 1998).

Der Mikrohaftkraft- Test lässt sich so vielseitig anwenden, dass er damit die Möglichkeiten der konventionellen Scher- und Zugversuche weit übertrifft (Pashley et. al 1999). Er ist zwar arbeitsintensiver in seiner Anwendung und doch für die Untersuchung von Haftwerten sowohl unter variablen Bedingungen als auch in unterschiedlichen Lokalisationen gut geeignet. Auch weil es weltweit manchmal schwierig ist, intakte extrahierte Zähne zu erhalten, erlaubt der μ TBT viele Proben aus einem Zahn zu gewinnen, und dabei relativiert sich der Aufwand der Probenherstellung zu den gewonnenen Haftwerten wieder sehr schnell (Pashley et. al 1999).

Seit der Einführung des μ TBT (Sano et al. 1994) sind viele Modifikationen zur ursprünglichen Technik gemacht worden. Wie in der täglichen Praxis auch kann die zu behandelnde Zahnoberfläche mit Schleifdiamanten bearbeitet, poliert werden oder auch frakturiert sein. Da die Zahnproben beim μ TBT erst nach der Kavitätenversorgung hergestellt werden, können die Haftwerte sehr praxisnah bestimmt werden. Auch ist es möglich, extraktionswürdige Zähne z.B. aus parodontalen Gründen zunächst mit Komposit zu versorgen, um sie dann nach einem definierten Zeitpunkt unter Zustimmung des Patienten zu extrahieren. Kommt der μ TBT dann zur Anwendung, wird sogar eine detaillierte Auswertung der Haftkräfte bezogen auf die Kavitätenlage möglich. Anwendungen des μ TBT zeigen die folgenden Abbildungen (alle aus Pashley et al.1999: The microtensile bond test: a review).

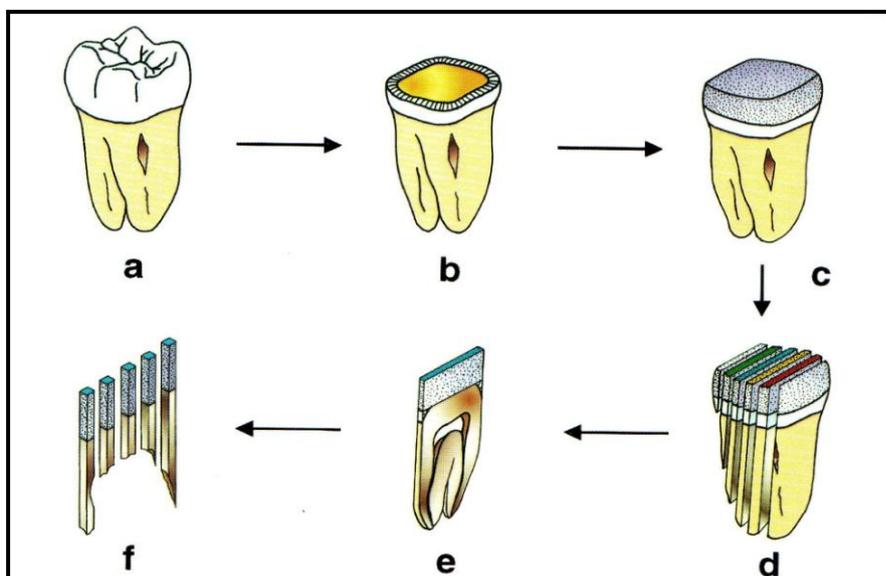


Abb. 5:
Allgemeines Schema zur Probenherstellung für den Mikrohaftkraft- Test nach Pashley 1999 :

„Nach Vorbereitung des Zahnes (a) und der anschließenden Präparation der entsprechenden Kavität (b) wird eine Kompositkrone modelliert (c). Diese wird zunächst längs (d) und (e) in Scheiben gesägt und dann quer (f) in Stäbchen geteilt, die für den μ TBT zur Verfügung stehen.“

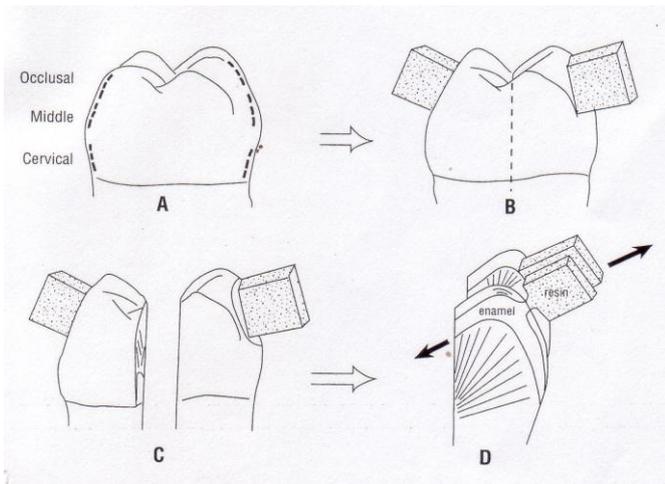


Abb. 6: „Schematische Darstellung einer Zahnkrone bei der die lokal unterschiedliche Schmelzhaftung zum Kunststoff gemessen wurde (A). Die Klebeprouben wurden dann halbiert, um linguale und bukkale Anteile zu erhalten (C). Jede Hälfte wurde dann vertikal geteilt, um viele Scheiben zu erhalten, die weiter in der entsprechenden Richtung der Klebefläche getrimmt wurden (D). Mit Erlaubnis von Shono et al[16].“

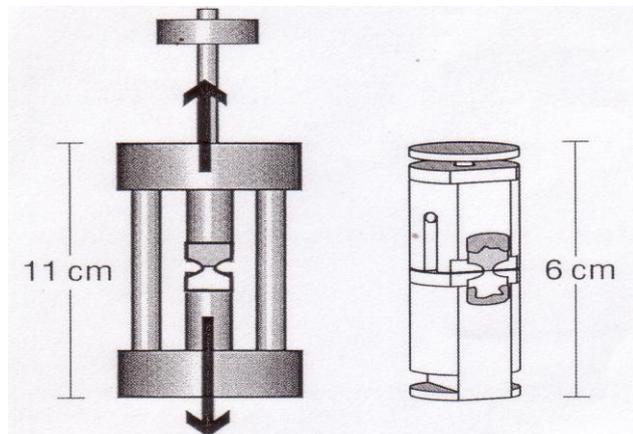


Abb. 7: „Schema zweier Testvorrichtungen. Der Bencor Multi- T- Aufsatz (links) wurde für eine Vielzahl von Scher- und Zugversuchen entwickelt. Er wurde für den µTBT modifiziert durch den Einsatz gegenüberliegender Glattflächen die in Stahlzylindern eingearbeitet sind. Der Ciucchi-Aufsatz (rechts) ist viel kleiner und nicht kommerziell zu erwerben, obwohl er duplizierbar ist. Wegen der kleinen Probengröße können diese nicht im herkömmlichen Sinne befestigt werden sondern werden mit Sekundenkleber auf die Testvorrichtung aufgeklebt. Die Vorrichtungen sorgen dafür, dass nur reine Zugkräfte während der Tests übertragen werden.“

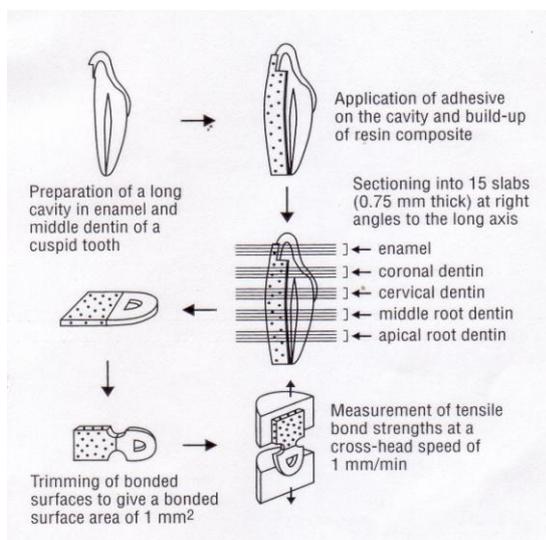


Abb. 8: „Schema der Präparation einer langen Klasse V Kavität, die im Schmelz beginnt und der labialen Zahnoberfläche bis zur Wurzel folgt. Nach Konditionierung und Auftragen des Adhäsivs wird der Zahn in Inkrementtechnik mit Kunststoff aufgebaut und dieser etwas übermodelliert, um zusätzlichen Halt zu schaffen. Vorsichtig werden multiple horizontale Serienschritte gemacht, um ihre Lage zu erhalten. Die erhaltenen Scheiben werden auf feuchten Papiertüchern gelagert, um ihr Austrocknen zu vermeiden. Jede Scheibe wird dann so getrimmt, dass eine 1x1mm große Probenfläche entsteht und dann auf die Testvorrichtung aufgeklebt. Diese Versuchsanordnung erlaubt das einfache Vergleichen von örtlichen Unterschieden der Haftkraft von Adhäsiven. Wenn ein wassergefülltes Röhrchen in der Zahnwurzel platziert wird, und der Zahn 15- 20 Zentimeter vom Boden des Röhrchens entfernt ist, kann das Bonden mit Pulpadruck simuliert werden.“

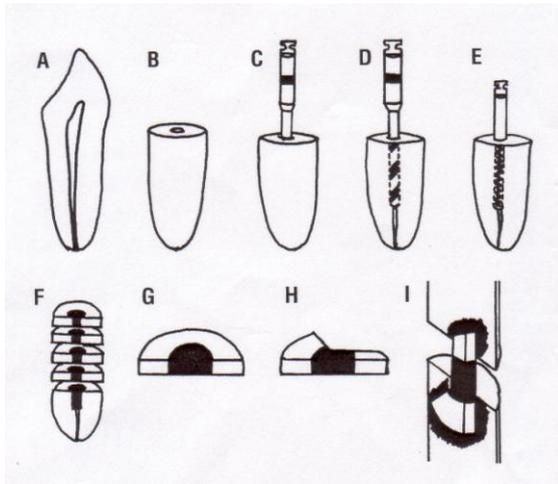


Abb. 9: „Darstellung der Präparation für einen Wurzelstift in einer Zahnwurzel (A-D). Einige Systeme enthalten ein Bürstchen um Debris zu entfernen. Nach dem adhäsiven Stiftsetzen oder dem Einbringen von Flowable- Komposit wird der Zahn horizontal geschnitten(F), die Schnitte in gleiche Hälften geteilt(G) und dann wird eine Probenseite ausgewählt und isoliert (H). Dabei wird sie so getrimmt, dass die kleinste Grenzfläche (ca. 0,8- 1,00 mm) zur Probenseite zeigt. Durch Sekundenkleber werden beide Enden der bearbeiteten Probe auf die Testvorrichtung geklebt.“

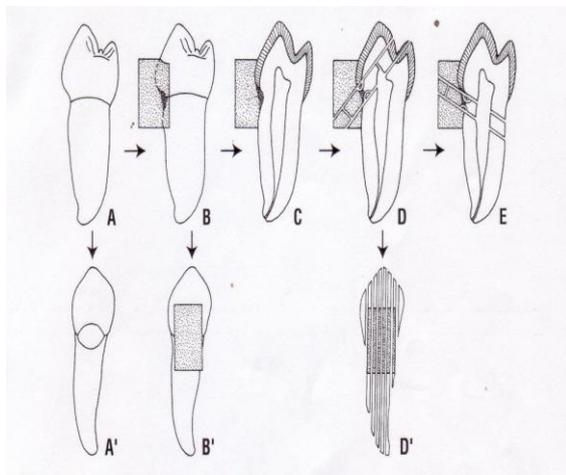


Abb. 10: „Schematische Darstellung der Anwendung des μ TBT bei der Messung der Haftkraft an den oberen und unteren Rändern von sklerotischem Dentin bei keilförmigen Defekten. Keilförmige Defekte (natürlich oder künstlich) (A, A') Nach der Restauration wird zusätzlich Komposit aufgetragen, um eine genügende Größe für die Probenpräparation zu erhalten (C). Alternierende Stäbchen der vertikalen Schnitte werden an den oberen (D) und den unteren Rändern (E) getrimmt und miteinander verglichen.“

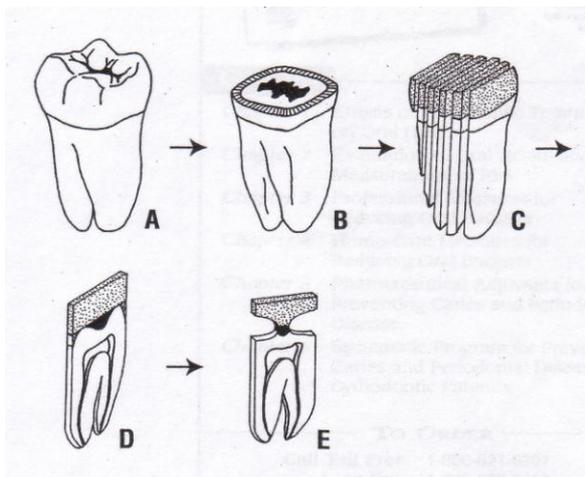


Abb. 11: „Schematische Darstellung zur Bestimmung der Haftkraft bei normalem und kariösem Dentin im selben Zahn. Die Okklusalfäche (A) wurde nach Anfärben mit Kariesdetektor flach geschliffen. Flache Oberflächen vermeiden die Komplikation von variierenden C- Faktoren. Nachdem hartes, opaques kariöses Dentin erreicht war, wurde die gesamte Fläche mit Dentinbondig versorgt und eine Kompositkrone modelliert (C), die vertikal in Scheiben geteilt werden konnte (D). Beachte das einige Scheiben nur aus normalem Dentin bestanden und andere aus kariösem Dentin- von normalem Dentin umgeben. Mit einem Feinstkorndiamanten wurde das normale Dentin dann so entfernt, dass die gesamte zu untersuchende Klebefläche nur noch aus kariösem Dentin bestand (E). Dieselbe Vorbereitung erfuhren die Proben aus normalem Dentin, die als Kontrollgruppe fungierten.“

Zusammenfassend wird also deutlich, dass der μ TBT gegenüber den klassischen Zug- und Scherversuchen eine größere Variabilität für die unterschiedlichsten Fragestellungen bietet (Pashley et al. 1999, Goracci et al. 2004) und eine geringere Fehleranfälligkeit aufgrund besserer Kraftverteilung (Cardoso et al. 1998) aufweist.

2 ZIEL DER UNTERSUCHUNG

Das Ziel dieser Studie war es, die Mikrohaftkraft von fünf aktuellen Dentinhaftvermittlern bei jeweils 2 Füllungskombinationen, mit und ohne die Verwendung von Flowable- Komposit mit dem Mikrohaftkraft- Test zu ermitteln und untereinander zu vergleichen.

3 MATERIAL UND METHODE

3.1 Material

3.1.1 Zähne, Lagerungs- und Spüllösungen

Bei dieser Untersuchung wurden 30 retinierte, menschliche Weisheitszähne verwendet, die direkt nach ihrer operativen Entfernung bis zur Versuchsdurchführung in physiologischer Kochsalzlösung gelagert wurden. Jeder Zahn wurde in einem Gefäß mit Beschriftung, die Extraktionszeitpunkt, Alter des Patienten und das Patientengeschlecht enthielten, aufbewahrt.

3.1.2 Ätzel

Für die Ätzung der Schmelzoberfläche wurde das 34,6%ige Phosphorsäureätzgel Vococid (Fa. Voco, Cuxhafen, D) verwendet. Dentin wurde nur bei ExiTE® mit Phosphorsäure für 15 geätzt, ansonsten wurden bei allen anderen Adhäsiven die Dentinkavitäten nach den Herstellerangaben mit den entsprechenden Komponenten der Dentinhaftvermittler behandelt.

3.1.3 Dentinhaftvermittler

AdheSE® ist ein zweiphasiges, selbstätzendes und lighthärtendes Adhäsivsystem der Firma Vivadent (Ellwangen, D).



Abb. 12: AdheSE®, Vivadent

Zusammensetzung:

Primer:

Mischung aus Dimethacrylat, Phosphonsäureacrylat (CAS-Nr. 223681-84-3 < 40 %), Wasser, Initiatoren und Stabilisatoren.

Bonding:

Mischung aus Dimethacrylaten (CAS-Nr. 1565-94-2 u. 1830-78-0 < 75 %), SiO₂, Hydroxyethylmethacrylat (HEMA, CAS-Nr. 868-77-9 < 25 %), Initiatoren u. Stabilis.

Clearfil®SE Bond ist ein lichthärtendes Bondingsystem der Firma Kuraray (Düsseldorf, D) und besteht aus einem selbstätzendem Primer und einem Bondingagenten. Der Primer bietet eine gleichzeitige Schmelz- und Dentinkonditionierung.



Abb. 13: Clearfil®SE Bond, Kuraray

Zusammensetzung:

Primer:

10- Methacrylat-oxydecyl Dehydrogenphosphat(MDP); Bis- GMA, Hydroxyethyl Methacrylat (HEMA); Hydrophiles Dimethacrylat, dl- Campforachinon; N,N Diethanol- p- Toluidin; Wasser.

Bond:

10- Methacrylat- oxydecyl Dehydrogenphosphat (MDP), Bis- GMA, Hydroxyethyl Methacrylat (HEMA), Hydrophiles Dimethacrylat, dl- Campforachinon, N, N Diethanol- p- Toluidin und kolloides Siliziumoxyd.

ExciTE® ist ein lichthärtendes Einkomponenten- Adhäsiv für Schmelz und Dentin der Firma Vivadent (Ellwangen, D), das in Kombination mit der Total- Etch- Technik angewendet wird.



Abb. 14: ExciTE®, Vivadent

Zusammensetzung:

Phosphorsäureacrylat; Hydroxyethylmethacrylat; BIS- GMA; Dimethacrylat 73,6 Gew%; hochdisperses Siliziumoxid 0,5Gew%; Ethanol 25,0Gew%; Katalysatoren und Stabilisatoren 0,9 Gew%.

Syntac® ist ein dreiphasiges lichthärtendes Adhäsivsystem (Fa. Vivadent, Ellwangen, D).



Abb. 15: Syntac®, Vivadent

Zusammensetzung:

Primer:

Mischung aus Wasser; Aceton (CAS-Nr. 67-64-1); Maleinsäure (CAS-Nr. 110-16-7 4 %); Dimethacrylat; F; Xi ; R: 11-36-66-67 < 42 %.

Adhesive :

Mischung aus Wasser, Glutaraldehyd (CAS-Nr. 111-30-8 5 %); Maleinsäure (CAS-Nr. 110-16-7 < 0.1 %) und Polyethylenglycoldimethacrylat

Heliobond :

Mischung aus Bis-GMA (CAS-Nr. 1565-94-2 < 60 %); Dimethacrylat; Triethylenglycoldimethacrylat (CAS-Nr. 109-16-0 < 40 %); Initiatoren und Stabilisatoren

Xeno® III ist ein lichthärtendes, selbstätzendes Einschritt- Adhäsivsystem der Firma Dentsply DeTrey (Konstanz, D), das aus zwei Komponenten besteht, die vor der Anwendung miteinander gemischt werden.



Abb. 16: Xeno® III, Dentsply De Trey

Zusammensetzung / Flüssigkeiten:

A:

2- Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Wasser, Ethanol, Butylhydroxytoluol(BHT) und hochdisperses Siliziumdioxid.

B:

Phosphorsäure- modifiziertes Methacrylat (Pyro-EMA), Monofluorophosphazenen-modifiziert. Polymethacrylat (PEM-F), Urethandimethacrylat, Butylhydroxytoluol (BHT), Kampfer- chinon und Ethyl-4-dimethylaminobenzoat.

3.1.4 Komposite

Tetric® Flow ist ein lichthärtendes Feinpartikel- Hybridkomposit der Firma Vivadent (Ellwangen, D) mit niedriger Viskosität.



Abb. 17: Tetric® Flow, Vivadent

Zusammensetzung:

BIS-GMA 13,1Gew%; Urethandimethacrylat 11,7 Gew% ; Trimethylenglycoldimethacrylat 6,3 Gew%; Bariumglasfüller, silanisiert 43,5 Gew%; Ytterbiumtrifluorid 14,6 Gew%; Mischoxid, silanisiert 4,4 Gew%; Ba- Al- Fluorsilikatglas 4,4 Gew%; hochdisperses Siliziumoxid, silanisiert 0,9Gew%; Additive 0,7Gew%; Katalysatoren und Stabilisatoren 0,4Gew% und Pigmente <0,01Gew%.

X-flow® ist ein lichthärtendes Feinpartikel- Hybridkomposit der Firma Dentsply DeTrey (Konstanz, D) mit niedriger Viskosität.



Abb. 18: X-flow®, De Trey

Zusammensetzung:

Strontiumaluminofluorosilikat- Glas, Hochdisperses Siliziumoxid, Multifunktionelles Acrylat- Harz, Dimethacrylat- Makromonomer, Diethylenglykol- Dimethacrylat, Kampferchinon, Ethyl- 4-dimethylaminobenzoat, Butylhydroxytoluol, Eisenpigmente und Titandioxid.

Tetric® ceram ist ein lichthärtendes Feinpartikel- Hybridkomposit (Vivadent, Elwangen, D).



Abb. 19: Tetric® ceram, Vivadent

Zusammensetzung:

BIS-GMA 8,3Gew%; Urethandimethacrylat 7,6 Gew%; Trimethylenglycoldimethacrylat 4,3Gew%; Bariumglasfüller, silanisiert 50,6 Gew%; Ytterbiumtrifluorid 17,0Gew%; Mischoxid, silanisiert 5,0Gew%; Ba- Al- Fluorsilikatglas 5,0Gew%; hochdisperses Siliziumoxid, silanisiert 1,0 Gew%; Additive 0,9 Gew%; Katalysatoren und Stabilisatoren 0,3 Gew% und Pigmente <0,1 Gew% .

Quixfil ® ist ein lichthärtendes Feinpartikel- Hybridkomposit der Firma Dentsply DeTrey (Konstanz, D) und ist nur in einer Universalfarbe erhältlich.



Abb. 20: Quixfil®, Dentsply De Trey

Zusammensetzung:

Urethandimethacrylat, Trimethylenglycoldimethacrylat, Di- und Trimethacrylatharze, Carbonsäure- modifiziertes Dimethacrylat, Butylhydroxytoluol, UV- Stabilisator Kampferchinon Ethyl- 4-dimethylaminobenzoat und silanisiertes Strontium- Aluminium- Natrium- Fluorid-Phosphat- Silikat- Glas.

