

Aus der Universitätsklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie  
des Departments für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde  
an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg  
(Direktor: Univ.- Prof. Dr. med. dent. Hans-Günter Schaller)

**Die Mikro-Zugfestigkeit des Adhäsivsystems Futurabond DC in Kombination mit  
verschiedenen photo- und autopolymerisierenden Kompositmaterialien**

(eine In-vitro-Studie)

**Dissertation**

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Zahnmedizin (Dr. med. dent.)

vorgelegt

der Medizinischen Fakultät

der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von Claudia Friedrich

geboren am 08. September 1978 in Sangerhausen

Betreuer: Prof. Dr. med. dent. habil. C. R. Gernhardt

Gutachter:

1. Prof. Dr. med. dent. habil. C. R. Gernhardt
2. Prof. Dr. Jürgen M. Setz
3. Prof. Dr. Karl-Thomas Wrbas (Freiburg)

12.07.2016

22.02.2017

Matthias & Mads & Thees gewidmet

## Referat

Zielstellung der vorliegenden in vitro Studie war es, die Mikro-Zugfestigkeit von drei selbstätzenden Adhäsivsystemen in Kombination mit verschiedenen Kompositen unter Simulation physiologischer Bedingungen mit dem Mikrohaftkraft-Test zu ermitteln. Die Self-Etch-Systeme wurden dualhärtend oder rein chemisch polymerisierend verarbeitet und mit dem etablierten Self-Etch-Bond Futurabond DC in Bezug auf ihre Haftkräfte verglichen. Als Kontrollgruppe wurde die Materialkombination Futurabond DC in Kombination mit dem etablierten lichtpolymerisierenden Komposit Grandio® (FG-L) gewählt.

144 intakte, frisch extrahierte menschliche Weisheitszähne wurden unter standardisierten Bedingungen präpariert, sodass kariesfreie Dentinproben für die Versuchsreihen zur Verfügung standen. Aus der Kombination der Haftvermittlersysteme und der Komposite wurden die Dentinproben randomisiert auf 12 Versuchsreihen (Gruppe 1-12) verteilt. Die präparierten Dentinscheiben wurden mit dem Pulpencavum nach unten in eine Vorrichtung eingespannt und unter Simulation der Dentinperfusion mit den Adhäsivsystemen, entsprechend der Herstellerangaben, vorbehandelt. Anschließend wurde ein mit dem jeweiligen Komposit gefüllter Metallring mit einem Durchmesser von 1 mm 15 Minuten nach Verarbeitung mittels einer Vorrichtung von der Dentinprobe abgezogen. Mit Hilfe einer Universalprüfmaschine wurde die benötigte Kraft in N gemessen. Entsprechend der Formel  $Z = F/A$  wurden dann die Werte der Mikro-Zugfestigkeit berechnet, um eine quantitative Aussage zu treffen. Alle verarbeiteten Haftvermittler zeigten Haftwerte unabhängig von ihrer verwendeten Materialkombination auf. Der höchste Mittelwert mit 39,71 MPa wurde in der Gruppe CC-C (Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core), einer rein chemisch härtenden Materialkombination, gemessen. Den geringsten Mittelwert mit 3,03 MPa ließ sich in der lighthärtenden Materialkombination aus Futurabond DC und MultiCore HB® (FM-L) ermitteln. In Bezug auf das zu beurteilende Self-Etch-Adhäsiv Futurabond DC sind höhere mittlere Haftkräfte in den selbstpolymerisierenden Versuchsreihen Futurabond DC-Clearfil™ Core 32,28 MPa sowie Futurabond DC-Rebilda DC 39,26 MPa zu beobachten. Während sich in den lichtpolymerisierenden Kombinationen von Futurabond DC mit den zu verarbeitenden Kompositen die mittlere Zugfestigkeit in der Versuchsgruppe mit MultiCore HB® (FM-L) auf 2,57 MPa reduzierte. Die kombinierte Verarbeitung von Self-Etch-Adhäsiven mit den Kompositmaterialien ergab zwischen allen erfassten Zugfestigkeitswerten und zwischen den einzelnen Versuchsgruppen die Varianzanalyse der Einfachklassifikation signifikante Unterschiede der gemessenen Haftkräfte ( $p \leq 0,05$ ; ANOVA, analysis of variance). Die Auswertung dieser Ergebnisse führt zu der Schlussfolgerung, dass verschiedene Kombinationen aus Adhäsiv und Komposit in vitro zu einer Haftkraftreduktion führen. Signifikanten Einfluss auf die reduzierten Haftfestigkeitswerte verschiedener Materialkombinationen könnten sich durch die unterschiedliche Konsistenz der Materialien erklären lassen.

Friedrich, Claudia: Die Mikro-Zugfestigkeit des Adhäsivsystems Futurabond DC in Kombination mit verschiedenen photo- und autopolymerisierenden Kompositmaterialien (eine In-vitro-Studie). Halle (Saale), Univ., Med. Fak., Diss. 79 Seiten, 2016

**Inhalt**

Referat .....	III
Inhalt .....	IV
Abkürzungsverzeichnis.....	VII
1 Einleitung.....	1
1.1 Dentin (Dentinium).....	2
1.1.1 Struktur und Zusammensetzung .....	2
1.2 Adhäsiver Verbund an der Zahnhartsubstanz.....	4
1.2.1 Mechanismen der Haftung an den Zahnhartsubstanzen .....	4
1.2.2 Hürden beim Verbund mit Dentin.....	5
1.3 Einteilung der Adhäsivsysteme .....	6
1.4 Adhäsiver Verbund am Dentin durch Etch-and-Rinse Technik.....	6
1.4.1 Konditionierung der Oberfläche mit Phosphorsäure .....	7
1.4.2 Priming des Kollagennetzwerkes.....	7
1.4.3 Stabilisierung durch Adhäsiv .....	9
1.5. Adhäsiver Verbund am Dentin durch Self-Etch-Technik.....	10
1.6 Etch-and-Rinse-Technik vs. Self-Etch-Technik .....	11
1.7 Mikromechanische Haftung.....	13
1.8 Komposite .....	15
1.8.1 Organische Phase.....	15
1.8.2 Disperse Phase.....	16
1.8.3 Verbundphase.....	18
1.8.4 Polymerisationsmechanismen.....	19
1.8.5 Lichthärtende Komposite.....	20
1.8.6 Chemisch härtende Komposite .....	20
1.8.7 Dual härtende Komposite.....	21
1.8.8 Komposite im Vergleich.....	22
2 Zielstellung .....	23
3 Material und Methoden .....	24
3.1 Material.....	24
3.1.1 Dentinproben.....	24
3.1.2 Dentinhaftvermittler .....	24
3.1.2 Komposite.....	26

3.2 Methodik.....	29
3.2.1 Herstellung der Dentinproben.....	29
3.2.2 Versuchsaufbau.....	30
3.2.3 Versuchsablauf.....	30
3.2.4 Versuchsgruppeneinteilung.....	31
3.2.5 Verarbeitung der Dentinhaftvermittlersysteme.....	32
3.2.6 Verarbeitung des Kompositmaterials.....	32
3.3 Analyse.....	33
3.4 Statistische Auswertung.....	34
4 Ergebnisse.....	35
4.1 Quantitative Analyse.....	36
4.1.1 Versuchsgruppe Futurabond DC-Grandio® (FG-L).....	36
4.1.2 Versuchsgruppe Futurabond DC-Tetric EvoCeram® (FT-L).....	36
4.1.3 Versuchsgruppe Futurabond DC-Clearfil™ Core (FC-C).....	37
4.1.4 Versuchsgruppe Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L).....	37
4.1.5 Versuchsgruppe Futurabond DC-Rebilda DC (FR-C).....	37
4.1.6 Versuchsgruppe Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-L).....	37
4.1.7 Versuchsgruppe Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-C).....	38
4.1.8 Versuchsgruppe AdheSE® DC-MultiCore HB® (AM-L).....	38
4.1.9 Versuchsgruppe AdheSE® DC Activator-MultiCore HB® (AM-C).....	38
4.1.10 Versuchsgruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-Rebilda DC (CR-C).....	38
4.1.11 Versuchsgruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-MultiCore HB® (CM-C) ...	39
4.1.12 Versuchsgruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core (CC-C) ...	39
4.2 Statistische Auswertung.....	39
4.2.1 Statistischer Vergleich der selbstpolymerisierenden Gruppen untereinander.....	39
4.2.2 Statistischer Vergleich der lichtpolymerisierenden Gruppen untereinander.....	40
4.2.3 Statistischer Vergleich der licht- und selbstpolymerisierenden Gruppen untereinander.....	41
4.2.4 Statistischer Vergleich der Futurabond DC Gruppen untereinander.....	42
4.2.5 Statistischer Vergleich der Materialkombination AdheSE® DC-AdheSE® DC Activator untereinander.....	44
4.2.6 Statistischer Vergleich der Clearfil™ NewBond Liner 2V Gruppen untereinander.....	44
5 Diskussion.....	46

5.1 Diskussionen der Methodik .....	46
5.1.1 Auswahl der Zähne .....	46
5.1.2 Präparation der Dentinproben .....	47
5.1.3 Versuchsaufbau .....	47
5.1.4 Perfusion .....	49
5.2 Anwendung der Adhäsivsysteme .....	49
5.3 Anwendung der Komposite .....	50
5.4 Diskussion der Ergebnisse und Statistik .....	52
5.4.1 Einfluss des Adhäsivs auf die Verbundfestigkeit .....	52
5.4.2 Einfluss des Härtingsmodus der verwendeten Adhäsivsystems .....	54
5.4.3 Einfluss des Komposits auf die Verbundfestigkeit .....	54
6 Zusammenfassung .....	59
7 Literaturverzeichnis .....	61
8 Thesen .....	78
9 Lebenslauf .....	X
10 Selbstständigkeitserklärung .....	XII
11 Erklärung über frühere Promotionsversuche .....	XIII
12 Danksagung .....	XIV

**Abkürzungsverzeichnis**

%	Prozent
°	Grad
°C	Grad Celcius
$\pi$	Pi (mathem. Konstante; Kreiszahl; 3,41)
&	und
Abb.	Abbildung
AG	Aktiengesellschaft
Ag	Silber
Al	Aluminium
Ba	Barium
BHT	Butylhydroxytoluol
Bis-GMA	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat
Br	Brom
bzw.	beziehungsweise
ca.	circa
cm	Zentimeter
cm <sup>2</sup>	Quadratcentimeter
Co.	Compagnie (franz.), Gesellschaft (dt.)
Cr	Chrom
EDTA	Ethylendiamintetraacetat
et al.	et alii (lat.), und andere (dt.)
Fe	Eisen
GMA	Glycidylmethacrylat
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Gew.-%	Gewichtsprozent
HEMA	2-Hydroxyethylmethacrylat

H <sub>2</sub> O	Wasser
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Phosphorsäure
K	Kalium
kp/mm <sup>2</sup>	Kilopond pro Quadratmillimeter
Ltd.	limited User (engl.), begrenzte Nutzer (dt.)
Li	Lithium
µm	Mikrometer
MDP	10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat
min	Minute(n)
ml	Milliliter
mm	Millimeter
mm <sup>2</sup>	Quadratmillimeter
Mn	Mangan
MPa	Megapascal
Na	Natrium
mW	Milliwatt (1 Watt=1 Joule pro Sekunde)
N	Newton
nm	Nanometer
n.s.	nicht signifikant
OH	Hydroxygruppe
p	Pond
PEG-DMA	Polyethylenglycoldimethacrylat
pH	pondus hydrogenii (lat.), Wasserstoffionenkonzentration (dt.)
r	Radius
S	Schwefel
s	Sekunde(n)
Si	Silizium
Sr	Strontium
TEG-DMA	Trithylenglycol-Dimethacrylat



TMPTMA	Trimethylolpropan-Trimethacrylat
U	Umdrehung(en)
UDMA	Urethanethylendimethacrylat
UV	Ultraviolett
Vol.-%	Volumenprozent
vs.	versus
z.B.	zum Beispiel
Zn	Zink

## 1 Einleitung

Innovative Forschung, der gesellschaftliche und soziale Wandel sowie die ökonomische Basis sorgen in der Zahnmedizin für eine ständige Alternation. Dabei hat sich das Konzept der restaurativen sowie präventiven Zahnheilkunde in den vergangenen Jahren im Bereich der adhäsiven Füllungstherapie rasant weiter- und neuentwickelt und die Arbeit des Zahnarztes positiv beeinflusst als auch erleichtert. So bildet die Entwicklung klinisch erfolgreicher Adhäsive einen wesentlichen Fortschritt in der konservierenden Zahnheilkunde. Während früher invasive Restaurationsmaßnahmen im Mittelpunkt der Behandlung standen, werden heute zahnhartsubstanzschonende Therapieformen mit qualitativ hochwertigen und ästhetisch anspruchsvollen und zahnfarbenen Resultaten angestrebt (Kugel und Ferrari, 2000). Damit wird den Ansprüchen des Patienten, aber auch des Behandlers genüge getan. Auch die Ablehnung der Patienten gegenüber Amalgam als Füllwerkstoff aufgrund der Bedenken hinsichtlich Unverträglichkeiten sowie die fehlende Ästhetik verdrängen ebenfalls seit mehr als 100 Jahren den dominierenden Werkstoff (Brown 1991). Seit Ende der 1980er Jahre wird die starke Ablehnung seitens der Patienten sehr deutlich (Fédération dentaire internationale 1991), was zu einem vermehrten Einsatz von Kompositmaterialien mit einer Vielzahl von Indikationen führt (Roulet 1994, 1997). Dabei stehen für die mikromechanische Verankerung an der Zahnhartsubstanz dentale Adhäsivsysteme zur Verfügung, welche erstmalig Mitte des 20. Jahrhunderts durch Michael Buonocore postuliert wurden (Buonocore, 1955). Um einen mikroretentiven Verbund zwischen Zahnhartsubstanz und Komposit zu erzielen, beschreibt er die Konditionierung dieser vor Applikation des Adhäsivs mittels Phosphorsäure. Diese Vorbehandlung ist auch heute noch Grundlage der Adhäsivsysteme und wurde nur noch geringfügig modifiziert. Um die Beständigkeit der adhäsiv befestigten Restaurationen gewährleisten zu können, bedarf es einer sorgfältigen Anwendungstechnologie und einer fundierten Kenntnis über die Eigenschaften der verwendeten Materialien. Neben Polymerisationsschrumpfung, einem zu feuchten Arbeitsfeld und einem nicht kompatiblen Adhäsivsystem führen Störfaktoren wie Zeitersparnis während der Applikation, Reduktion der Zahl der Inkremente oder die Minimierung der Polymerisationszeit zu schlechteren klinischen Resultaten (Frankenberger et al. 2000, Tay et al. 2001, Sanares et al. 2001, Haller et al. 2003, Peumans et al. 2005, Frankenberger et al. 2008, Frankenberger, 2010). Moderne Adhäsivsysteme haben eine Vielzahl von Anforderungen zu erfüllen, wobei durch kurze Entwicklungszyklen und die schnelle Markteinführung neuer Produkte ihre Beurteilung immer schwieriger

wird. Eine Vergleichbarkeit der Adhäsivsysteme untereinander sowie eine erste Bewertung für den Praktiker durch geeignete und reproduzierbare Prüfverfahren sollte deshalb untereinander ermöglicht werden, bevor diese klinisch eingesetzt werden. Vor diesem Hintergrund kam in der vorliegenden Studie der Mikrohaftkraft-Test zur Ermittlung der Haftkräfte von drei Self-Etch-Adhäsiven zum Einsatz.

### **1.1 Dentin (Dentinum)**

Das Dentin (Dentinum, Zahnbein) bildet den größten Anteil des menschlichen Zahnes. Es entsteht aus der Zahnpapille und somit aus dem Ektoderm (Linde, 1985). Es handelt sich um ein vitales heterogenes Gewebe (Schröder, 1992), welches die Pulpa im Kronen- sowie im Wurzelbereich umgibt. Koronal des Zahnhalses wird Dentin vom Enamelum, dem Zahnschmelz, und apikal vom Cementum, dem Wurzelzement, umschlossen. Dentin ist eine weniger stark mineralisierte Hartsubstanz als Schmelz. In seiner Morphologie ähnelt es dem menschlichen Knochen und dem Wurzelzement. Seine Härte ist in allen Bereichen des Zahnes relativ konstant und wird mit der Einheit Vickers-Härte von 82,5 kp/mm<sup>2</sup> bei 25 p Belastung angegeben. Lediglich in den pulpanahen und in den peripheren Bereichen findet man eine Minderung des Wertes um ca. 30% (50-60 kp/mm<sup>2</sup>) (Schemel et al., 1984).

#### **1.1.1 Struktur und Zusammensetzung**

Die Dentinmatrix setzt sich prozentual aus 45 Vol.-% anorganischem, 30-33 Vol.-% organischem Material und 22-25 Vol.-% Wasser (Schröder, 1992). Die mineralisierte, anorganische Hartsubstanz besteht hauptsächlich aus 3-4 nm breiten und 60-70 nm langen, plättchenförmigen Hydroxylapatitkristallen sowie amorphen Kalziumphosphat. Die anorganischen Hydroxylapatitkristalle sind in der organischen Mikrostruktur ungeordnet eingelagert. Weatherel und Robinson (1973) konnten neben schwankenden Fluorkonzentrationen, Karbonaten und Magnesium auch verschiedene Spurenelemente (Ag, Al, Br, Cr, Fe, K, Mn, Na, Si, Zn) nachweisen. Der Anteil der organischen Matrix ist mit 30 Vol.-% deutlich ausgeprägter als beim Zahnschmelz (2 Vol.-%). Dieser besteht zu 91-92 % aus einem Geflecht von Kollagen Typ I sowie nichtkollagener Grundsubstanz in Form von Glykosaminoglykanen und Glykoproteinen (I. L. Jones, 1974). Der nichtkollagene Anteil, bestimmt durch z. B. Proteine, Lipide und Laktat nimmt nur einen sehr geringen Prozentsatz von 8-9 % ein (Jones und Leaver, 1974). Im Gegensatz zum stärker mineralisierten, avitalen Schmelz ist Dentin hochelastisch, verformbar und weich. Ein charakteristisches Strukturmerkmal des Dentins sind die mit Liquor gefüllten s-förmigen Dentinkanälchen (Dentintubuli). Sie durchziehen das Dentin von

der Schmelz-Dentin-Grenze zur Pulaperipherie und stehen im direkten Kontakt mit der Pulpa. Es zeigt sich ein exponentieller Zusammenhang zum Abstand zur Pulpa und der Größe, dem Durchmesser, der Anzahl und des Flächenanteils der Tubuli (Garberoglio und Brännström, 1976; Pashley, 1991b). So fallen 80 % des Gesamtquerschnittes auf pulpanahe und 4 % auf periphere Lumen der Tubuli (Schröder, 1987). Da der Flächenanteil und Durchmesser der Dentinkanälchen in Pulpennähe zunehmen, resultiert daraus eine exponentielle Steigerung der Dentinpermeabilität (Pashley, 1991; Pashley 1992; Van Meerbeek et al., 1992b). Pulpanahes Dentin weist mit 45000 Tubuli pro  $\text{cm}^2$  eine höhere Tubulidichte auf als Dentin an der Schmelz-Zement-Grenze mit 20000 Tubuli pro  $\text{cm}^2$  (Gwinnett, 1994). Die Tubuli werden von bis zu 500  $\mu\text{m}$  langen Odontoblastenfortsätzen mit Seitenästen durchzogen, welche die physiologische Unterhaltung der Tubuli auch nach der Dentinogenese sicherstellen (Janda, 1988). Eine Kommunikation der Odontoblastenfortsätze wird über 0,35-0,6  $\mu\text{m}$  dicke Mikrovilli, die weit in das intertubuläre Dentin hineinreichen, gewährleistet (Schröder 1992). Odontoblasten selbst besitzen die Fähigkeit zeitlebens Dentin bilden zu können, was im Verlauf des Lebens zunehmend physiologische und pathologische Veränderungen der Tubuli zur Folge hat. Der periodontoblastische Raum im Tubulus ist mit Dentinliquor, einer in der Pulpa gebildete extrazelluläre Flüssigkeit, mit einem Gewebeinnendruck von 30 cm  $\text{H}_2\text{O}$  gefüllt. Der Liquor ist für die hydrophile Eigenschaft des Dentins verantwortlich. Bei traumatischer und iatrogenen Eröffnung der Kanälchen eines vitalen Zahnes kommt es zum Austritt des Plasmaexsudates (Schröder, 1992; Haller et al., 1992a; Van Meerbeek et al., 1992). Die Lumina der Dentintubuli werden von einer ca. 1-1,5  $\mu\text{m}$  Schicht aus hypermineralisierten Dentin umgeben (Pashley, 1991). Dieses kollagenarme peritubuläre Dentin ist sehr stark und homogen mineralisiert. Dem gegenüber steht das intertubuläre Dentin, welches zwischen den Tubuli liegt und den größten Anteil ausmacht. Diese Dentinstruktur ist schwächer mineralisiert und aus einem großen Anteil (50 Vol.-%) kollagenem Flechtwerk mit integriertem anorganischem kristallinem Material bestehend (Schröder, 1992; Pashley, 1991a). Im Dentin lassen sich von der Pulpa ausgehend verschiedene Zonen abgrenzen. Im Bereich der Grenzfläche zur Pulpa erstreckt sich nicht vollständig ausgereiftes, hypomineralisiertes, mit Odontoblastenfortsätzen durchzogenes Prädentin bestehend aus Kollagen Typ I, Glykoproteinen und Glykosaminoglykanen (Hellwig et al., 2009). Es folgt nach außen das Zwischendentin, welches auch als Zone der Mineralisation bezeichnet wird, gefolgt vom zirkumpulpaalen Dentin. Diese Struktur zeigt aufgrund zyklischer Mineralisationsvorgängen hypomineralisierte Bereiche, die durch die Ruhephasen

der hier in geringerer Anzahl vorkommenden Odontoblastenfortsätze zustande kommen. Histologisch werden dadurch typische Zeichnungen im Dentin sichtbar, was als Ebner-Linien (Wachstumslinien) bezeichnet wird (Hellwig et al., 2009). Das Manteldentin repräsentiert eine ca. 30 µm dicke periphere Schicht zur Schmelz-Dentin- bzw. Zement-Dentin-Grenze. Es zeichnet sich durch zahlreiche Dentinkanälchen mit Endverzweigungen der Odontoblastenfortsätze aus. Außerdem besitzt es ein gröberes Kollagenfasernetzwerk (Schröder, 1992) mit einer Ausrichtung senkrecht zur Schmelz-Dentin-Grenze und ist zudem schwächer mineralisiert als das zirkumpulpale Dentin. Dentin wird während der gesamten Lebensdauer eines Zahnes gebildet, unterliegt aber während dessen ausgeprägten strukturellen Veränderungen, z.B. der Sklerosierung der Dentintubuli, die mit zunehmendem Alter oder als Abwehrmechanismus auf physikalische, chemische oder pathologische Gründen (Bakterien) stattfinden. Diese Anpassungsvorgänge führen zu einer Verdickung des peritubulären Dentins bis hin zu seiner vollständigen Obliteration und vermindern folglich die Permeabilität erheblich (Pashley und Pashley, 1991; Marshall, 1993). Die Dentinkanälchen werden dabei von den Odontoblastenfortsätzen mit sehr groben Calciumphosphatkristallen gefüllt.

## **1.2 Adhäsiver Verbund an der Zahnhartsubstanz**

Das gesteigerte ästhetische Bewusstsein und der damit verbundene Wunsch nach zahnfarbenen Restaurationen im Front- wie auch im kaulasttragenden Seitenzahnbereich führte neben der Entwicklung der Komposite auch zur Entwicklung geeigneter Adhäsivsysteme. Den Adhäsiven wird dabei die Verantwortung zugesprochen, eine Haftung zwischen zwei Grenzflächen, dem hydrophilen Dentin und dem hydrophoben Komposit, zu erzeugen. Ohne Vorbehandlung der Kavität wird eine gute Adaptation an die Zahnhartsubstanz neben dem ungünstigen Wärmeausdehnungskoeffizienten vor allem aber durch die Polymerisationsschrumpfung der Komposite verhindert, was eine klebende Verankerung zwingend notwendig macht (Frankenberger 2010).

### **1.2.1 Mechanismen der Haftung an den Zahnhartsubstanzen**

Den Grundstein jeglicher Adhäsion zwischen Zahnhartsubstanz und mikromechanisch verankerten Füllmaterialien wurde bereits 1955 durch Buonocore und seiner beschriebenen Säure-Ätz-Technik gelegt (Buonocore, 1955). Dennoch stellte der Verbund zwischen Dentin und Komposit eine Indikationseinschränkung dar. So gelang es auch wieder Buonocore (1956) als einem der ersten, wenn auch mit geringem Erfolg, eine Haftung von Kunststoffen am Dentin, indem er dieses wie Schmelz konditionierte. Um die klinischen Erfolge zu verbessern, wurden die Technik

und die Anzahl der Komponenten modifiziert sowie verschiedene Substanzen zugesetzt. Neben den mechanischen Retentionsmöglichkeiten werden auch chemische Haftungsmechanismen diskutiert. Generell lässt die chemische und strukturelle Zusammensetzung des Dentins eine mikroretentive Haftung eines hydrophoben Komposits nicht zu. Um die mikromechanische Verankerung zwischen beiden Medien schematisch darzustellen, betrachtet man den Aufbau eines Adhäsivs: M-R-X. Dabei steht M für die Methacrylatgruppe, R als Distanzhalter und X für eine funktionelle Gruppe, die mit dem Dentin reagieren soll. Duncanson et al. (1986) beschreiben, dass nach Polymerisation die Doppelbindungen der Methacrylate kovalente Bindungen mit dem Komposit eingehen. Der Distanzhalter dient der Vermeidung von Interferenzen. Die funktionelle Gruppe kann einerseits mit den Kalziumionen des Hydroxylapatits im Dentin reagieren, andererseits aber auch mit den Amino- bzw. Hydroxylgruppen der organischen Komponenten wie dem Kollagen (Hellwig et al., 2009).

### **1.2.2 Hürden beim Verbund mit Dentin**

Bei mechanisch-traumatischer Bearbeitung des Dentins durch rotierende Schleifinstrumente entsteht auf der Zahnoberfläche eine Schmierschicht (engl. smear layer) (Jones und Leaver, 1974; Ghazali 2003; Chiodera et al. 2012). Die Dicke der Schicht schwankt nach Brännström (1984) zwischen 1-5  $\mu\text{m}$  und ist von den verwendeten Schleifkörpern und dessen Schärfe, der Umdrehungszahl, dem Anpressdruck sowie der Wasserkühlung abhängig (Pashley et al.; 1988a Pinzon et al., 2013). Diese Schmierschicht setzt sich aus einer festen Phase aus anorganischen Anteilen, wie Dentin- und Schmelzpartikeln, und aus organischen Komponenten, bestehend aus denaturierten Kollagen- und Hydroxylapatittrümmern sowie Blutrückständen und Mikroorganismen vermischt mit Speichel zusammen (Pashley, 1989, Eick et al., 1991, Koppolu, 2012). Durch in die Dentinkanälchen eingepresstes Schmierschichtmaterial, den so genannten smear plugs, werden diese verschlossen und der Flüssigkeitsausstrom aus den Dentintubuli deutlich vermindert. Es resultiert eine Minderung der Permeabilität um 35%, wodurch zum einen die Besiedlung der Tubuli mit Mikroorganismen erschwert, zum anderen der intrinsische Flüssigkeitsstrom in den Dentintubuli reduziert wird (Vojinovic et al. 1973, Malekipour 2013). Die Schmierschicht ist trotz dieser Funktion weiterhin permeabel für bakterielle Stoffwechselprodukte und Mikroorganismen, die in der Lage sind, sich weiterhin zu vermehren und im Bereich der Pulpa Entzündungsreaktionen hervorrufen können (Bergenholtz und Reit, 1980, Brännström, 1984).

### 1.3 Einteilung der Adhäsivsysteme

Die Einteilung nach dem Zeitpunkt der Markteinführung führte zu der noch vor kurzem gängigen chronologischen Einteilung der Adhäsive nach Generationen (Schäfer, 1999 a, b, c). Diese Klassifikation bezeichnete Frankenberger (2008) als nicht mehr zeitgemäß. Stattdessen wird heute eine funktionelle Einteilung nach Art der Konditionierung und Anzahl der Arbeitsschritte bevorzugt (Haller und Blunck, 2003; Frankenberger, 2010). Prinzipiell können die auf dem Markt erhältlichen Adhäsivsysteme in selective-etching, Etch-and-Rinse- und Self-Etch-Adhäsive eingeteilt werden. Die Konditionierung und die Applikation von Primer und Adhäsiv erfolgen in mehreren, bis zu vier, voneinander getrennten Schritten.

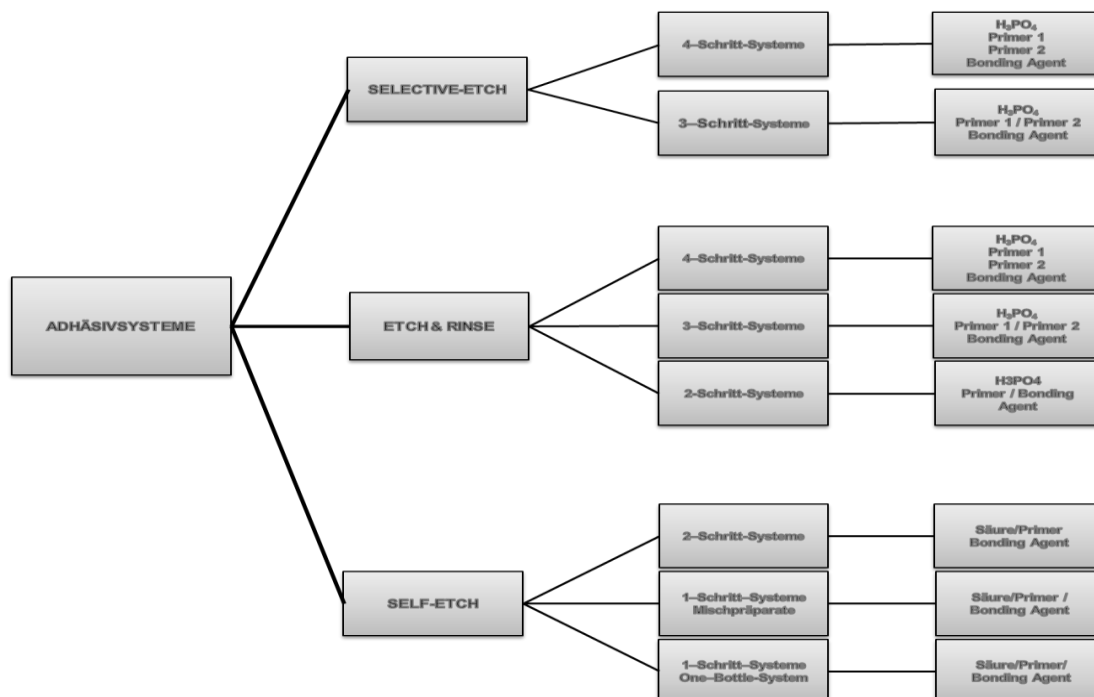


Abb. 1: Klassifikation der Adhäsivsysteme (nach Frankenberger)

### 1.4 Adhäsiver Verbund am Dentin durch Etch-and-Rinse Technik

Pioch et al. (1998) beschreiben Adhäsive als Haftvermittler, die eine Bindung einerseits mit der hydrophilen Zahnhartsubstanz, andererseits mit dem hydrophoben Füllungsmaterial eingehen können. Sie haben somit nicht nur die Funktion als reine Verbundstoffe, sondern imprägnieren die feuchte Dentinoberfläche, um sie für Komposite benetzbar zu machen. Erste akzeptable klinische Ergebnisse wurden durch die vollständige Entfernung der Schmierschicht durch die Etch-and-Rinse Technik erzielt (Van Meerbeek et al. 2003). Sie basiert auf einem simultanen Konditionieren von Schmelz und Dentin mit Phosphorsäure und einer praktizierten Einwirkdauer am Schmelz von 30 s und 15 s am Dentin (Hellwig et al., 2009).

#### **1.4.1 Konditionierung der Oberfläche mit Phosphorsäure**

Die bereits oben beschriebene präparationsbedingte Schmierschicht (smear layer) auf Dentin gilt als eine der wichtigsten limitierenden Faktoren für die Adhäsion von Kunststoffen (Lutz et al., 1993; Haller et al., 1993; Van Meerbeek et al., 2003). Bei der Etch-and-Rinse Technik wird diese durch eine chemische Vorbehandlung (Konditionierung) des Dentins mit Phosphorsäure, in Abhängigkeit von der Zusammensetzung, Konzentration und Einwirkdauer der Säure, eliminiert oder modifiziert (Berry et al., 1987; Pashley, 2003). Bowen beschreibt bereits 1978 Dentinkonditionierer als hydrophile, wässrige Lösungen, die nach Applikation und kurzer Einwirkzeit durch Wasserspray wieder entfernt werden. Sie enthalten anorganische oder organische Säuren (Phosphorsäure 10-40 %, Maleinsäure 10 %, Salpetersäure 2,5-4 % oder Zitronensäure 10 %), denen Aminosäuren, saure Metallsalzlösungen oder Chelatbildner beigemischt sein können (Van Meerbeek et al. 1992; Johnson et al. 1991). Die Säure dringt bevorzugt entlang der durch Konditionierung eröffneten Dentintubuli in die Tiefe. Der durchschnittliche irreversible Verlust an Dentin beträgt dabei in Relation zur Säurekonzentration und Ätzdauer ca. 10 µm, während die Tiefe der Kollagenfreilegung mit etwa 20 µm beschrieben wird (Pashley, 1992; Frankenberger, 2013). Eine übermäßige Dentinkonditionierung birgt die Gefahr, dass das Kollagen auch in tieferen Schichten freigelegt wird, in deren Bereichen es möglicherweise im nächsten Arbeitsschritt nicht vollständig von den Komponenten des Adhäsiv-Systems penetriert werden kann (Pioch et al., 1998, Frankenberger et al., 2001). Der Ätzvorgang wird durch Absprayen mit Wasser beendet und Trocknung der Kavität beendet. Übermäßiges Trocknen entzieht dem instabilen Kollagengeflecht Feuchtigkeit, was zu einer Denaturierung oder zum Kollabieren des Kollagens führen kann. Demzufolge wird die Penetration durch das Adhäsiv ebenfalls negativ beeinflusst. Um eine verminderte oder ausbleibende Penetration in interfibrilläre Räume zu vermeiden, wird sichtbar Flüssigkeit auf der Dentinoberfläche belassen (wet oder moist bonding) (Kanca, 1991; Kanca, 1992; Kanca, 1996). Das Bestreben, eine ausreichende Oberflächenfeuchtigkeit zu erlangen, stellt gleichermaßen das Risiko von Wasseransammlung in der Kavität dar. Unter zu feuchten Bedingungen führt das verbleibende Wasser in der Kavität zu einer Phasentrennung der hydrophilen und hydrophoben Komponenten des Adhäsivs, wodurch der Verbund zwischen Dentin und Adhäsiv stark reduziert wird (Ikeda et al., 2005).

#### **1.4.2 Priming des Kollagenetzwerkes**

Primer besitzen im Hinblick auf ihre Funktion immer ein amphiphiles Molekül, das sowohl ein hydrophiles Ende besitzt, um in das feuchte Kollagengeflecht



einzudringen, als auch ein hydrophobes Ende, um mit den anderen Monomeren der Adhäsive zu polymerisieren. Ihnen steht im Wesentlichen die Aufgabe zu, Wasser zu verdrängen und freigelegtes Kollagen zu durchdringen und aufzurichten, um dadurch letztendlich das hydrophile Dentin für das hydrophobe Adhäsiv besser penetrierbar und benetzbar zu machen (Haller, 1992; Frankenberger, 2013). Primer bestehen aus in Wasser, Ethanol oder Aceton gelösten Monomeren oder deren Gemischen, die nach Verdunsten des Lösungsmittels auf der Dentinoberfläche verbleiben. Primer, die auf einem aceton- oder ethanolhaltigen Lösungsmittel basieren, reagieren sehr empfindlich und funktionieren nur mit feuchtem Dentin als Bindungspartner. Der Acetonanteil verflüchtigt sich rasch und verändert dadurch die Oberflächenspannung des Wassers. Daher ist ein re-wetting der Dentinoberfläche notwendig, um eine adäquate Penetration der amphiphilen Monomere zu gewährleisten (Frankenberger, 2010). Wasserbasierte Haftvermittler besitzen einerseits die Fähigkeit kollabiertes Kollagen wieder aufzurichten, andererseits benötigen sie eine lange Zeit für die Verflüchtigung des Wassers (Tay et al., 1997). Durch das im Lösungsmittel enthaltene Wasser wird eine ausreichende Rehydrierung erreicht, sodass der Schritt des re-wettings entfällt (Frankenberger, 2010). Einige Studien beweisen, dass ethanol- sowie acetonhaltige Primer signifikant weniger Wirkung auf getrocknetem Dentin zeigen (Kanca, 1992; Kanca, 1991; Kanca, 1996; Perdigao et al., 2000; Walter et al., 2009). Durch ihren hydrophoben Charakter und ihrer Flüchtigkeit begünstigen die Lösungsmittel eine optimale Ausbreitung der Monomere auf der feuchten Dentinoberfläche (Van Meerbeek et al., 1994; Lohbauer et al. 2008). Um die niedrigviskösen Eigenschaften zu erhalten und eine optimale Diffusion in das modifizierte Dentin sicherzustellen, liegen die Monomergemische in gelöster Form vor (Eick et al., 1997). Verdunstet das Lösungsmittel, entsteht eine oberflächlich haftende dünne Monomerschicht. Zu den am häufigsten verwendeten funktionellen Primer-Monomeren zählt das hydrophile 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), das sich durch gute Penetrationseigenschaften und eine positive Expansionsunterstützung für das Kollagen auszeichnet (Nakabayashi und Takaranda, 1992; Haller, 1994; Pashley et al.; 1994). Durch den Gehalt an sauren Monomergruppen wird ein Vorgang ähnlich wie bei Dentinkonditionierern, nur weniger aggressiv, in Gang gesetzt und dadurch der smear layer partiell oder total in Lösung gebracht. Besonders wirkungsvoll zeigen sich Maleinsäure- und Phosphorsäure-Methacrylat-Kombinationen, welche das Dentin demineralisieren, die Aminogruppen im Kollagen freilegen, affin zu Calcium- und Hydroxylionen wirken sowie mit HEMA reagieren. Die wasserlöslichen Methacrylate bewirken am Dentin eine Änderung des hydrophilen in den hydrophoben Zustand, wodurch im folgenden

Schritt eine Co-Polymerisation mit dem Adhäsiv eingegangen werden kann (Haller, 1992a; Van Meerbeek et al., 1992).

#### **1.4.3 Stabilisierung durch Adhäsiv**

Während Konditionierer und Primer der Modifikation von Schmelz und Dentin dienen, stellt das hydrophobe Adhäsiv den eigentlichen Haftvermittler zwischen Dentin und Komposit dar. Es finden vornehmlich gut vernetzte längere Monomere wie z. B. Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA), Urethandimethacrylat (UDMA) und ähnlich wie bei Primern kurzkettige Verdünnermonomere wie HEMA und Polyethylenglycoldimethacrylat (PEG-DMA), um die Benetzbarkeit des Dentins zu erhöhen (Erickson, 1992). Ungefüllte niedrigvisköse Dimethacrylate sind für die Co-Polymerisation mit den Kompositen verantwortlich. Um das Kollagenetzwerk stabil zu halten, kann Glutaraldehyd beigemischt sein. Als Lösungsmittel dienen Wasser, Aceton und Alkohol sowie Füllstoffe und Fluoride als Additive (Hellwig et al., 2009). Eine vollständige Penetration des Adhäsivs in vorbehandelte Dentinstrukturen ist erst nach 20 s Einwirkzeit gegeben. Die anschließende Polymerisationsreaktion schließt dann den suffizienten Haftungsmechanismus ab (Dickinson et al. 1991; Erickson, 1992; Haller, 1992). Die vollständige Polymerisation kann durch übermäßiges Verblasen des Adhäsivs über Sauerstoffanreicherung und Ausdünnung der Adhäsivschicht gefährdet werden (Causton et al., 1989; Erickson, 1992). Die Funktion von Primern und Adhäsiven werden bei den sogenannten Einkomponenten-Haftvermittlersystemen zusammengefasst. Diese Primer-Adhäsive enthalten hydrophile und hydrophobe Bestandteile und sollen eine Verkürzung und Vereinfachung der Verarbeitung realisieren (Haller et al., 1999).