3.2 Methode

3.2.1 Vorbereitung der Zähne

Nachdem die Zähne bereits in den chirurgischen Praxen in ihre beschrifteten und mit physiologischer Kochsalzlösung gefüllten Behälter eingelagert waren, wurden sie mit einem Ultraschallansatz (Siroson Typ 4L, Fa. Sirona, Bensheim, D) und mit Küretten (M 23 A. Deppeler S.A.1180 Rolle, CH) von externen Geweberesten gesäubert. Anschließend wurden sie auf Verfärbungen und kariöse Läsionen mit einer Lupenbrille (4,3 TTL, Fa. Orascoptic, Jarplund, D) untersucht und 30 kariesfreie Molaren ausgewählt. Bei den ausgesuchten Zähnen wurde 3mm von der Schmelz- Zement- Grenze die Wurzel abgetrennt und die Pulpa retrograd extirpiert.

3.2.2 Kavitätenpräparation

Nach der Vorbereitung wurden die Versuchszähne in eine modifizierte Kopffräsvorrichtung (Proxxon Micromot Bohrständler MS 4, Fa. Proxxon, Niersbach, D) eingespannt, die Okklusalfäche parallel zum Maschinentisch ausgerichtet und diese Position mit Pattern Resin fixiert. Dadurch konnte eine Präparation in 3 Ebenen mit fest eingestelltem Tiefenanschlag gewährleistet werden. Als Kavitätenform wurde eine plane mod Kavität gewählt, die in der Breite durch die bukkalen und palatinalen bzw. lingualen Höckerspitzen begrenzt war, und die je nach Zahngröße zwischen 4- 7 mm variierte. Die Tiefe der Kavität betrug 3,5 mm von den größten Höckerspitzen gemessen, und der damit definierte Sicherheitsabstand zu den Pulpenhörnern lag bei $1,5 \pm 0,1$ mm und wurde mit einem Tastzirkel (Nr. 43250, Fa. Orbis Dental, Münster, D) überprüft. Die nachfolgende Präparation erfolgte mit einem in die Kopffräsvorrichtung einpolymerisiertem roten Winkelstück (INTRAmatic Lux 3 25 LHS, Fa. KaVo Biberach, D) bei konstanten 150 000 U/min, welches in 3 Ebenen beweglich war. Unter permanenter Spraykühlung mit 50 ml/min wurde mit einer Diamantwalze der Firma Gebr. Brasseler (Lemgo, D) mit einem Durchmesser von 2,7 mm die Kavitätenform mit arretiertem Tiefenanschlag präpariert. Die Kavitäten wurden nicht nachfiniert.



Abb. 21: Durch die Kopfräsvorrichtung wird eine Standardpräparation in 3 Dimensionen möglich, und die Kavitäntiefe ist durch den Tiefenanschlag gesichert.

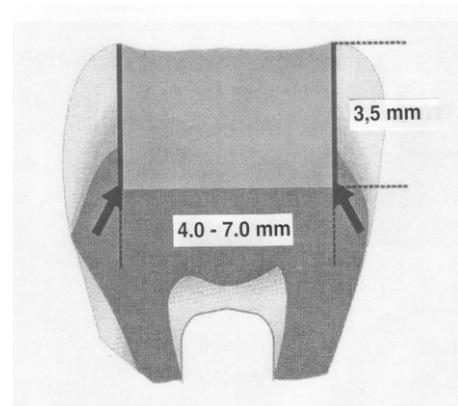


Abb. 22: Mod- Kavität im Querschnitt: die Breite divergiert je nach Zahngröße (Abstand der Höckerspitzen), und der Tiefenanschlag berücksichtigt den Sicherheitsabstand von $1,5 \pm 0,1$ mm zur Pulpa.

3.2.3 Applikation der Dentinhaftvermittler

Bei Syntac® wurde das Dentin mit dem 3- Schritt- System ohne Ätzung konditioniert. Die Total- Etch- Technik wurde nur bei ExciTE® angewendet, wobei das Dentin erst nach dem Schmelz für 15s mit Phosphorsäure geätzt wurde. AdheSE®, Clearfil®SE Bond und Xeno®III wurden als selbstätzende Systeme am Schmelz und selbstkonditionierend am Dentin genau nach Herstellerangaben angewandt und lichtpolymerisiert.

AdheSE®:

1. Primer 30 Sek. auf Kavitätenoberfläche einmassieren
2. Starkes Verblasen des Primers
3. Auftragen von Bonding Agent auf Kavitätenoberfläche für 10 Sek.
4. Lichthärtung von 10 Sek.

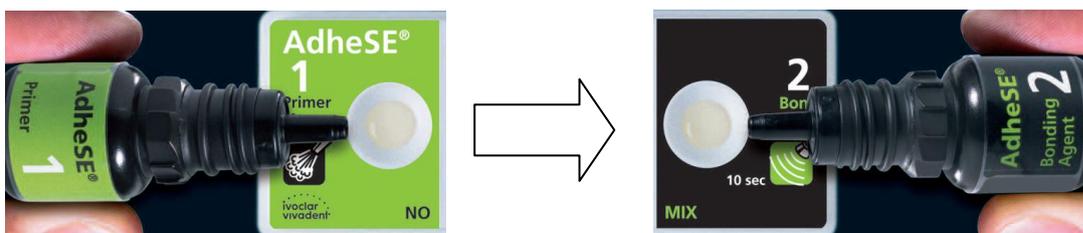


Abb. 23: Die 2 Komponenten des AdheSE® zur separaten Anwendung (Vivadent)

Clearfil®SE Bond:

1. Primer 20 Sek. auf Kavitätenoberfläche einmassieren
2. Sanftes Verblasen
3. Auftragen von Bond auf Kavitätenoberfläche
4. Sanftes Verblasen
5. Lichthärtung von 10 Sek.



Abb. 24: Verarbeitung von Clearfill®SE Bond nach Herstellerangaben (Kuraray)

ExciTE® (in Total- Etch- Technik):

1. Dentinätzung mit Phosphorsäure für 15 Sek., anschließend diese 10 Sek. absprühen und leicht mit Luft trocknen.
2. Mit Applikator- Tip auftragen und 10 Sek. einmassieren.
3. Überschüsse mit Luft sanft verblasen.
4. 10 Sek. Lichtpolymerisation.

Syntac®:

1. Syntac Primer auf Dentin auftragen, 15 sec. einwirken lassen, mit Luft trocknen
2. Syntac Adhäsiv auftragen, 10 sec. einwirken lassen, mit Luft trocknen
3. Heliobond auftragen, Überschüsse entfernen
4. 10 Sek. lichthärten.

Xeno®III:

1. Adhäsivflüssigkeiten A und B im Dappenglas 5 Sek. durchmischen
2. 20 Sek. auf die Kavitätenoberfläche einmassieren
3. Überschüsse mit Luft sanft verblasen
4. 10 Sek. Lichtpolymerisation



Abb. 25: Anwendung von Xeno® III nach Herstellerangaben (Dentsply De Trey)

3.2.4 Verarbeitung der Komposite

Nachdem die Dentinhaftvermittler nach Herstellerangaben verarbeitet und lichtgehärtet waren, wurden die Füllungen bei allen fünf Adhäsivsystemen entweder durch eine Kombination von Flowable- und plastischem Komposit oder nur mit plastischem Komposit gelegt. Damit ergaben sich jeweils 2 Gruppen des gleichen Haftvermittlers mit oder ohne Flow- Komposit, die insgesamt 10 Gruppen ausmachten. Es wurden bei allen 10 Gruppen ausschließlich Füllungsmaterialien der Farbe A2 selektiert bis auf das Material QuiXfil®, das generell nur in einer Standardfarbe erhältlich ist und in Kombination mit Xeno®III (desselben Herstellers) verwendet wurde. Das Vorgehen gestaltete sich praxisnah mit dem Legen einer Bandmatrize (Supermat® Adapt® Super Cap® Matrix, Fa. Kerr, Karlsruhe, D) zirkulär um die mod Kavität bzw. den Zahn. Dann wurde in den Gruppen mit Flowable- Komposit dieses so appliziert, dass sich eine dünne Auskleidung der Kavität (ca. 0,5mm) ergab und dann für 20s lichtgehärtet. Zur besseren Verteilung wurde dabei eine dünne Sonde (Nr.091101061 Fa. Kürten, Solingen, D) benutzt. Das plastische Komposit wurde in 1- 1,5 mm Schichten eingebracht und dann mit einem Modellierinstrument (TNCIGFT, Fa. Hu- Friedy, Leimen, D) in der Kavität adaptiert. Pro Schicht wurde anschließend für 40 s aushärtet. Als Lichtquelle zur Polymerisation kam immer dieselbe geeichte Polymerisationslampe vom Typ Optilux® 401 (Fa. Kerr, Karlsruhe, D) mit einer gemessenen Leistung von 650 mW/mm² zum Einsatz. So entstand die nachfolgende Versuchsgruppeneinteilung, wobei sich aus insgesamt 30 Zähnen für jede Gruppe 3 Versuchszähne ergaben.

Tab. 3 : Alle 10 Versuchsgruppen in der Übersicht

| Gruppe | Abkürzung | Dentinhaftvermittler | Komposit | Zähne | Proben |
|--------|-----------|----------------------|-------------------|-------|--------|
| 1 | AC | AdheSE® | Tetric® ceram | 3 | 60 |
| 2 | AFC | AdheSE® | Tetric®Flow+ceram | 3 | 60 |
| 3 | CC | Clearfil® SE Bond | Tetric® ceram | 3 | 60 |
| 4 | CFC | Clearfil® SE Bond | Tetric®Flow+ceram | 3 | 60 |
| 5 | EC | ExciTE® | Tetric® ceram | 3 | 60 |
| 6 | EFC | ExciTE® | Tetric®Flow+ceram | 3 | 60 |
| 7 | SC | Syntac® | Tetric® ceram | 3 | 60 |
| 8 | SFC | Syntac® | Tetric®Flow+ceram | 3 | 60 |
| 9 | XQ | Xeno®III | Quix-Fill® | 3 | 60 |
| 10 | XXQ | Xeno®III | X-Flow®+QuixFil® | 3 | 60 |

Nach der Füllungslegung wurden die Zähne wieder für 30 Tage in physiologischer Kochsalzlösung in ihren Behältern gelagert.

3.3 Herstellung der Dentinproben für den Mikrohaftkraft- Test

Die gefüllten Zähne wurden zunächst in mithilfe von Silikonformen in Technovit® 4071 (Kunststoff für Schliffeinbettungen, Fa. Heraeus- Kulzer) einbettet. Dann wurden die Technovitblöcke soweit mit einem Gipstrimmer getrimmt, dass die Füllungen mesial und distal gerade sichtbar waren. Die eingebetteten Zähne konnten nun in eine Säge des Typs: Isomet Low Speed Saw (Fa. Buehler USA) eingespannt werden. Dabei wurde ein Sägeblatt vom Typ: Diamond Wavering Blade Series 15 HC Diamond, Arbor Size 0,5 12,7 mm No. 11-4244 / 10,2cm x 0,3 mm (Fa. Buehler USA) verwendet. Durch Längssägen der Zähne entstanden zunächst Zahnscheiben von 1mm Dicke. Diese Zahnscheiben wurden anschließend durch Quersägen in Stäbchen von 1mm Durchmesser geteilt. Dieser Arbeitsschritt war der schwierigste, da die schmalen Dentinscheiben schon beim Einspannen in die Säge unter zu großer Belastung und auch später beim Sägen durch exzentrische Krafteinwirkung (hervorgerufen durch Vibration) leicht frakturieren konnten. Außerdem war während des Sägens ständig eine ausreichende Wasserkühlung notwendig.

Die Kontrolle der gesägten Proben erfolgte mit einer Mikrometerschraube (Fa. MMO C. Schulz, Börnicke, D) im Genauigkeitsbereich von $\pm 0,01\text{mm}$. Nach der Kavitätenpräparation und der beschriebenen Vorbereitung konnten aus einem Zahn jeweils 20 Versuchsproben hergestellt werden, woraus sich pro Haftvermittler- Gruppe 60 Proben ergaben. Damit standen 600 Versuchsproben als Kunststoff- Dentin- Stäbchen für den μTBT zur Verfügung:



Abb. 26: Arbeitsplatz mit Isomet Säge

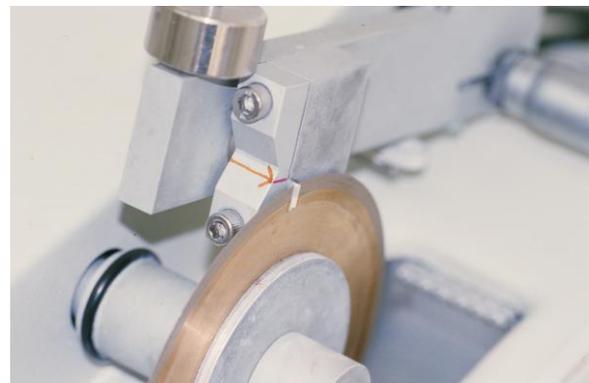


Abb. 27: Sägen eines Dentin- Kunststoff- Sticks

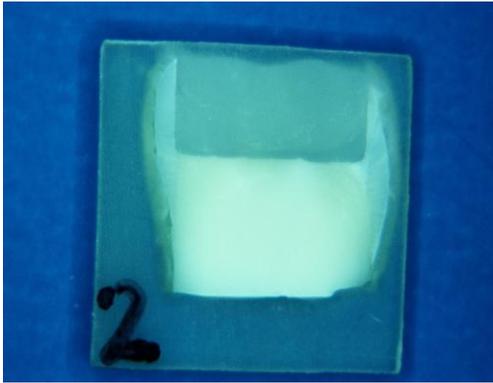


Abb. 28: gesägte Zahn- Scheibe von 1mm Dicke

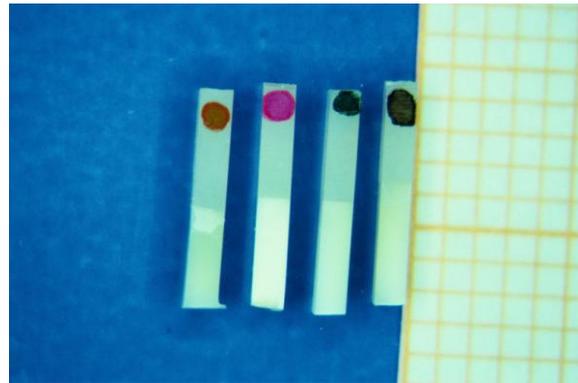


Abb. 29: gesägte Dentin- Kunststoff- Stäbchen

3.4 Mikrohaftkraft- Test

Der μ TBT erfolgte mit Hilfe eines Spezialaufsatzes, des Bencor Multi- T (Fa. Danville Engineering, USA) der in der Universalprüfmaschine Zwick vom Typ: Z005/ TN2A eingesetzt wurde. Der verwendete Kraftaufnehmer vom Typ: KAF- Z BJ. 1999; Kl.:005; 2.0mV/V= 5KN (Fa. Zwick Roell, Ulm, D) garantierte eine Genauigkeit der gemessenen Kraftwerte von $\pm 0,01$ N im Bereich über 10 N. Als Software kam das Programm testXpert V.8.11 (Fa. Zwick Roell, Ulm, D) zur Steuerung und Aufzeichnung der Versuche zum Einsatz (siehe Abb. 30).



Abb. 30: Arbeitsplatz mit Universalprüfmaschine Zwick Z 005 mit eingespanntem Bencor Multi- T Aufsatz, rechts der zum Steuern der Mikrohaftkraft- Versuche verwendete Computer mit Zwick TestXpert V8.1.

Die Proben wurden längs auf die entsprechenden Metallplättchen des BMT mit Sekundenkleber (Fa. Renfert 1977-2000) aufgeklebt. Während der Applikation des Sekundenklebers konnten sie durch die Kunststoffvorrichtung senkrecht ausgerichtet werden. Die nötige Aushärtezeit des Klebers betrug 5 Minuten. Dann wurden die Proben auseinander gezogen, bis sie frakturierten.

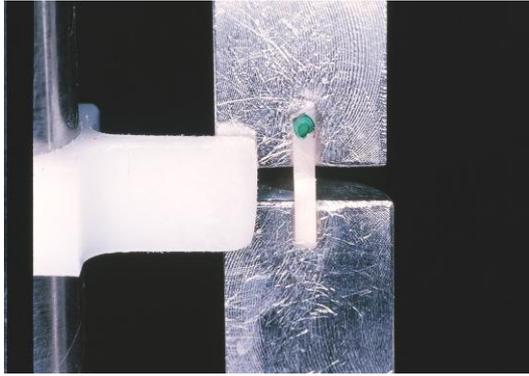


Abb. 31: Dentin- Kunststoff- Stick vor dem μ TBT

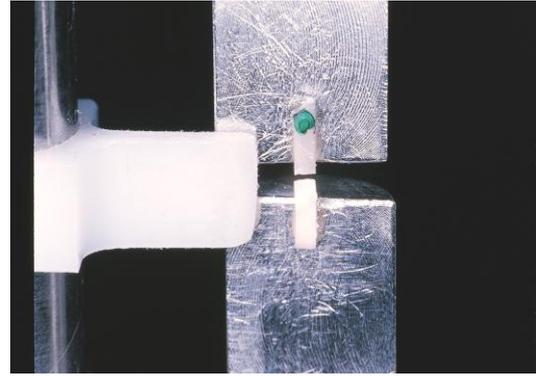


Abb.32: Dentin- Kunststoff- Stick nach dem μ TBT

Die genormten Einstellungen in der Prüfvorschrift waren: Einzelzyklus ohne Vorkraft,- eine Maximalkraft F_{max} von 200 N und eine Querschnittsgeschwindigkeit von 1 mm/min.

3.5 Untersuchung am REM

In die qualitative Analyse gingen von jeder Gruppe 8 Proben ein. Im Anschluss an den μ TBT mussten die gewonnenen Kunststoffproben ausreichend mit destilliertem Wasser gespült und getrocknet werden. In Vorbereitung zur REM- Untersuchung erfolgte bei allen Proben die Befestigung auf einem Metallträger. Dann wurden sie mit einer 50 nm starken Goldschicht mit dem Sputtergerät SCD 004 (Fa. BAL- TEC AG Liechtenstein, HL) unter Vakuum besputtert. Die Betrachtung am Rasterelektronenmikroskop vom Typ Hitachi S520 (Fa. Hitachi Europe, Maidenhead, GB) wurde mit verschiedenen Vergrößerungen durchgeführt. Zur Übersicht waren 50 und 200fache Vergrößerungen ausreichend, wogegen Detaildarstellungen mit 500- 5000 fachen Vergrößerungen erstellt wurden.



Abb. 33: Sputtergerät Balzers SCD 004 zur Vorbereitung der Proben für das REM



Abb. 34: Arbeitsplatz mit REM Hitachi S520 und dazugehöriger Hardware incl. der Betrachtungsmonitore

3.6 Statistik

Für jede Versuchsgruppe wurden die entsprechenden Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftkraft ermittelt. Zum Vergleich der verschiedenen Gruppen untereinander wurde eine Varianzanalyse der Einfachklassifikation (*ONEWAY ANOVA*) durchgeführt. Die einzelnen Gruppen wurden mit Hilfe des *Tukey`s HSD- Tests* auf signifikante Unterschiede untersucht und mit der korrigierten Statistik für den paarweisen Vergleich nach *Bonferroni- Holm* bestätigt. Nachfolgende **Tabelle 6** fasst kurz die Unterschiede im Direktvergleich derselben Haftvermittler bei unterschiedlichen Materialkombinationen mit und ohne Flowable-Komposit unter Berücksichtigung der Signifikanz (*Tukey- Bonferroni Alpha $\leq 0,05$*) zusammen.

Tabelle 6: Haftvermittlergruppen im Direktvergleich mit und ohne statistisch signifikante Unterschiede (Tukey`s HSD- Test und Bonferroni- Holm Korrektur)

| Haftvermittler (I) | Haftvermittler (J) | Mittlere Differenz (I-J) | Standardfehler | Signifikanz ($\leq 0,05$) |
|--------------------|--------------------|--------------------------|----------------|-----------------------------|
| Adhese mit Flow | Adhese ohne Flow | 2,400 | 0,920 | 0,216 nein |
| Clearfil mit Flow | Clearfil ohne Flow | 2,400 | 0,920 | 0,216 nein |
| Excite mit Flow | Excite ohne Flow | 4,133 | 0,920 | 0,000 ja |
| Syntac mit Flow | Syntac ohne Flow | 0,767 | 0,920 | 0,998 nein |
| XenoIII mit Flow | XenoIII ohne Flow | 3,883 | 0,920 | 0,001 ja |

4 ERGEBNISSE

4.1 Quantitative Analyse

Die gemessenen Haftkräfte im μ TBT in der Zwick Universalprüfmaschine vom Typ Z 005 wurden durch die Prüfsoftware testXpert V.8.11 (Fa. Zwick Roell Ulm, D) graphisch in einem Kraft- Zeit- Diagramm erfasst und gespeichert (**Abb. 35 u. 36**). Im durchgeführten μ TBT konnte bei allen verwendeten Materialkombinationen eine Haftkraft am Dentin gemessen und somit eine Dentinhaftung nachgewiesen werden. Alle gemessenen Haftwerte lagen oberhalb von 10 KN, was der unteren Messgrenze des benutzten Kraftaufnehmers entsprach und gingen so in die Auswertung ein

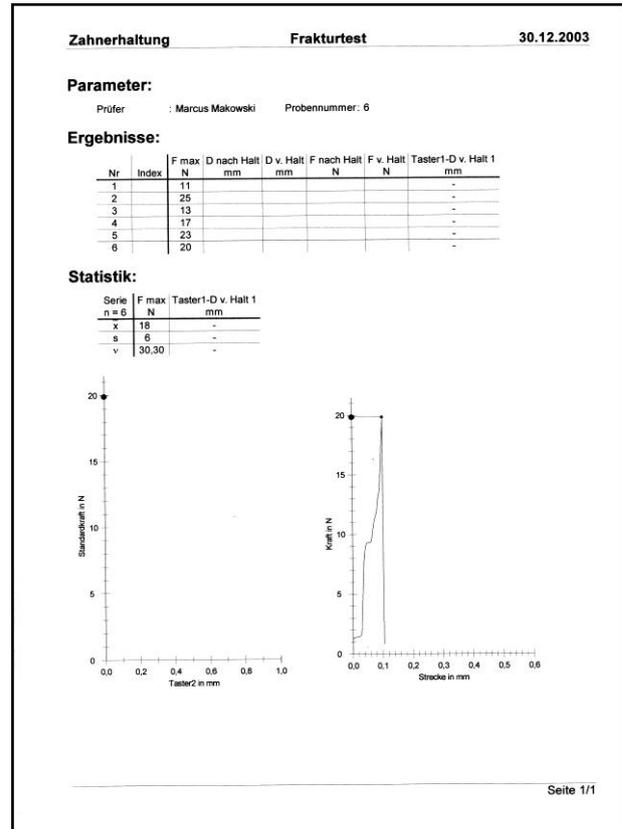
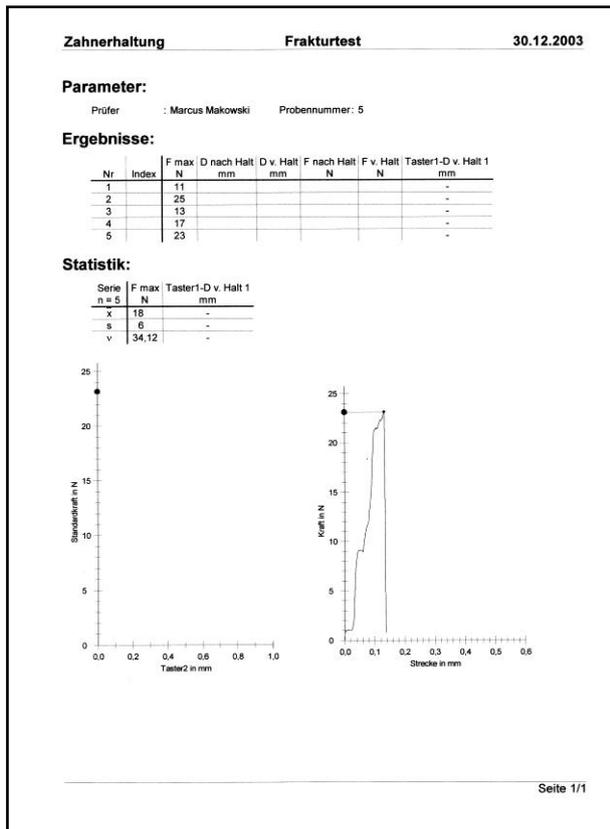


Abb. 35 und 36: Originalausdrucke der Kraft- Zeit- Diagramme bei Gruppe 1 AC für Proben 5 u. 6

Allgemeiner Haftwertvergleich

Die nachfolgende **Abbildung 37** und die **Tabelle 4** geben beide das Maximum, das Minimum, den Medianwert und die entsprechende Standardabweichung der Haftwerte aller 10 Versuchsgruppen mit insgesamt 600 ermittelten Haftwerten in MPa wieder.