Die Etch-and-Rinse Technik auf Dentin kann nach der Anzahl ihrer Arbeitsschritte unterschieden werden. Sie umfassen vier-, drei- bzw. zwei-Schritt-Verfahren. Vier-Schritt-etch-and-rinse-Adhäsive korrelieren in ihrer Verarbeitung mit den vier-Schritt-selective-etch-Adhäsiven, nur dass im ersten Schritt die ganze Kavität anstatt lediglich Schmelz geätzt wird. Nach der Kavitätenmodifikation werden bei der drei-Schritt-Technik Primer und Adhäsiv getrennt voneinander appliziert. Bei zwei-Schritt-Etch-and-Rinse-Adhäsiven wird die Kavität mit einer Flüssigkeit, bestehend aus saurer Monomer-Mischung des Primers und dem Bonder, versiegelt (Haller et al., 2003). Diese vereinfachten Adhäsive sind einerseits benutzerfreundlich, erzielen andererseits im Vergleich mit dem Goldstandard der drei-Schritt-Etch-and-Rinse-Adhäsive eher schlechtere Ergebnisse (Van Meerbeek et al., 2005; Mine et al., 2008). Aufgrund ihres hohen Anteils an Lösungsmittel und ihrer Hydrophilie neigen

sie dazu Wasser aufzunehmen, was letztlich zu einer Haftungsdegradation führt (De Munck et al., 2005; Breschi et al., 2008).

### **1.5. Adhäsiver Verbund am Dentin durch Self-Etch-Technik**

Die Self-Etch-Adhäsive zeichnen sich dadurch aus, dass kein separates Ätzen der Zahnhartsubstanzen mehr notwendig ist, da sie saure Monomere enthalten, die auf der Zahnhartsubstanz simultan als Konditionierer sowie Primer wirken. Im Allgemeinen werden hier HEMA oder 4-Meta-veresterte Phosphorsäuren verwendet, die im Kontakt mit Wasser Protonen abgeben und dadurch den Ätzprozess initiieren. Die darin ebenfalls enthaltenen Methacrylatgruppen werden zur Bindung des Adhäsivs genutzt (HeraeusKulzer GmbH). Die Schmierschicht wird durch saure Primer angelöst und strukturell verändert sowie in den Verbund mit integriert. Diese sauren Monomer-Mischungen inaktivieren die alkalischen Initiatorsysteme von chemisch- und dualhärtenden Kompositen (Sanares et al., 2001). Das Kollagen unterliegt bei den Self-Etch-Systemen nicht mehr ungeschützt dem Konditionierungsprozess, da zeitgleich die Monomere die freigelegten Fasern infiltrieren. Die Dentin-Adhäsiv-Verbundschicht wird also im hohen Maße davon beeinflusst, wie deren funktionelle Monomere mit dem Zahnsubstrat interagiert. Teilweise abhängig vom pH-Wert der selbstätzenden Lösungen lässt sich die Einwirktiefe der Self-Etch-Adhäsive nach Nanometern klassifizieren. Ultramilde Self-Etch-Systeme ( $\text{pH} > 2,5$ ) weisen eine Eindringtiefe von wenigen hundert Nanometern, milde Self-Etch-Systeme ( $\text{pH} \text{ ca. } 2$ ) von  $1 \mu\text{m}$ , mittelstarke Self-Etch-Systeme ( $\text{pH} 1-2$ ) von  $1-2 \mu\text{m}$  und starke Self-Etch-Systeme ( $\text{pH} \leq 1$ ) von mehreren Mikrometern auf (Meyer-Lückel et al., 2012). Um optimale Konditionierungsergebnisse ähnlich denen der Etch-and-Rinse-Technik zu erreichen, sollte ein Self-Etch-System so sauer wie möglich sein ( $\text{pH} 1$ ). Während des Ätzvorgangs steigt sukzessive der pH-Wert sowie die gelösten Kalziumphosphate. Diese werden nicht abgespült, sondern in die Hybridschicht eingearbeitet, was eine erhebliche Dekalzifizierung des Dentins zur Folge hat. Die Kalziumphosphate sind nicht sehr hydrolysebeständig, wodurch ihre reduzierte Bindung am Dentin erklärt werden kann (Meyer-Lückel et al., 2012). Um einen langfristigen Hydrolyseschutz des freigelegten Kollagennetzwerkes zu gewährleisten, sollten die selbstkonditionierenden Adhäsivsysteme so mild wie möglich sein, um das Dentin nur partiell zu demineralisieren (Ernst, 2005). Der stabile chemische Verbund des funktionellen Monomers mit dem Hydroxylapatit ist mit einer eingeschränkten Dekalzifizierung verknüpft. So wird das empfindliche Kollagen durch Hydroxylapatit geschützt, was eine uneingeschränkte Verbindung mit dem funktionellen Monomer ermöglicht (Yoshida 2004; Meyer-Lückel et al., 2012).

Säurehaltige Konditionierer können mit dem Adhäsiv verbunden werden. Dadurch entfällt ein, bei den all-in-one-Systemen sogar zwei, Arbeitsschritte (Haller et al., 2003). Self-Etch-Adhäsive können ebenfalls nach Arbeitsschritten unterteilt werden. Bei Zwei-Schritt-self-etch-Adhäsiven wird im ersten Schritt eine saure etch-Primer-Komponente auf die gesamte Kavität appliziert. Im Folgenden wird ein relativ hydrophobes Bonding aufgetragen, was dafür verantwortlich ist, dass die Effektivität dieser Adhäsive bezüglich der Dentinhaftung als sehr gut einzuordnen ist (Frankenberger, 2010). Ein-Schritt-self-etch-Adhäsive werden in Misch- und Ein-Flaschen-Präparate unterschieden. Erstere werden vor Applikation aus mehreren Komponenten (Etchant, Primer, Bond) zu einer Flüssigkeit angemischt. Letztere, auch als all-in-one-Präparate bezeichnet, bestehen aus einer einzigen gebrauchsfertigen Flüssigkeit. Diese übernimmt in nur einem Schritt das Konditionieren, Primen und Bonden der Zahnhartsubstanzen. Tay et al. zeigten in ihrer Studie, dass bei all-in-one-Adhäsiven die Dentinhaftung durch die Zeit zwischen den Polymerisationsprozess des Komposits und der Zeit der Polymerisation des Adhäsivs gleichfalls beeinflusst werden kann (Tay et al., 2001).

#### **1.6 Etch-and-Rinse-Technik vs. Self-Etch-Technik**

Ein Vorteil der Etch-and-Rinse Technik ist eindeutig die Eliminierung des smear layers, wodurch eine komplette Eliminierung der gelösten anorganischen Komponenten optimale Retention des Bondings zum Dentin gewährleistet wird (Frankenberger, 2009). Mit der Entwicklung der Self-Etch-Adhäsive wurde versucht, der höheren Techniksensitivität der

Etch-and-Rinse-Systeme entgegenzutreten sowie eine verkürzte Anwendungszeit und einfachere Verarbeitung zu erzielen (Türkün, 2003; Burke, 2004). Ebenfalls werden durch die Self-Etch-Systeme die Gefahren des Übersäuerns der Zahnhartsubstanzen durch Phosphorsäure und die damit verbundene Schädigung der Pulpa-Dentin-Einheit verhindert. Auch wird das Kollabieren des empfindlichen Kollagenfasengerüsts durch übermäßiges Trocknen nach Ätzen umgangen. Durch simultanes Ätzen und Primen entspricht die Penetrationstiefe der Monomere genau der Ätztiefe (Breschi et al., 2006; Perdigão, 2002, Van Meerbeek et al., 2003). Vergleicht man die zwei-Schritt- mit den ein-Schritt-self-etch-Adhäsiven enthalten diese ein hydrophobes Bonding, wodurch sie eine wesentlich bessere Fähigkeit zur Dentinversiegelung aufweisen (Frankenberger et al., 2005, Frankenberger, 2009).

Eine weitere Gemeinsamkeit der beiden Adhäsivsysteme ist die Gefahr des Nanoleakage. Das eigentliche Bonding oder Adhäsiv sollte in der Lage sein, die penetrierten Hohlräume im Dentin vollständig auszufüllen. Idealerweise sollten

Primer und Adhäsiv das Kollagen so tief infiltrieren, wie dies zuvor durch Konditionierung freigeätzt wurde. Ist dies nicht der Fall, spricht man von dem Begriff des Nanoleakage, welcher von Sano et al. (1995) eingeführt wurde, um eine bestimmte Form von Undichtigkeiten am dentinbegrenzten Restaurationsrand zu kennzeichnen. Das Nanoleakage ermöglicht im Bereich der Hybridschicht ein Eindringen von pulpaler oder oraler Flüssigkeit zwischen Dentin und Adhäsivmaterial (Piöch, 2000). Bakterielle Stoffwechselprodukte sowie Wasser können ebenfalls durch diese interfibrilläre Spalten die Hybridschicht infiltrieren und postoperative Hypersensitivitäten verursachen (Van Meerbeek et al., 2003). Insbesondere tritt der Effekt vermehrt bei den Ein-Schritt-self-etch-Adhäsiven auf. Nanoleakage kann durch mehrmalige Applikation verringert werden (Frankenberger et al., 2001). Eine große Anzahl der Zwei-Schritt-self-etch-Adhäsive enthalten zu wenig Wasser und sind dadurch erst nach mehrmaliger Applikation in der Lage, das Kollagengerüst zu stabilisieren, was wiederum die Anzahl der Anwendungsschritte erhöht.

Ein weiterer Einflussfaktor für den erfolgreichen Verbund der beiden Grenzstoffe ist die Penetrationsfähigkeit des Primers, die vom verwendeten Lösungsmittel abhängt. Vergleicht man alle Adhäsivsysteme, so zeigen Etch-and-Rinse-Systeme in zahlreichen Studien bessere klinische Ergebnisse auf als Self-Etch-Adhäsive (Frankenberger et al., 2005; Goracci et al., 2004). So ergaben In-vitro-Randschlussuntersuchungen am Dentin von Klasse II-Kavitäten zwar keine signifikanten Unterschiede zwischen Etch-and-Rinse-Systemen (62-70% perfekter Rand) und Self-Etch-Systemen (ca. 63% perfekter Rand), aber die All-in-One Präparate wiesen einen wesentlich schlechteren Randschluss (40%) auf (Frankenberger und Tay, 2005). Eine Auswertung von 115 Literaturquellen unterlegt, dass auch nach Alterung Drei-Schritt-etch-and-rinse-Systemen sowie bei Zwei-Schritt-self-etch-Systemen höhere und dauerhaftere Stabilität des Haftverbundes als All-in-One-Systeme zeigen (Breschi et al., 2007). In zahlreichen anderen Studien zu Scherkraftwerten, Zughaftung, Mikrozughaftung und Randanalysen wird gezeigt, dass Mehrschritt-Adhäsive auch heute noch allen vereinfachten Systemen in Bezug auf die klinischen Retentionsraten, überlegen sind (Frankenberger, 2006; Frankenberger et al. 1999, 2005; Goracci et al., 2004, Inoue et al., 2001). Peumans et al. werteten 85 publizierte Studien zur Versorgung von nicht kariösen Klasse-V-Läsionen von den Jahren 1998 bis 2004 aus und belegten ebenfalls, dass All-in-One-Adhäsive oft ineffizient im Hinblick auf das klinische Haftverhalten waren. Drei-Schritt-etch-and-rinse-sowie die zwei-Schritt-self-etch-Systeme ergaben gute klinische und zuverlässige Werte, während die zwei-Schritt-self-etch-Systeme niedrigere Ergebnisse erzielten (Peumans et al., 2005). Obwohl die Self-Etch-

Systeme weniger zeit- und techniksensitiv sowie weniger behandlerabhängig sind, stellte Frankenberger (2006) im Vergleich von Mehrflaschen- zu All-in-One-Präparaten eine maximale Zeitersparnis von 50 Sekunden fest. In Anbetracht des Aufwandes für Präparation und Exkavation sowie der unterschiedlichen Effektivität der unterschiedlichen Systeme fällt die Reduktion der Verarbeitungszeit kaum ins Gewicht. Vielmehr zeigen die aufwendigen Mehrflaschensysteme nicht immer klare Vorteile in der Stabilität des Haftverbundes zwischen Dentin und Komposit (De Munck und Van Meerbeek et al., 2003; Frankenberger und Strobel et al. 2004; Nikolaenko et al. 2004; Frankenberger und Tay 2005).

### **1.7 Mikromechanische Haftung**

Die mikromechanische Haftung eines Komposits am Dentin beruht im Wesentlichen auf drei Mechanismen (Lutz et al.; 1993):

#### **1. Mikroretention**

Diesem Mechanismus wird der größte Stellenwert in der Dentinhaftung beigemessen und beruht auf dem effizienten Ausfüllen von Mikroporositäten (Gwinnett, 1994a; Tay et al.; 1996; Gwinnett et al., 1996; Kanca, 1997; Frankenberger, 2010). Die Säure-Ätztechnik bedient sich der Oberflächenveränderung der Zahnhartsubstanzen, wodurch eine energiereiche Oberfläche entsteht, welche Mikroretentionen für ein niedrigvisköses Bonding bereitstellt und um nach Polymerisation einen mikromechanischen Haftkomplex entstehen lässt. Peri- und intertubuläres Dentin wird durch Konditionier- oder selbstkonditionierende Primer unterschiedlich stark demineralisiert, sodass in Höhe der Demineralisationsfront partiell gelöste Hydroxylapatitkristalle am Kollagen haften bleiben und es zur Bildung von Poren kommt (Nakabayashi et al., 1992; Van Meerbeek et al., 1993). Ihre Größe beträgt intertubulär etwa 0,05 bis 0,1  $\mu\text{m}$ , peritubulär 1 bis 3  $\mu\text{m}$ . Monomere füllen oder umfließen diese Poren der so gebildeten mikroretentiven Räume und folglich entsteht eine Verzahnung mit dem Dentin im Sinne einer mikromechanischen Verankerung (Pashley, 1992).

#### **2. Hybridschicht**

Das vom Primer penetrierte Kollagennetzwerk erzeugt nach Polymerisation der Methacrylate synthetische Netzwerke und stellt somit den Verbund der Materialien über die so genannte Hybridschicht her (Nakabayashi et al., 1991, Lutz et al. 1993). Sie enthält durch den Ätzvorgang gelöste Bestandteile der Schmierschicht und repräzipitierte Mineralbestandteile, Kollagenfasern sowie Primer. Idealerweise soll der Primer die Tubuli als auch die komplette konditionierte Dentinschicht infiltrieren, sodass die biostabile Hybridschicht auf Dentinflächen senkrecht zum Verlauf der

Dentintubuli eine Stärke von bis zu 10 µm erreicht. Parallel zu den Tubuliverlauf werden Schichtstärken von 2-5 µm gemessen (Harnirattisai et al.; 1992 Nakabayashi et al., 1992; Watson et al., 1992). Eine übermäßige Dentinkonditionierung kann zu einer Denaturierung des Kollagens oder zum Kollabieren des Kollagenfasernetzes führen. Demzufolge wird die Penetration durch das Adhäsiv negativ beeinflusst. Nicht von Monomer penetriertes Kollagen quillt unter Wasseraufnahme und kann sich nicht in die Hybridschicht integrieren (Fukushima et al., 1990; Erickson 1992; Pashley et al. 1993). Werden hingegen hydrophile Monomere mit guten Penetrationseigenschaften angewandt (HEMA), ist der Kollaps des Kollagens weitestgehend reversibel (Nakabayashi et al., 1992; Eick et al. 1993; Watanabe et al. 1993; Pashley et al. 1994; Mizuno et al. 1994). Durch behutsames Trocknen der Dentinoberfläche erreicht man eine optimalere Verteilung des hydrophilen HEMA und verhindert gleichzeitig ein Kollabieren der Kollagenfasern (Gwinnett, 1992; Kanca 1992; Swift et al. 1995). Gwinnett et al. (1996) konnten zeigen, dass nicht die Breite der Hybridschicht entscheidend für eine hohe Retention zwischen Komposit und Dentin ist, sondern die vollständige Kunststoffinfiltration des Dentins (Erickson, 1992; Gwinnett 1994c).

### 3. Tags

Durch Konditionierung des Dentins wird der smear layer entfernt, die Dentintubuli geöffnet und das Kollagen freigelegt. Die Monomere des Adhäsivs können in die demineralisierten, von Primer benetzten, trichterförmigen und erweiterten Dentinkanälchen penetrieren (Pashley et al., 1993). Die im Tubulussystem polymerisierten Monomere bilden schlauchförmige intratubuläre Zapfen, die als Tags bezeichnet werden und für eine Stabilisierung der Hybridschicht sowie der Versiegelung der Dentinoberfläche sorgen (Swift et al., 1995). Obwohl die Schicht der Kunststofftags bis zu 50 µm in die Dentinkanälchen hineinreichen und durch Verzweigungen in Tubulianastomosen die Haftung verbessert (Chapell et al. 1994), tragen sie mit nur maximal 6 MPa geringfügig zur Dentinhaftung bei (Prati et al.; 1990; Pashley 1992). Wohl sind hierfür die elastische Auskleidung der Tubuluswand mit Kollagen, eine mäßige Polymerisation aufgrund der Liquorflüssigkeit sowie die inhomogene und teilweise hohle Struktur der Tags infolge einer Vermischung von Liquor und Monomeren ausschlaggebend. Nicht zu vernachlässigen ist auch eine inkomplette Wandständigkeit aufgrund von Polymerisationsschrumpfungen (Nakabayashi; 1985; Prati et al.; 1990; Pashley et al.; 1991, Harnirattisai et al.; 1992; Fröhlich et al.; 1996).

## 1.8 Komposite

Komposite (lat. componere; zusammenfügen) definiert dem Wortsinn nach als eine Kombination aus mindestens zwei Werkstoffen unterschiedlicher chemischer Eigenschaften. In der Zahnmedizin werden unter Kompositen zahnfarbene, plastische Füllungswerkstoffe verstanden, welche chemisch oder unter Energiezufuhr aushärten. Die drei Hauptbestandteile der Komposite sind: die organische Phase (Matrix), die disperse anorganische Phase mit Füllstoffen und die Verbundphase aus Silanen, die dem Zusammenhalt der organischen und anorganischen Füllstoffe dient (Lutz et al, 1983; Roulet, 1987; Ruyter 1988).

### 1.8.1 Organische Phase

Die organische Matrix besteht aus hochmolekularen Monomeren sowie Comonomeren mit einer, zwei oder drei endständigen Doppelbindungen (Mono-, Di- und Trimethacrylate) sowie Additiva, wie Initiatoren, Akzeleratoren, Inhibitoren und Fotostabilisatoren (Janda 1988a). Zu den heute noch relevanten aromatischen Monomeren gehört das Dimethacrylat in Form von Bisphenol-A-Glycidyl-Methacrylat (Bis-GMA; 2,2-Bis[4(3'-methacryloyl-oxy-2'-hydroxypropoxy)-phenyl]propan), das nach seinem Entwickler auch als BOWEN-Monomer bezeichnet wird, das Urethandimethacrylat (UDMA; 7,7,9-Trimethyl-4.13-dioxo-3.14-dioxo-5.12-diazahexadecan-1.16-dioxy-dimethacrylat) sowie das Trithylenglycol-Dimethacrylat (TEG-DMA). Bisphenol A und das Glycidylmethacrylat (GMA) bilden die Basis für Bis-GMA. GMA enthält eine Epoxidgruppe und einen Methacrylatrest (Doppelbindung). Epoxid ist ein zyklischer Ester, in dem Sauerstoff in einem Dreiring vorliegt. Aufgrund der Ringspannung weisen die Methacrylsäureester eine verhältnismäßig hohe Reaktivität auf und können während einer Additionsreaktion die Verbindung zu einer OH- Gruppe des Bisphenols eingehen (Bowen, 1979; Janda, 1988a). Die Methacrylatgruppen mit ihren reaktiven Doppelbindungen sind hauptsächlich für die Reaktivität, d.h. die Polymerisationsreaktion verantwortlich. Die Vernetzung der Monomere zu einem dreidimensionalen Polymergerüst erfolgt unter Aufspaltung der endständigen Gruppen. Ausschlaggebend für die Zweckmäßigkeit des Füllstoffes ist das Zwischenglied der beiden Methacrylatgruppen. Es ist verantwortlich für mechanische Parameter wie Wasseraufnahme, Polymerisationsschrumpfung, Viskosität, Polymerisationsgrad und toxikologische Eigenschaften. Mit ansteigender Kettenlänge der Ausgangsmoleküle nimmt die Polymerisationsschrumpfung ab, da sich das Verhältnis des Molekulargewichtes zur Anzahl der reaktiven Doppelbindungen erhöht. Mit steigendem Molekulargewicht erhöht sich jedoch auch die Viskosität des Materials. Die Benetzbarkeit der Füllkörper



ist vermindert und die Aufnahme von anorganischen Füllkörpern begrenzt. Da Bis-GMA eine relativ hohe Viskosität besitzt, kann dieser organischen Matrix nur eine geringe Menge an anorganischen Füllstoffen beigemischt werden. Um die Eigenschaften des Komposits entsprechend zu beeinflussen, müssen niedermolekulare Verdünnermoleküle, so genannte Comonomere, zugegeben werden (Bowen, 1963; Sönderholm, 1988; Peutzfeldt, 1997). Diese Co-Monomere führen zwar einerseits zu einer stärkeren Schrumpfung (Asmussen 1975), aber der Anteil der Füllstoffe kann deutlich erhöht werden (Sönderholm, 1988). Die Aushärtung eines gefüllten Kunststoffes wird durch ein Redox-Initiator/Coinitiator-System initiiert. Initiatoren sind Matrixbestandteile, die durch chemische oder physikalische Aktivierung in energiereiche Moleküle (Radikale) zerfallen und durch Kettenreaktion mit den Doppelbindungen der Monomere neue Polymerketten bilden. Eine Inhibition der Kettenpolymerisation erfolgt entweder durch einen Ausgleich zweier wachsender Ketten mit Radikalfunktion oder wenn kein polymerisierbares Monomer mehr vorhanden ist. Luftsauerstoff wirkt ebenfalls hemmend, da Sauerstoff als Biradikal mit den Monomer- und Initiatorradikalen rekombinieren kann (Roulet, 1987). Bei diesem Vorgang kommt es zur Ausbildung der Sauerstoffinhibitionsschicht als nicht auspolymerisierte Materialschicht an der dem Sauerstoff zugewandten Kompositoberfläche. Ferner sind in der organischen Matrix noch Stabilisatoren, zumeist als Phenole, enthalten. Diese aromatisch, organischen Verbindungen verhindern eine vorzeitige Polymerisation und erhöhen somit die Lagerbeständigkeit (Hellwig et al., 2009).

Enthaltene Farbstabilisatoren absorbieren UV-Wellen und wirken somit einer Verfärbung der Matrix entgegen (Craig, 1981). Pigmente erlauben die Herstellung einer Vielzahl an nuancierten Farbpasten, während es sich bei den Additiven vor allem um Weichmacher handelt (Viohl et al., 1986; Roulet, 1987; Janda, 1988b; Janda, 1988c).

### **1.8.2 Disperse Phase**

Der organischen Matrix werden zur Verbesserung der physikalischen und mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes Füllkörper zugesetzt. Der Füllkörpergehalt hat positiven Einfluss auf die Druck- und Zugfestigkeit, das Elastizitätsmodul und die Verschleißfestigkeit der Kunststoffmatrix. Zudem werden die Polymerisationsschrumpfung von ca. 10-15 % der reinen Matrix auf ca. 3 % reduziert, der thermische Expansionskoeffizient sowie die Wasseraufnahme verringert. (Bowen, 1956 und 1979; Ehrnford 1983; Frankenberger 2010). Der Anteil der dispersen Phase besteht aus anorganischen Partikeln wie Quarz, Keramik und

Siliziumdioxid, oder organischen Füllstoffen (Splitterpolymerisat). Abhängig von der durchschnittlichen Partikelgröße und der chemischen Zusammensetzung der Füllkörper werden Kompositmaterialien als Makrofüller-, Mikrofüller- oder Hybridkomposite klassifiziert (Roulet, 1982; Lutz et al., 1983) sowie in weitere Unterformen unterschieden: z.B. inhomogene Mikrofüllerkomposite, Feinstpartikelhybridkomposite und Nanofüllerkomposite (Ernst et al., 2003).

### **Makrofüllerkomposite**

Die konventionellen Makrofüllkomposite enthalten rein anorganische splitterförmige Partikel aus Quarz, Glas (z. B. Ba-/Sr-Glas) oder Keramik (Li-Al-Silikat) mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 0,1 bis 100 µm und einem Füllkörpergehalt von ca. 75 Gew.-% (Lutz et al., 1983; Van Dijken, 1989; Ferracane, 1995). Infolge des erheblichen Härteunterschieds zwischen der dispersen Phase und der organischen Matrix, entstehen unbefriedigende Materialeigenschaften hinsichtlich des Verschleißes und der Polierfähigkeit und der daraus resultierenden Abrasion des Komposits (Lutz et al., 1983; Roulet, 1987). Mikrofüllerkomposite enthalten hochdisperses Siliziumdioxid (Kieselsäuren) mit einer Partikelgröße von unter 1 µm. Die Viskosität der organischen Matrix kann aufgrund der großen spezifischen Oberfläche der Füllpartikel erhöht werden.

### **Mikrofüllerkomposite**

Über die Entwicklung inhomogener Mikrofüllerwerkstoffe konnte der Füllkörpergehalt von ursprünglich ca. 50 Gew.-% auf ca. 70-80 Gew.-% realisiert und eine Verbesserung der Materialeigenschaften aufgrund gleichmäßigerer Größenverteilung der Partikel erzielt werden. Inhomogene Mikrofüllerkomposite bestehen aus kugel- und splitterförmigen Vorpolymerisaten oder werden aus Sintervorgängen von Siliziumdioxidteilchen (Mikrofülleragglomeraten) gewonnen (Hellwig et al., 2009).

### **Hybridkomposite**

Eine Kombination beider Kompositsysteme stellen die Hybridkomposite dar und vereinen größtenteils die positiven mechanischen Eigenschaften der Makrofüllerkomposite und die guten Abrasions- und Poliereigenschaften der Mikrofüllerkomposite (Ernst et al., 2003; Manhart, 2006). Die disperse Phase besteht aus Siliziumdioxidpartikeln mit einer Partikelgröße von 2-10 µm. Der gesamte Füllstoffgehalt beläuft sich auf 85 %, wobei ca. 85-90 Gew. % der Füllkörper aus Makrofüllern und 10-15 Gew. % aus Mikrofüllern bestehen (Hellwig et al., 2009). Die Weiterentwicklung im Bereich der Hybridkomposite erlaubt eine weitere, spezifischere Klassifikation dieser. Es wird zwischen Feinpartikelhybridkompositen mit Füllkörpern bis zu ca. 5 µm Korngröße, Feinstpartikelhybridkomposit mit bis zu 3

µm und Submikrometerhybridkomposit mit einer Füllkörpergröße von weniger als 1 µm unterschieden (Hellwig et al., 2009).

### **Nanofüllerkomposite**

Nanofüllerkomposite stellen die modifizierte Form von Fein- und Feinstpartikelhybridkompositen dar. Die Füllkörper besitzen nur eine Größe von 5-20 nm und agglomerieren zu Clustern (engl. Trauben) aus Zirkonoxid und Siliziumdioxid. Diese Cluster sind 0,6-1,4 µm groß (Ernst et al., 2003). Aufgrund der Veränderung ihrer physikalischen und chemischen Eigenschaften, besitzen die Füllkörper eine sehr große Oberfläche und daraus resultierend eine hohe Oberflächenspannung. Die Generierung der Partikeloberfläche ermöglicht den Einbau von nicht-agglomerierten Siliziumdioxid-Füllkörpern in die organische Matrix. Diese 20 nm großen Füllpartikel bezeichnet man als Nanomere. Der Füllkörpergehalt kann somit auf 85 Gew.-% erhöht werden, was dem Füllstoffgehalt der Hybridkomposite entspricht (Manhart, 2006; Ernst et al. 2003). Aufgrund des hohen Füllstoffgehaltes resultieren für Nano hybridkomposite bessere mechanische und physikalische Eigenschaften als für Mikrofüllerkomposite (Craig et al., 2006), aber eine mit Hybridkompositen vergleichbare Polymerisationsschrumpfung (Rüttermann et al., 2008).

### **1.8.3 Verbundphase**

Um den Verbund zwischen organischer Matrix und den Füllkörpern herzustellen, muss die organische Phase die anorganischen Füllkörper umschließen und somit eine chemische und mechanische Verbindung mit ihnen eingehen. Der chemische Verbund wird durch die sogenannte Silanisierung erzielt. Die Oberfläche der anorganischen Füllkörper wird mit Silanen beschichtet (Janda, 2007). Silane sind eine Stoffgruppe chemischer Verbindungen und stellen ein bifunktionales Moleküle mit einem organischen und anorganischen Anteil dar (Pluddemann, 1970). Die Beschichtung der anorganischen Partikel mit Silanen verursacht eine Hydrophobierung des hydrophilen Füllstoffes, wodurch die chemische Bindung mit der hydrophoben Kunststoffmatrix, der organischen Phase, ermöglicht wird. Ebenfalls wird die Benetzung des Füllstoffes mit der Matrix positiv beeinflusst, eine hohe Füllrate ermöglicht sowie die Wasseraufnahme des Kompositmaterials vermindert. (Janda, 2008; Hellwig et al., 2009)

Der Prozess der Silanisierung von Füllkörpern wird grundsätzlich durch 3-Methacryloyloxypropyltrimethoxysilan unterstützt. Der Verbund zwischen der Kunststoffmatrix und dem Silan erfolgt über dessen Methacrylatgruppen, die mit den Monomeren polymerisieren. Gleichzeitig wird die Füllstoffoberfläche über Sauerstoffbrücken des anorganischen Teils gebunden (Marxkors und Meiners 2001;

Hellwig et al., 2009; Janda 2008). Bei Nanofüllerkompositen wird der Silanschicht zusätzlich Stabilität durch Quervernetzung zur generierten Füllkörperoberfläche verliehen.

Der chemische Verbund durch die Silanschicht stellt zum einen die Grundlage für die klinische Tauglichkeit der Komposite dar, ist aber zum anderen auch Schwachpunkt aller Kompositmaterialien (Roulet, 1987a), da dieser durch Hydrolyse gelöst werden kann. Es resultiert der Verlust von Füllpartikeln und damit verbunden eine Reduzierung der Verschleißfähigkeit (Craig et al., 2006).

#### **1.8.4 Polymerisationsmechanismen**

Unabhängig von der Art der Aushärtung, wird diese durch Anregung eines Initiatormoleküls eingeleitet (Hellwig et al., 2009). Der Vernetzungsvorgang der Monomergruppen kann einerseits durch energiereiche Strahlung oder andererseits durch einen chemischen Prozess (Bildung von Radikalen) umgesetzt werden. Der Anteil der in dem Komposit integrierten Monomere (Polymerisationsgrad) sowie der Prozentsatz der gebildeten Doppelbindungen (Konversionsrate) geben Auskunft über die Gänge der Polymerisationsreaktion und sind abhängig vom Haftungsmechanismus der Kompositmaterialien.

##### **Initiatorsysteme**

Unter Initiatorsystemen versteht man ein Zusammenwirken von Initiator und Akzelerator.

Die Polymerisation von Kompositen verläuft in drei Stufen:

##### **1. Startreaktion (Initiation)**

Zu Beginn einer Polymerisation ist ein freies Radikal notwendig. Hierzu sind den Kompositen Initiatoren beigemischt, die durch ihren Zerfall die Radikale zur Verfügung stellen. Unabhängig von der Art der Bildung des freien Radikals, bindet sich dieses an ein Monomermolekül, indem es die Doppelbindung spaltet und das freiwerdende Elektron an das Kettenende transferiert.

##### **2. Wachstumsreaktion (Propagation)**

Dieses gebundene Monomermolekül ist nun aktiviert und kann sich mit einem weiteren Monomermolekül binden. Dabei wird erneut ein Elektron freigesetzt, welches wieder an das Ende der sich bildenden Kette transferiert wird. Innerhalb weniger Sekunden addieren sich tausende von Molekülen, es kommt zur Bildung eines Makroradikals. Die Wachstumsreaktion setzt sich solange fort, bis alle freien Radikale gebunden sind und es zum Abbruch der Polymerisation kommt.

##### **3. Abbruchreaktion (Termination)**

Der Abbruch der Reaktion kann durch das Aufeinandertreffen von zwei Radikalen oder durch den Kontakt eines Initiatorradikals mit einem Kettenende zustande kommen.

Die Reaktionsfreudigkeit der Initiatoren ist für den Konversionsgrad entscheidend, welcher in direktem Zusammenhang mit der Härte des Füllmaterials steht (Schmalz et al., 1994).

### **1.8.5 Lichthärtende Komposite**

Bei der Photopolymerisation dienen als Initiatoren der Reaktion Diketonmoleküle (z. B. Kampferchinon und Benzoinalkylether) (Viohl et al., 1986). Während der Belichtung wird das Diketon angeregt und geht eine Reaktion mit einem aliphatischen Amin ein (Hellwig et al., 2009). Dieser angeregte Komplex zerfällt anschließend in eine inaktive Komponente und in ein Radikal, welches die Polymerisationsverkettung in Gang setzt (Standbury, 2000). Die Photopolymerisation wird durch eine Lichtquelle mit einer Wellenlänge zwischen 420 und 480 nm ausgelöst (Roeters et al., 1992). Einfluss auf die Lichtpolymerisation haben zum einen die Intensität und Wellenlänge und der Abstand der Lichtquelle, zum anderen die Zusammensetzung des Komposits sowie dessen Farbe. Farbintensivere Komposite lassen sich nicht so optimal polymerisieren wie hellere. Mikrofüllerkomposite weisen aufgrund der erhöhten Lichtstreuung durch die Füllpartikel und der damit einhergehenden Absorption eine schlechtere Konversion als konventionelle Füllmaterialien auf. An der auspolymerisierten Oberfläche beträgt die Konversionsrate 35-77 % und nimmt mit zunehmender Tiefe (ab 2-3 mm) stark ab. Der Abstand der Lichtquelle sollte möglichst nah an das Restaurationsmaterial gewählt werden, da die Lichtintensität umgekehrt proportional zum Quadrat der Entfernung Lichtaustrittfenster-Füllungsfläche ist (Hellwig et al., 2009). Der Polymerisationsgrad hängt bei diesem Härtungsmechanismus von der Lichtmenge ab (Roeters et al. 1992). Um dennoch eine ausreichende Polymerisation zu erreichen, erfolgt die Applikation des Komposits in Inkrementen, die eine Stärke von maximal 2 mm nicht überschreiten sollte (Rueggeberg et al. 2000; Frankenberger, 2010). Ein weiterer Vorteil der Schichttechnik ist die Kompensation der Polymerisationsschrumpfung. Diese entsteht beim Übergang von dem monomeren in den polymeren Zustand und beträgt 2-4 Vol.-% (Roeters et al. 1992).

### **1.8.6 Chemisch härtende Komposite**

Kulzer fand 1942 heraus, dass bei Raumtemperatur bereits ausreichend viele Radikale gebildet werden können, um eine chemische Reaktion zu initiieren. Voraussetzung für diese Redox-Reaktion ist die Reaktion zwischen den Akzelerator (tertiäre Amine) und dem Peroxid (z.B. Benzoylperoxid = BPO), bei der die für die

Polymerisation notwendigen Radikale (Benzoyl-Startradikale) entstehen. Die Kombination dieser beiden Moleküle verspricht bereits bei Raumtemperatur kurze Aushärtungszeiten und gute Materialeigenschaften. Das tertiäre Amin spaltet das Initiatormolekül in zwei Teile. Während ein Teil zum Benzoat-Anion reduziert wird, startet der andere Teil als Radikal die Kettenpolymerisation. Die Kompositeigenschaften und Polymerisationszeiten sind systemabhängig. Das bedeutet, dass die Art des Akzelerators, die Konzentration der Komponenten sowie das Verhältnis zwischen Initiator und Akzelerator die entscheidenden Faktoren der Reaktion sind. Bei chemisch härtenden Kompositen handelt es sich immer um ein Zwei-Komponenten-System. Als Basis dient die Aminkomponente, welche mit dem Benzoylperoxid als Katalysator angemischt wird. Es entsteht so eine Polymer-Matrix, die aus langen Ketten mit Querverbindungen aufgebaut ist (Roeters et al. 1992). Es wird eine Konversionsrate von bis zu 60 % erreicht. Da bei der chemischen Polymerisation das Komposit in seiner gesamten Dicke aushärtet, wird das Material komplett appliziert, wodurch es jedoch aufgrund des großen Volumens zu einer höheren Polymerisationsschrumpfung kommt.

#### **1.8.7 Dual härtende Komposite**

Dual polymerisierende Komposite sind Füllstoffe, die sowohl Photoinitiatoren als auch chemische Initiatorsysteme vereinen. Der Einsatz dieser Kompositssysteme ist in Kavitätbereichen zu suchen, die weniger Lichtzugänglich sind als okklusale Kavitäten, da die Lichtenergie hier eine nicht ausreichende Polymerisation gewährleistet. Dualhärtende Komposite basieren häufig auf Bis-GMA und TEGDMA (Jung et al., 2001, Park et al., 2004) und enthalten den Photoinitiator Kampherchinon, der bei Belichtung initial aktiviert wird. Die Grundkomponente der chemischen Härtung stellt eine Benzoylperoxid-Amin Verbindung dar (Jung et al., 2001; Kamada et al., 2001; Kleverlaan et al.; 2004; Shortall et al., 1995). Die primäre Lichthärtung ist für die maximal zu erreichende Konversionsrate (67-81 %) entscheidend. Die sekundäre chemische Polymerisation erreicht eine Rate von 59-75 % und ergibt eine zusätzliche lichtunabhängige Aushärtung in den tieferen Schichten der Kavität (Lutz et al. 1992). Die chemisch initiierte Polymerisation erzielt keine vollständige Aushärtung des Materials, sondern ergänzt vielmehr die initiale lichtinduzierte Polymerisation (Ernst et al., 2000; Jung et al., 2001; Marx, R.; 1993; Marxkors, 2001). Nach Aktivierung schreitet die Polymerisation so lange fort, bis die Reaktion durch den Zerfall des Initiators oder eine entstehende Gelbildung limitiert wird (Versluis, 1998). Ab dem sogenannten Gelzeitpunkt findet nur noch im geringen Maße eine Bewegung der Moleküle statt. Dual härtende Komposite sind also ab diesem

Zeitpunkt auf eine Lichtquelle zur Polymerisation angewiesen, um eine angemessene Aushärtung zu erreichen. Bei verminderter Beleuchtungszeit kann ein vollständiges Aushärten des Komposits nicht gegeben sein, da bei unzureichender Lichtzufuhr auch der chemische Polymerisationsgrad herabgesetzt wird (Blackman, 1990).

### **1.8.8 Komposite im Vergleich**

Vergleicht man die auto-, photo- und dualpolymerisierenden Kompositsysteme miteinander, lassen sich Unterschiede im Polymerisationsverhalten feststellen. Durch die vollständig ablaufende Reaktion weisen die lichtpolymerisierenden Komposite im Vergleich zu den chemisch polymerisierenden Kompositen eine höhere Konversionsrate auf (Lutz et al. 1992). Während bei photopolymerisierenden Kunststoffen der Zeitraum des Polymerisationsvorganges präzise bestimmt werden kann, ist dies bei dual- und chemisch härtenden Füllstoffen nicht möglich. Im Bereich von Federrändern kann beispielsweise die vollständige chemische Polymerisationsreaktion Stunden bis Tage andauern (Nolden, 1986). Während man sich bei den dual härtenden Systemen den verlängerten Verarbeitungszeitraum aufgrund beider Polymerisationsprozesse zunutze macht, besteht bei den lichtpolymerisierenden Systemen die Gefahr der vorzeitigen Photoreaktion unter Tageslichtlampe (Sargison, 1995; Nolden, 1986). Andererseits wurde 1991 von Hasewaga et al. beschrieben, dass viele dualhärtende Produkte bei zu kurzer Lichtbestrahlung ihre maximale Aushärtung nicht erreichen, weil bei ungenügender Lichtzufuhr auch die Initiation der chemisch induzierten Polymerisation unzureichend ist (Caughman et al. 2001; Giannini et al. 2004; Hofmann et al. 2001). Eine mögliche Erklärung für dieses Phänomen ist, dass sich die Moleküle ab dem Gelzeitpunkt kaum noch bewegen und so eine vollständige Aushärtung nicht erreicht wird. Der Vorteil des chemischen Härtungsmechanismus liegt in der lichtunabhängigen Auspolymerisation, besonders in den tieferen Kompositschichten. Zusätzliche Vorteile der lighthärtenden Komposite bestehen darin, dass sie sofort nach der Aushärtung ausgearbeitet werden können. Lichtpolymerisierende Füllstoffe sind zudem abrasionsbeständiger und weisen kaum Porositäten auf, was sich in der höheren Farbstabilität wieder spiegelt (Asmussen, 1984). Die Vielzahl der Vorteile der lichtpolymerisierenden Komposite hat dazu geführt, dass diese heute sowohl in ästhetisch anspruchsvollen Bereichen, als auch im Seitenzahnbereich einen universellen Einsatz finden. Aufgrund der Nachteile haben dual- und chemisch härtende Komposite heute nur noch einen engen Anwendungsbereich. Die chemisch initiierte Härtung kommt bei Aufbaukompositen und bei dualhärtenden Befestigungskompositen der Adhäsivnlays (Lutz et al., 1992) zum Einsatz.