Der am höchsten gemessene Haftwert lag bei 40 MPa in der Kombination von Excite® mit Tetric® ceram (Gruppe 5 EC), der niedrigste bei 13 MPa bei AdheSE® mit Tetric® ceram (Gruppe 1 AC). Der höchste Mittelwert wurde für die Kombination Excite® mit Tetric® ceram (Gruppe 5 EC) mit 28,40 MPa und der niedrigste für die Kombination AdheSE® mit Tetric® ceram (Gruppe 1 AC) mit 20,85 MPa gemessen. Für alle Gruppen aus 600 Proben ergab sich ein mittlerer Haftwert von 24 MPa.

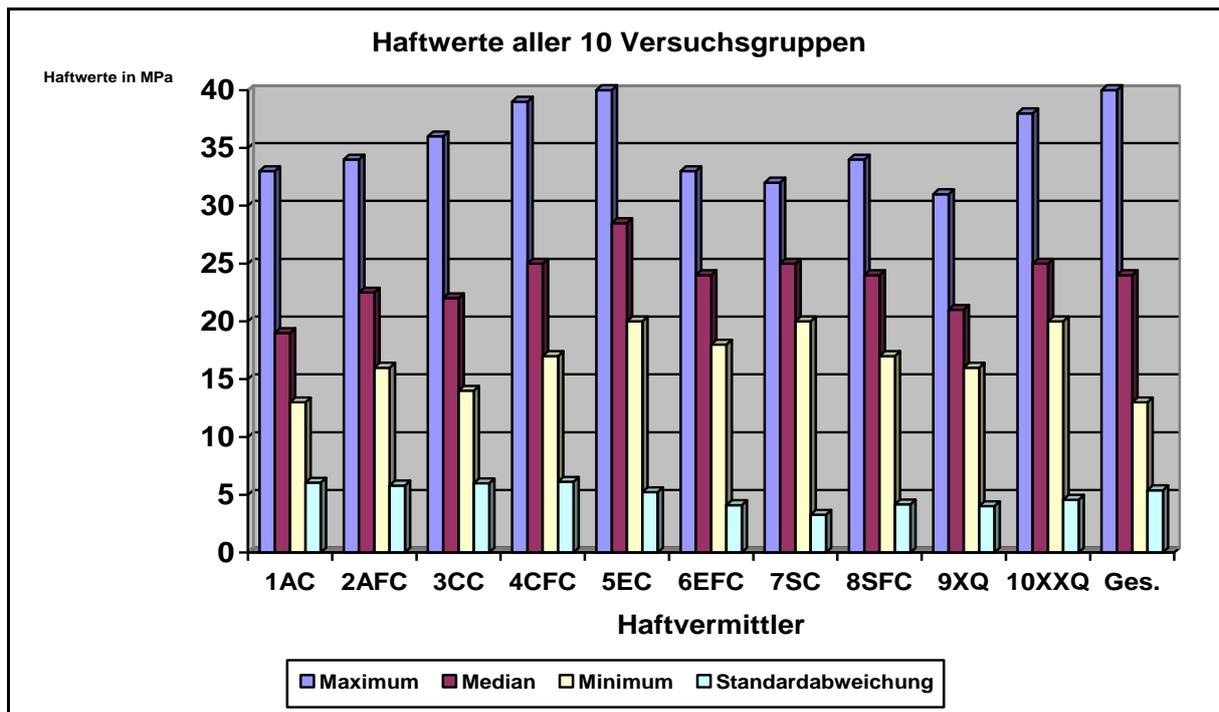


Abb. 37: Haftwerte aller Gruppen mit Maximum, Median, Minimum und Standardabweichung

Tabelle 4: Haftwerte der 10 Adhäsivsysteme im Detail mit Probenanzahl

| Gruppe Abkürz. | Haftvermittler mit/ohne Flow | Mittelwert in MPa | Standard-abw. | Median in MPa | Max. in MPa | Min. in MPa | Proben-anzahl |
|----------------|------------------------------|-------------------|---------------|---------------|-------------|-------------|---------------|
| 1 AC | AdheSE ohne Flow | 20,85 | 6,056 | 19,00 | 33 | 13 | 60 |
| 2 AFC | AdheSE mit Flow | 23,25 | 5,815 | 22,50 | 34 | 16 | 60 |
| 3 CC | Clearfil ohne Flow | 22,83 | 6,009 | 22,00 | 36 | 14 | 60 |
| 4 CFC | Clearfil mit Flow | 25,23 | 6,138 | 25,00 | 39 | 17 | 60 |
| 5 EC | Excite ohne Flow | 28,40 | 5,231 | 28,50 | 40 | 20 | 60 |
| 6 EFC | Excite mit Flow | 24,27 | 4,116 | 24,00 | 33 | 18 | 60 |
| 7 SC | Syntac ohne Flow | 25,37 | 3,268 | 25,00 | 32 | 20 | 60 |
| 8 SFC | Syntac mit Flow | 24,60 | 4,179 | 24,00 | 34 | 17 | 60 |
| 9 XQ | XenoIII ohne Flow | 22,00 | 4,025 | 21,00 | 31 | 16 | 60 |
| 10XXQ | XenoIII mit Flow | 25,88 | 4,574 | 25,00 | 38 | 20 | 60 |
| Gesamt | alle Gruppen | 24,27 | 5,403 | 24,00 | 40 | 13 | 600 |

Vergleicht man die Haftwerte aller Gruppen nach Mittelwerten ergibt sich die Reihenfolge in Abb. 38 mit den höchsten Mittelwerten bei Excite® in Kombination mit Tetric® ceram (5 EC) und den niedrigsten bei AdheSE® mit Tetric® ceram (1 AC).

Die Differenz zwischen den Mittelwerten beträgt nur 8 MPa, die Differenz zwischen größtem und kleinstem gemessenen Haftwert aller Haftvermittlergruppen dagegen liegt bei 27 MPa. Die Mittelwerte aller Gruppen liegen somit in einem engen Intervall.

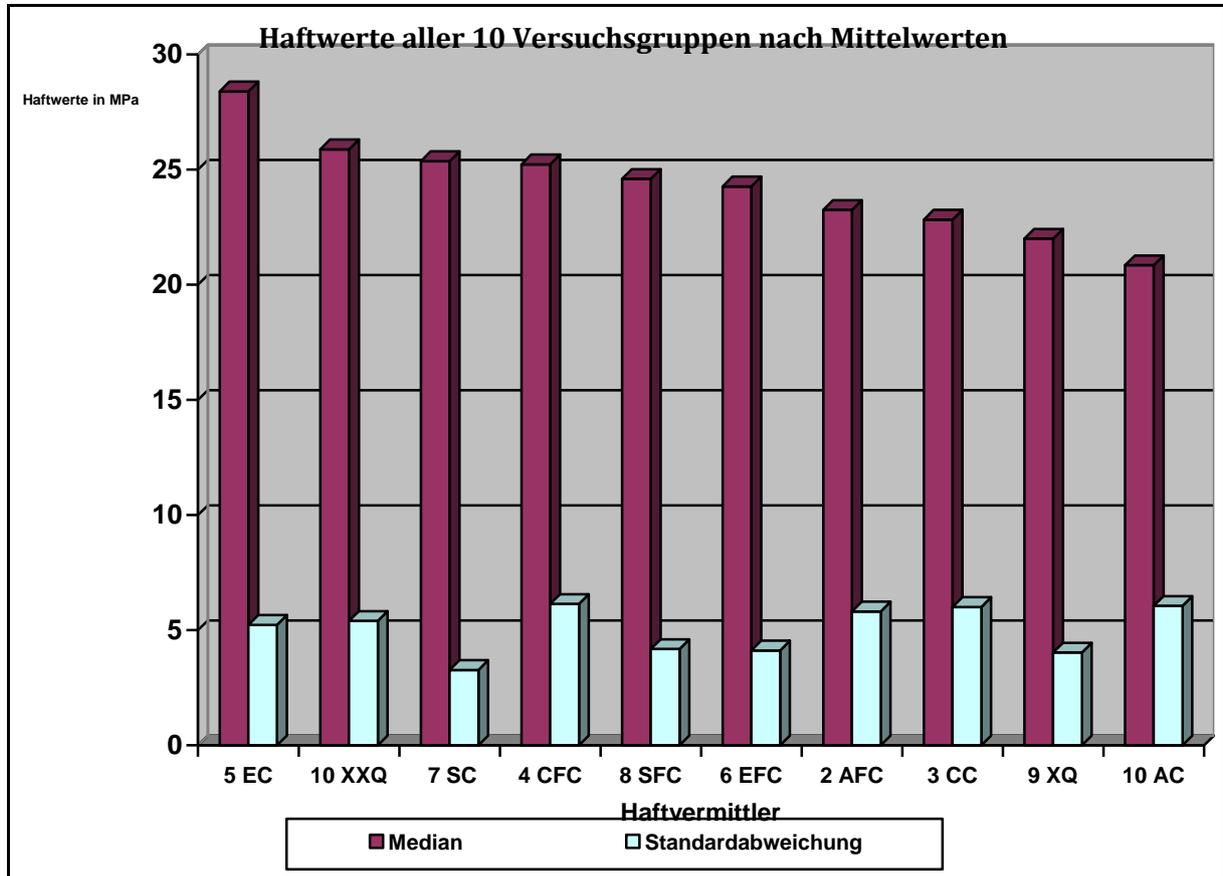


Abb. 38 Haftwerte aller Gruppen in MPa geordnet nach Mittelwerten

Allgemeiner Haftwertvergleich mit signifikanten Unterschieden:

Vergleicht man alle Versuchsgruppen untereinander auf signifikante Unterschiede bezogen auf die Haftwerte mit dem *Tukey's HSD- Test* erhält man die folgende Übersicht in Tabelle 5, wobei der Signifikanzwert bei $\leq 0,05$ liegt. Die Tabelle kann sowohl von links nach rechts als auch von oben nach unten gelesen werden. Die nummerierten und blau unterlegten Haftvermittlergruppen unterscheiden sich signifikant von den unter ihnen bzw. hinter ihnen stehenden grau unterlegten Versuchsgruppen. Die signifikanten Unterschiede zwischen den Gruppen mit gleichem Haftvermittler und unterschiedlicher Materialkombination sind der Übersichtlichkeit halber fett unterlegt. Alle signifikanten Unterschiede finden sich somit doppelt in der Tabelle wieder.

Tabelle 5 *Statistisch signifikante Unterschiede nach Tukey's- HSD, bei Signifikanzwert $\leq 0,05$

| Signifikanz* | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|---------------------|-----------|------------|-----------|------------|--------------|--------------|-----------|------------|--------------|--------------|
| | AC | AFC | CC | CFC | EC | EFC | SC | SFC | XQ | XXQ |
| 1 AC | - | - | - | 0,000 | 0,000 | 0,010 | 0,000 | 0,002 | - | 0,000 |
| 2 AFC | - | - | - | - | 0,000 | - | - | - | - | - |
| 3 CC | - | - | - | - | 0,000 | - | - | - | - | 0,033 |
| 4 CFC | 0,000 | - | - | - | - | - | - | - | 0,017 | - |
| 5 EC | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,022 | - | 0,000 | - | - | 0,000 | - |
| 6 EFC | 0,010 | - | - | - | 0,000 | - | - | - | - | - |
| 7 SC | 0,000 | - | - | - | - | - | - | - | 0,010 | - |
| 8 SFC | 0,002 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| 9 XQ | - | - | - | 0,017 | 0,000 | - | 0,010 | - | - | 0,001 |
| 10 XXQ | 0,000 | - | 0,033 | - | - | - | - | - | 0,001 | - |

- **Gruppe 1 AC** unterscheidet sich somit in den Haftwerten signifikant von den Gruppen 4 CFC, 5 EC, 6 EFC, 7 SC, 8 SFC und 10 XXQ.
- **Gruppe 2 AFC** unterscheidet sich bei den Haftwerten nur signifikant von Gruppe 5 EFC.
- **Gruppe 3 CC** unterscheidet sich in den Haftwerten signifikant von den Gruppen 5 EC und 10 XXQ.
- **Gruppe 4 CFC** zeigt signifikante Unterschiede zu den Gruppen 1 AC und 9 XQ bezogen auf die Haftwerte.
- **Gruppe 5 EC** hat signifikante Unterschiede zu den Gruppen 1 AC, 2 AFC, 3 CC, 4 CFC und **5 EFC** (gleiches Adhäsiv) bei den ermittelten Haftwerten aufzuweisen.
- **Gruppe 6 EFC** dagegen besitzt nur zu den beiden Gruppen 1 AC und **5 EC** (gleiches Adhäsiv) signifikante Haftwertunterschiede.
- **Gruppe 7 SC** zeigt sich signifikant unterschiedlich zu den Gruppen 1 AC und 9 XQ auf die gemessenen Haftwerte bezogen.
- **Gruppe 8 SFC** zeigt sich nur zu Gruppe 1 AC signifikant unterschiedlich in den Haftwerten.
- **Gruppe 9 XQ** weist signifikante Unterschiede gegenüber den Gruppen 4 CFC, 5 EC, 7 SC und **10 XXQ** (gleicher Haftvermittler) bei den Haftwerten auf.
- **Gruppe 10 XXQ** schließlich unterscheidet sich signifikant von den Gruppen 1 AC und 3 CC und natürlich wieder gegenüber **Gruppe 9 XQ** (gleiches Adhäsiv mit anderer Materialkombination) in den Haftwerten.

Direktvergleiche bei identischem Haftvermittler mit oder ohne Flowable- Komposit

Bei der detaillierten Beurteilung der Haftwerte bei gleichem Adhäsiv bezogen auf die Materialkombination mit oder ohne Flowable- Komposit ergeben sich folgende Ergebnisse unter der Einbeziehung der Statistik (Signifikanz bezogen auf *Tukey`s HSD- Test*):

1. Direktvergleich AdheSE® (Abb. 38)

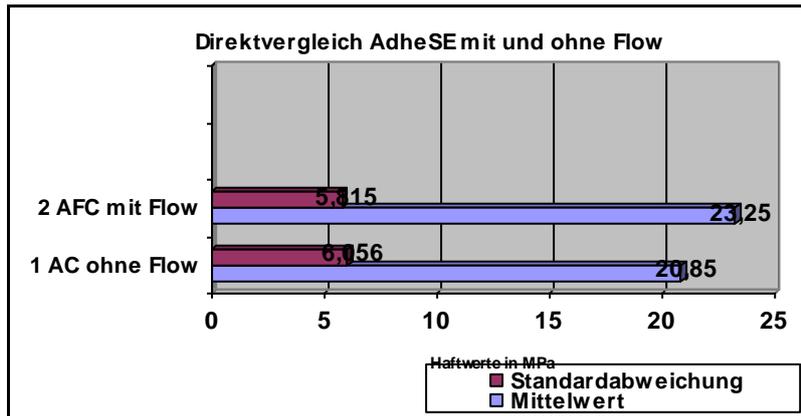


Abb.38

Bei AdheSE®, das als selbstkonditionierendes 2 Schritt- Adhäsiv angewendet wurde, kam es bei der Verwendung von Flow- Komposit zu einer **geringen Erhöhung** der Haftwerte (bezogen auf die Mittelwerte), die **nicht** statistisch signifikant war (*Tukey`s HSD- Test*).

2. Direktvergleich Clearfil®SE Bond (Abb. 39)

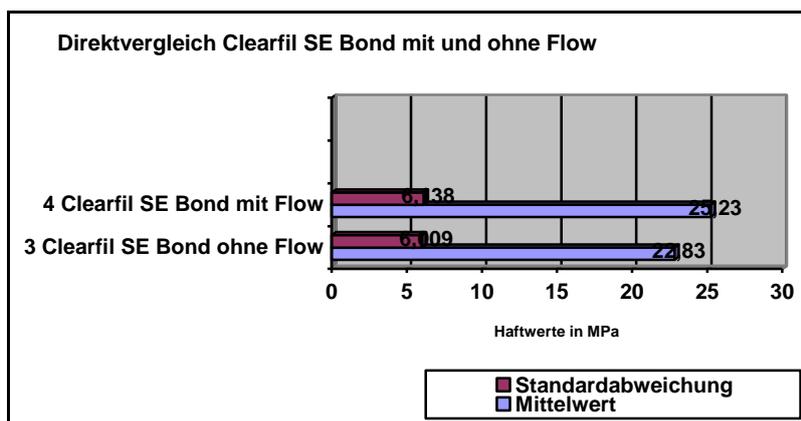


Abb.39

Bei Clearfil®SE Bond, das auch als selbstkonditionierendes 2 Schritt- Adhäsiv benutzt wurde, kam es bei der Verwendung von Flow- Komposit zur geringen **Erhöhung** der Haftkräfte (bezogen auf die Mittelwerte), die **nicht** statistisch signifikant war (*Tukey`s HSD- Test*).

3. Direktvergleich Excite® (Abb. 40)

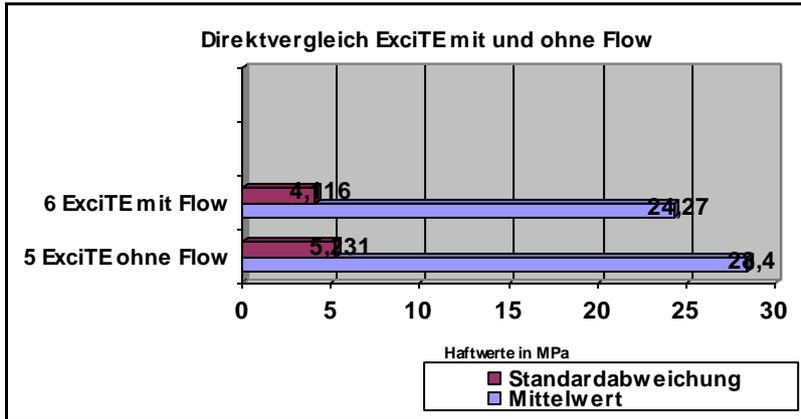


Abb.40

Bei Excite®, das als einziges System in der Total- Etch- Technik angewendet wurde, kam es bei der Verwendung von Flow- Komposit zu einer **Herabsetzung** der Haftwerte (bezogen auf die Mittelwerte), die statistisch **signifikant** war (*Tukey`s HSD- Test*).

4. Direktvergleich Syntac® (Abb. 41)

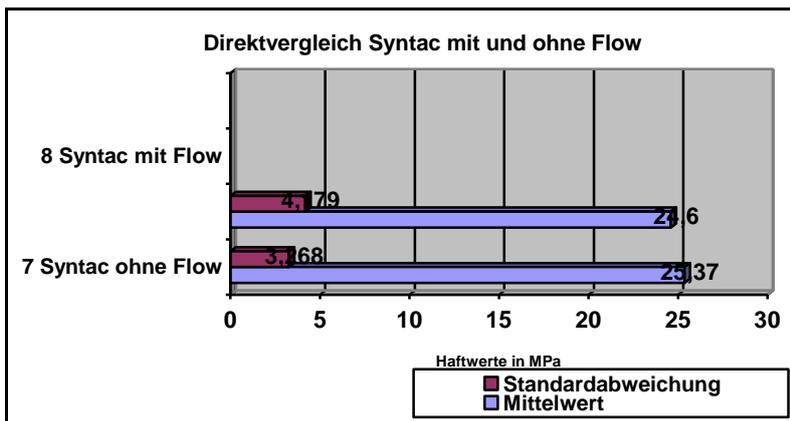


Abb.41

Bei Syntac®, das hier als selbstkonditionierendes 3- Schritt- Adhäsiv verwendet wurde, kam es bei der Verwendung von Flow- Komposit zu einer **geringen Herabsetzung** der Haftwerte (bezogen auf die Mittelwerte), die statistisch **nicht** signifikant war (*Tukey`s HSD- Test*).

5. Direktvergleich Xeno® III (Abb.42)

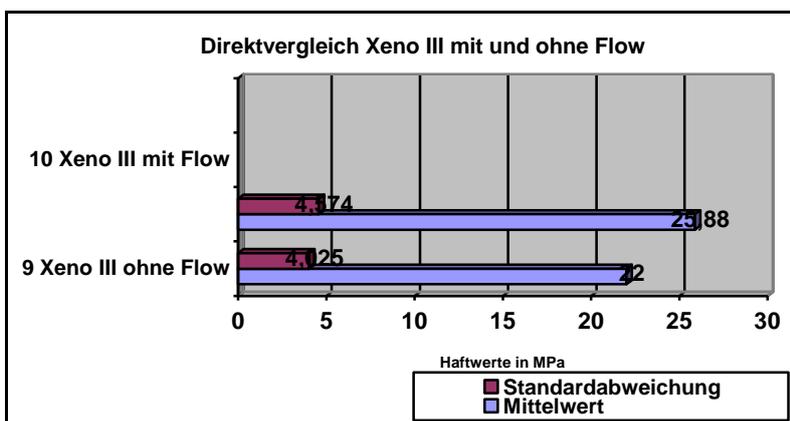


Abb.42

Bei Xeno®III, das als selbstkonditionierendes 1 Schritt- Adhäsiv angewendet wurde, kam es bei der Verwendung von Flow- Komposit zu einer **Erhöhung** der Haftwerte (bezogen auf die Mittelwerte), die statistisch **signifikant** war (*Tukey`s HSD- Test*).

Die einzelnen Versuchsgruppen wurden mit ihren Haftwerten mit Hilfe des *Tukey`s HSD- Tests* auf signifikante Unterschiede untersucht und mit der korrigierten Statistik für den paarweisen Vergleich nach *Bonferroni- Holm* bestätigt.

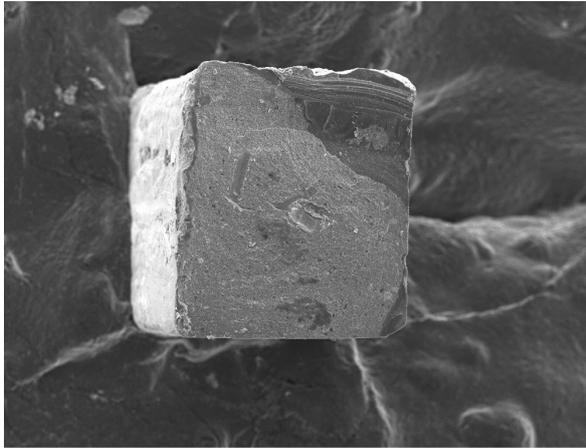
4.2 Qualitative Analyse

In der Frakturanalyse wurden die gezogenen Dentinproben auf die Struktur ihrer Bruchfläche beurteilt. Die Betrachtung am Rasterelektronenmikroskop erfolgte deshalb bei verschiedenen Darstellungen im Bereich von 50 bis zu 5000facher Vergrößerung. Die frakturierten Proben konnten klar in adhäsive und gemischte Brüche unterschieden werden. Dabei waren mehrheitlich gemischte Frakturen zu erkennen, die in direkter Korrelation zu den Haftwerten in der quantitativen Untersuchung standen. Reine kohäsive Frakturen waren nicht zu beobachten, allerdings korrelierten niedrige Haftwerte bei allen Gruppen mit dem Auftreten rein adhäsiver Brüche und hohe Haftwerte mit gemischten Frakturen.

Die Aufnahmen zeigen für alle fünf Haftvermittlersysteme die Bildung von Kunststoffzapfen (engl. tags), wobei sich eine große Variationsbreite in Gestalt und Anzahl durch die teilweise unterschiedliche Ausprägung ergab. Bei allen Haftvermittlern ließen sich abwechselnd Areale schwächerer und stärkerer Zapfenbildung beobachten. Bei ExciTE®, das als einziges Adhäsiv mit der Total- Etch- Technik verwendet wurde, schienen die Kunststoffzapfen durch die Dentinätzung mit am längsten ausgeprägt zu sein, wodurch sie die Dentintubuli offenbar tiefer infiltrieren konnten. Doch auch bei den selbstkonditionierenden Systemen AdheSE®, Clearfil®SE Bond, Syntac® und Xeno®III konnte eine teilweise Auflösung der Schmierschicht und die Ausbildung einer Hybridschicht erkannt werden. Diese Hybridschicht, die bei verschiedenen REM- Aufnahmen annähernd geschätzt werden konnte (bis maximal etwa 100µm), war auch innerhalb derselben Gruppe teilweise unterschiedlich ausgeprägt, was auch von der lokalen Kavitätenlage abhängig war. Bei AdheSE® schien diese in einigen Fällen etwas schwächer und weniger homogen ausgebildet zu sein.

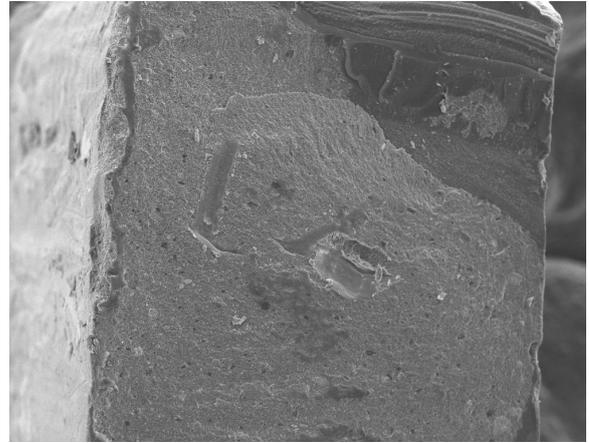
Auffallend war bei allen Gruppen mit gemischten Frakturen das Vorkommen von Arealen mit teilweise sehr tief gehenden Ausbrüchen im Dentin, die deutlich auf den Aufnahmen erkennbar sind.

AdheSE® ohne (Abb.43-45) und mit Flow (Abb.46- 48)



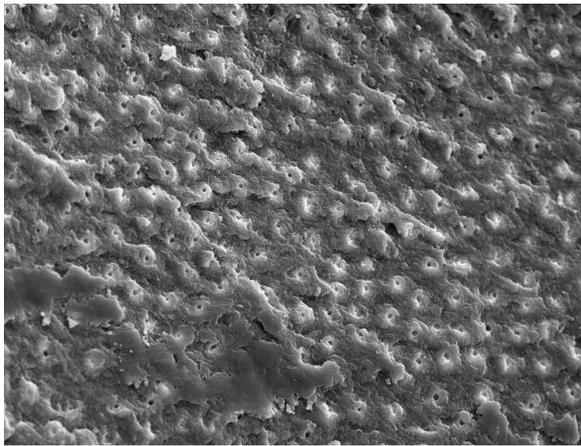
500 µm

Abb.43: Große Übersicht bei gemischtem Bruch (50 x)
rechts oben die Dentinfraktur



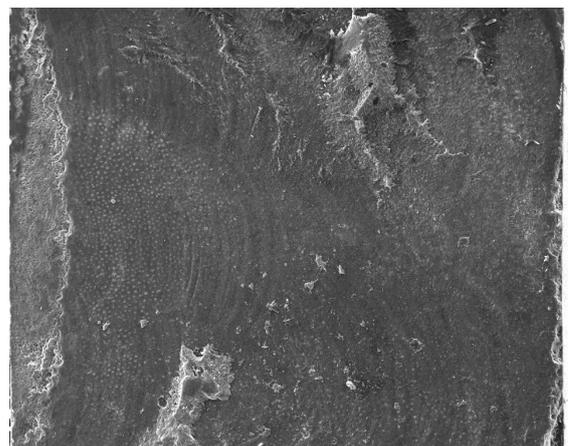
300 µm

Abb.44: Mittlere Übersicht bei gemischtem Bruch (100x)
gleiche Probe



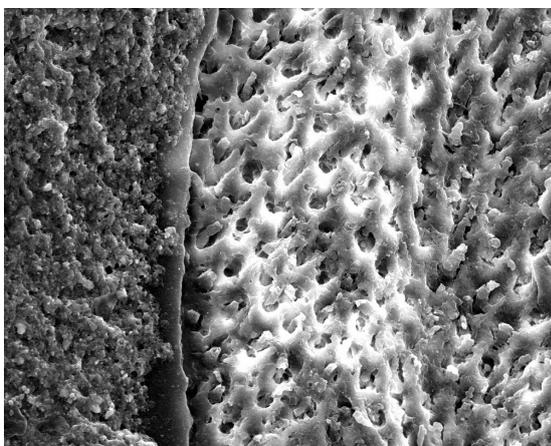
30 µm

Abb.45: Detail mit aufgerissener Hybridschicht (1000 x)



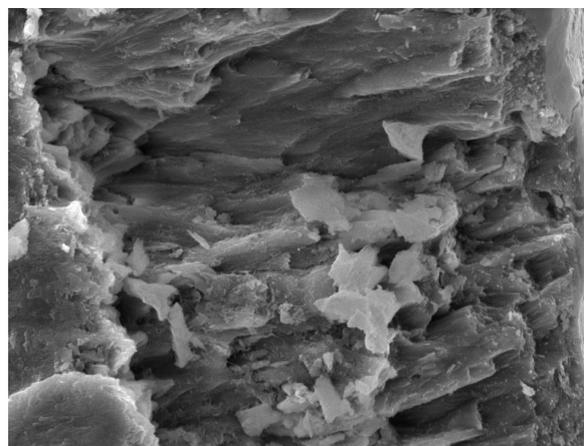
300 µm

Abb.46: Mittlere Übersicht bei gemischtem Bruch,
zentrale Kompositreste gut erkennbar (100x)



30 µm

Abb. 47: Detail mit Bruchkante des Flow- Komposits, aufgerissener Hybridschicht und freigelegtem Dentin (1000x)



10 µm

Abb. 48: vergrößertes Detail mit starken Dentinausbrüchen (2500x)

Clearfil®SE Bond ohne (Abb. 49-51) und mit Flow (Abb. 52-54)

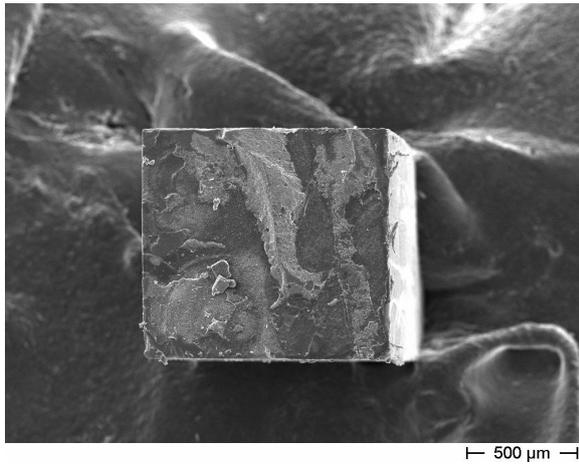


Abb.49: Große Übersicht bei gemischtem Bruch (50 x)

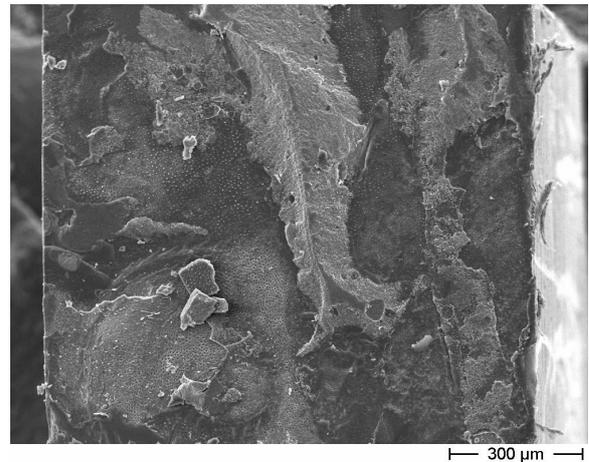


Abb.50: Mittlere Übersicht bei derselben Probe, deutliche Bruchkanten und Kompositreste erkennbar (100x)

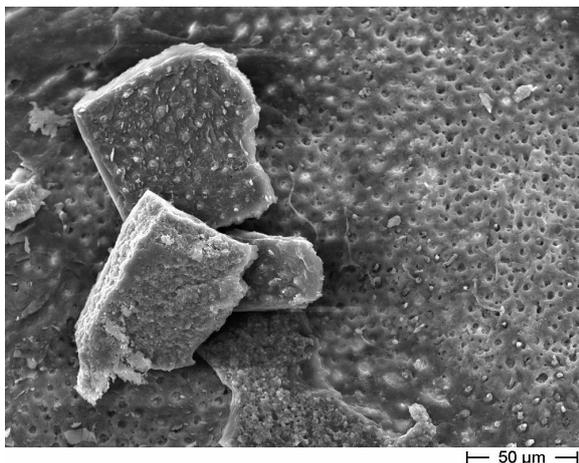


Abb. 51: Detail mit Bruchstücken des Komposits, aufgerissener Hybridschicht und freigelegtem Dentin (1000x)

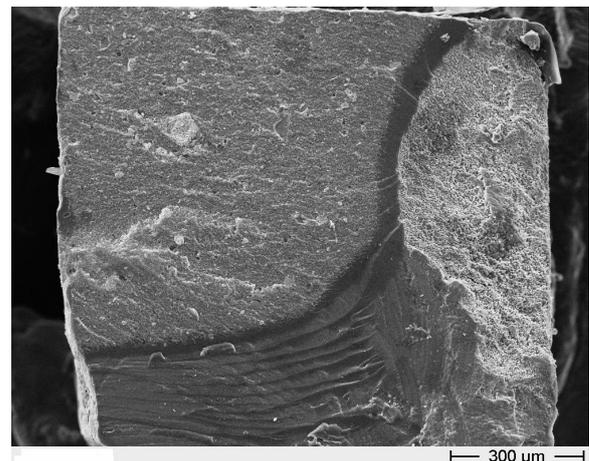


Abb.52 Mittlere Übersicht bei gemischtem Bruch mit tiefen Dentinausbrüchen rechts (100x)

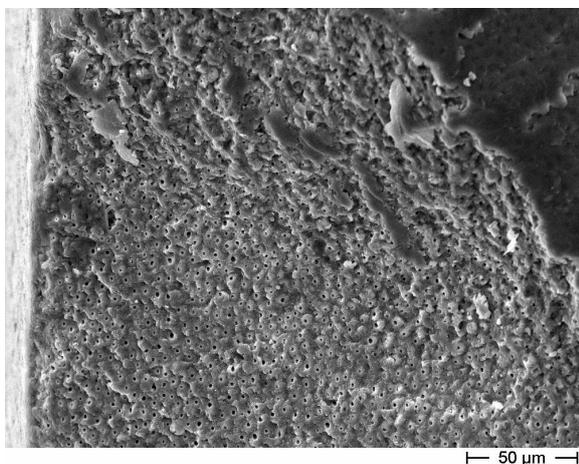


Abb.53:Detail mit frakturiertem Dentin und rechts oben liegender Hybridschicht (500x)

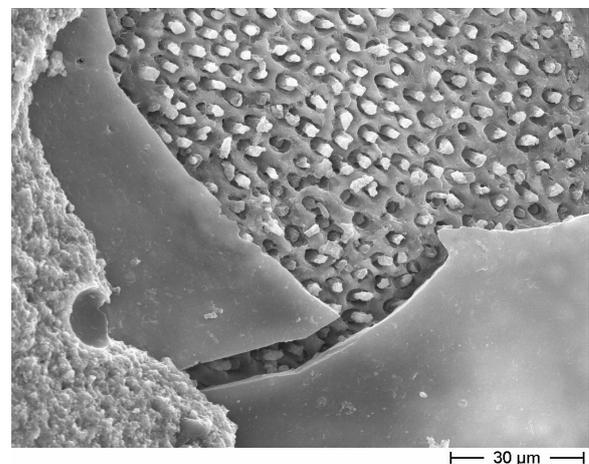


Abb. 54: Detail mit Flow- Komposit (links), aufgebrochener Hybridschicht und Dentin mit deutlichen Zapfen (2500x)

ExciTE® ohne (Abb. 55-57) und mit Flow (Abb. 58- 60)

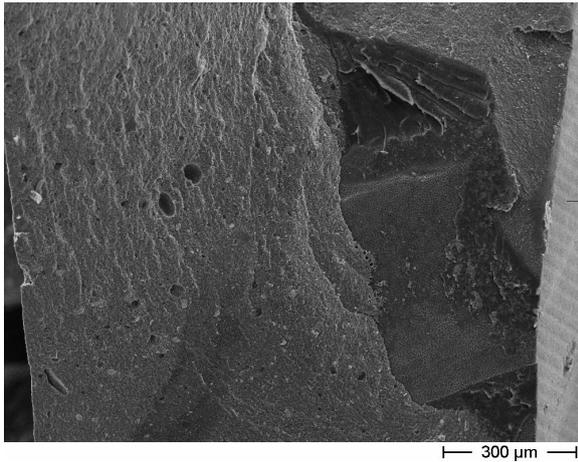


Abb. 55: Mittlere Übersicht bei gemischtem Bruch, mehr kohäsive Bruchflächen (100x)



Abb.56: Kleine Übersicht von mit Kunststofftags infiltriertem Dentin und Kompositesteren (250x)

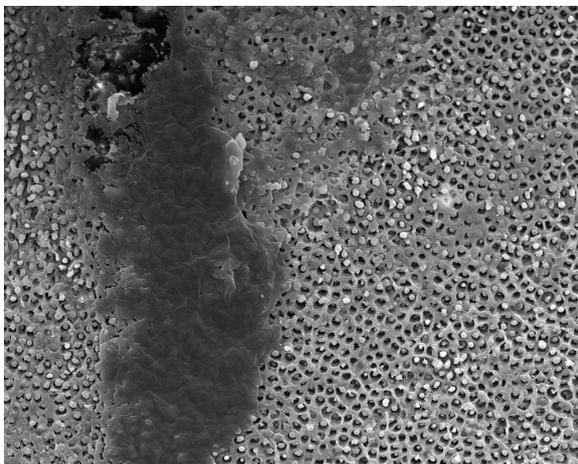


Abb. 57: Detail bei gemischter Fraktur mit infiltriertem Dentin (viele Zapfen) und Kunststoffrest (500x)

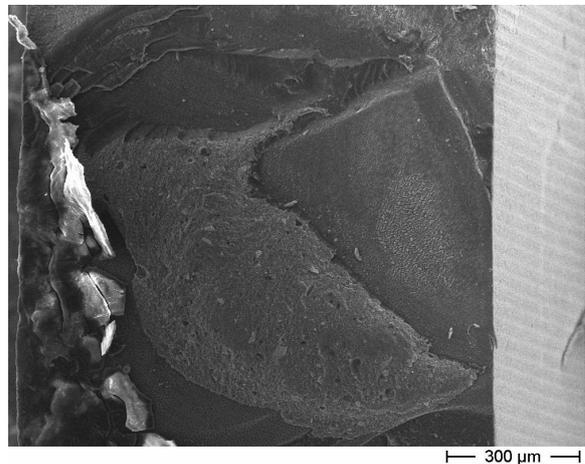


Abb. 58: Mittlere Übersicht bei gemischter Fraktur mit links deutlicher Bruchkante des Komposits (100x)

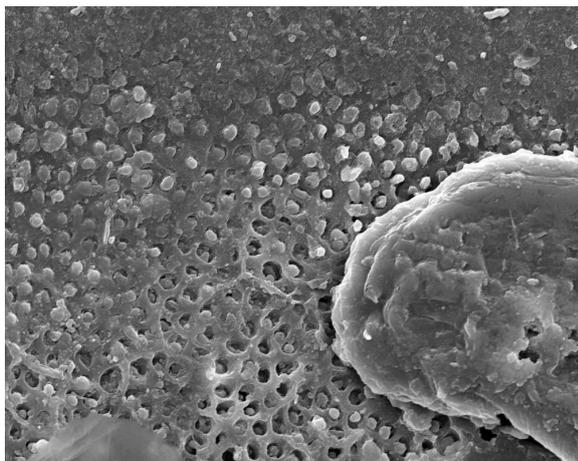


Abb. 59: Detail mit infiltrierter Dentinstruktur mit Hybrid-schicht und Kunststoffrest rechts (1000x)

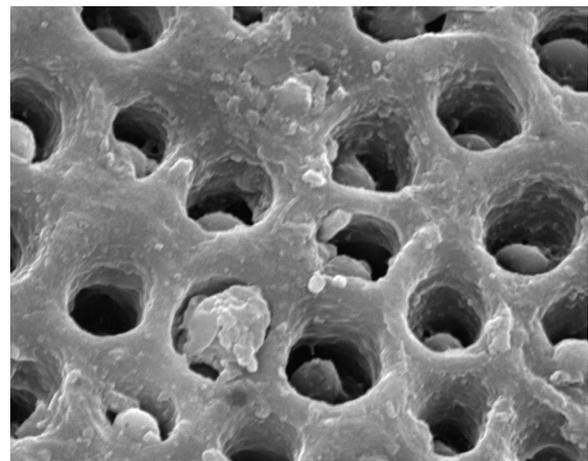


Abb. 60: Detail von teilweise freiliegenden und mit Kunststoffzapfen infiltrierten Dentintubuli, gleiche Probe (5000x)

Syntac® ohne (Abb. 61-63) und mit Flow(Abb. 64-66)

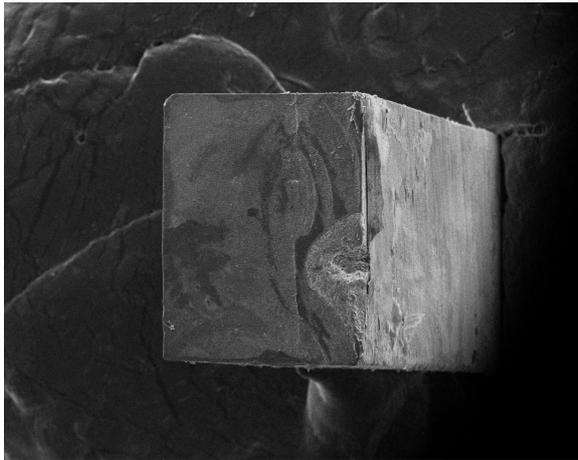


Abb.61: Große Übersicht bei gemischter Fraktur mit Dentin-
ausbruch rechts (50x)

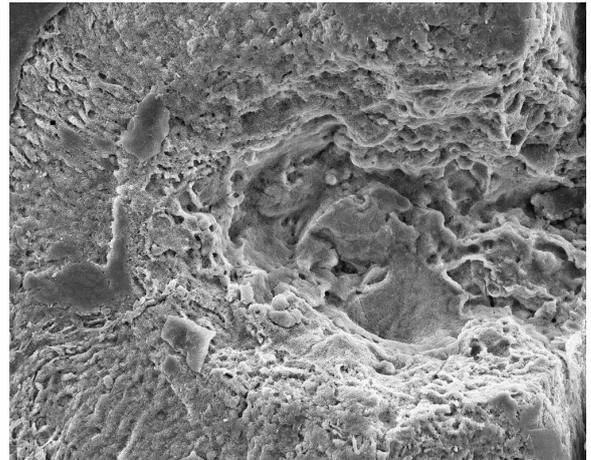


Abb. 62: Detail des tiefen Dentinausbruchs, gleiche Probe
(500x)