## 2 Zielstellung

Das Ziel dieser Studie war es, unter Simulation physiologischer Bedingungen die Mikrohaftkraft von drei verschiedenen selbststützenden Adhäsivsystemen zu bestimmen. Die Dentinhaftvermittler wurden dualhärtend oder rein chemisch polymerisierend verarbeitet und mit dem etablierten Self-Etch-Bond Futurabond DC in Bezug auf ihre Haftkräfte verglichen wurden. Die Haftvermittlersysteme wurden mit verschiedenen licht- oder dualhärtenden Kompositen verschiedener Firmen kombiniert. Die Ermittlung der maximalen Mikrozugfestigkeit dient zur Beurteilung der Qualität der hier geprüften Adhäsive und ermöglicht einen Vergleich der Werte des Mikrohaftkraft-Tests untereinander. Bei der quantitativen Analyse der Mikrohaftkraft, sollen folgende Fragestellungen geklärt werden:

- Gibt es generell signifikante Unterschiede in der Mikro-Zugfestigkeit zwischen Dentinhaftvermittlern mit unterschiedlichem Wirkmechanismus?
- Welche Faktoren limitieren die Zugfestigkeit?
- Wie verhalten sich die Adhäsive bei dualhärtender oder rein chemisch polymerisierender Anwendung?
- Welchen Einfluss hat die Materialkombination der Adhäsive mit den angewandten Kompositen?
- Genügen die ermittelten Ergebnisse den Anforderungen der klinischen Anwendung?



### 3 Material und Methoden

#### 3.1 Material

##### 3.1.1 Dentinproben

Für die Untersuchung wurden 144 intakte, frisch extrahierte menschliche Weisheitszähne verwendet. Direkt nach der operativen Entfernung wurden die Zähne vorsichtig manuell gereinigt und lagerten bei Raumtemperatur (20 °C) für maximal 14 Tage bis zur Präparation und während der gesamten Versuchsperiode in physiologischer Kochsalzlösung (Natriumchlorid, 0,9% Lösung, B. Braun, Melsungen, Deutschland). Während der Verarbeitung der Dentinproben im Versuchsaufbau wurde die Dentinperfusion ebenfalls unter Verwendung physiologischer Kochsalzlösung simuliert.

##### 3.1.2 Dentinhaftvermittler

Für die vorliegende Untersuchung wurden verschiedene selbstätzende Adhäsivsysteme verwendet, die dualhärtend oder rein chemisch polymerisierend verarbeitet wurden und mit dem etablierten Self-Etch-Bond Futurabond DC in Bezug auf ihre Haftkräfte verglichen wurden. Es handelte sich hierbei um folgende Adhäsivsysteme:

**Futurabond DC** (Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland)

Futurabond DC ist ein selbstkonditionierendes, selbstprimendes Adhäsivsystem. Es



Abb. 2 Futurabond DC; [www.voco.de](http://www.voco.de); 15-02 23

handelt sich um ein dualpolymerisierendes zwei-Komponenten- System (Liquid A und Liquid B), deren Komponenten unmittelbar vor Applikation zusammengeführt werden. Futurabond DC ist mit Nanopartikeln verstärkt, die zu einer Quervernetzung der Harzbestandteile des Bondings führen und somit die Kollagenfasern

und das mikroretentive Ätzmuster benetzen. Die Zusammensetzung nach Hersteller lautet:

Tab. 1 Zusammensetzung von Futurabond DC

	Inhaltsstoffe
Futurabond DC	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA), 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Trimethylolpropan-Trimethacrylat (TMPTMA), Campherchinon, Amine (DABE), Butylhydroxytoluol (BHT), Siliziumoxid, organische Säuren, Katalysatoren, Fluoride, Ethanol

### AdheSE® DC/AdheSE® DC Activator (Ivoclar Vivadent, Ellwangen, Deutschland)



Abb. 3 AdheSE DC; [www.dentabo.de](http://www.dentabo.de);  
15-02-23

AdheSE® DC gehört zu der Klasse der Self-Etch-Systeme. Das dualhärtende Adhäsivsystem besteht aus einem Primer, einem Bonding sowie einem Activator, der seine Anwendung bei der Verarbeitung mit chemisch-polymerisierenden Materialien (Verarbeitung von Wurzelstiften, indirekten und direkten Restaurationen) findet. Bei der direkten

Füllungstherapie wird AdheSE® DC lichthärtend verarbeitet. Die Zusammensetzung nach Hersteller lautet:

Tab. 2 Zusammensetzung von AdheSE® DC/AdheSE® DC Activator

	Inhaltsstoffe
AdheSE® Primer	Dimethacrylat, Phosphonsäureacrylat, Initiatoren, Stabilisatoren, Wasser
AdheSE® Bond	2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Dimethacrylate, Siliziumdioxid, Initiatoren, Stabilisatoren
AdheSE® DC Activator	Initiatoren, Lösungsmittel

### Clearfil™ NewBond Liner 2V (Kuraray Co. Ltd., Osaka, Japan)



Abb. 4 Clearfil™ NewBond Liner 2V; [www.kuraraydental.nl](http://www.kuraraydental.nl) ; 15-02-23

Clearfil™ NewBond Liner 2V ist ein Etch-and-Rinse-Adhäsiv. Das dualhärtende Bonding-System besteht aus einem Zwei-Komponenten-Primer und einem Zwei-Komponenten-Bonding. Unter Anwendung der Dual-core-Activatorlösung, ist eine autopolymerisierende Verarbeitung möglich. Die Zusammensetzung nach Hersteller lautet:

Tab. 3 Zusammensetzung von Clearfil™ NewBond Liner 2V

	Inhaltsstoffe
Primer A & B	2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat (MDP), Hydrophiles aliphatisches Dimethylacrylat, dl-Kampferchinon, N,N-Diethanol-p-Toluidin, Wasser
Bonding A	Bisphenol-A-Diglycidylmethacrylat (Bis-GMA), 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat (MDP), Hydrophobes aliphatisches Dimethylacrylat, dl-Kampferchinon, N,N-Diethanol-p-Toluidin, silanisiertes, kolloidales Siliziumdioxid

Bonding B	Bisphenol-A-Diglycidylmethacrylat (Bis-GMA), 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Benzoylperoxid, Hydrophobes aliphatisches Dimethylacrylat, silanisiertes, kolloidales Siliciumdioxid

### 3.1.2 Komposite

Zur Versuchsdurchführung wurden verschiedene licht- oder dualhärtende Komposite verschiedener Firmen mit den oben aufgeführten Bondingsystemen kombiniert. Aus dem Farbsortiment wurde jeweils die Farbe A2 als Standardfarbe ausgewählt.

**Grandio®** (Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland)



Abb. 4 Grandio®; www.voco.com; 15-02-23

Grandio® ist ein Nanohybridkomposit. Der Unterschied des photopolymerisierenden Grandio® gegenüber einem klassischen Hybrid-Komposit ist bei der Füllerkomponente zu sehen. Der Gesamtgehalt an anorganischem Füller in einer Methacrylatbasis beträgt 87 Gew.-% bzw. 71,4 Vol.-%. Die Partikelgröße der Mikrofüller liegt bei 1 µm und der Nanofüller zwischen 20-50

nm. Dadurch soll die Abrasionsresistenz und Elastizität erhöht, gleichzeitig die Polymerisationsschrumpfung (1,57 Vol.-%) verringert werden. Das Universalkomposit Grandio® soll sich für ästhetisch perfekte Restaurationen in allen Kavitätenklassen bei Front- und Seitenzähnen eignen. Laut Herstellerangaben gilt folgende Zusammensetzung:

Tab. 4 Zusammensetzung von Grandio®

	Inhaltsstoffe
Grandio®	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA), Triethylenglycol-dimethacrylat (TEGDMA), Urethandimethacrylat (UDMA), Butylhydroxytoluol (BHT), Siliziumdioxid, Campherchinon, Pigmente, Additive

**Clearfil™ Core (Kuraray Co. Ltd., Osaka, Japan)**



Abb.5 Clearfil™ Core NewBond; www.dvd-dvd-dental.com; 15-02-23

Clearfil™ Core ist ein radioopakes Zwei-Komponenten Hybridkomposit. Die Gesamtmenge an anorganischem Füller beträgt ca. 61 Vol.-%. Die Partikelgröße der

anorganischen Füllstoffe reicht von 0,01µm bis 56 µm. Das rein autopolymerisierende Komposit bestehend aus Katalysator Paste und Universal Paste dient grundsätzlich zur Herstellung einer direkten Stiftversorgung oder als Aufbaumaterial für vitale und avitale Zähne. Vor dem Gebrauch ist es auf Zimmertemperatur zu bringen, aber vor direkter Sonneneinstrahlung und Wärme zu schützen. Die Verarbeitungszeit beträgt bei 25 °C ca. 3 min, dann erfolgt das Aushärten. Eine Weiterverarbeitung wird erst 1,5 min nach dem Aushärten empfohlen.

Tab. 4 Zusammensetzung von Clearfil™ Core

	Inhaltsstoffe
Katalysator Paste	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA), Triethylenglycol-dimethacrylat (TEGDMA), Silanisierte Glasfaser, Kolloidale Kieselerde, Katalysatoren
Universal Paste	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA), Triethylenglycol-dimethacrylat (TEGDMA), Silanisierter Kieselerdefüller, Kolloidale Kieselerde, Beschleuniger

### MultiCore HB® (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Fürstentum Liechtenstein)



Abb. 6 MultiCore HB®;  
www.ipj.quintessenz.de; 15-02-23

Bei dem dualhärtenden Hybridkomposit MultiCore HB® handelt es sich um ein Zwei-Komponenten-System, bei dem Base- und Katalysatorpaste im Verhältnis 1:1 vermischt werden. Während 13,5 Gew.-% die Monomermatrix ausmacht, beträgt der Gesamtgehalt an anorganischen Füllstoffen 86 Gew.-% bzw. 70,5 Vol.-%. Die Partikelgröße liegt

zwischen 0,04 bis 25 µm, die mittlere Partikelgröße beträgt 5 µm. Aufgrund seiner sowohl licht- als auch chemisch polymerisierender Eigenschaft eignet es sich gut als Aufbaumaterial für vitale und devitale Zähne. Die Zusammensetzung nach Herstellerangaben lautet:

Tab. 5 Zusammensetzung von MultiCore HB®

	Inhaltsstoffe
MultiCore® HB	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA), Triethylenglycol-dimethacrylat (TEGDMA), Urethandimethacrylat (UDMA), Bariumglas, Ytterbiumtrifluorid, Ba-Al-Fluorosilikatglas, hochdisperses Siliciumoxid, Katalysatoren, Stabilisatoren, Pigmente

### Rebilda DC (Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland)



Abb. 7 Rebilda DC; [www.voco.de](http://www.voco.de);  
15-02-23

Das in einem Kartuschensystem angebotene Rebilda DC ist ein hochröntgenopakes, dualpolymerisierendes Komposit auf Bis-GMA- und UDMA-Basis. Das Mischungsverhältnis der enthaltenen Komponenten beträgt 1:1, was durch die Mischkanüle standardisiert ermöglicht wird.

Es besitzt einen sehr hohen Anteil an feindispersen Mikrofüllstoffen in Kombination mit einer Harzmatrix und erreicht somit eine hohe Endhärte, die vergleichbar mit der der Zahnhartsubstanz ist. Der Füllkörpergehalt liegt bei ca. 70,2 Gew.-% bzw. 57 Vol.-%. Anwendbar ist Rebilda DC aufgrund seiner auto- als auch photopolymerisierenden Eigenschaft für adhäsive Stumpfaufbauten von vitalen und devitalen Zähnen, als auch zur Befestigung von faserverstärkten Composite-Wurzelstiften.

Tab. 6 Zusammensetzung Rebilda DC

	Inhaltsstoffe
Rebilda DC	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA), Diurethandimethacrylat, Butylhydroxytoluol (BHT), Benzoylperoxid, Bariumborosilikat, Schwerspat, Füllstoffe, Initiatoren, Beschleuniger, Farbstoffe

### Tetric EvoCeram® (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Fürstentum Liechtenstein)



Abb. 8 Tetric EvoCeram®;  
[www.dentaltix.com](http://www.dentaltix.com); 15-02-23

Bei Tetric EvoCeram® handelt es sich um ein rein lichtpolymerisierendes, röntgenopakes Nanohybrid-Komposit. Es besitzt einen hohen Anteil an keramischen Füllpartikeln. Der Gesamtgehalt an anorganischem Füller beträgt 75-76 Gew.-% bzw. 53-55 Gew.-%. Die Partikelgröße der anorganischen Füllstoffe liegt zwischen 40 nm und 3.000 nm bei einer mittleren

Größe von 550 nm. Tetric EvoCeram® härtet mit der Wellenlänge im Bereich von 400-500nm (Blaulicht) aus und weist eine Polymerisations schrumpfung von 1,49 Vol.-% auf. Laut Herstellerangaben gilt folgende Zusammensetzung:

Tab. 7 Zusammensetzung von Tetric EvoCeram®

	Inhaltsstoffe
Tetric EvoCeram®	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA), Urethandimethacrylat (UDMA), ethoxiliertes Bis-EMA, Bariumglasfüller, Ytterbiumtrifluorid, Mischoxid, Präpolymer, Additive, Katalysatoren, Stabilisatoren, Pigmente

### 3.2 Methodik

Für die Durchführung der Versuche kamen folgende Methoden zur Anwendung:

#### 3.2.1 Herstellung der Dentinproben

Für die Versuche wurden 144 frisch extrahierte, humane, voll retinierte Weisheitszähne verwendet. Das Wurzelwachstum war zum Zeitpunkt der Extraktion vollständig abgeschlossen. Des Weiteren wiesen die Zähne keine pathologischen Veränderungen auf. Das Geschlecht und das Alter der Patienten blieben bei der Auswahl der Zähne unberücksichtigt. Nach Reinigung und Entfernung verbliebener desmodontaler Anteile, vor und nach der Herstellung der Dentinproben sowie während der gesamten Versuchsdurchführung wurden die Versuchszähne in 0,9%iger Kochsalzlösung (B.BRAUN Melsungen AG, Melsungen, Deutschland) gelagert. Der Zeitraum zwischen Extraktion und Verarbeitung betrug nicht länger als 14 Tage. Die Präparation der Proben erfolgte nach der von Schaller beschriebenen Methode, die eine Perfusion des Dentins mit physiologischer Kochsalzlösung während der gesamten Versuchsdauer ermöglicht (Schaller et al., 1991). Die Versuchszähne wurden ca. 1 mm unterhalb der Schmelz- Zement- Grenze von ihrer Wurzel getrennt und verbliebenes Gewebe der Kronenpulpa entfernt. Anschließend erfolgte die Reduktion des okklusalen Plateaus ca. 1,5 mm oberhalb der Schmelz-Zement-Grenze, bis sich ein konstanter Abstand von  $1,2 \pm 0,2$  mm von den Pulpenhörnern zur koronalen Oberfläche ergab. Abschließend wurde die apikale Fläche reduziert, um eine standardisierte Probenstärke von  $3,5 \pm 0,2$  mm zu erhalten. Die Probenmessung erfolgte mit einem Tasterzirkel (Spitz, N. Iwanson, Henry Schein, Langen, Deutschland). Für die Präparation wurden grobe, zylindrische Diamanten (Fa. Gebr. Brasseler GmbH & Co. KG, Lemgo, Deutschland) der Körnung 70  $\mu$ m bei 40.000 U/min unter permanenter Spraykühlung (50 ml/min) verwendet. Für die abschließende Glättung der bearbeiteten Flächen wurden formkongruente Diamantschleifer der Körnung 30  $\mu$ m angewandt.

### 3.2.2 Versuchsaufbau



Abb. 9 Universalprüfmaschine Z005

Die Dentinproben wurden für die Ermittlung der Mikro-Zugfestigkeiten in die von Schaller und Mitarbeitern (Schaller et al., 1991) entwickelte Versuchsanordnung integriert. Diese Einspannapparatur ermöglichte sowohl die Perfusion der Probekörper als auch die Simulation des physiologischen intrapulpalen Druckes von 30 cm H<sub>2</sub>O (Stenvik et al., 1972 und Pashley et al., 1981).

Der untere Teil dieser Konstruktion hatte die Form eines Zylinders (Durchmesser 2 cm, Höhe 8 cm) und

besaß eine Perfusionskammer mit seitlichem Zulauf.

Am Ende des Hohlzylinders befand sich ein Außengewinde zur Befestigung an der Universalprüfmaschine. Am oberen Ende befand sich ein weiteres Außengewinde sowie eine kreisrunde Öffnung, welche als Auflagefläche für die Dentinscheiben diente. Um eine Abdichtung der Proben zu erhalten, wurde ein Gummiring auf dem Zylinder positioniert und die Dentinprobe mit der Okklusalfäche nach oben zentriert. Anschließend wurde eine formkongruente Kontermutter mit dem Unterbau verschraubt. Somit wurden eine sichere Fixierung einerseits und die Simulation des intrapulpalen Druckes andererseits gewährleistet. Die Kontermutter besaß eine im Durchmesser 7 mm große Bohrung und ermöglichte somit die exponierte Dentinfläche von 38,5 mm<sup>2</sup> ( $\pi \times r^2$ ) für Konditionierung zugänglich zu machen. In diese obere Öffnung der Kontermutter wurde friktionsfrei eine passgenaue Metallhülse eingebracht, die der Aufnahme des Kompositmaterials diente. Die Hülse enthielt mittig eine Bohrung von durchschnittlich 1 mm, was einer Kontaktfläche von 0,785 mm<sup>2</sup> zwischen Dentinadhäsiv und Kompositmaterial entspricht. Seitlich der Metallhülse befand sich jeweils eine Schraube, in die ein U-förmiger Stahlschäkel (Durchmesser 4 mm), als Abzugshilfe dienend, eingehakt wurde. Um die Perfusion zu simulieren, wurde ein Infusionsbeutel mit isotoner Kochsalzlösung 30 cm oberhalb des Pulpenkammerdachs positioniert und dem Probekörper mittels eines Plastikschauchs über die seitliche Öffnung des Unterbaus zugeleitet. Der Perfusionszufluss konnte kontrolliert über eine Klemme am Schlauch unterbrochen werden.

### 3.2.3 Versuchsablauf

Zu Beginn der Versuche wurden die Proben aus der isotonen Kochsalzlösung entnommen und mit ölfreier Druckluft getrocknet. Die Dentinscheiben wurden mit

dem Pulpencavum nach unten mittig auf dem Dichtungsring positioniert und die Kontermutter fixiert. Die Klemme am Perfusionsschlauch wurde geöffnet. Sobald die Kochsalzlösung das Niveau der Dentinprobe erreicht hatte, wurde die Spange wieder geschlossen. Überschüssige Flüssigkeit wurde mittels ölfreier Druckluft mäßig verblasen. Dentinhaftvermittler und Komposite wurden nach Herstellerangaben appliziert. Anschließend wurde der Versuchskörper in Ausgangsposition fixiert und 15 min vor Versuchsbeginn in dieser belassen. Im Anschluss wurde der Zugversuch gestartet.