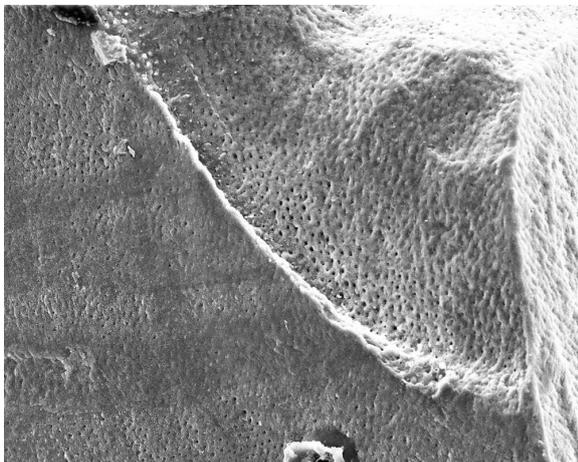


Abb. 63: Detail einer Bruchkante mit Hybridschicht und
freiliegendem Dentinareal rechts oben (250x)

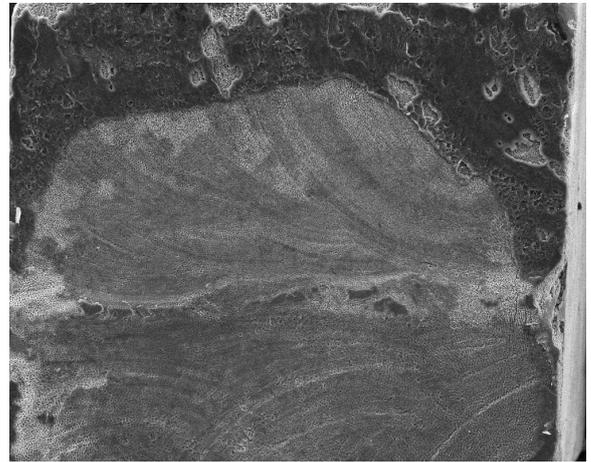


Abb.64: Mittlere Übersicht bei gemischtem Bruch, im oberen
Anteil deutliche Flow- Kompositreste (100x)

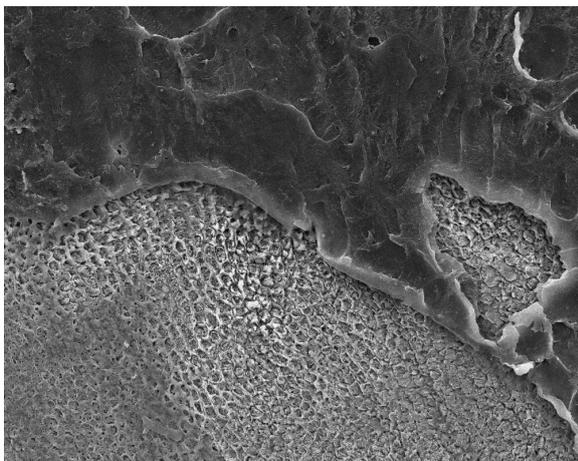


Abb. 65: Detail der Bruchkante mit Flow- Kompositschicht und
darunter freiliegendem Dentin(500x)

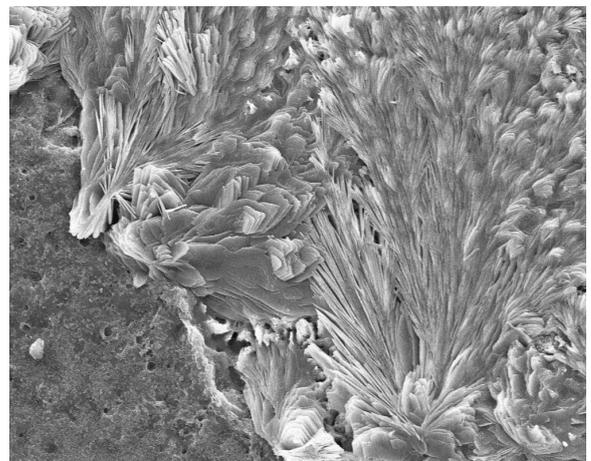


Abb. 66: Detail einer aufgebrochenen Hybridschicht mit
schollenartiger Ausbildung und Bruchkante (1000x)

Xeno® III mit (Abb.67) und ohne Flow (Abb.68)

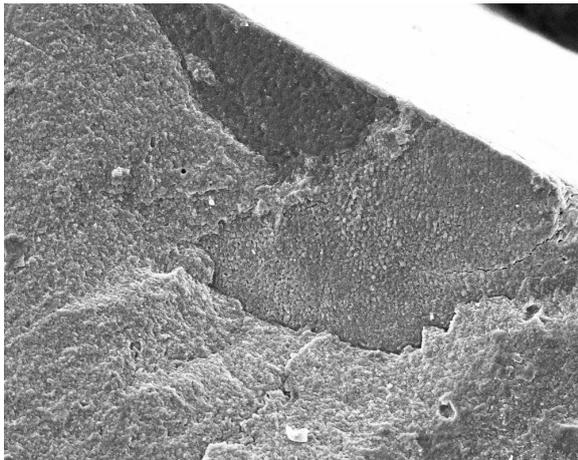


Abb. 67: Kleine Übersicht bei gemischte Fraktur mit Kompositanteilen peripher und zentraler Hybridschicht (250x)

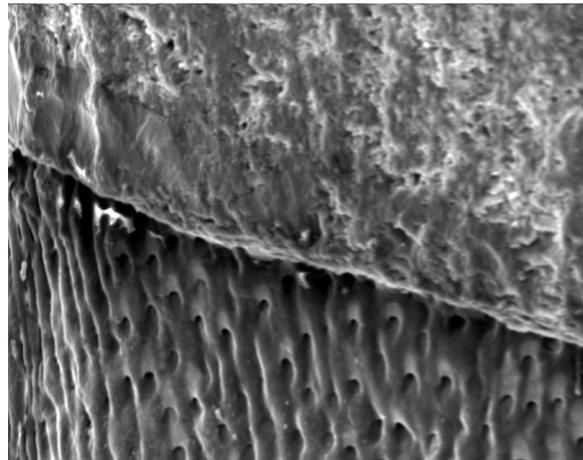


Abb. 68: seitliches Detail der Klebefuge eines noch nicht frakturierten Kunststoff- Dentin- Sticks (1000x)

5 DISKUSSION

5.1 Material und Methode

5.1.1 Auswahl, Lagerung und Vorbereitung der Zähne

Für die Untersuchung wurden menschliche Weisheitszähne verwendet, wobei die Kariesfreiheit ausschlaggebend war. Auf die Verwendung von vielfach benutzten Rinderzähnen wurde verzichtet, da die Untersuchungsergebnisse an Rinderdentin aufgrund der unterschiedlichen Dentintubulidichte in Vergleich zu menschlichem Dentin deutlich abweichen können. (Finger 1988, Retief et al. 1990, Rueggeberg 1991), und auch Stewart et al. (1990) bestätigten die Forderung der Verwendung humaner Zähne. Da die Zähne zum Zeitpunkt der Extraktion noch vollständig retiniert waren, konnte die Beeinflussung durch exogene Faktoren ausgeschlossen werden. Allerdings lassen sich bei solchen Zähnen noch große Kanallumina und ein gering ausgeprägtes peritubuläres Dentin nachweisen (Finger 1988). In der Konsequenz könnte durch eine erhöhte Dentinpermeabilität durchaus mit einer Verringerung der Haftwerte gerechnet werden, da eine altersgemäße Verengung der Tubuli durch Kalzifizierung (Stanley et al. 1983) somit nicht berücksichtigt wird.

Obwohl der Extraktionszeitpunkt und das Alter der Zähne bekannt waren, ist Dentin als vitales Gewebe auch nach der Extraktion diversen Veränderungen unterworfen (Schröder 1992), womit sich die Frage stellt, ob der Extraktionszeitpunkt bzw. die Lagerungszeit einen Einfluss auf die Dentinhaftung ausübt.

Diese Annahme wurde jedoch in verschiedenen Untersuchungen (Mitchem und Gronas 1986, Dieker 1990 und Goodis et al. 1993) nicht bestätigt, und ebenso konnte kein Unterschied zwischen „jungen“ (22,5 Jahren) und „alten“ (65,6 Jahren) Dentinproben, bezogen auf das Alter der Patienten, ermittelt werden (Mixson et al. 1993).

Als Aufbewahrungsmedium wurde physiologische Kochsalzlösung sowohl nach der Extraktion, der Kavitätenpräparation, der Füllungslegung als auch der Probenherstellung verwendet. Physiologische Lösungen beeinflussen die Eigenschaften von Zahnproben nicht (Haller et al. 1993) und sind deshalb zur kurzzeitigen Aufbewahrung geeignet (Jørgensen et al. 1985). Daher kann davon ausgegangen werden, dass keine Auswirkungen auf die Haftwerte durch das Lagerungsmedium bestehen, da dieses Vorgehen auch anderen Untersuchungen entspricht, bei denen für Haftversuche mit Dentinhaftvermittlern physiologische Kochsalzlösung für die Lagerung der frisch extrahierten Zähne verwandt wurde (Sorensen und Dixit 1991).

5.1.2 Kavitätenpräparation

Das Ziel bei der Kavitätenpräparation war, das klinische Vorgehen des Zahnarztes so praxisnah wie möglich zu simulieren und gleichzeitig standardisierte Kavitätenformen zu schaffen, die eine möglichst große Probenanzahl für den folgenden μ TBT ergaben, ohne den Zahn einfach zu dekapitieren. Deshalb wurde das Kopfräsverfahren für die Präparation von mod- Standardkavitäten mit definierter Kavitätentiefe gewählt (die nur in der Breite des jeweiligen Zahnes abhängig von seiner Größe variierten). Durch die bewegliche Konstruktion des Maschinenschraubstocks war eine Präparation in 3 Ebenen möglich. Es wurden dabei nur Diamanten mittlerer Körnung verwendet, was zu einer wesentlich rauheren Oberfläche als beim herkömmlichen Schleifen mit Siliziumkarbid- Schleifpapier führt. Dieses Schleifpapier wird bei den meisten Untersuchungen benutzt, um eine besonders feine Oberfläche zu erhalten. Dadurch unterscheidet sich dieses Verfahren nicht nur von der Praxis sondern modifiziert zusätzlich die Morphologie der Schmierschicht, indem sie diese verdichtet (Petschelt und Angel 1986, Pashley et al. 1988).

Die Präparation des Dentins ohne Wasserkühlung führt zu einer weniger glatten und einer stark verschmierten Oberfläche und kann in der Praxis bis zur Pulpaschädigung durch Überhitzung führen. Die mit 50 ml/min gewählte Wasserkühlung reduziert die Bildung der Schmierschicht (Gwinnett 1984) und orientiert sich am klinischen Vorgehen. Durch den einstellbaren Tiefenanschlag wurde eine Dentinkavität mittlerer Tiefe präpariert, die eine sichere Distanz zu den Pulpahörnern von $1,5 \pm 0,1$ mm gewährleistete.

Die Dentinkonditionierung mit Säuren oder durch selbstkonditionierende Primer führt bei einer vitalen Pulpa zu einer Erhöhung der Dentinpermeabilität (Pashley et al. 1981, Haller et al. 1992d, Prati 1991). Der Austritt von Dentinliquor wird durch den intrapulpalen Gewebsdruck verursacht, der ohne Lokalanästhesie 20- 30 mm Hg beträgt (Pashley et al. 1981, Terkla et al. 1987, Andreus et al. 1989).

Bei extrahierten Zähnen ist der intrapulpale Druck nicht mehr vorhanden, und die natürliche Tubulusflüssigkeit fehlt. Diese Tatsache veranlasste einige Untersucher die Pulpakammer mit physiologischer Kochsalzlösung, Wasser oder verdünntem Rinderserum zu füllen und einen künstlichen hydrostatischen Druck anzulegen (Nikaido et al. 1995, Pashley et al. 1995). Es ist jedoch unklar, ob durch dieses Verfahren wirklich genaue physiologische Bedingungen simuliert werden können, da der Pulpadruck in vivo allein schon einer großen Schwankungsbreite unterliegt, und er bei der Verwendung adrenalinhaltiger Lokalanästhetika um 60% herabgesetzt wird (Pitt-Ford et al. 1993). Weiterhin kann die Dentinpermeabilität in der Praxis durch Sklerosierung und Reizdentinbildung deutlich herabgesetzt sein (Pashley und Pashley 1991, Perdigao et al. 1994). Prati et al. (1995) untersuchten detailliert die Parameter physiologischer Pulpadruck, die Dentindicke und die Permeabilität bei vier Dentinhaftvermittlern. Dabei zeigten drei von vier neuen Adhäsivsystemen keine Korrelation zu unterschiedlichen Dentinbedingungen in vitro. Mitchem und Gronas (1993) und Tagami et al. (1990) beobachteten jedoch einen deutlichen Abfall der Haftwerte bei perfundiertem gegenüber trockenem Dentin. Wahrscheinlich spielt bei sehr tiefen Kavitäten, die Dentinpermeabilität eine größere Rolle als bei flachen oder mittleren Kavitäten wie auch Hiraishi et al. (2009) bei der Untersuchung der Haftkraft von Kompositzementen im μ TBT mit und ohne simulierten Pulpadruck feststellten. Durch die Wahl einer mittleren Kavitätentiefe und der standardmäßigen Präparation konnten also für diese Studie fast identische Verhältnisse geschaffen werden.

5.1.3 Verarbeitung der Dentinhaftvermittler und Komposite

Alle Dentinhaftvermittler wurden nach Herstellerangaben verwendet und lichtpolymerisiert. Die Total- Etch- Technik wurde nur bei ExciTE® angewendet, wobei das Dentin nach dem Schmelz für 15 Sek. mit Phosphorsäure geätzt wurde. AdheSE® und Clearfil® SE Bond wurden als 2- Schritt Self- Etch- Systeme und Xeno®III als 1- Schritt Self- Etch- Adhäsiv angewendet. Syntac® wurde im 4- Schritt- Selective- Etching mit separater Phosphorsäureätzung des Schmelzes verwendet.

Bezogen auf die Strategie des Dentinhaftverbundes stand ExciTE® als einphasiges Total-Etch- Adhäsiv damit vier selbstkonditionierenden Dentinadhäsiven gegenüber: Syntac® als 3-Schritt-, AdheSE® und Clearfil®SE Bond als 2- Schritt Systeme und Xeno®III als 1- Schritt-System. Syntac® ist auch in der Total- Etch- Technik anwendbar (4- Schritt- Total- Etching) wie schon von Gwinnett et al. 1992 gezeigt, wobei die Dentinhaftung und die Randdichtigkeit von Syntac® in Abhängigkeit der Verarbeitungstechnik untersucht wurde. Dabei wendete man Syntac® einerseits nach den Angaben des Herstellers wie in der vorliegenden Arbeit, andererseits mit der Total- Etch- Technik (10 Sekunden 37 %- ige Phosphorsäure vor Applikation des Primers) an. Es zeigte sich, dass die Haftfähigkeit von Syntac® durch die Ätzung nicht beeinträchtigt und die Randdichte sogar verbessert wird.

In der vorliegenden Arbeit wurden alle Haftvermittler für 10 Sekunden lichtpolymerisiert. Krejci et al. (1994) forderten dagegen für die Monomersysteme der Adhäsive eine Polymerisationszeit von über 60 Sekunden, da durch die Sauerstoffinhibition an der Oberfläche und durch die hydrophile Phase die Radikalbildung und Polymerisation stark eingeschränkt sind. Man kann deshalb davon ausgehen, dass die enthaltenen Monomere bis zum Aufbringen des Komposits nicht vollständig polymerisieren. Durch die geringe Schichtstärke des Komposits von 1- 1,5 mm geschieht die vollständige Aushärtung erst gemeinsam mit dem Komposit.

Dentinhaftvermittler, die nach Applikation nicht durch Verblasen ausgedünnt werden, zeigen signifikant höhere Haftwerte (Hilton und Schwartz 1995). Gegenstand dieser Arbeit ist jedoch die klinische Relevanz, was die Verarbeitung nach Herstellerangaben erforderte.

Bei allen 10 Versuchsgruppen wurden ausschließlich Füllungsmaterialien der Farbe A2 mit standardisierter Opazität benutzt, bis auf das Material QuiXfil®, das generell nur in einer Standardfarbe erhältlich ist und in Kombination mit Xeno®III desselben Herstellers verwendet wurde. Damit wurde versucht bei der Schichtung der Füllungen den Einfluss von verschiedenen Kompositfarben auf die Polymerisation und damit auf die Haftkraft (Erickson und Glasspoole 1994) für alle Gruppen gleich zu halten. Die Polymerisationszeit wurde auf 40 Sek. pro Schicht festgelegt, da eine Variation durchaus einen signifikanten Einfluss auf die Dentinhaftung haben kann. Erickson und Glasspoole (1994) stellten fest, dass die Erhöhung der Zeit für die Lichthärtung von 20 auf 120 Sekunden bei einer Materialstärke von 1,5 mm eine Verdopplung der erzielten Haftkraft bewirkt. Die Schichtdicke wurde im Versuch auf maximal 1,5 mm begrenzt, woraus zwischen 3 bis 4 separat eingebrachte Kunststoffinkremente bei einer Kavitätentiefe von 3,5 mm resultierten.

Wie von Lutz et al. (1992 b) gefordert, wurde für den gesamten Versuch die Lichtleistung der Polymerisationslampe auf ihre Konstanz überprüft.

Die Schichttechnik ist nach wie vor die effizienteste Methode, um die bei der Polymerisation entstehende Volumenschrumpfung zu kompensieren, und den aus der Schrumpfung entstehenden Schrumpfstress zu reduzieren. Je mehr das Gesamtvolumen einer Füllung in einzeln polymerisierte Schichten fragmentiert wird, desto besser wird der Verbund zu den Kavitätenwänden sein (Nikolaenko et al. 2004, Félix et al. 2007). Bei allen Füllungen dieser Untersuchung wurde die horizontale Mehrschichttechnik angewandt. Bei dieser Technik wird die Kavität in mehreren Schichten von unten nach oben gefüllt, wobei jede Schicht am approximalen Füllungsrand beteiligt war. Bedingt durch die Kavitätenform ohne approximale Kästen besaß jede Materialschicht nahezu dieselbe Stärke und konnte gut eingebracht werden.

In den Versuchsgruppen mit Flowable- Komposit wurde dieses in einer ersten Schicht so appliziert, dass sich eine dünne Auskleidung der Kavität von ca. 0,5mm ergab und dann für 20s lichtgehärtet. Verschiedene Studien zeigten, dass eine erste, dünne Schicht eines fließfähigen Komposits einen vorteilhaften Einfluss auf die Randqualität von Kompositrestaurationen hat (Unlu et al. 2003, Yazici et al. 2003, Cunha et al. 2006, Wattanawongpitak 2006) jedoch ist der Effekt in der Literatur nicht ganz unumstritten (Lindberg et al. 2005) und eine maximale Schichtstärke von 0,5 mm sollte nicht überschritten werden. Nikolaenko et al. (2004) fanden im μ TBT für Opti- Bond FL keine Erhöhung der Haftkraft mit Flow- Komposit. Für die anderen untersuchten Adhäsive Single Bond und One Up Bond F wurde die Haftung mit einem „Lining“ durch Flow- Komposit nur bei der Anwendung vertikaler oder schräger Schichten verstärkt, bei horizontaler Schichttechnik war ansonsten kein Effekt nachweisbar.

Das plastische Komposit wurde in der vorliegenden Arbeit in 1- 1,5 mm Schichten mit einem Modellierinstrument (Fa. Hu- Friedy) in der Kavität adaptiert und anschließend für 40 s pro Schicht aushärtet. Für einige Autoren hat die Füllungstechnik keinen signifikanten Einfluss auf die Randqualität (St Georges et al. 2002, Loguercio et al. 2004), für die meisten Autoren hat sie diesen jedoch sehr wohl (De Wet et al. 1991, Tjan et al. 1992, Yamazaki et al. 2006, Idriss et al. 2007). Deshalb wird der Aufbau einer Füllung in mehreren Schichten von vielen Autoren empfohlen (Lutz et al. 1984, Mc Cullock und Smith 1986, Segura und Donly 1993, Suliman et al. 1993, Figueiredo Reis et al. 2003, Yamazaki et al. 2006).

Zahlreiche Techniken, die einen mehr oder minder verringerten C- Faktor ausnutzen, wurden seit Anfang der 1980er Jahre bis heute beschrieben und immer wieder diskutiert (Lutz et al. 1984, Weaver et al. 1988, Lutz et al. 1992a, Tjan et al. 1992, Bichacho 1994, Liebenberg 1996, Klaff 2001, Deliperi und Bardwell 2002). Auch im direkten Bezug auf die Mikrohaftkraft fanden Niu et al. (2009) signifikante Unterschiede bezogen auf die vier unterschiedlichen Schichttechniken, die sie in ihrer Studie mit dem Bondingsystem Single Bond verwendeten. Auch Nikolaenko et al. (2004) ermittelten den Haupteinfluss auf die Haftwerte im μ TBT innerhalb der 3 untersuchten Dentinhaftmittel in der gewählten Schichttechnik. Während die horizontale Schichttechnik die signifikant höchsten Haftwerte ergab, führte dagegen die Gesamtfüllung der Kavität in einer Schicht zu niedrigen Haftwerten besonders bei Single Bond und One Up Bond F, was im resultierenden hohen C- Faktor und dem starken Schrumpfstress, dem die Gesamtmasse des Komposits auf einmal ausgesetzt ist, begründet liegt. Da es sich in der vorliegenden Untersuchung um eine plane Klasse II- Kavität handelt und ein praxisnahes Vorgehen simuliert wurde, kam deshalb auch die horizontale Schichttechnik zum Einsatz.