### 3.2.4 Versuchsgruppeneinteilung

Insgesamt wurden drei Dentinhaftvermittler mit fünf Kompositen kombiniert. Die dualhärtenden Self-Etch-Dentinhaftvermittlersysteme Futurabond DC und AdheSE® DC wurden mit reinen lichtpolymerisierenden Materialien wie Grandio® und Tetric EvoCeram® verarbeitet. AdheSE® DC Activator wurde im Versuchsablauf vergleichsweise sowohl mit rein chemisch- (Clearfil™ Core New Bond) als auch dualhärtenden Kompositen (Rebilda DC, MultiCore® HB) kombiniert. Das rein chemisch polymerisierende Haftvermittlersystem Clearfil™ New Bond Liner 2V wurde ebenfalls mit Rebilda DC, MultiCore® HB sowie Clearfil™ Core New Bond chemisch polymerisierend verwandt. Aus der Anzahl der Haftvermittlersysteme und der Komposite wurden die 144 Dentinproben randomisiert auf 12 Versuchsreihen (Gruppe 1-12) verteilt. Die Gruppen 1 stellte die Vergleichsreihe dar, wobei die Haftkraft des neuen Dentinhaftvermittlersystems Futurabond DC mit etablierten Kompositen evaluiert wurde.

Aufgrund der Versuchsplanung wurden die Gruppen wie folgt festgelegt:

Tab. 8 Einteilung der Versuchsgruppen

	Gruppe	Dentinhaftvermittlersystem	Komposit	Polymerisation
1	FG-L	Futurabond DC	Grandio®	licht
2	FT-L	Futurabond DC	Tetric EvoCeram®	licht
3	FC-C	Futurabond DC	Clearfil™ Core	chemisch
4	FR-L	Futurabond DC	Rebilda DC	licht
5	FR-C	Futurabond DC	Rebilda DC	chemisch
6	FM-L	Futurabond DC	MultiCore® HB	licht
7	FM-C	Futurabond DC	MultiCore® HB	chemisch
8	AM-L	AdheSE® DC	MultiCore® HB	licht
9	AM-C	AdheSE® DC/AdheSE® DC Activator	MultiCore® HB	chemisch
10	CR-C	Clearfil™ New Bond Liner 2V	Rebilda DC	chemisch
11	CM-C	Clearfil™ New Bond Liner 2V	MultiCore® HB	chemisch
12	CC-C	Clearfil™ New Bond Liner 2V	Clearfil™ Core	chemisch



### 3.2.5 Verarbeitung der Dentinhaftvermittlersysteme

Die Dentinadhäsive wurden nach Herstellerangaben folgendermaßen verarbeitet:

Tab. 9 Verarbeitungsmodi der Dentinadhäsive

		Futurabond DC	AdheSE® DC	AdheSE® DC Activator	Clearfil™ New Bond Liner 2V
Typ		dual	dual	self	self
Primer		Liquid A + B 1:1 2 s mischen, applizieren, 20 s einmassieren, 5 s verblasen	applizieren, ggf. wiederholen, 15 s einmassieren, stark verblasen	applizieren, ggf. wiederholen, 30 s einmassieren, stark verblasen	Primer A + B 1:1 mischen, applizieren, 30 s belassen
Bonding			applizieren, sanft verblasen	Bonding & Activator 1:1 mischen, applizieren, sanft verblasen	Bonding A + B 1:1 mischen, applizieren, sanft verblasen,
Polymerisation	self	Komposit sofort applizieren	Komposit sofort applizieren	Komposit sofort applizieren	Komposit sofort applizieren
	light	10 s lichthärten	10 s lichthärten		20 s lichthärten

### 3.2.6 Verarbeitung des Kompositmaterials

Nach Applikation und gegebenenfalls Auspolymerisation des Dentinadhäsivs wurde die Metallhülse auf dem Unterbau fixiert. Die Applikation der Komposite erfolgte durch die Öffnung der Metallhülse und wurde blasenfrei mit einem Plugger (RCP 10-1/2A, Hu-Friedy Europe, Leimen, Deutschland) auf die Dentinoberfläche geschichtet. Die Komposite wurden nach Herstellerangaben folgendermaßen verarbeitet:

Tab. 10 Verarbeitungsmodi der Kompositmaterialien

	Grandio®	Tetric Evo Ceram®	Clearfil™ Core New Bond	Rebilda DC	MultiCore® HB
Typ	light	light	self	dual	dual
Base	auf Raumtemp. bringen, schichtweise applizieren	schichtweise applizieren	Base + Katal. 1:1 mischen, 30 s verkneten applizieren	Base + Karal. 1:1 mischen, applizieren	Base + Katal. 1:1 mischen, mäßig verkneten, applizieren
Katalysator					
Polymeri- sation					
self			3 min aushärten	5 min aushärten	4-5 min aushärten

Zur Lichthärtung der entsprechenden Adhäsiv- und Kompositssysteme wurde ein Lichtpolymerisationsgerät des Typs Optilux 401 (Firma Kerr, Karlsruhe, Deutschland) mit einer Leistung von 650 mW/mm<sup>2</sup> verwendet.

### 3.3 Analyse

Zur Ermittlung der Haftkräfte wurde die Versuchsvorrichtung in die PC- gestützte Zwick-Universal-Prüfmaschine Typ Z005 (Fa. Zwick Roell, Ulm, Deutschland) integriert und der folgende Zugversuch in Kombination mit der Software „testexpert 7.0“ durchgeführt. Das Computerprogramm ermöglicht eine sofortige graphische Darstellung der Werte in einem Kraft-Zeit-Diagramm sowie eine Ermittlung des Mittelwertes, der Standardabweichung und des Medianwertes für alle Versuchsgruppen in MPa.

Folgende Parameter wurden für jeden Zugversuch als standardisiert festgelegt:

- Anzahl der Zyklen: Einzelzyklus
- Testgeschwindigkeit: 1mm/min
- Oberer Kraftskalenwert: 1000 N
- keine Vorkraft

Zur quantitativen Analyse wurde 15 min nach vollständiger Polymerisation die Apparatur mit der behandelten Dentinscheibe in der unteren Traverse fixiert. Die Applikationshülse wurde vorsichtig über eine Zugkette mit der oberen flexiblen Traverse verbunden und diese mittels Handsteuerung in spannungsfreie Abzugsposition ausgerichtet. Der Zugversuch wurde am Computer gestartet. Der Abzugszyklus endete beim Versagen der Haftkräfte zwischen unterem und oberem

Teil der Versuchsapparatur. Während des Zugversuches wurde die maximal gehaltene Kraft zwischen Dentin und Adhäsiv über die Prüfsoftware „testexpert 7.0“ ermittelt. Die Zugfestigkeit wurde aus der maximal gehaltenen Kraft und der für die Haftung zur Verfügung stehenden Fläche nach der Formel  $Z = F/A$  berechnet ( $Z$  = Zugfestigkeit in MPa,  $F$  = maximal gehaltene Kraft in N,  $A$  = Fläche in mm<sup>2</sup>) sowie der Verlauf der Kraftübertragung berechnet und im Kraft- Zeit- Diagramm dargestellt.

### **3.4 Statistische Auswertung**

Die gewonnene Datenmenge aller Versuchsgruppen wurde mit Hilfe des Statistikprogramms SPSS 16.0 ausgewertet. Graphische Darstellungen und Berechnungen wurden ebenfalls mit Hilfe dieses Programms erstellt. Für weitere graphische Darstellungen wurde das Programm Microsoft Office Excel angewandt. Für jede Versuchsgruppe wurden die entsprechenden Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftkraft analysiert. Statistische Vergleiche der verschiedenen Versuchsgruppen untereinander wurden mittels einfaktorieller Varianzanalyse (ANOVA) durchgeführt. Mit Hilfe des Tukey`s Studentized Range Tests mit einem Signifikanzlevel von 5 % erfolgte der Vergleich der einzelnen Gruppen. Der paarweise Vergleich der korrigierten Statistik wurde auf signifikante Unterschiede nach Bonferroni Holm bestätigt.

#### 4 Ergebnisse

In allen zwölf Versuchsreihen konnte eine Zugfestigkeit der verschiedenen Adhäsivsysteme am Dentin registriert werden. Den höchsten Mittelwert zeigt sich in der Gruppe CC-C (Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core), einer rein chemisch härtenden Materialkombination. Den geringsten Mittelwert ließ sich in der lichthärtenden Materialkombination aus Futurabond DC und MultiCore HB® (FM-L) ermitteln. Tabelle 4 zeigt eine Übersicht aller Versuchsgruppen und stellt das arithmetische Mittel, die Standardabweichung, den Medianwert sowie das Maximum und das Minimum in MPa dar.

Tab. 11 Ergebnisse

Gruppe	Abkürzung	Mittelwert	Standardabweichung	Median	Maximum	Minimum
1	FG-L	24,51	5,15	25,14	31,12	16,78
2	FT-L	15,58	4,11	15,64	23,63	10,22
3	FC-C	32,28	8,83	28,42	51,31	23,25
4	FR-L	32,15	10,27	33,43	45,46	15,79
5	FR-C	39,26	8,69	40,78	56,39	26,01
6	FM-L	2,57	0,50	2,61	3,50	1,75
7	FM-C	3,03	1,14	2,77	4,92	1,79
8	AM-L	25,76	6,13	24,93	37,43	18,11
9	AM-C	22,32	4,26	21,80	28,92	15,40
10	CR-C	37,09	13,63	32,80	59,68	21,43
11	CM-C	35,10	6,49	34,40	51,20	27,25
12	CC-C	39,71	3,83	38,94	45,54	34,84

Die nachfolgende Abbildung veranschaulicht eine Übersicht aller ermittelten Zugfestigkeitswerte und deren Medianwerte sowie des oberen und unteren Quartils.

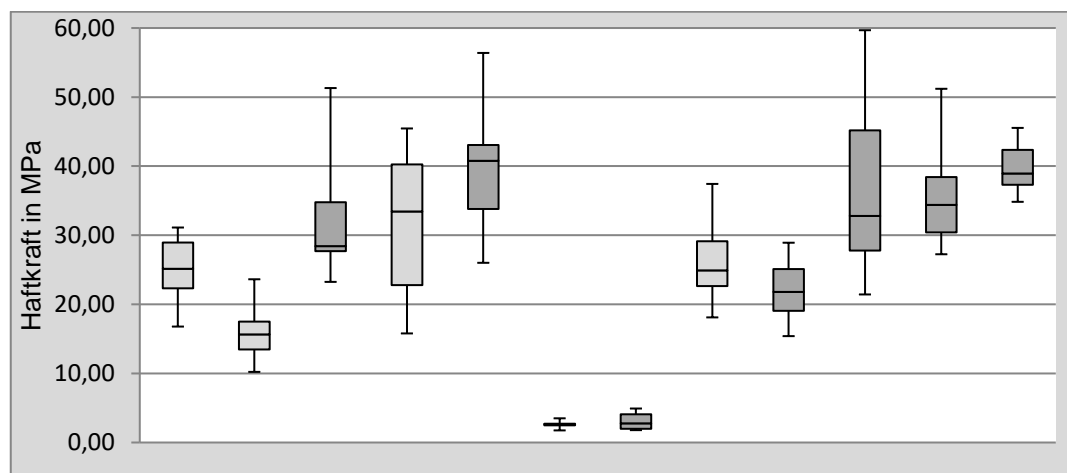


Abb. 10 Graphische Darstellung der Messergebnisse (MPa)

Die mittleren Zugfestigkeitswerte der lichtpolymerisierenden Versuchsreihen liegen zwischen 32,15 MPa ( $\pm 10,27$ ) im Falle von Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L) und 2,57 MPa ( $\pm 0,50$ ) bei Futurabond DC-MultiCore HB<sup>®</sup> (FM-L). Bei der Verarbeitung der selbstpolymerisierenden Materialien lagen die mittleren Werte zwischen 39,71 MPa ( $\pm 3,83$ ) bei der Verarbeitung von Clearfil™ NewBond Liner 2V mit Clearfil™ Core und 3,03 MPa ( $\pm 1,14$ ) bei der Materialkombination Futurabond DC-MultiCore HB<sup>®</sup>. In Bezug auf das zu beurteilende Self-Etch-Adhäsiv Futurabond DC sind höhere mittlere Haftkräfte in den selbstpolymerisierenden Versuchsreihen Futurabond DC-Clearfil™ Core 32,28 MPa ( $\pm 8,83$ ) sowie Futurabond DC-Rebilda DC 39,26 MPa ( $\pm 8,69$ ) zu beobachten. Während in den lichtpolymerisierenden Kombinationen von Futurabond DC mit den zu verarbeitenden Kompositen sich die mittlere Zugfestigkeit in der Versuchsgruppe mit MultiCore HB<sup>®</sup> (FM-L) auf 2,57 MPa ( $\pm 0,50$ ) reduzierte.

#### 4.1 Quantitative Analyse

##### 4.1.1 Versuchsgruppe Futurabond DC-Grandio<sup>®</sup> (FG-L)

In der Gruppe Futurabond DC-Grandio<sup>®</sup> lichtpolymerisierend (Kontrollgruppe, FG-L) lag der Mittelwert der gemessenen Haftkraft bei 24,51 MPa, die Standardabweichung lag bei 5,15. Das Maximum betrug 31,12 MPa und das Minimum 16,78 MPa.

Tab. 12 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe FG-L

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	16,71	15,47	14,14	24,40	22,45	20,98	20,60	24,44	18,88	13,18	16,17	23,54
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	21,27	19,70	18,00	31,07	28,58	26,71	26,23	31,12	24,04	16,78	20,59	29,98

##### 4.1.2 Versuchsgruppe Futurabond DC-Tetric EvoCeram<sup>®</sup> (FT-L)

Die Untersuchung in der Gruppe Futurabond DC-Tetric EvoCeram<sup>®</sup> lichtpolymerisierend (FT-L) ergab einen Mittelwert von 15,58 MPa. Die Standardabweichung lag bei 4,11. Das ermittelte Maximum war 23,63 MPa, das Minimum 10,22 MPa.

Tab. 13 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe FT-L

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	8,02	12,04	18,56	9,87	12,51	9,01	13,65	12,68	16,71	8,46	14,05	11,32
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	10,22	15,34	23,63	12,56	15,93	11,47	17,38	16,14	21,27	10,77	17,89	14,41

#### 4.1.3 Versuchsgruppe Futurabond DC-Clearfil™ Core (FC-C)

Die Versuchsgruppe Futurabond DC-Clearfil™ Core selbstpolymerisierend (FC-C) zeigte einen Mittelwert von 32,28 MPa, die Standardabweichung lag bei 8,83. Die maximal gemessene Haftkraft betrug 51,31 MPa und das Minimum 23,25 MPa.

Tab. 14 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe FC-C

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	21,65	21,30	40,30	33,37	22,04	18,56	18,26	21,46	25,30	34,39	22,61	24,98
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	27,56	27,12	51,31	42,49	28,07	23,64	23,25	27,33	32,21	43,79	28,78	31,81

#### 4.1.4 Versuchsgruppe Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L)

Der Mittelwert in der Versuchsreihe Futurabond DC-Rebilda DC lichtpolymerisierend (FR-L) betrug 32,15 MPa, die Standardabweichung lag bei 10,27. Der höchste Wert zeigte sich bei einer Haftkraft von 45,46 MPa und der niedrigste bei 15,79 MPa.

Tab. 15 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe FR-L

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	28,78	35,71	25,43	16,00	25,52	31,71	19,80	13,89	12,40	26,99	31,57	35,22
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	36,64	45,46	32,37	20,38	32,50	40,37	25,20	17,68	15,79	34,36	40,20	44,84

#### 4.1.5 Versuchsgruppe Futurabond DC-Rebilda DC (FR-C)

In der Versuchsgruppe Futurabond DC-Rebilda DC chemisch polymerisierend (FR-C) zeigte sich ein Mittelwert von 39,26 MPa bei einer Standardabweichung von 8,69. Der höchste gemessene Wert lag bei 56,39 MPa und der niedrigste bei 26,01 MPa.

Tab. 16 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe FR-C

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	44,29	32,21	20,99	37,43	33,20	26,09	27,02	35,70	31,84	32,95	20,43	27,89
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	56,39	41,01	26,72	47,66	42,27	33,21	34,40	45,45	40,54	41,96	26,01	35,51

#### 4.1.6 Versuchsgruppe Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-L)

Die Haftkraft in der Gruppe Futurabond DC-MultiCore HB® lichtpolymerisierend (FM-L) ergab einen Mittelwert von 2,57 MPa. Die Standardabweichung lag bei 0,50. Die größte gemessene Haftkraft betrug 3,50 MPa, die geringste 1,75 MPa.

Tab. 17 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe FM-L

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	1,37	1,95	2,18	2,12	1,84	2,04	1,53	2,57	2,75	2,05	1,71	2,12
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	1,75	2,49	2,77	2,70	2,35	2,60	1,95	3,27	3,50	2,61	2,17	2,70

#### 4.1.7 Versuchsgruppe Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-C)

Bei der Versuchsgruppe Futurabond DC-MultiCore HB® selbstpolymerisierend (FM-C) wurde ein Mittelwert von 3,03 MPa ermittelt. Die Standardabweichung lag bei 1,14. Das Maximum betrug 4,92 MPa und das Minimum 1,79 MPa.

Tab. 18 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe FM-C

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	3,12	2,09	1,41	1,80	1,48	3,87	1,64	3,47	1,43	2,26	3,50	2,51
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	3,97	2,66	1,79	2,29	1,89	4,92	2,08	4,42	1,82	2,88	4,45	3,20

#### 4.1.8 Versuchsgruppe AdheSE® DC-MultiCore HB® (AM-L)

Bei der Untersuchung der Versuchsgruppe AdheSE® DC-MultiCore HB® lichtpolymerisierend (AM-L) wurde ein Mittelwert von 25,76 MPa gemessen. Die Standardabweichung betrug 6,13. Der höchste gemessene Haftkraftwert lag bei 37,43 MPa, der niedrigste bei 18,11 MPa.

Tab. 19 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe AM-L

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	21,91	15,21	15,02	29,39	20,11	16,60	18,97	19,07	20,60	14,22	25,75	25,99
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	27,90	19,36	19,12	37,43	25,61	21,13	24,16	24,24	26,23	18,11	32,79	33,09

#### 4.1.9 Versuchsgruppe AdheSE® DC Activator-MultiCore HB® (AM-C)

Die Versuchsreihe AdheSE® DC Activator-MultiCore HB® (AM-C) zeigte einen Mittelwert von 22,32 MPa bei einer Standardabweichung von 4,26. Der maximal gemessene Wert betrug 28,92 MPa, der geringste Haftkraftwert betrug 15,40 MPa.

Tab. 20 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe AM-C

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	22,71	19,83	16,31	22,46	12,10	17,68	19,13	15,88	19,68	16,56	14,06	13,99
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	28,92	25,25	20,77	28,60	15,40	22,51	24,36	20,22	25,06	21,09	17,90	17,81

#### 4.1.10 Versuchsgruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-Rebilda DC (CR-C)

Die Untersuchung der Versuchsgruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-Rebilda DC chemisch polymerisierend (CR-C) ergab einen Mittelwert von 37,09 MPa, die Standardabweichung lag bei 13,63. Der höchste ermittelte Wert war 59,68 MPa, der niedrigste 21,43 MPa.

Tab. 21 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe CR-C

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	45,19	25,45	46,87	22,17	21,76	44,61	16,83	26,06	18,89	32,45	21,89	27,41
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	57,53	32,41	59,68	28,23	27,70	56,80	21,43	33,18	24,05	41,31	27,87	34,91

#### 4.1.11 Versuchsgruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-MultiCore HB® (CM-C)

In der Gruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-MultiCore HB® selbstpolymerisierend (CM-C) lag der Mittelwert der zu ermittelnden Haftkraft bei 35,10 MPa. Die Standardabweichung betrug 6,49. Das Maximum lag bei 51,20 MPa und das gemessene Minimum bei 27,25 MPa.

Tab. 22 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe CM-C

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	25,16	28,30	24,81	30,49	22,54	40,21	30,82	30,07	26,12	22,97	21,41	27,90
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	32,03	36,03	31,59	38,82	28,70	51,20	39,24	38,29	33,26	29,24	27,25	35,53

#### 4.1.12 Versuchsgruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core (CC-C)

Die Versuchsgruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core chemisch polymerisierend (CC-C) ergab einen Mittelwert 39,71 MPa, die Standardabweichung lag bei 3,83. Das Maximum betrug in dieser Versuchsreihe 45,54 MPa und das Minimum 34,84 MPa.