Je größer der C-Faktor einer Kavität d.h. je größer das Verhältnis der geklebten Fläche zur freien Fläche ist, umso mehr Wände konkurrieren um die Haftung, und umso mehr Schrumpfstress entsteht (Wattanawongpitak 2006, Moreira Da Silva et al. 2007). Der C- Faktor einer durchschnittlichen Klasse I liegt etwa bei 4, bei einer Klasse IV hingegen liegt er i.d.R. unter 1 (De La Macorra und Gomez- Fernandez 1996). Auch nach Abschluss der Polymerisation kommt es immer zu einer Nachschrumpfung des Komposits, und erst nach etwa fünf Minuten sind 90% der totalen Schrumpfung erreicht (Sakaguchi et al. 1992). Deshalb kommt es letztlich immer zu einer gewissen Schrumpfung der ganzen Füllung „en bloc“, wobei der C- Faktor der ganzen Kavität wieder relevant wird. Im vorliegenden Fall betrug der C- Faktor der präparierten Klasse II- Kavität etwa 2. Möglicherweise wirkte er sich, wenn man die gesamte Ausdehnung der Kavität betrachtet, bei Anteilen der Füllung aus, die den begrenzenden Wänden am nächsten lagen. Somit stellt die gewählte Kavitätenform im Vergleich zu Untersuchungen, bei denen die Zähne dekapitiert werden und damit der C- Faktor automatisch erniedrigt wird, die praxisrelevantere Wahl in der Methode dar.

5.1.4 Herstellung der Dentinproben

Obwohl in den meisten Studien wenig über die die Techniksensivität bei der Probenherstellung für den μ TBT berichtet wird, zeigten Lin et al. (2004) wie wichtig eine adäquate Wasserkühlung beim Sägen als auch ein späteres Vermeiden der Austrocknung der Dentinproben sind. Bouillaguet et al. (2001) Inoue et al. (2001), Cardoso et al. (2002) und Yoshiyama et al. (1996 a und b) wiesen bereits darauf hin, dass allein durch die übertragene Vibration beim Sägen die Proben schon vor dem eigentlichen μ TBT frakturieren können. Diese Erkenntnisse stimmen genau mit den Erfahrungen dieser Untersuchung überein, wobei in den Vorversuchen einige Proben bereits beim Einspannen in die Säge und auch später beim Sägen durch die übertragene Vibration frakturierten. Deshalb wurde dieser Arbeitsschritt intensiv geübt und die entsprechenden Einstellungen an der Säge genau festgelegt, um Frakturen zu vermeiden.

Die zwei am meisten verwendeten Probenformen für den μ TBT sind die Sanduhr -und Stäbchenform. In der vorliegenden Arbeit wurde die Stäbchenform gewählt, da diese gleich beim Sägen entsteht und nicht nochmals bearbeitet werden muss. Cardoso et al. (2002) zeigten im REM Aufnahmen von Rissen bei der Sanduhrform, die durch die freihändige Präparation entstanden waren. Auch Pashley et al. (1995), Della Bona et al. (2000) und Bouillaguet et al. (2001) wiesen darauf hin, dass die Nichtbearbeitung der einmal gesägten Stäbchen gegenüber der Sanduhrform Vorteile hat, da durch die nachträgliche Präparation mit einem Bohrer vermehrt Frakturen auftreten können.

5.1.5 Durchführung des Mikrohaftkraft- Tests

Wichtige Parameter, die die praktische Durchführung des μ TBT wesentlich bestimmen, sind:

- das senkrechte Ausrichten und Aufkleben der Proben auf den entsprechenden Messaufsatz der Universalprüfmaschine (Bencor Multi- T)
- die Auswahl des Kraftaufnehmers mit einem geeigneten Mess- und Genauigkeitsbereich
- die korrekte Einstellung der Querschnittsgeschwindigkeit für die benutzte Universalprüfmaschine
- die korrekte Erfassung und Aufzeichnung der Haftwerte mit einem Softwareprogramm

Werden die stäbchenförmigen Proben nicht korrekt auf den Metallplättchen des Bencor Multi- T aufgeklebt, so erhält man die von Van Noort (1999) bereits beschriebene Problematik der nicht senkrecht wirkenden Kraft auf die Proben auch beim μ TBT. Im vorliegenden Fall kam dafür die am Bencor Multi- T befestigte Ausrichtungshilfe für das parallele Aufkleben der Proben auf die Metallplättchen zusätzlich zum Einsatz.

Der für die Universalprüfmaschine verwendete Kraftaufnehmer vom Typ: KAF- Z BJ. 1999; Kl.:005; 2.0mV/V= 5KN (Fa. Zwick Roell, Ulm, D) garantierte eine Genauigkeit der gemessenen Kraftwerte von $\pm 0,01$ N im Bereich über 10 N. Alle ermittelten Haftwerte lagen oberhalb dieser unteren Messgrenze und konnten somit in die Auswertung einfließen.

Als Software kam das Programm testXpert V.8.11 (Fa. Zwick Roell, Ulm, D) zum Einsatz, womit sowohl die Versuche gesteuert als auch die Werte automatisch aufgezeichnet und gespeichert wurden. Da die Einstellungen für alle 600 Proben vor Beginn des μ TBT festgelegt und abgespeichert waren, lagen immer genau identische Versuchseinstellungen vor.

Während des axialen Zugversuches soll die Querhauptgeschwindigkeit nach Yoshida et al. (1996) 1 mm/min nicht überschreiten. Auch für den μ TBT, bei dem die Kraft von der Universalprüfmaschine über den Bencor Multi- T Aufsatz senkrecht auf die Proben übertragen wird, gilt diese Vorgabe. Höhere Geschwindigkeiten können zu Überlastungserscheinungen bei den Adhäsiven und somit zu schlechteren Haftwerten führen. Tay et al. (2000), Frankenberger et al. (2002), Nikolaenko et al. (2004) und Yesilyurt und Bulucu (2006) benutzten diese Einstellung, wie viele andere Arbeitsgruppen auch. Durch die Einhaltung dieser Geschwindigkeitsvorgabe konnten auch in der vorliegenden Arbeit unkontrollierte Frakturen des Kunststoff- Dentin- Verbundes vermieden werden.

5.2 Diskussion der Ergebnisse

5.2.1 Quantitative Ergebnisse

Vergleichbare Studien die sowohl den μ TBT und gleiche bzw. ähnliche Probenformen benutzen, variieren je nach Methodik bei den Haftwerten für Dentin im Bereich von 20- 60 MPa, d.h. für diese Arbeit liegen die Haftwerte etwa im mittleren Bereich. Tay et al. (2000) ermittelten für Clearfill®SE Bond Haftwerte von 50 MPa ohne und mit Schmierschicht auf planem Dentin. Perdigao und Frankenberger (2001) konnten in ihrer Untersuchung mit angefeuchtetem Dentin eine Haftkraft für ExciTE® von über 26 MPa erzielen, die jedoch bei Austrocknung für 15 Sekunden auf 8,3 MPa abfiel.

Die Untersuchung von Van Meerbeek et al. (2001), bei der das Dentin nicht perfundiert und nicht angefeuchtet wurde, erbrachte eine Haftkraft von $40,1 \pm 13,2$ MPa. In der Studie von Cardoso et al. (2002) erreichte Excite® am Schmelz Haftwerte von $45,8 \pm 4,7$ MPa und von $42,9 \pm 7,1$ MPa am Dentin, Clearfil®SE Bond erreichte $44,5 \pm 7,7$ MPa am Dentin und $38,9 \pm 4,8$ MPa am Schmelz. Armstrong et al. (2003) ermittelten für Clearfil®SE Bond nach einem Monat eine Haftkraft von 47,49 MPa, die nach 15 Monaten Wasserlagerung auf 21,60 MPa abfiel. Goracci et al. (2004) verglichen u.a. die Haftkräfte von Excite®, AdheSE® und Xeno®CF II am Schmelz und Dentin, wobei Excite® die höchsten Haftwerte am Dentin ($45,80 \pm 5,79$ MPa) gegenüber AdheSE® ($27,22 \pm 2,74$ MPa) und Xeno® CF II ($27,22 \pm 2,74$ MPa) aufwies. Abdelaziz und Ayad (2009) fanden schließlich für Excite® Haftwerte von 20,9 MPa auf flachem präpariertem Dentin. Die Unterschiede der ermittelten Haftwerte aller fünf untersuchten Dentinhaftvermittler gegenüber anderen Studien könnten darauf zurückzuführen sein, dass die Kavitätenoberfläche nicht speziell geglättet, sondern wie in der Praxis üblich mit Diamanten bearbeitet wurde, und der C- Faktor der präparierten Standardkavität gegenüber dem Gros der Studien, die mit planen Dentinoberflächen arbeiten, einen Einfluss auf die Haftwerte ausübt.

5.2.2 Qualitative Ergebnisse

Die REM-Untersuchung der Bruchproben konnte für alle Gruppen einen direkten Zusammenhang zwischen der Art der Fraktur und den erzielten Haftwerten im μ TBT erbringen. Eine weitere Charakteristik die mit dem μ TBT zusammenhängt und ebenfalls auf alle Gruppen zutrifft, ist die schon von Pashley et al. (1999) beschriebene Reduzierung der rein kohäsiven Brüche, die bei konventionellen Scher- und Zugversuchen sehr viel häufiger auftreten. Bei allen Gruppen kam es in dieser Untersuchung nur zu adhäsiven und gemischten Brüchen, was mit der Kavitätentiefe und der davon abhängigen (natürlichen) Dentinhaftfestigkeit zusammenhängt, wie Giannini et al. (2004) herausfanden. In oberflächlichem Dentin beträgt sie 61.6 MPa, in mittlerem Dentin 48.7 MPa und in tiefem Dentin zwischen 30- 42 MPa. Bei geradliniger Probenausrichtung und guter Kraftübertragung, die ja charakteristische Vorteile für den μ TBT sind (Pashley et al. 1999, Cardoso et al. 2002, Goracci et al. 2004) muss diese „Eigenfestigkeit“ erst überwunden werden, um rein kohäsive Brüche entstehen zu lassen, was hier nicht der Fall war und somit auch mit den erzielten Haftwerten korreliert.

Allerdings waren die Haftwerte bei den mittleren Dentinkavitäten so groß, dass meistens gemischte adhäsive und kohäsive Brüche auftraten und der adhäsive Haftverbund lokal begrenzt oft die Eigenfestigkeit des Dentins übertraf.

6 SCHLUSSFOLGERUNG

In der vorliegenden Untersuchung zeigten alle fünf untersuchten Haftvermittler akzeptable Haftwerte im μ TBT unabhängig von ihrer verwendeten Materialkombination. Die kombinierte Verarbeitung mit Flow- Materialien führte nur bei Xeno®III zu einer statistisch signifikanten Erhöhung und nur bei ExciTE® zu einer statistisch signifikanten Erniedrigung der Haftwerte. Somit kann die Funktion der fließfähigen Kompositmaterialien als „Stressbrecher“ und Kompensationsfaktor für die Polymerisationsschrumpfung nur in Verbindung mit bestimmten Dentinhaftvermittlern angenommen und nicht direkt mit den erzielten Haftwerten im μ TBT korreliert werden.

Direkte Übereinstimmungen gab es dagegen bei der Zuordnung der Frakturart und den erzielten Haftwerten im μ TBT, wobei das Auftreten von adhäsiven und gemischten Brüchen und das vollständige Fehlen rein kohäsiver Brüchen mit der mittleren Kavitätestiefe und der dort vorliegenden Eigenfestigkeit des Dentins zusammenpasst.

In dieser in vitro Untersuchung gab es durch das praxisnahe Vorgehen in der Probenvorbereitung natürlich viele Variable in der Versuchsdurchführung. Durch gleiche Vorbereitung der Zähne, standardisierte Kavitätenpräparation, identisches Vorgehen bei der Füllungslegung, der Lichtpolymerisation, der Probenherstellung und der Durchführung des μ TBT wurde versucht, diese so weit wie möglich zu minimieren.

7 ZUSAMMENFASSUNG

Trotz der fortschreitender Entwicklung moderner Dentinhaftvermittler mit hohen Haftfestigkeiten lässt sich die Bildung von Randspalten an der Komposit- Dentin- Grenzfläche als Folge der Polymerisationsschrumpfung des Kompositmaterials nicht vollständig verhindern. Da klinische Langzeitstudien teuer und zeitaufwändig sind, werden meist durch in vitro Scher- oder Zugversuche die Haftkräfte von Dentinhaftvermittlern bestimmt, wobei die Testmethoden oft nicht standardisiert und damit schwer miteinander vergleichbar sind.

Als Alternative zu diesen konventionellen Versuchsmethoden zur Ermittlung von in vitro Haftkräften bietet sich der Mikrohaftkraft- Test an, der zwar arbeitsintensiver in der Vorbereitung aber so vielseitig anwendbar ist, dass er damit die Möglichkeiten der konventionellen Scher- und Zugversuche weit übertrifft. Er kann damit für die Untersuchung des Haftverbundes von beliebigen Kompositrestaurationen sowohl unter variablen Bedingungen als auch in unterschiedlichen Lokalisationen angewendet werden. Der Aufwand der Probenherstellung relativiert sich zur Menge der gewonnenen Haftwerte durch die große Probenanzahl, die aus einem Zahn gewonnen werden kann.

Vor diesem Hintergrund wurden in der vorliegenden Arbeit die Haftfestigkeiten von fünf Dentinhaftvermittlern in Kombination mit und ohne Flowable- Komposit mit dem Mikrohaftkraft- Test bestimmt. In 30 kariesfreien, menschlichen Weisheitszähnen wurden mit Hilfe einer modifizierten Kopfräsvorrichtung standardisierte mod- Kavitäten präpariert und diese mit der horizontalen Schichttechnik in Kombination mit und ohne Flow- Komposit gefüllt. Aus den fünf Dentinhaftvermittlern und den beiden gewählten Füllungskombinationen ergaben sich insgesamt 10 Versuchsgruppen aus denen 600 Einzelproben hergestellt wurden. Diese bestanden aus Kunststoff- Dentin- Stäbchen von 1mm Durchmesser, deren Haftkräfte im μ TBT in einer Universalprüfmaschine mit Bencor Multi- T Aufsatz bestimmt und aufgezeichnet wurden.

In der qualitativen Untersuchung am Rasterelektronenmikroskop erfolgte die Beurteilung der Versuchsproben in Bezug auf das Penetrationsvermögen des Haftvermittlers und die im μ TBT entstandenen möglichen Frakturmodi der getesteten Proben.

Alle fünf untersuchten Haftvermittler zeigten akzeptable Haftwerte im μ TBT. Die kombinierte Verarbeitung mit Flow- Materialien führte bei den Versuchsgruppen von AdheSE®, Clearfil® SE Bond and Xeno®III zu einer Erhöhung der erzielten Haftkräfte, allerdings war diese nur bei Xeno®III statistisch signifikant. In den Versuchsgruppen mit ExciTE® und Syntac® stellte sich die Situation mit einer Herabsetzung der Haftwerte entgegengesetzt dar, die wiederum nur bei ExciTE® statistisch signifikant war.

Somit kann die Funktion der fließfähigen Kompositmaterialien als „Stressbrecher“ und Kompensationsfaktor für die Polymerisationsschrumpfung nur in Verbindung mit bestimmten Dentinhaftvermittlern angenommen werden und nicht genau mit den erzielten Haftwerten im μ TBT korreliert werden.

Der μ TBT erlaubt eine erste Beurteilung von Adhäsivsystemen vor ihrem praktischen Einsatz. In Verbindung mit thermischer Wechselbelastung und / oder simulierter Kaubelastung ergeben sich noch zahlreiche weitere Untersuchungsmöglichkeiten hinsichtlich der

Dauerhaftigkeit und der langfristigen Veränderung des Kunststoff- Dentin- Haftverbundes. Ebenso wie bei Scher- und Zugversuchen wäre eine Standardisierung des μ TBT sinnvoll, um die zahlreichen Variablen noch weiter einzugrenzen und eine bessere Vergleichbarkeit der gewonnenen Ergebnisse weltweit zu ermöglichen.

8 LITERATUR

Abdelaziz K.M., Ayad N. M.: Micro-tensile bond strength of one- step adhesives to dentin.

The Internet Journal of Dental Science 2009: 6: 2: ISS: 1937-8238

Alomari Q., Ajlouni R., Omar R.: Managing the polymerization shrinkage of resin composite restorations: a review. SADJ 2007:62, 12, 14, 16 passim.

Andreas S.B., Bayne S.C., Heymann H.O., Kannoy B.E.: Intrapulpal composition and fluid flow effects on dentin bond strength. J Dent Res 1989: 67: Abstract 1114

Armstrong S.R., Boyde D.B., Keller J.C.: Microtensile bond strength testing and failure analysis of two dentin adhesives. Dent Mater 1998: 14: 44-50

Armstrong S.R., Keller J.C., Boyer D.B.: The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway.

Dent Mater 2001: 17: 268-276

Armstrong S.R., Vargas M.A., Fang Q., Laffoon J.E.: Microtensile bond strength of a total etch 3- step, total etch 2- step and a self etch1- step dentin bonding system through 15- month water storage. J Adhesive Dent 2003: 5: 47-56

Bergenholtz G., Reit C.: Reaction of dental pulp to microbial provocation of calcium hydroxide treated dentin. Scand J Dent Res 1980: 88: 187-192

Bichacho N.: The centripetal build-up for composite resin posterior restorations.

Pract Periodontics Aesthet Dent 1994: 6: 17-23, quiz 24

Blunck U., Haller B.: Klassifikation von Bondingsystemen. Quintessenz 1999: 50: 1021-1033

Blunck U., Pohl M., Dieker A.: Extraktionszeitpunkt und Kavitätenlage bei der In vitro- Prüfung von Dentinhaftvermittlern. Dtsch Zahnärztl Z 1990: 45: 639-642

Borkowski K., Kotousov A., Kahler B.: Effect of material properties of composite restoration on the strength of the restoration-dentine interface due to polymerization shrinkage, thermal and occlusal loading. Med Eng Phys 2007: 29: 671-676

Bouillaguet S., Ciucchi B., Jacoby T., Wataha J.C., Pashley D.: Bonding characteristics to dentin walls of Class II cavities, in vitro. Dent Mater 2001:17: 316-321

Bowen R.L.: Adhesive bonding of various materials to hard tissues. III. Bonding to dentin improved by pre- treatment and the use of surface- active co monomer.
J Dent Res 1965: 44: 903-905

Bowen R. L., Cobb E. N., Rapson J. E.: Adhesive bonding of various materials to hard tissues: improvement of bond strength to dentin. J Dent Res 1982a: 61: 1070-1076

Bowen R. L., Rapson J. E., Dickson G.: Development of an adhesive bonding system.
Oper Dent 1982 b: 17: 75- 80

Boyde A.: Finishing techniques for the exit margin of the approximal portion of Class II cavities. British Dental Journal 1973: 134: 319-328

Browning W. D., Dennison J. B.: A survey of failure modes in composite resin restorations.
Oper Dent 1996: 21: 160- 166

Brännström M.: Smear layer: pathological treatment considerations.
Oper Dent 1984: 3: 35-42

Brännström M., Johnson G.: Effect of various conditioners and cleaning agents on prepared dentin surfaces: A scanning electron microscopic investigation.
J Prosthet Dent 1974: 31: 422-430

Bryant R.W., Mahler D.B.: Volumetric contraction in some tooth-coloured restorative materials. Aust Dent J 2007:52: 112-117.

Bullard R. H., Leinfelder K. F., Russel C. M.: Effect of coefficient of thermal expansion on microleakage. J Am Dent Assoc 1988: 116: 871- 874

Buonocore M. G.: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res 1955: 34: 848-853

Burrow M.F., Tagami J., Negishi T., Kikaido T., Hosoda H.: Early tensile bond strengths of several enamel and dentin bonding systems. J Dent Res 1994; 73: 522-528.

Cardoso P.E.C., Braga R.R., Carrilho M.R.O.: Evaluation of microtensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems.
Dent Mater 1998: 14: 394- 398

Cardoso P.E.C., Sadek F.T., Goracci C., Ferrari M.: Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements.
J Adhesive Dent 2002: 2: 291-297

Carvalho R.M., Chersoni S., Frankenberger R., Pashley D.H., Prati C., Tay F.R.:
A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self- etches adhesives. Biomaterials 2005: 26: 1035-1042

Causton B.E.: Improved bonding of composite restorative to dentin.
Br Dent J 1984: 136: 93-95

Chappell R.P., Eick J.D., Theisen F.C., Carracho A.J.L.: Shear bond strength of current dentinal adhesives. Quintessence Int. 1991: 22: 831-839

Chersoni S., Suppa P. Grandini S. et al.: In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. J Dent Res 2004: 83: 459-464

Chung K.H., Greener E.H.: Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. J Oral Rehabil 1990: 17: 487-494

Condon J.R., Ferracane J.L.: In vitro wear of composite with varied cure, filler level and filler treatment. J Dent Res 1997: 76: 1405-1411

Condon J.R., Ferracane, J.L.: Assessing the effect of composite formulation on polymerization stress. J Am Dent Assoc 2000: 131: 497-503.