Tab. 22 Graphische Darstellung der Einzelmessungen bei Gruppe CC-C

Probennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<b>Kraft (N)</b>	34,96	27,36	35,77	28,27	32,71	30,56	30,61	28,21	31,65	35,65	28,26	30,33
<b>Kraft/Fläche (MPa)</b>	44,51	34,84	45,54	35,99	41,64	38,91	38,97	35,92	40,30	45,40	35,98	38,62

## 4.2 Statistische Auswertung

Zwischen allen erfassten Zugfestigkeitswerten und zwischen den einzelnen Versuchsgruppen ergab die Varianzanalyse der Einfachklassifikation signifikante Unterschiede der gemessenen Haftkräfte ( $p \leq 0,05$ ; ANOVA, analysis of variance).

### 4.2.1 Statistischer Vergleich der selbstpolymerisierenden Gruppen untereinander

Die Differenz der Mittelwerte der gemessenen Haftkräfte der selbstpolymerisierenden Versuchsreihen zeigen allesamt Unterschiede auf. Die ermittelten Mikrozugfestigkeitswerte der Versuchsgruppe Futurabond DC-Clearfil™ Core (FC-C) sind nicht signifikant im Vergleich zu Futurabond DC-Rebilda DC (FR-C), Clearfil™ NewBond Liner 2V-Rebilda DC (CR-C), Clearfil™ NewBond Liner 2V-MultiCore HB® (CM-C) sowie Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core (CC-C) ( $p \geq 0,05$ ; Tukey's Studentized Range Test). Jedoch ist eine höhere Signifikanz von Futurabond DC-Clearfil™ Core (FC-C) zu Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-C) sowie zu AdheSE® DC Activator-MultiCore HB® (AM-C) feststellbar ( $p \leq 0,05$ ).

In der vergleichbaren Betrachtung der Haftkräfte innerhalb der Versuchsgruppen Futurabond DC-Rebilda DC (FR-C) mit Clearfil™ NewBond Liner 2V-Rebilda DC (CR-C), Clearfil™ NewBond Liner 2V-MultiCore HB® (CM-C) sowie Clearfil™



NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core (CC-C) war das Ergebnis nicht signifikant ( $p \geq 0,05$ ). Die Untersuchungsergebnisse der Versuchsgruppe Futurabond DC-Rebilda DC (FR-C) sind jedoch signifikant höher im Vergleich zu Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-C) und AdheSE® DC Activator-MultiCore HB® (AM-C) ( $p \leq 0,05$ ).

Im Vergleich der Gruppen Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-C) zeigt sich, dass diese signifikant niedrigere Werte zu den Versuchsreihen AdheSE® DC Activator-MultiCore HB® (AM-C), Clearfil™ NewBond Liner 2V-Rebilda DC (CR-C), Clearfil™ NewBond Liner 2V-MultiCore HB® (CM-C) sowie Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core (CC-C) aufweist ( $p \leq 0,05$ ).

Des Weiteren resultieren signifikante niedrigere Unterschiede aus der vergleichbaren Betrachtung der Versuchsgruppen AdheSE® DC Activator-MultiCore HB® (AM-C) mit Clearfil™ NewBond Liner 2V-Rebilda DC (CR-C), Clearfil™ NewBond Liner 2V-MultiCore HB® (CM-C) sowie Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core (CC-C) ( $p \leq 0,05$ ).

Tab. 23 Statistischer Vergleich der selbstpolymerisierenden Gruppen untereinander, Tukey's Studentized Range Test

	<b>FC-C</b> $\bar{x}=32,28$	<b>FR-C</b> $\bar{x}=39,26$	<b>FM-C</b> $\bar{x}=3,03$	<b>AM-C</b> $\bar{x}=22,32$
<b>FR-C</b> $\bar{x}=39,26$	$p=0,405$			
<b>FM-C</b> $\bar{x}=3,03$	$p=0,000$	$p=0,000$		
<b>AM-C</b> $\bar{x}=22,32$	$p=0,036$	$p=0,000$	$p=0,000$	
<b>CR-C</b> $\bar{x}=37,09$	$p=0,881$	$p=1,000$	$p=0,000$	$p=0,000$
<b>CM-C</b> $\bar{x}=35,10$	$p=0,998$	$p=0,953$	$p=0,000$	$p=0,001$
<b>CC-C</b> $\bar{x}=39,71$	$p=0,307$	$p=1,000$	$p=0,000$	$p=0,000$

#### 4.2.2 Statistischer Vergleich der lichtpolymerisierenden Gruppen untereinander

Im Vergleich der rein lichtpolymerisierenden Versuchsgruppen untereinander unterscheiden sich die gemessenen Haftkräfte zwischen den einzelnen Gruppen. Die ermittelte Mikrozugfestigkeit der Versuchsgruppe Futurabond DC-Grandio® (Kontrollgruppe, FG-L) ist nicht signifikant zu den Gruppen Futurabond DC-Tetric EvoCeram® (FT-L), Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L) sowie AdheSE® DC-MultiCore HB® (AM-L) ( $p \geq 0,05$ ; Tukey's Studentized Range Test). Hingegen besteht zu der

Gruppe Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-L) ein signifikanter höherer Unterschied ( $p \leq 0,05$ ).

Ein signifikanter Unterschied konnte ebenfalls zwischen den Gruppen Futurabond DC-Tetric EvoCeram® (FT-L) und Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L), Futurabond DC MultiCore HB® (FM-L) sowie AdheSE® DC-MultiCore HB® (AM-L) festgestellt werden ( $p \leq 0,05$ ). In den Versuchsgruppen Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L)-AdheSE® DC-MultiCore HB® (AM-L) wurden signifikant höhere und in der Gruppe Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-L) signifikant niedrigere Werte im Vergleich zu der Gruppe Futurabond DC-Tetric EvoCeram® (FT-L) ermittelt.

In der Versuchsreihe Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L) stellte sich eine höhere Signifikanz zu der Gruppe Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-L) ( $p \leq 0,05$ ), jedoch keine Signifikanz zu der Gruppe AdheSE® DC-MultiCore HB® (AM-L) dar ( $p \geq 0,05$ ).

Tab. 24 Statistischer Vergleich der lichtpolymerisierenden Gruppen untereinander, Tukey's Studentized Range Test

	<b>FG-L</b> $\bar{x}=24,51$	<b>FT-L</b> $\bar{x}=15,58$	<b>FR-L</b> $\bar{x}=32,15$
<b>FT-L</b> $\bar{x}=15,58$	$p=0,097$		
<b>FR-L</b> $\bar{x}=32,15$	$p=0,267$	$p=0,000$	
<b>FM-L</b> $\bar{x}=2,57$	$p=0,000$	$p=0,001$	$p=0,000$
<b>AM-L</b> $\bar{x}=25,76$	$p=1,000$	$p=0,028$	$p=0,547$

#### 4.2.3 Statistischer Vergleich der licht- und selbstpolymerisierenden Gruppen untereinander

In der Betrachtung der licht- und selbstpolymerisierenden Gruppen untereinander zeigt sich, dass in allen zum Vergleich herangezogenen Produktkombinationen Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L und FR-C), Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-L und FM-C), AdheSE® DC-MultiCore HB® (AM-L und AM-C) keine signifikanten Unterschiede festzustellen sind ( $p \geq 0,05$ ; Tukey's Studentized Range Test).

Tab. 25 Statistischer Vergleich der licht- und selbstpolymerisierenden Gruppen untereinander, Tukey's Studentized Range Test

	<b>FR-C</b> $\bar{x}=39,26$	<b>FM-C</b> $\bar{x}=3,03$	<b>AM-C</b> $\bar{x}=22,32$
<b>FR-L</b> $\bar{x}=32,15$	p=0,375		
<b>FM-L</b> $\bar{x}=2,57$		p=1,000.	
<b>AM-L</b> $\bar{x}=25,76$			p=0,989

#### 4.2.4 Statistischer Vergleich der Futurabond DC Gruppen untereinander

Innerhalb der Versuchsgruppen mit Futurabond DC und Grandio® (Kontrollgruppe FG-L) konnten zwischen den verschiedenen Materialkombinationen Futurabond DC-Tetric EvoCeram® (FT-L), Futurabond DC-Clearfil™ Core (FC-C) sowie Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L) keine signifikanten Unterschiede festgestellt werden ( $p \geq 0,05$ ; Tukey's Studentized Range Test).

Die Mikrozugfestigkeit zwischen Futurabond DC-Grandio® (Kontrollgruppe, FG-L) und Futurabond DC-Rebilda DC chemisch polymerisierend (FR-C), Futurabond DC-MultiCore HB® lichtpolymerisierend (FM-L) sowie FuturaBond DC-MultiCore HB® selbstpolymerisierend (FM-C) sind jedoch signifikant ( $p \leq 0,05$ ). Dabei zeigt die Kontrollgruppe Futurabond DC-Grandio® (FG-L) signifikant höhere Zugfestigkeitswerte als die Gruppen Futurabond DC-MultiCore HB® lichtpolymerisierend (FM-L) und Futurabond DC-MultiCore HB® chemisch polymerisierend (FM-C). Die Untersuchungsergebnisse der Gruppe Futurabond DC-Rebilda DC selbstpolymerisierend (FR-C) sind im Vergleich zu der Gruppe Futurabond DC-Grandio® (Kontrollgruppe, FG-L) signifikant höher.

Die Untersuchung der Gruppe Futurabond DC-Tetric EvoCeram® (FT-L) zeigte signifikante Unterschiede zu den Gruppen Futurabond DC-Clearfil™ Core (FC-C) sowie Futurabond DC-Rebilda DC lichtpolymerisierend (FR-L), Futurabond DC-Rebilda DC chemisch polymerisierend (FR-C), Futurabond DC-MultiCore HB® lichtpolymerisierend (FM-L) sowie Futurabond DC-MultiCore HB® selbstpolymerisierend (FM-C) ( $p \leq 0,05$ ). Dabei wird der signifikant niedrigere Mikrozugfestigkeitswert der Gruppe Futurabond DC-Tetric EvoCeram® (FT-L) im Vergleich mit den Gruppen Futurabond DC-Clearfil™ Core (FC-C), Futurabond DC-Rebilda DC lichtpolymerisierend (FR-L) und Futurabond DC-Rebilda DC chemisch polymerisierend (FR-C) deutlich. In der Gegenüberstellung mit den Gruppen Futurabond DC-MultiCore HB® lichtpolymerisierend (FM-L) und Futurabond DC-

MultiCore HB<sup>®</sup> selbstpolymerisierend (FM-C) zeigt sich ein signifikant höherer Wert in der Materialkombination Futurabond DC-Tetric EvoCeram<sup>®</sup> (FT-L).

Der Vergleich der Versuchsgruppe Futurabond DC-Clearfil<sup>™</sup> Core (FC-C) mit Futurabond DC-Rebilda DC lichtpolymerisierend (FR-L) sowie mit Futurabond DC-Rebilda DC chemisch polymerisierend (FR-C) zeigte keine signifikanten Unterschiede ( $p \geq 0,05$ ).

In der Gegenüberstellung der Gruppe Futurabond DC-Clearfil<sup>™</sup> Core (FC-C) mit Futurabond DC-MultiCore HB<sup>®</sup> lichtpolymerisierend (FM-L) sowie Futurabond DC-MultiCore HB<sup>®</sup> selbstpolymerisierend (FM-C) konnten signifikante Unterschiede festgestellt werden ( $p \leq 0,05$ ). Der Mittelwert der Gruppe Futurabond DC-Clearfil<sup>™</sup> Core (FC-C) ist signifikant höher als der ermittelte Haftkraftwert der Gruppen Futurabond DC und MultiCore HB<sup>®</sup> in der licht- sowie in der selbstpolymerisierenden (FM-L und FM-C) Variante.

Keine Signifikanz zeigte sich im Vergleich der Versuchsgruppe Futurabond DC-Rebilda DC lichtpolymerisierend (FR-L) mit Futurabond DC-Rebilda DC chemisch polymerisierend (FR-C) ( $p \geq 0,05$ ), wobei der Vergleich der Haftkräfte mit den Gruppen Futurabond DC-MultiCore HB<sup>®</sup> lichtpolymerisierend (FM-L) sowie Futurabond DC-MultiCore HB<sup>®</sup> selbstpolymerisierend (FM-C) signifikante Unterschiede aufweist ( $p \leq 0,05$ ). Es wurde hierbei ein signifikant höherer Mittelwert bei der Gruppe Futurabond DC-Rebilda DC lichtpolymerisierend (FR-L) als bei den Gruppen Futurabond DC und MultiCore HB<sup>®</sup> licht- sowie selbstpolymerisierend (FM-L und FM-C) festgestellt.

Die Versuchsreihe Futurabond DC-Rebilda DC chemisch polymerisierend (FR-C) zeigte signifikant höhere Unterschiede zu den Gruppen Futurabond DC-MultiCore HB<sup>®</sup> lichtpolymerisierend (FM-L) sowie Futurabond DC-MultiCore HB<sup>®</sup> selbstpolymerisierend (FM-C) ( $p \leq 0,05$ ).

Tab. 25 Statistischer Vergleich der Futurabond DC Gruppen untereinander, Tukey's Studentized Range Test

	<b>FG-L</b> $\bar{x}=24,51$	<b>FT-L</b> $\bar{x}=15,58$	<b>FC-C</b> $\bar{x}=32,28$	<b>FR-L</b> $\bar{x}=32,15$	<b>FR-C</b> $\bar{x}=39,26$	<b>FM-L</b> $\bar{x}=2,57$	<b>FM-C</b> $\bar{x}=3,03$
<b>FG-L</b> $\bar{x}=24,51$							
<b>FT-L</b> $\bar{x}=15,58$	p=0,097						
<b>FC-C</b> $\bar{x}=32,28$	p=0,244	p=0,000.					
<b>FR-L</b> $\bar{x}=32,15$	p=0,267	p=0,000	p=1,000				
<b>FR-C</b> $\bar{x}=39,26$	p=0,000	p=0,000.	p=0,405	p=0,375			
<b>FM-L</b> $\bar{x}=2,57$	p=0,000	p=0,001	p=0,000	p=0,000	p=0,000		
<b>FM-C</b> $\bar{x}=3,03$	p=0,000	p=0,002	p=0,000	p=0,000	p=0,000	p=1,000	

#### 4.2.5 Statistischer Vergleich der Materialkombination AdheSE® DC-AdheSE® DC Activator untereinander

In der statistischen Betrachtung der Materialkombination AdheSE® DC-MultiCore HB® in der licht- sowie in der selbstpolymerisierenden Variante (AM-L und AM-C) zeigen sich keine signifikanten Unterschiede ( $p \geq 0,05$ ; Tukey's Studentized Range Test).

Tab. 26 Statistischer Vergleich der Materialkombination AdheSE® DC-AdheSE® DC Activator untereinander, Tukey's Studentized Range Test

	<b>AM-L</b> $\bar{x}=25,76$
<b>AM-C</b> $\bar{x}=22,32$	p=0,001

#### 4.2.6 Statistischer Vergleich der Clearfil™ NewBond Liner 2V Gruppen untereinander

Im Vergleich der Versuchsreihen unter Verwendung des Bondingsystems Clearfil™ NewBond Liner 2V mit verschiedenen selbstpolymerisierenden Kompositen zeigen sich keine signifikanten Unterschiede. Die Versuchsgruppe Clearfil™ NewBond Liner 2V-MultiCore HB® (CM-C) ist nicht signifikant zu den Materialkombinationen Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core (CC-C) sowie Clearfil™ NewBond Liner 2V-Rebilda DC (CR-C) ( $p \geq 0,05$ ; Tukey's Studentized Range Test). Dieses

statistische Ergebnis resultiert auch aus der Betrachtung der Gruppen Clearfil™ NewBond Liner 2V-Clearfil™ Core (CC-C) mit Clearfil™ NewBond Liner 2V-Rebilda DC (CR-C) ( $p \geq 0,05$ ).

Tab. 27 Statistischer Vergleich der Clearfil™ NewBond Liner 2V Gruppen untereinander, Tukey's Studentized Range Test

	<b>CM-C</b>	<b>CC-C</b>
	$\bar{x}=35,10$	$\bar{x}=39,71$
<b>CC-C</b>	$p=0,907$	
<b>CR-C</b>	$p=1,000$	$p=0,999$

Die ermittelten statistischen Ergebnisse wurden mittels der Bonferroni-Holm-Korrektur überprüft und bestätigt.

## **5 Diskussion**

Die Effektivität von Adhäsivsystemen kann durch Messungen der Haftkräfte zwischen Komposit und Dentin bzw. Schmelz in In-vitro-Studien an extrahierten Zähnen ermittelt werden. In der vorliegenden Studie wurden drei selbstkonditionierende dualpolymerisierende Dentinhaftvermittlersysteme in Verbindung mit rein photo-, rein auto- sowie dualpolymerisierenden Kompositen verschiedener Hersteller auf perfundiertem Dentin miteinander verglichen.

### **5.1 Diskussionen der Methodik**

#### **5.1.1 Auswahl der Zähne**

Für die Untersuchung wurden 144 menschliche Weisheitszähne verwendet, wobei deren Kariesfreiheit maßgeblich war. Die Verwendung der Zähne anderer Säuger birgt Fehlerquellen. Rinderzähne, die für In-vitro-Versuche gehäuft verwendet werden, besitzen ein anderes Haftmuster als Humanzähne und erzielen dadurch geringere Haftwerte (Finger, 1988; Retief et al., 1990). Die Ergebnisse sind zwar untereinander vergleichbar, jedoch sind Dentinadhäsive für die Adhäsion an humaner Zahnhartsubstanz optimiert. Zum Zeitpunkt der operativen Entfernung waren alle Zähne voll retiniert, sodass ein Einfluss exogener Faktoren ausgeschlossen werden kann. Retinierte Zähne weisen im Vergleich zu durchgebrochenen Molaren große Kanallumina sowie eine gering ausgeprägte Zone des peritubulären Dentins auf (Finger, 1988, Asande Adebayo et al., 2008), wodurch sich eine erhöhte Dentinpermeabilität mit einer Verringerung der Haftwerte ergeben könnte. Eine altersgemäße sklerotische Verengung der Tubuli aufgrund von Kalzifizierungsprozessen durch Karies oder Traumata (Stanley et al. 1983) musste nicht berücksichtigt werden. Da Dentin als vitales Gewebe auch nach der Extraktion noch strukturellen Veränderungen unterworfen ist (Schröder, 1992), bleibt die Frage offen, ob Lagerungszeit und Extraktionszeitpunkt Einfluss auf die Qualität der adhäsiven Verbindung zur Zahnhartsubstanz haben. Alle Zähne wurden in isotoner Kochsalzlösung gelagert, um eine Austrocknen zwischen operativer Entfernung und Versuchsdurchführung zu vermeiden. Nach Haller et al. (1993) bleiben die physikalischen und chemischen Eigenschaften der Zähne durch physiologische Medien unbeeinflusst, weshalb sie zur kurzfristigen Aufbewahrung geeignet sind (Jörgensen et al., 1985). Auch wenn zahlreiche Studien (Finger, 1988; Hikita et al., 2007), belegen konnten, dass die Lagerungszeit zwischen Extraktion, Probenherstellung und Verarbeitung keinen signifikanten Einfluss auf die

Zugfestigkeitswerte haben, wurde eine möglichst kurze Lagerungszeit der Versuchszähne bzw. der Dentinscheiben im Aufbewahrungsmedium angestrebt. Die Versuche wurden innerhalb von 14 Tagen nach Extraktion der jeweiligen Zähne durchgeführt.