Cunha L.G., Alonso R.C., Sobrinho L.C., Sinhoreti M.A.: Effect of resin liners and photoactivation methods on the shrinkage stress of a resin composite.
J Esthet Restor Dent 2006: 18(1): 29-36; discussion 36-37

Davidson C.L., de Gee A.J.: Light- curing units, polymerization and clinical implications.
J Adhesive Dent 2000: 2: 193-199

Davidson C.L., de Gee A.J., Feilzer A.J.: The competition between the composite- dentin bond strength and the polymerization contraction stress. J Dent Res 1984: 63: 1396-1399

Davidson C.L., Feilzer A.: Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. J Dent 1997: 25: 435-440

De Hoff P.H., Anusavice K.J., Wang Z.: Three dimensional finite analysis of the shear bond test. Dent mater 1995:11: 126-131

De Munck J., Van Meerbeek B., Inoue S., Vargas M., Yoshida Y., Armstrong S., Lambrechts P., Vanherle G.: Micro-tensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. American Journal of Dentistry 2003 a: 16: 414-420

De Munck J., Van Meerbeek B., Lambrechts P., Vanherle G.: Four-year Water Degradation of Total-Etch Adhesives Bonded to Dentin. Journal of dental research 2003 b: 82: 136-140

Della Bona A., Anusavice K.J., Shen C.: Microtensile strength of composite bonded to hot-pressed ceramics. J Adhes Dent 2000: 2: 305-313

De La Macorra J.C., Gómez Fernández S.: Quantification of the configuration factor in class I and II cavities and simulated cervical erosions.
Eur J Prosthodont Rest Dent 1996: 4(1): 29-33

Deliperi S., Bardwell, D.N.: An alternative method to reduce polymerization shrinkage in direct posterior composite restorations. *J Am Dent Assoc* 2002; 133: 1387-1398

De Wet F.A., Exner H.V., du Preez I.C., van Niekerk, J.P.: The effect of placement technique on marginal adaptation of posterior resins. *J Dent Assoc S Afr* 1991; 46: 171-174

Dippel H.W., Borggreven J.M., Hoppenbrouwers P.M.: Morphology and permeability of dentinal smear layer. *J Prosthet Dent* 1984; 52: 657-662

Dieker A.: Der Einfluss des Extraktionszeitpunktes auf die marginale Adaptation von Kompositfüllungen bei der Verwendung verschiedener Dentinhaftmittel in vitro. Zahnmed Diss, Berlin 1990

Duncanson M.G., Miranda F.J., Probst R.T.: Resin dentin bonding agents- rational results. *Quintessence Int* 1986; 17: 276-279

Eick J.D., Robinson S.J., Chappell R., Cobb C.M., Spencer P.: The dentinal surface: Its influence on dentinal adhesion. Part III. *Quintessence Int* 1993; 24: 571- 582

Eliades G., Caputo A.A., Vougiouklakis G.: Composition, wetting properties and bond strength with dentin of 6 new dentin adhesives. *Dent Mater* 1985; 1: 170-176

Eliades G., Palghias G., Vougiouklakis G.: Surface reaction of adhesives on dentin. *Dent Mater* 1990; 6: 208-216

Erickson R.L.: Mechanism and clinical implications of bond formation for two dentin bonding systems. *Am J Dent* 1989; 2: 117- 123

Erickson R.L.: Surface interactions of dentin adhesive materials. *Oper Dent* 1992; 5: 81-94

Erickson R.L., Glasspoole E.A.: Bonding to tooth structure. A comparison of glass- ionomer and composite- resin systems. *J Esthet Dent* 1994; 6: 227-244

Ernst C., Buhtz C., Rissing C., Willershausen B.: Clinical performance of resin composite restorations after 2 years. *Compend Contin Educ Dent.* 23 (8), 2002 :711-714, 716-717, 720, 726

Federation Dentaire Internationale: FDI technical report No.35 Dentin bonding. *Int Dent J* 1990; 1: 127-128

Feilzer A.J., Gee A.J. de, Davidson C.L.: Curing contraction of composites and glass- ionomer cements. *J Prosth Dent* 1988; 59: 297

Feilzer A.J., Gee A.J. de, Davidson C.L.: Setting stresses in composites fort two different curing modes. *Dent Mater* 1993; 9: 2- 5

Félix S.A., González- López S., Mauricio P.D., Aguilar- Mendoza J.A., Bolanos- Carmona M.V.: Effects of filling techniques on the regional bond strength to lateral walls in Class I cavities. *Oper Dent* 2007; 32(6): 602- 609

Figueiredo Reis A., Giannini M., Ambrosano G.M.B., Chan D.C.N.: The effects of filling techniques and a low-viscosity composite liner on bond strength to class II cavities. J Dent 2003; 31: 59 -66

Finger W.J.: Dentin bonding agents. Relevance of in vitro investigations. Am J Dent 1988; 9: 184-188

Floyd C.J.E., Dickens, S.H.: Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. Dent Mater 2006; 22: 1143-1149

Frankenberger R., Kramer N., Petschelt A.: Fatigue behaviour of different dentin adhesives. Clin Oral Investig 1999; 3: 11-17

Frankenberger R., Kramer N., Petschelt A.: Long- term effect of dentin primers on enamel bond strength and marginal adaptation. Oper Dent 2000; 25: 11-19

Frankenberger R., Kramer N., Petschelt A.: Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. Oper Dent 2000; 25: 324-330

Frankenberger R., Pashley D.H., Reich S.M., Lohbauer U., Petschelt A., Tay F.R.: Characterisation of resin- dentin interfaces by compressive cycling loading. Biomaterials 2005; 26: 2043- 2052

Frankenberger R., Perdigao J., Rosa B.T., Lopes M.: “No bottle” vs. “multi bottle” dentin adhesives- a microtensile bond strength and morphological study. Dent Mater 2001; 17: 373- 380

Frankenberger R., Sindel J., Kramer N., Petschelt A.: Dentin bond strength and marginal adaptation: direct composite resins vs ceramic inlays. Oper Dent 1999; 24: 147-155

Frankenberger R., Strobel W.O., Kramer N. et al.: Evaluation of the fatigue behaviour of the resin- dentin bond with the use of different methods. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2003; 67: 712-721

Frankenberger R., Strobel W. O., Lohbauer U., Kramer N., Petschelt A.: The effect of six years of water storage on resin composite bonding to human dentin. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2004; 69: 25-32

Frankenberger R., Tay F.R.: Self etch vs. etch- and- rinse adhesives: effect of thermo-mechanical- fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. Dent Mater 2005; 21: 397- 412

Fusayama T., Nakamura M., Kurosaki N., Iwaku M.: Non- pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. J Dent Res 1979; 58: 1364-1370

Garberoglio R., Brännström M.: Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch Oral Biol* 1976: 21: 355-362

Gee A. J., Feilzer A. J., Davidson C. L.: True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer. *Dent Mater* 1993: 9: 11-14

Giannini M., Carvalho R.M., Martins L.R.M., Dias C.T.S., Pashley D.H.: The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. *J Adhesive Dent* 2001: 3: 315-324

Giannini, M., de Soares C. J., Carvalho R.M.: Ultimate tensile strength of tooth structures. *Dent Mater* 2004: 20(4): 322-329

Goodis H.E., Marshall G.W., White J.M., Gee L. Hornberger B., Marshall S.J.: Storage effects on dentin permeability and shear bond strength. *Dent mater* 1993: 9: 79-84

Goracci C., Bertelli E., Ferrari M.: Bonding to worn or fractured incisal edges: shear bond strength of new adhesive systems. *Quintessence International* 2004: 35: 1-7

Goracci C., Sadek F.T., Monticelli F., Cardoso P.E.C., Ferrari M.: Influence of substrate, shape, and thickness on microtensile specimens' structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mat* 2004: 20(7): 643-654

Goracci C., Sadek F.T., Monticelli F., Cardoso P.E.C., Ferrari M.: Microtensile bond strength of self etching adhesives to enamel and dentin. *J Adhes Dent* 2004: 6: 313-318

Gwinnett A.J.: Smear layer: morphological considerations. *Oper Dent* 1984: 9: Supplement 3: 3-12

Gwinnett A.J.: Quantitative contribution of resin infiltration/hybridization to dentin bonding. *Am J Dent* 1993: 6: 7-9

Gwinnett A.J., Tay F.R., Pang K.M.: Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. *J Dent Res* 1995: 74: abstract 20

Hagger O.: Swiss Patent No. 278946. Granted 15. November (1951)

Haller B.: Aktueller Stand der Komposit- Dentinhaftung. *Zahnärztl Mitt* 1992a: 18: 86- 97

Haller B.: Mechanismus und Wirksamkeit von Dentinhaftvermittlern
Dtsch Zahnärztl Z 1994: 49: 750-759

Haller B.: Untersuchungen zum Mechanismus und zur Wirksamkeit von Komposit- Dentinhaftmitteln. *Zahnmed Habil, Würzburg* 1992b

Haller B., Hofmann N., Klaiber B., Pfannkuch A.: Einfluss künstlicher Alterung auf die Dauerhaftigkeit des Komposit- Dentinverbundes bei unterschiedlicher Vorbehandlung des Dentins. *Poster demonstration der DGZ e.V., Stade* 1992c

Haller B., Hofmann N., Klaiber B., Pfannkuch A.: Effect of storage media on microleakage of five dentin bonding agents. *Dent Mater* 1993; 9: 191-197

Haller B., Klaiber B., Dürner U., Hofmann N.: Dentinpermeabilität nach Behandlung mit Cleansern und Primern. *Dtsch Zahnärztl Z* 1992d; 47: 171-175

Hellwig E., Klimek J., Attin T.: Einführung in die Zahnerhaltung. 2.Aufl. Urban Schwarzenberg Verlag München, 1999

Hilton T.J., Schwartz R.S.: The effect of air thinning on dentin adhesive bond strength. *Oper Dent* 1995;20: 133-137

Hiraishi N., Yiu C.K.Y., King N.M, Tay F.R.: Effect of pulpal pressure on the microtensile bond strength of luting resin cements to human dentin. *Dental Materials* 2009; 25: 1: 58- 66

Holtan J.R., Nystrom G.P., Olin P.S., Phelps R.A., Phillips J.J., Douglas W.H.: Bond strength of six dentinal adhesives. *J Dent* 1994; 22: 92-96

Idriss S., Abduljabbar T., Habib C., Omar R.: Factors associated with microleakage in Class II resin composite restorations. *Oper Dent* 2007; 32: 60-66

Ikami K., Fukushima M., Usami Y., Iwaku M.: Effects of surface conditioners on dentine structure. *J Dent Res* 1993; 7: abstract 86

Ilie N., Kunzelmann K.H., Hickel R.: Evaluation of micro-tensile bond strengths of composite materials in comparison to their polymerization shrinkage. *Dent Mater* 2006; 22: 593-601

Ilie N., Kunzelmann K.H., Hickel R.: Werkstoffkundliche Untersuchungen zu Kompositen. *Dtsch Zahnärztl Z*: 2005; 60: 321-334

Inoue S., Vargas M.A., Abe Y., Yoshida Y., Lambrechts P., Vanherle G., Sano H., Van Meerbeek B.: Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhese Dent* 2001; 3: 237-245

Inoue H., Inoue S., Uno Sh., Takahashi A., Koase K., Sano H.: Microtensile bond strength of two single- step adhesive systems to bur- prepared dentin. *J Adhese Dent* 2001; 3: 129-136

Janda R.: Der Stand der Entwicklung auf dem Gebiet der Zahnfüllungskunststoffe. Teil I- III. *Quintess Zahnärztl Lit* 1988; 39: 1067-1073, 1243-1253, 1393-1398

Jørgensen K.D., Itoh K., Munksgaard E.C., Asmussen E.: Composite wall to wall polymerization contraction in dentin cavities treated with various bonding agents. *Scand J Dent Res* 1985; 93: 276-279

Jones I.L., Leaver A.G.: Studies on the minor components of the organic matrix of human dentin. *Arch Oral Biol* 1974; 19: 371-380

Kahler B., Kotousov A., Borkowski K.: Effect of material properties on stresses at the restoration- dentin interface of composite restorations during polymerization.
Dent Mater 2006: 22: 942-947

Kelsey W.P., Latta M.A., Shaddy R.S., Stanislav C.M.: Physical properties of three packable resin- composite materials. Oper Dent 2000: 25: 331-335

Kitasako Y., Burrow M.F., Nikaido T., Harada N., Inokoshi S., Yamada T., Takatsu T.: Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation. Dent Mater 1995: 11: 198-304

Klaff D.: Blending incremental and stratified layering techniques to produce an esthetic posterior composite resin restoration with a predictable prognosis.
J Esthet Restor Dent 2001: 13: 101-113

Kleverlaan C.J., Feilzer A.J.: Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. Dent Mater 2005: 21: 1150-1157

Krejci I., Häusler T., Sägeser D., Lutz F.: New adhesives in class V restorations under combined load and simulated dentinal fluid. Dent Mater 1994: 10: 331-335

Krejci I., Lutz F., Krejci D.: Zahnfarbene Seitenzahnrestaurationen. Merkpunkte und klinisches Konzept. Schweiz Monatsschr Zahnmed 1991: 101: 1163

Kunzelmann K. H., Hickel R.: Klinische Aspekte der Adhäsivtechnik mit plastischen Werkstoffen. In: 3M Espe AG (Hrsg.): Die Adhäsivtechnologie ein Leitfaden für Theorie und Praxis. Seefeld: Espe, 2001: 46-67

Labella R., Lambrechts P., Van Meerbeek B., Vanherle G.: Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. Dent Mater 1999: 15: 128-137

Lambrechts P., Braem M., Vanherle G.: Klinische Erfahrungen mit Composites und Dentin-Adhäsiven im Seitenzahnbereich. I: Klinische Beurteilung von Composites
Phillip J 1988: 1 : 12-28

Leinfelder K.F., Sluder T.B., Santos J.F., Wall J.T.: Five- year clinical evaluation of anterior and posterior restorations of composite resins. Oper Dent 1980: 5: 57- 65

Liebenberg W.H.: Successive cusp build-up: an improved placement technique for posterior direct resin restorations. J Can Dent Assoc 1996: 62: 501-507

Lin C.P., Douglas W.H.: Failure mechanisms at the human dentin-resin interface: a fracture mechanics approach. J Biomech 2004: 1037-1047

Lindberg A., van Dijken J.W., Hörstedt P.: In vivo interfacial adaptation of class II resin composite restorations with and without a flowable resin composite liner.
Clin Oral Investig 2005: 9(2): 77-83

- Linde A.:** The extracellular matrix of the dental pulp and dentin.
J Dent Res 1985: 64: 523- 529
- Loguercio A.D., Reis A., Ballester R.Y.:** Polymerization shrinkage: effects of constraint and filling technique in composite restorations. Dent Mater 2004: 20: 236- 243
- Lutz F., Krejci I.:** Neue Adhäsiv- Systeme: Schritte zum “Total Bonding“.
Phillip J 1992: 9: 445-449
- Lutz F., Krejci I., Barbakow F.:** The importance of proximal curing in posterior composite resin restorations. Quintessence Int 1992a: 23, 605-607
- Lutz F., Krejci I., Frischknecht A.:** Lichtpolymerisationsgeräte/ Lichtpolymerisation.
Schweiz Monatsschr Zahnmed 1992b: 5: 565-582
- Lutz F., Krejci I., Schüppbach P.:** Adhäsivsysteme für zahnfarbene Restaurationen
Schweiz Mschr Zahnmed 1993: 103: 537-549
- Lutz F., Phillips R.W.:** A classification and evaluation of composite resin systems.
J Prosth Dent 1983: 50: 480-488
- Lutz F., Phillips R.W., Roulet J. F., Setcos J. C.:** In vivo and in vitro wear of potential posterior composites. J Dent Res 1984: 63: 914-920
- Manhart J.:** Charakterisierung direkter zahnärztlicher Füllungsmaterialien für den Seitenzahnbereich. Quintessenz: 2006: 5: 465- 481
- Manhart J.:** Eine Alternative zu Amalgam? Hochvisköse stopfbare Komposite: Überblick, Eigenschaften und Verarbeitungshinweise. KONS- Journal 2001: 3: 21-26
- Manhart J., Hickel R.:** Longevity of restorations. In: Wilson J.F., Roulet J.F., Fuzzi M.(eds). Advances in operative dentistry. Challenges in the future. Chicago: Quintessence: 2001: 237-304
- Manhart J., Hollwich B., Mehl A., Kunzelmann K.H., Chen H.Y., Hickel R.,:** Mechanical properties and wear behavior of light cured packable composite resins.
Dent Mater 2000: 16: 33-40
- Marshall G. W.:** Dentin: Microstructure and characterization.
Quintessenz Int 1993: 24: 606-617
- Masouras K., Silikas N., Watts D.C.:** Correlation of filler content and elastic properties of resin-composites. Dent Mater 2008: 24: 932-939
- Masuhara E., Kojima K., Kimura T.:** Studies on dental self- curing resins. Effect of an alkylboran on the polymerisation of methacrylate with a benzyl- peroxid.
Rep Inst Dent Mater 1962:2: 368-374

May K.N. jun., Swift E.J. jun., Bayne S.C.: Bond strength of a new dentin adhesive system. *Am J Dent* 1997; 10: 195-198

McLean J.W.: The pioneers of enamel and dentin bonding. *J Adhesive Dent* 1999; 3: 185-187

McCulloch A.J., Smith B.G.: In vitro studies of cuspal movement produced by adhesive restorative materials. *Br Dent J* 1986; 161: 405-409

Mehl A., Hickel R., Kunzelmann K.H.: Physical properties and gap formation of light- cured composites with and without “softstart- polymerization”. *J Dent* 1997; 25: 321-330

Meira J. B. C., Ballester R. Y., Lima Martins de Souza R., Driemeier L.: Geometrical Aspects on Bi-Material Microtensile Tests. *J. of the Braz. Soc. of Mech. Sci. & Eng.* 2005; 3: 310-313

Miguez P.A., Castro P.S., Nunes M.F., Walter R., Pereira P.N.R.: Effect of acid etching on the enamel bond of two self- etching systems. *J Adhesive Dent* 2003; 5: 107-112

Miller W.A., Eick J.D., Neiders M.E.: Inorganic components of the peritubular dentin in young human permanent teeth. *Caries Res* 1971; 5: 264-278

Mitchem J.C., Gronas D.G.: Effects of time after extraction and depth of dentin on resin dentin adhesives. *J Am Dent Assoc* 1986; 113: 285-287

Mitchem J.C., Gronas D.G.: Bonding to dentin maintained under varying degrees of physiological pressure. *J Dent Res Special Issue* 1993: Abstract 265

Mixson J.M., Richards N.D., Mitchell R.J.: Effects of dentin age and bonding on mikrogap formation. *Am J Dent* 1993; 113: 285-287

Moll K., Park H.J., Haller B.: Bond strength of adhesive / composite combinations to dentin involving total and self- etch adhesives. *J Adhesive Dent* 2002; 4: 171-180

Moreira da Silva E., dos Santos G.O., Guimaraes J.G.A., Barcellos A.A.L., Sampaio E.M.: The influence of C-factor, flexural modulus and viscous flow on gap formation in resin composites restorations. *Oper Dent* 2007; 32(4): 356-362

Munksgaard E.C., Irie M., Asmussen E.: Dentin polymer bond promoted by Gluma and various resins. *J Dent Res* 1985; 64: 1409-1411

Nakabayashi N.: Bonding of restorative materials to dentine: the present status in Japan. *Int Dent J* 1985; 25: 145-154

Nakabayashi N., Ashizawa M., Nakamura M.: Identification of a resin dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quintessence Int* 1992; 23: 135-141

Nakabayashi N., Kojima K., Masuhara E.: The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982; 16: 265-273

Nakabayashi N., Masuhara E.: Development of adhesive pit and fissure sealants using a MMA resin initiated by Tri-n-butyl borane derivate. *J Biomed Mater Res* 1978; 12: 149-156

Nakabayashi N., Nakamura M., Yasuda N.: Hybrid layer as a dentin- bonding mechanism. *J Esth Dent* 1991; 3:133-138

Nakabayashi N., Takarada K.: Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 1992; 8: 125-130

Nakajima M., Ogata M., Harada N., Tagami J., Pashley D.H.: Bond strength of self etching primer adhesives to in vitro- demineralized dentin following mineralizing treatment. *J Adhesive Dent* 2000; 2: 29-38

Newman S.M.: Amalgam alternatives- What can compete? *J Am Dent Assoc* 1991; 122: 67- 71

Nikaido T., Burrow M.F., Tagami J., Takatsu T.: Effects of pulpal pressure on adhesion of resin composite to dentin: bovine serum versus saline. *Quintessence Int* 1995; 26: 221-226

Nikaido T., Kunzelmann K.H., Ogata M., Harada N., Yamaguchi S., Cox Ch. F., Hickel R., Tagami J.: The in vitro dentin bond strength of two adhesive systems in class I cavities of human molars. *J Adhesive Dent* 2002; 4: 31-39

Nikolaenko S.A., Lohbauer U., Roggendorf M., Petschelt A., Dasch W., Frankenberger R.: Influence of c- factor and layering technique on microtensile bond strength to dentin. *Dent Mater* 2004; 29: 579-585

Niu Y., Ma X., Fan M., Zhu S.: Effects of layering techniques on the micro-tensile bond strength to dentin in resin composite restorations. *Dental Materials* 2009; 25: 1: 129-134

Nunes M.F., Swift E.J., Perdigao J.: Effects of demineralization depth on microtensile bond strength to human dentin. *J Adhesive Dent* 2001; 3: 137-143

Olgart L., Brännström M., Johnson G.: Invasion of bacteria into dentinal tubules. *Acta Odontol Scan* 1974; 32: 61-70

Oilo G., **Austrheim E.K.**: In vitro quality testing of dentin adhesives. *Acta Odontol Scand* 1993;51:263-269

Olio G., Olsson S.: Tensile bond strength of dentin adhesives: A comparison of materials and methods. *Dent Mater* 6 1990: 138-144

Pashley D.H.: Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent* 1984; 9: Supplement 3 13-29

Pashley D.H.: Clinical considerations of microleakage. *J Endodont* 1990a: 16: 70-77

Pashley D.H.: Clinical correlations of dentin structure and function.
J Prosthet Dent 1991a: 66: 777-781

Pashley D.H.: Dentin bonding: overview of the substrate with respect to adhesive material.
J Esthet Dent 1991b: 3: 46-50

Pashley D.H.: Dentin bonding agents. *Orthodontics and Pedodontics* 1992a: 2: 46-51

Pashley D.H.: Interaction of dental materials with dentin.
Trans Acad Dent Mater 1990b: 3: 55-73

Pashley D.H.: In vitro simulations of in vivo bonding conditions.
Am J Dent 1991c: 4: 237-240

Pashley D.H.: The effects of acid etching on the pulpodentin complex.
Oper Dent 1992b: 17: 229-242

Pashley D.H.: Smear layer: overview of structure and function.
Proc Finn Dent Soc 1992c: 88: 215-224

Pashley D.H., Carvalho R.M., Sano H., Nakajima M., Yoshiyama M., Shono Y., Fernandes C.A., Tay F.R.: The microtensile bond test: a review. *J Adhesive Dent* 1999: 4: 299-309

Pashley D.H., Ciucchi B., Sano H., Homer J. A.: Dentin as a bonding substrate.
Dtsch Zahnärztl Z 1994: 49: 760- 763

Pashley D.H., Ciucchi B., Sano H., Yoshiyama M., Carvalho R.M.:
Adhesion testing of dentin bonding agents: A review. *Dent Mater* 1995: 11:117-125

Pashley D.H., Michelich V., Kehl M.S.: Dentin permeability: Effects of smear layer removal.
J Prosthet Dent 1981: 46: 531-537

Pashley D.H., Pashley E.L.: Dentin permeability and restorative dentistry: a status report for the American Journal of Dentistry. *Am J Dent* 1991: 4: 5-9

Pashley D.H., Tao L., Boyd L., King G.E., Horner J.A.: Scanning electron microscopy of the substructure of smear layers in human dentine. *Archs Oral Biol* 1988a: 33: 265-270

Pashley E.L., Talman R., Horner J.A., Pashley D.H.: Permeability of normal versus carious dentin. *Endodont Dent Traumatol* 1991: 7: 207-211

Pashley E.L., Tao L., Derkson G., Pashley D.H.: Dentin permeability and bond strength after various surface treatments. *Dent Mater* 1989: 5: 375-378

Pashley E.L., Tao L., Mackert J.R., Pashley D.H.: Comparison of in vivo vs. in vitro bonding of composite resin to the dentin of canine teeth. *J Dent Res* 1988b: 67: 467- 470

Patel M.P., Braden M., Davy K.W.: Polymerization shrinkage of methacrylate esters.
Biomaterials 1987: 8: 53-56

Paul S.J., Schärer P.: Scherfestigkeit von Dentinhaftmitteln unter intrapulpaalem Druck und Temperaturwechsel. Schweiz Monatsschr Zahnmed 1993: 103: 709-714

Perdigao J., Frankenberger R.: Effect of solvent and rewetting time on dentin adhesion. Quintessence Int 2001: 32: 385-390

Perdigao J., Swift E.J., Denehy G.E., Wefel J.S., Donly K.J.: In vitro bond strength and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. J Dent Res 1994: 73: 44-45

Petschelt A., Angel H.: Dentin nach unterschiedlicher Behandlung in vivo. Dtsch Zahnärztl Z 1986: 4: 245-249

Peumans M., de Munck J., van Landuyt K., Lambrechts P., van Meerbeek B.: Three year clinical effectiveness of a two- step self- etch adhesive in cervical lesions. Eur J Oral Sci 2005: 113: 512-518

Piemjai M., Nakabayashi N.: Effect of Dentin Conditioners on Wet Bonding of 4-META/ MMM- TBB Resin. J Adhesive Dent 2001: 3: 325-331

Pitt- Ford T.R., Seare A., Mc Donald F.: Action of adrenaline on effect of dental local anesthetic solutions. Endodont Dent Traumatol 1993: 9: 31-35

Prati C., Ferrieri P., Galloni C., Mongiorgi R., Davidson C.L.: Dentine permeability and bond quality as affected by new bonding systems. J Dent 1995: 23: 83-88

Prati C., Pashley D.H., Montanari G.: Hydrostatic intrapulpal pressure and bond strength of bonding systems. Dent Mater 1991: 7: 401- 407

Qvist V., Qvist J., Mjor I.A.: Placement and longevity of tooth-colored restorations in Denmark. Acta Odonotologica Scandinavica 1990: 305-311

Retief D.H., Mandras R., Russell C.M.: Extracted human versus bovine teeth. Am J Dent 1990: 3: 253-258

Roulet J.F.: Zahnfarbene Restaurationen als Amalgamalternativen. Dtsch Zahnärztl Z 1994: 49: 859-86

Roulet J.F.: Benefits and disadvantages of tooth- colored alternatives to amalgam. J Dent 1997: 25: 459-473

Rowles S.L.: Chemistry of the mineral phase of dentin. In: Miles AEW (Hrsg): Structural and chemical organization of the teeth. Academic press, New York, London 1967, S.201

Rueggeberg F.A.: Substrate for adhesion testing to tooth structure. Review of the literature: A report for the ASC MC 156 Task Group on test methods for the adhesion of restorative materials. Dent Mater 1991: 7: 2-10

- Sakaguchi R.L.**, Peters M.C., Nelson S.R., Douglas W.H., Poort H.W.:
Effects of polymerization contraction in composite restorations. *J Dent* 1992; 20: 178- 182
- Sano H.**, Sonoda H., Shono J., Takatsu T., Ciucchi B., Carvalho R. M., Pashley D.H.:
Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength- evaluation of a microtensile bond test. *Dent Mater* 1994a: 10: 236-240
- Schaller H.G.**: Schmelz- und Dentinhaftung. *Dtsch Zahnärztl Z* 1999: 6: 54-60
- Schaller H.G.**, Stummbaum P., Götze W.: Der Einfluss der Dentinkonditionierung auf die Dentinpermeabilität. *Dtsch Stomatol* 1991: 41: 369- 371
- Schaller H.G.**, Kielbassa A.M., Daiber B.: Die Zughaftung verschiedener Dentinhaftvermittler in Abhängigkeit von der Dentinpermeabilität.
Dtsch Zahnärztl Z 1994: 49: 830-833
- Schemel W.**, Hummel K., Krekeler G.: Härteprüfungen am Schmelz, Dentin und Zement rezenter menschlicher Zähne. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 1984: 94: 1029-1041
- Schröder H.E.**: *Orale Strukturbiologie*, 3. Aufl., Thieme Stuttgart, 1992
- Schmid H.**, Lutz F., Hirsbrunner E.: Klasse V Füllungen mit Super- Bond, 2- Jahres Resultate. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 1986: 96: 679-687
- Segura A.**, Donly K.J.: In vitro posterior composite polymerization recovery following hygroscopic expansion. *J Oral Rehabil* 1993: 20: 495-499
- Setz J.**, Geis-Gerstorfer J., Lin W.:
Zum Einfluß anorganischer Füller auf die Eigenschaften lichtpolymerisierender Komposite.
Dtsch Zahnärztl Z 1991:46: 657-660
- Sheriff M.**: Dental materials 1991 literature review. Adhesion and mechanisms.
J Dent 1993: 21: 10-11
- Shono Y.**, Terashita M., Shimada J., Kozono Y., Carvalho R.M., Russell C.M., Pashley D.H.:
Durability of resin- dentin bonds. *J Adhesive* 1999: 3: 211-218
- Silikas N.**, Eliades G., Watts D.C.: Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater* 2000: 16: 292-296
- Smillie A.C.**: The chemistry of the organic phase of teeth. In: Zipkin I (Hrsg): *Biological mineralization*. Wiley, New York, London 1973 S. 139ff
- Sorenson J.A.**, Dixit N.V.: In vitro shear bond strength of dentin adhesives.
Int J Prosthodont 1991: 4: 117-125
- Stanley H.R.**: Guest editorial: An urgent plea for a standardized bonding (adhesion) test.
J Dent Res 1993: 72: 1362-1363

Stewart B.L., Harcourth J.K., Tyas M.: Determination of adhesive bond strength to dentine. A new method. *Aust. Dent. J* 1990; 35: 454-458

St Georges A.J., Wilder A.D.J., Perdigão J., Swift E.J.J.: Microleakage of Class V composites using different placement and curing techniques: an in vitro study. *Am J Dent* 2002; 15: 244-247

Sudsangiam S., Van Noort R.: Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhesive* 1999; 1: 57-67

Suliman A.H., Boyer D.B., Lakes R.S.: Polymerization shrinkage of composite resins: comparison with tooth deformation. *J Prosthet Dent* 1994; 71: 7-12

Tagami I., Tao L., Pashley D.H.: Correlation among dentin depth, permeability and bond strength of adhesive resins. *Dent Mater* 1990; 6: 45-50

Takahashi A., Inoue S., Kawamoto Ch., Ominato R., Tanaka T., Sato Y., Pereira P.N.R., Sano H.: In vivo long term durability of the bond to dentin using two adhesive systems. *J Adhesive Dent* 2002; 4: 151-159

Takemori T., Chigira H., Itoh K., Hisamitsu H., Wakumoto S.: Factors affecting tensile bond strength of composite to dentin. *Dent Mater* 1993; 9: 136-138

Tay F.R., Frankenberger R., Carvalho R. M., Pashley D.H.: Pit and fissure sealing. Bonding of bulk- cured, low filled, light- curing resins to bacteria- contaminated uncut enamel in high c- factor cavities. *Am J Dent* 2005; 18: 28-36

Tay F.R., Frankenberger R., Krejci et al.: Single bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. In vivo evidence. *J Dent* 2004 a: 32: 611- 621

Tay F.R., Kwong S.-M., Ittagarun A., King N.M, Yip H.-K., Moulding K.M., Pashley D.H.: Bonding of a self-etching primer to noncarious cervical sclerotic dentin: interfacial ultrastructure and microtensile bond strength evaluation. *J Adhesive Dent* 2000; 2: 9-29

Tay F.R., Pashley D.H., Suh B., Carvalho R., Miller M.: Single step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphologic evidence. *Am J Dent* 2004 b: 17: 271-278

Tay F.R., Sano H., Carvalho R.M., Pashley D.H.: Effect of smear layers on the bonding of a self- etching primer to dentin. *J Adhesive Dent* 2000; 2: 99-116

Tay F.R., Sano H., Carvalho R.M., Yiu C.K.Y., King N.M., Zhang Y., Agee K., Bouillaguet S., Pashley D.H.: Mechanical disruption of dentin collagen fibrils during resin- dentin bond testing. *J Adhesive Dent* 2000; 2: 175-192

Tay F.R., Suh B.I., Pashley D.H., Prati C., Chuang S.F., Li F.: Factors contributing to the incompatibility between simplified- step adhesives and self- cured or dual- cured composites. Part II. Single- bottle, total etch- adhesives. *J Adhesive Dent* 2003; 5: 91-105

Ten Cate A. R.: Oral histology: development, structure and function. Mosby, St- Louis, 2nd edition, 1985

Terkla L.G., Brown A.C., Hanisch A.P., Mitchem J.C.: Testing sealing properties of restorative materials against moist dentin. *J Dent Res* 1987; 66: 1758-1764

Thomas H.F.: The dentin- predentin complex and its permeability: anatomical overview. *J Dent Res* 1985; 66: 607- 612

Tjan A.H., Bergh B.H., Lidner C.: Effect of various incremental techniques on the marginal adaptation of class II composite resin restorations. *J Prosthet Dent* 1992; 67: 62-66

Turner D.F., Marfurt C.F., Sattelberg C.: Demonstration of physiologic barrier between pulpal odontoblasts and its perturbation following routine restorative procedures: a horseradish peroxidase tracing study in the rat. *J Dent Res* 1989; 68: 1262-1268

Tyas M.J.: Congress report: “Adhesion test methods” at the 79th Session on the International Association of Dental Research in Chiba, Japan on (30.06.2001). Test methods to evaluate adhesive strength to tooth structure. *J Adhesive Dent* 2001; 3: 361

Unlu N., Krakaya S., Ozer F., Say E.C.: Reducing microleakage in composite resin restorations. An in vitro study. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 2003; 11(4): 171-175

Uno Sh., Inoue H., Finger W.J., Inoue S., Sano H.: Microtensile bond strength evaluation of three adhesive systems in cervical dentin cavities. *J Adhesive Dent* 2001; 3: 333-341

Van Meerbeek B., Abe Y., Yoshida Y., Lambrechts P., Van Herle G., Sano H.: Microtensile bond strength of eleven modern adhesive systems to enamel. *IADR* 2001: abstract 563

Van Meerbeek B., Braem M., Lambrechts P., Van Herle G.: Dentinhaftung: Mechanismen und klinische Resultate. *Dtsch Zahnärztl Z* 1994a; 49: 977-984

Van Meerbeek B., Lambrechts P., Inokoshi S., Braem M., Van Herle G.: Morphological aspects of the resin dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 1992a; 71: 1530-1540

Van Meerbeek B., Lambrechts G., Inokoshi S., Braem M., Van Herle G.: Factors effecting adhesion to mineralized tissues. *Oper dent* 1992b; 17: Supplement 5: 111-124

Van Meerbeek B., Kanumili P., de Munck J., van Landuyt K. L., Lambrechts P., Peumans M.: A randomized controlled study evaluating the effectiveness of a two- step self- etch adhesive with and without selective phosphoric- acid etching of enamel.
Dent Mater 2005; 21: 375-383

Van Meerbeek B., Peumans M., Verschueren M., Gladys S., Braem M., Lambrechts P., Vanherle G.: Clinical status of 10 dentin adhesive systems. J Dent Res 1994b; 73: 1690-1702

Van Meerbeek B., Van Herle G., Lambrechts P., Inokoshi S., Braem M.:
Dentin- and enamel- bonding agents. Curr Opin Dent 1992c; 2: 117-127

Van Noort R., Cardew G.E., Howard I.C., Noroozi S.: The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin.
J Dent Res 1991; 70: 889-893

Van Noort R., Noroozi S., Howard I.C., Cardew G.: A critique of bond strength measurements. J Dent 1989; 17: 61-67

Venhoven B.A., de Gee A.J., Davidson C.L.: Polymerization contraction and conversion of light-curing BisGMA-based methacrylate resins.
Biomaterials 1993;14: 871-875

Versluis A., Douglas W.H., Cross M., Sakaguchi, R.L.: Does an incremental filling technique reduce polymerization shrinkage stresses?
J Dent Res 1996;75: 871- 878

Wattanawongpitak N., Yoshikawa T., Burrow M.F., Tagami J.: The effect of bonding system and composite type on adaption of different C-factor restorations.
Dent Mater J 2006; 25(1): 45-50

Watts D.C., Satterthwaite J.D.: Axial shrinkage-stress depends upon both C-factor and composite mass. Dent Mater 2008; 24:1-8

Weatherell A.J., Robinson C.: The inorganic composition of teeth. In: Zipkin I. (Hrsg): Biological mineralization. Wiley, New York, London 1973 S. 43 ff

Yamaguchi R., Powers J. M., Dennison J. B.: Parameters affecting in vitro bond strength of composites to enamel and dentin. Dent Mater 1989a; 5: 153-156

Yamaguchi R., Powers J. M., Dennison J. B.: Thermal expansion of visible- light- cured composit resins. Oper Dent 1989b; 14: 64-67

Yamazaki P.C.V., Bedran- Russo A.K.B., Pereira P.N.R., Wsift E.J.jr.: Microleakage evaluation of a new low- shrinkage composite restorative material.
Oper Dent 2006; 31: 670-676

- Yazici A.R., Baseren M., Dayangac B.:** The effect of flowable resin composite on microleakage in Class V cavities. *Oper Dent* 2003; 28(1): 42-46
- Yesilyurt C., Bulucu B.:** Bond strength of total-etch and self etch dentin adhesive systems on peripheral and central dentinal tissue: a microtensile bond strength test. *J Contemp Dent Pract* 2006; 7(2): 26- 36
- Yoshiyama M., Carvalho R.M., Sano H., Horner J.A., Brewer P.D., Pashley D.H.:** Regional bond strength of resin to human root dentin. *J Dent Res* 1996a: 24: 435- 442
- Yoshiyama M., Sano H., Ebisu S., Tagami J., Ciucchi B., Carvalho R.M., Johnson M.H., Pashley D.H.:** Regional strength of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. *J Dent Res* 1996b: 75: 1404-1413
- Zehntgraf C.:** Der Einfluss von Kavitätenvolumen, Polymerisationsschrumpfung und Schichttechnik auf die Randschlussqualität von Klasse- II Kompositfüllungen. Zahnmed Diss: Würzburg 2008

1. Moderne Komposite sind heute Standard in der Füllungstherapie mit einem sich immer mehr erweiterndem praktischen Anwendungsbereich.
2. Das Hauptproblem beim Haftverbund zwischen Kunststoff und Dentin ist immer noch die Polymerisationsschrumpfung. Sie wird direkt durch die Anwendung des Haftvermittlers, die Auswahl der Schichttechnik des Komposits, den C- Faktor der Kavität, die Lichtpolymerisation und die materialspezifischen Eigenschaften aller Komponenten beeinflusst.
3. Neue Dentinhaftvermittler werden in immer kürzerer Entwicklungszeit hergestellt und arbeiten mit modifizierten Wirkmechanismen und/ oder weniger Komponenten, um den klinischen Einsatz zu vereinfachen. Die Beurteilung dieser neuen Adhäsivsysteme erfordert standardisierte in vitro Prüfverfahren, die eine erste Evaluierung vor dem praktischen Einsatz erlauben.
4. Haftkräfte werden heute in vitro durch eine Vielzahl von Scher- und Zugversuchen untersucht, die oft schwer untereinander vergleichbar sind. Obwohl Standards durch die ISO-Kommission empfohlen wurden (CD TR 11405, Zahnärztliche Materialien „Anleitung für Haftversuche an Zahnflächen“), haben sich diese bis heute nicht durchgesetzt.
5. Der μ TBT ist eine interessante Alternative zu den klassischen Scher- und Zugversuchen und hat sich inzwischen weltweit für die in vitro Messung von Haftkräften etabliert.
6. Die Anwendung des μ TBT zur Beurteilung der Haftkräfte von fünf aktuellen Dentinhaftvermittlern in Kombination mit und ohne Flowable- Komposits konnte im Rahmen dieser Dissertation erfolgreich durchgeführt werden.

7. Die aufwendige Vorbereitung für den Einsatz des μ TBT wird durch die große Anzahl der erhaltenen Proben und ihrer Haftwerte kompensiert. Damit ermöglicht er auch den Arbeitsgruppen, die nur wenige intakte extrahierte Zähne zur Verfügung haben, eine ausreichende Anzahl von Haftversuchen durchzuführen.
8. Der Mikrohaftkraft- Test lässt sich so vielseitig anwenden, dass er damit die Möglichkeiten der konventionellen Scher- und Zugversuche übertrifft. Er besitzt als Hauptvorteil die präzisere Kraftverteilung während der Belastung. Dadurch liegen die Haftwerte oft deutlich höher als bei Versuchen mit größeren Zahnproben, da es zu weniger kohäsiven Dentinbrüchen kommt. Die Fehleranfälligkeit des μ TBT ist bei korrekter Anwendung demzufolge gegenüber konventionellen Prüfmethode als niedriger zu bewerten.
9. Aus den insgesamt 30 kariesfreien, menschlichen Weisheitszähnen wurden in zehn Gruppen mit fünf Dentinhaftvermittlern und jeweils zwei Füllungskombinationen mit und ohne Flowable- Komposit insgesamt 600 Versuchsproben hergestellt. Diese bestanden aus Kunststoff- Dentin- Stäbchen von 1mm Durchmesser, die anschließend auf den Bencor Multi- T Aufsatz geklebt wurden, um den μ TBT in einer Universalprüfmaschine durchzuführen.
10. In der quantitativen Untersuchung wurden die im μ TBT bestimmten Haftkräfte aller 600 Versuchsproben aufgezeichnet und statistisch ausgewertet. In der qualitativen Untersuchung am REM erfolgte die Beurteilung in Bezug auf das Penetrationsvermögen der Haftvermittler und die im μ TBT entstandenen Frakturmodi, wobei mehrheitlich gemischte Brüche auftraten.

11. Alle fünf untersuchten Haftvermittler zeigten akzeptable Haftkräfte im μ TBT. Die kombinierte Verarbeitung mit Flow- Materialien führte nur bei Xeno®III zu einer statistisch signifikanten Erhöhung und nur bei ExciTE® zu einer statistisch signifikanten Erniedrigung der Haftwerte. Somit kann die Funktion der fließfähigen Kompositmaterialien als „Stressbrecher“ und Kompensationsfaktor für die Polymerisationsschrumpfung in dieser Untersuchung nur in Verbindung mit bestimmten Dentinhaftvermittlern angenommen und nicht direkt mit den erzielten Haftwerten im μ TBT korreliert werden.
12. Durch die Anwendung des μ TBT sind vielfältige Möglichkeiten zur Untersuchung der Haftwerte von Dentinhaftvermittlern gegeben, sowohl in unterschiedlichen Lokalisationen innerhalb einer Kavität oder an unterschiedlichen Orten am veränderten und/ oder vorbehandeltem Dentin. In Verbindung mit thermischer Wechselbelastung und simulierter Kaubelastung ergeben sich noch zahlreiche Untersuchungsmöglichkeiten hinsichtlich der Veränderung des Kunststoff- Dentin- Verbunds im Sinne einer künstlichen Alterung und in verschiedenen Lokalitäten.

Lebenslauf

Name : Marcus Makowski
Anschrift : Plan 1, 06295 Lutherstadt Eisleben

Persönliche Angaben

Geboren : 29.08.1973 in Quedlinburg
Familienstand : ledig
Staatsangehörigkeit : deutsch

Schulbildung

1980 - 1982 Oberschule „Hans Seidel“ in Eisleben
1982 - 1990 Oberschule „John Schehr“ mit erweitertem Russischunterricht,
Abschlussprüfung: Allgemeinbildende Zehnklassige Oberschule
1990 - 1992 Gymnasium „Martin Luther“ in Eisleben mit **Abitur**

Zivildienst

1992 - 1994 Zivildienst im Kreiskrankenhaus Eisleben auf der Inneren
Station

Studium

1994 - 1999 Studium der Zahnmedizin an der Freien Universität Berlin
1995 Vorphysikum
1996 Physikum
1999 **Staatsexamen**

Auslandsfamulaturen

Sommer 1997 4 Wochen in der Meher Clinic in Ahmednagar in Indien
Sommer 1998 4 Wochen im Lutheran Hospital in Marangu in Tansania

Tätigkeit als Zahnarzt

Februar 2000 - März 2002 Assistenz Zahnarzt bei FZÄ Monika Makowski in Eisleben
April 2002- Sept. 2010 Angestellter Zahnarzt in derselben Praxis
Januar - Dez. 2007 Endodontie- Spezialist bei Frau Dr. Keyhan Semrau in Berlin
Seit Oktober 2010 Angestellter Zahnarzt bei swiss smile in Zürich und St. Moritz

Spezialisierung

Endodontie- Curriculum mit Abschlussprüfung 2005, Endoplus
Akademie

F.d.R.d.A. :



Selbstständigkeitserklärung

Ich erkläre hiermit an Eides statt, dass ich die vorliegende Dissertation selbständig, ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe.

Lutherstadt Eisleben im Mai 2011



Marcus Makowski

Erklärung über frühere Promotionsversuche

Hiermit erkläre ich, dass ich bisher keine Promotionsversuche unternommen habe. Weder diese noch eine andere Dissertation wurde von mir im Inland oder Ausland einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Lutherstadt Eisleben im Mai 2011



Marcus Makowski

Danksagung

Herrn **OA PD Dr. med. dent. Christian C. Gernhardt** als meinem Betreuer möchte ich herzlich für die Überlassung des interessanten Themas und die vielfältige Unterstützung bei der Anfertigung der Arbeit danken, ohne ihn wäre diese Arbeit kaum entstanden.

Herrn **Univ.- Prof. Dr. med. dent. Ralf J. Radlanski** und Herrn **OA Dr. med. dent. Uwe Blunck** beide aus Berlin möchte ich für die großzügige Unterstützung und Hilfe bei meinen externen Arbeiten in der Zahnklinik Süd und Nord danken, ohne die diese Dissertation nicht möglich geworden wäre.

Ganz herzlich möchte ich mich außerdem bei **ZMV Jana Brandt** für die professionellen Anregungen bei der Gestaltung und Herrn **Geert E. Kemnitz** für die Erstellung der Dissertations- DVD bedanken. Für die moralische Unterstützung und stetige Aufmunterung geht mein Dank zudem an **Frau Dr. med. dent. Keyhan Semrau**, meine Mutter **Monika Makowski**, mein Praxisteam und meinen engen Freundeskreis.