### **5.1.2 Präparation der Dentinproben**

Für diese Studie wurden keine Kavitäten, sondern Dentinscheiben mit einer standardisierten Probenstärke von  $3,5 \pm 0,2$  mm präpariert. Der Abstand zwischen dem koronalen Plateau und den Pulpenhörnern betrug  $1,2 \pm 0,2$  mm. Auf diese Weise konnten alle in vivo vorkommenden Kriterien wie Permeabilität, Strukturbeschaffenheit des Dentins, Schmierschicht und Interaktion zwischen Komposit und Haftvermittler zur Dentinoberfläche berücksichtigt werden. Je geringer der Abstand zur Pulpa, desto mehr nimmt die Adhäsion am präpariertem Dentin ab. Hierzu untersuchten Mitchem und Gronas (1986) Abstände von 0,75 mm, 1,5 mm sowie 2,0 mm zwischen Dentinfläche und Pulpa. Eine Erhöhung der Dentinpermeabilität wurde bei einer Verminderung der Dentinstärke beobachtet. So zeigten sich bei extrem dünnen Dentinscheiben die geringsten Haftwerte. Tagami et al. zeigten 1990, dass je tiefer die präparierte Dentinschicht, umso höher die Permeabilität war, und daraus resultierend die Haftkraftwerte umso geringer wurden. Dies ist nicht ausschließlich mit einem signifikanten Anstieg der Dentinkanälchen in Richtung der Pulpa (45.000 Tubuli pro  $\text{cm}^2$  pulpennah im Vergleich 25.000 Tubuli pro  $\text{cm}^2$  an der Schmelz-Zement-Grenze), sondern auch durch Erweiterung deren Durchmessers (2-3  $\mu\text{m}$  pulpennah im Vergleich 0,5-1  $\mu\text{m}$  an der Schmelz-Zement-Grenze) zu erklären (Garberglio et al., 1976). Die Präparation des Dentins wurde so praxisnah wie möglich durchgeführt. Unter Verwendung von zylindrischen Diamantschleifern sollte bei ständiger Wasserkühlung eine möglichst gleichmäßige Kavitätenstruktur erzielt werden. Die mit 50 ml/min gewählte Wasserkühlung reduziert erheblich die Bildung der Schmierschicht auf dem Dentin als bei Kavitäten, die ohne Zuhilfenahme von Wasserspray präpariert werden (Gwinnett, 1984; Ayad et al., 2009). Um klinische Verhältnisse zu simulieren, wurden diamantierte Schleifer mit der Körnung von 70  $\mu\text{m}$  und zum Finieren mit 30  $\mu\text{m}$  großem Diamantbesatz verwendet. Durch das Finieren soll eine stark verschmierte Dentinoberfläche vermieden werden, was zu höheren Haftwerten bei Self-Etch-Adhäsiven führt (Koibuchi et al., 2001).

### **5.1.3 Versuchsaufbau**

Alle Angaben von Zugfestigkeitswerten sind abhängig von experimentellen Faktoren. Dazu gehören im Wesentlichen das Design der Dentinprobe, der Adhäsiv- und



Kompositart sowie der Untersuchungsmethode allein. Das bekräftigen mehrere Studien (Goracci et al., 2004a; Sadek et al., 2005). Somit hat neben der gewählten Methode auch der Probenquerschnitt Einfluss auf die zu erreichende Haftfestigkeit, wobei bei einem Querschnitt von 0,5-1 mm die größten Haftwerte erzielt wurden (Goracci et al., 2004a; Dong et al., 2013). In der vorliegenden Studie enthielt die Metallhülse eine Bohrung mittig von 1 mm durchschnittlich, was einer Kontaktfläche von 0,785 mm<sup>2</sup> zwischen Dentin und Komposit entspricht. Zur Bestimmung der Verbundfestigkeit zwischen Dentin und Komposit eignen sich vor allem Scher- und Zugversuche (Braga et al., 2010, Armstrong et al., 2015). Bei beiden Versuchen wird eine Kompositprobe adhäsiv auf einer planen Zahnoberfläche befestigt. Unterschiede im Versuchsdesign zeigen sich dahin gehend, dass bei Scherversuchen die Kraft parallel zur Dentinoberfläche wirkt, während im Zugversuch die koaxialen Kräfte eine entscheidende Rolle spielen (Burke et al., 2008). Die Prüfkörper werden mit einer Kraft axial von einer standardisierten Dentinfläche gezogen, wobei der Durchmesser der adhäsiven Fläche eine wesentliche Variable bei der Untersuchung der Adhäsivsysteme darstellt (Burke et al., 2008). Während der Polymerisation treten aufgrund der Anheftung des Komposits an die Zahnoberfläche Zugspannungen auf, die dem adhäsiven Verbund entgegenwirken. Je größer die adaptive Fläche des Komposits, desto höher sind die Schrumpfungsspannungen. Dies wird mit dem C-Faktor (configuration factor) veranschaulicht. Der C-Faktor ist das Verhältnis zwischen der freien Oberfläche des Komposits und der Oberfläche der Kontaktfläche zur Kavitätenwand. Je höher der C-Faktor ist, desto größer ist das Verhältnis der geklebten zur freien Fläche, umso mehr Kavitätenwände konkurrieren um die Haftung, umso größer ist der Polymerisationsstress (Moreira Da Silva et al., 2007). So haben Klasse I-Füllungen aufgrund ihrer großen gebunden Flächen, einen durchschnittlichen C-Faktor von 4 und Füllungen der Klasse IV hingegen einen C-Faktor von unter 1 (De La Macorra et al., 1996). In der vorliegenden Studie wird das Komposit an nur einer Fläche befestigt, sodass der C-Faktor sehr gering (ca. 0,2) ausfällt und somit Schrumpfungssstress vermieden wird. Ein wesentliches Problem der Zugversuche stellt die Ausrichtung bei Abzug in axialer Richtung dar. Da es während der Versuchsdurchführung zu inhomogenen Spannungsverteilungen kommen kann, wurden vorzeitige Biegemomente durch exakte Ausrichtung des Abzugskörpers versucht zu vermeiden. Aus diesem Grund fand der Mikro-Zugversuch in dieser Studie seine Anwendung. Am häufigsten werden beim Mikro-Zugversuch konische oder zylindrische mit einer Zugvorrichtung versehene Probekörper verwendet. Ein exakter axialer Abzug wurde durch die Fixierung des Unterbaus in die Zugmaschine sowie eine starre Führung der Metallhülse realisiert.

Die Querhaupt-Geschwindigkeit während der Messung beeinflusst die Haftkraft des Komposits am Dentin (Takemori et al., 1993; Naves et al., 2016). Diese wurde daher auf 1 mm/min festgelegt. Durch die langsame Steigerung der Zugkraft können unkontrollierte Abrisse im Komposit-Dentin-Verbund vermieden werden (Inoue et al., 2001).

#### **5.1.4 Perfusion**

Um möglichst klinische Voraussetzungen zu imitieren, wurde der intrapulpare Druck mit physiologischer Kochsalzlösung nachempfunden (Schaller et al., 1994). Zahlreiche Studien fordern für In-vitro-Studien die Simulation der Dentinperfusion (Schaller et al., 1994, Ozok et al., 2004). Der in dieser Untersuchung geforderte intrapulpare Druck von 30 cm H<sub>2</sub>O entspricht den In-vivo- Untersuchungen von Stenvik et al., 1972 sowie Pashley et al., 1981b. Bei der vorliegenden Studie wurde im Versuchsaufbau die Perfusion integriert, um genau diesen Druck zu simulieren, da bei In-vivo Verfahren ohne Simulation der Perfusion höhere Haftwerte bei Mikrozugversuchen gemessen wurden als bei vergleichbaren In-vitro Versuchen (Quist et al., 1987; Andreus et al., 1989). Mitchem et al. (1993) zeigten in verschiedenen Studien, dass die Haftkraftwerte bei perfundiertem Dentin gegenüber trockenem Dentin reduzierter vorlagen, diese Ergebnisse jedoch realistischer sind. Weiter Studien bestätigen diese Ergebnisse in In-vitro Studien (Tagami et al. (1990; Hiraishi et al., 2008).

#### **5.2 Anwendung der Adhäsivsysteme**

Exemplarisch wurden zu Studienzwecken drei verschiedene selbstkonditionierende Dentinhaftvermittlersysteme, Futurabond DC, AdheSE<sup>®</sup> DC/AdheSE<sup>®</sup> DC Activator und Clearfil<sup>™</sup> Liner Bond 2V, angewandt. Alle Adhäsive können sowohl photo- als auch autopolymerisierend verarbeitet werden. Self-Etch-Produkte sind toleranter gegenüber Verarbeitungsfehlern sowie zeitsparender. Charakteristisches Merkmal der selbstkonditionierenden Dentinhaftvermittlersysteme ist, dass die Schmierschicht nicht komplett entfernt, sondern lediglich angelöst und anschließend infiltriert wird. In der Literatur werden dadurch verminderte Werte der Zugkräfte der Self-Etch-Systeme gegenüber Etch-and-Rinse-Systemen beschrieben (Yesilyurt et al., 2006; Takamizawa et al., 2016). selbststützenden Adhäsivsysteme, diese enthalten saure Primer oder saure Monomermischungen (pH < 1 bis pH 2). Teilweise anhängig vom pH-Wert der selbstkonditionierenden Lösungen variiert die Wirkungstiefe des Self-Etch-Adhäsives auf Dentin zwischen wenigen Hundert Nanometern bei ultramilden SE-Adhäsiven (pH > 2,5), ca. 1 µm bei milden SE-Systemen (pH ca. 2), 1-2 µm bei einem mittelstarkem SE-Systemen (pH 1-2) und mehrere Mikrometer bei starken SE-

Systemen ( $\text{pH} \leq 1$ ) (Meyer-Lückel et al., 2012) Futurabond DC mit einem pH-Wert von 1,4 sowie AdheSE<sup>®</sup> DC mit einem pH-Wert von 1,7 können als mittelstarke Adhäsivsysteme bezeichnet werden (Bitter et al., 2015). Der pH-Wert von Clearfil<sup>™</sup> Liner Bond 2V liegt bei 2,5 und wird aufgrund der Klassifikation als ultramildes Self-Etch-Adhäsiv kategorisiert. Während einige Bondingmaterialien als Lösungsmittel Wasser integriert haben, besitzen andere Ethanol oder Aceton als Lösungsmittel. Handelt es sich bei dem angewandten Dentinhaftvermittler um ein wasserbasierendes System, enthalten diese zusätzlich hydrophilen Monomere wie HEMA oder Polyalkensäure. Die Oberfläche muss rückstandlos getrocknet werden, um das kunststoffinfiltrierte Kollagen auf physikalischem Wege zu dehydrieren. Bei Wasser ist die Entfernung mit Luft schwieriger als bei ethanol- oder acetonhaltigen Systemen, da diese vergleichsweise flüchtig sind und schneller verdunsten. Der Verlust an Wasser kann ein Schrumpfen der Hybridschicht bewirken und endet erst, wenn das Wasser durch HEMA ersetzt wurde. Verbleibende Lösungsmittel auf Dentinproben beeinflussen die Polymerisation und schließlich die Haftkraft (Jacobson und Sönderholm, 1995; Bail et al., 2012). Alle Adhäsivsysteme wurden mit der wet-Bonding-Technik verarbeitet. Durch das Wasser im feuchten Dentin wird ein Kollabieren des Kollagengeflechtes verhindert. Freigelegtes Kollagen bleibt geöffnet und es kann dadurch eine ausreichend Monomerpenetration durch Verdrängung des Wassers stattfinden (Kanca et al., 1992; Tay et al., 1996). Diese Technik ist vor allem für Primer-Adhäsive auf Aceton-Basis ausschlaggebend (Haller et al., 1999). Andererseits wurde gezeigt, dass die wet-Bonding-Technik auch bei Verwendung von Primern auf Wasser/Ethanol-Basis (z.B. Clearfil<sup>™</sup> Liner Bond 2V) zu keiner Beeinträchtigung der Dentinhaftung führte (Moll et al., 2000; Khoroushi et al., 2014). Alle drei Bondingsysteme wurden exakt nach Herstellerangaben verarbeitet. Dies ist von entscheidender Bedeutung, da bereits kleine Abweichungen in der Verarbeitung zu klinisch relevanten Veränderungen der adhäsiven Leistungsfähigkeit führen können (Frankenberger et al., 2000).

### **5.3 Anwendung der Komposite**

Bei allen zwölf Versuchsgruppen wurden Materialkombinationen zwischen dualpolymerisierenden Adhäsiv und photo- oder autopolymerisierenden Kompositen erstellt. Als rein photopolymerisierende Füllmaterialien wurden im Versuchsdesign Grandio<sup>®</sup> und Tetric EvoCeram<sup>®</sup> und als rein autopolymerisierendes Komposit Clearfil<sup>™</sup> Core verarbeitet. Als dualpolymerisierende Komposite standen Rebuilda DC und MultiCore HB<sup>®</sup> zur Verfügung. Unter genereller Verwendung der Füllungsmaterialien der Farbe A2 sollte der Einfluss auf die Veränderung der

Polymerisation durch unterschiedliche Durchhärtingsgrade bei variierenden Transluzenzen der Komposite vermieden werden (Ilie et al., 2006; Benetti et al., 2007). Die lichtpolymerisierenden plastischen Komposite (Grandio<sup>®</sup>, Tetric EvoCeram<sup>®</sup>, MultiCore HB<sup>®</sup>) wurden in Inkrementen von maximal 1 mm auf die Probekörper appliziert, da bei dieser Schichtstärke ein vollständiges Auspolymerisieren gewährleistet ist. Ein weiterer Vorteil der Inkrementtechnik ist die Verminderung des C-Faktors. In den Versuchsgruppen mit Flowable-Komposit (Clearfil<sup>™</sup> Core, Rebuilda DC) wurde zunächst eine erste Schicht appliziert, die eine Auskleidung in der Metallhülse ergab und in Folge lichtgehärtet wurde. Verschiedene Untersuchungen zeigten, dass eine erste dünne Schicht eines fließfähigen Materials einen positiven Einfluss auf das Randverhalten von Kompositrestaurationen hat (Cunha et al. 2006; Aleixo et al., 2014). Alle photopolymerisierenden Komposite wurden nach Applikation der Inkremente bzw. Schichten standardisiert auspolymerisiert. Yamamoto et al. (2007) postulierten in ihrer Studie, dass die Leistung einer Polymerisationslampe von 600-900 mW/mm<sup>2</sup> keine Unterschiede in der Härtung des Komposits zeigen. Daher wurde für die Versuche die Lampe Optilux mit einer Leistung von 650 mW/mm<sup>2</sup> gewählt. Um standardisierte Bedingungen für jede Versuchsgruppe zu gewährleisten, wurde vor Studiendurchführung die Konstanzprüfung durchgeführt. Da die Bestrahlungszeit und die Lichtintensität während der Polymerisation Einfluss auf die Haftwerte haben (Yamamoto et al., 2006; Nojiri et al., 2015), wurde den Kompositen eine Konstante Lichtintensität von 60 s pro Inkrement zugeführt. Nach vollständiger Lichthärtung des Komposits läuft der Polymerisationsprozess weiter und es kommt zu einer Nachhärtung, die in den ersten 10 Minuten am höchsten ist (Lutz et al., 1992). Aus diesem Grund wurde der Zugversuch des Probekörpers erst 15 min nach Lichtpolymerisation ausgeübt. Die Versuchsgruppen der autopolymerisierenden Komposite (Clearfil<sup>™</sup> Core, Rebuilda DC, MultiCore HB<sup>®</sup>) wurden in einem Mischungsverhältnis von 1:1 bei Zimmertemperatur und Tages- bzw. Raumbelichtung auf den Probekörper in einer Schicht appliziert. Die vom Hersteller vorgegebene Polymerisationsdauer wurde streng eingehalten. So unterschieden sich die Zeitprotokolle von 2 min (Rebuilda DC), 3 min (Clearfil<sup>™</sup> Core) sowie 4-5 min (MultiCore HB<sup>®</sup>). Die generellen Anwendungsbereiche der lichtpolymerisierenden Komposite gelten für den Bereich der plastischen Füllungen. Die dualpolymerisierenden oder autopolymerisierenden Füllmaterialien werden überwiegend im Bereich der Stumpfaufbauten sowie zur Befestigung von Wurzelstiften angewandt, da in dem Bereich eine ausreichende Zufuhr mittels Lichtquelle nicht ausreichend scheint. Da in beiden Polymerisationsmodi Polymerisationsschrumpfungen entstehen, die wiederum zur

Bildung von Mikrofrakturen führen, besteht ein direkter Einfluss auf die Dentinhaftung.

#### **5.4 Diskussion der Ergebnisse und Statistik**

In der vorliegenden Studie wurde für jede der Materialgruppen, unter Verwendung der selbstkonditionierenden, dualpolymerisierenden Adhäsive Futurabond DC, AdheSE® DC und Clearfil™ Liner Bond 2V eine Dentinhaftung festgestellt. Die 12 Versuchsreihen kann man in verschiedene Gruppen kategorisieren. Den beiden rein photopolymerisierenden und autopolymerisierenden Gruppen steht die dualpolymerisierende Materialkombination gegenüber. Nicht außer Betracht gelassen wurde die Auswertung der Reihen von ausschließlicher Anwendung von Futurabond DC, AdheSE® DC sowie Clearfil™ Liner Bond 2V mit den jeweiligen Kompositen.

##### **5.4.1 Einfluss des Adhäsivs auf die Verbundfestigkeit**

Mit der Entwicklung der Self-Etch-Adhäsive wurde versucht der höheren Techniksensitivität der Etch-and-Rinse-Produkten entgegenzutreten und eine schnellere, benutzerfreundliche sowie weniger fehlerbehaftete Verarbeitung zu erreichen (Tay et al., 2002; Burke, 2004; Miyazaki et al., 2014). Die höchsten Werte in der Zugfestigkeitsprüfung zeigten sich unter der Verwendung von Futurabond DC in Verbindung mit dem Komposit Rebuilda DC in der autopolymerisierenden Gruppe (FR-C; 39,26 MPa) sowie Clearfil™ Liner Bond 2V in Verbindung mit Clearfil™ Core (CC-C; 39,71 MPa). Vergleichbare Ergebnisse werden auch von anderen Autoren bestätigt (Abdalla et al., 2010). Die hohen Haftwerte von Clearfil™ Liner Bond 2V könnten auf die besonderen Eigenschaften des Monomers MDP (10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat), das sowohl im Primer, als auch im Adhäsiv vorhanden ist, zurückgeführt werden. Andere Autoren beschreiben ebenfalls hohe Haftkraftwerte bei Adhäsiven mit ähnlichen Monomerbestandteilen (MDPB; 12-methacryloyloxy dodecylpyridinium bromide) (Imazato et al., 1997; Pashley et al., 2011).

Einen weiteren signifikanten Einfluss auf den Verbund am Dentin haben die im Adhäsiv enthaltenen Lösungsmittel (Tay et al., 1996; Perdigao et al., 2001; Davari et al., 2013). Der Dentinhaftvermittler AdheSE® DC ist ein wasserbasierendes System, während Futurabond DC und Clearfil™ Liner Bond 2V auf Wasser-Ethanol-Gemischen basieren. Für die Wasser-Ethanol-Gemische spielen Verdunstungsvorgänge eine untergeordnete Rolle. Diese Adhäsivsysteme weisen bei Zugfestigkeitsmessungen bessere Ergebnisse auf als AdheSE® DC, da vermutlich bei oberflächlichem Wasserverlust, das Wasser durch HEMA ersetzt und das Schrumpfen der Hybridschicht vermieden wird.

Adhäsive, die HEMA sowie TEG-DMA als Monomere und Ethanol als Lösungsmittel enthalten, haben eine geringere Viskosität und höhere Penetrationskoeffizienten. Die kleinen hydrophilen Monomere wie HEMA können daher das Dentin sehr gut infiltrieren (Mine et al., 2009). Futurabond DC sowie Clearfil™ Liner Bond 2V enthalten als Monomer HEMA, Futurabond DC sogar TEG-TMA zusätzlich, beide sind Ethanol-Wasser basierend, wodurch die hohen Haftfestigkeiten ebenfalls erklärt werden können. Im Gegensatz dazu haben die Adhäsive, die Bis-GMA und UDMA enthalten, eine höhere Viskosität und damit verbunden ein geringeres Penetrationsverhalten (Paris et al., 2006 und 2007). Die in der vorliegenden Studie untersuchten Bondingsysteme Futurabond DC sowie Clearfil™ Liner Bond 2V enthalten neben HEMA und TEG-TMA ebenfalls Bis-GMA, was die hohen Zugfestigkeitswerte unterstreicht.

Herabgesetzte Haftfestigkeitswerte können vermutlich auch durch die Zunahme der Nanoleakage auftreten, die durch hydrolytische Degradationsprozesse entstehen (Okuda et al, 2002; Nikaido et al., 2015). Li et al., (2001, 2002) berichteten vor allem bei selbstkonditionierenden Systemen darüber. Anders als bei den Etch-and-Rinse Systemen scheint dies nicht von einer unvollständigen Hybridisierung herzurühren. Vielmehr spricht eine Polymerisationsbehinderung durch nicht vollständig entferntes Lösungsmittelwasser für die Ausbildung der Nanoleakage (Tay et al., 2002). Dies kommt nach Watanabe und Nakabayashi (1993) durch langsame Hydrolyse des organischen Teils der hybridisierten Schmierschicht zustande. Das Polymer ist nach der Polymerisation der hydrophilen Monomere stark ionisch und zeigt eine höhere Wasseraufnahme. Dies wirkt sich nach einiger Zeit durch eine Verminderung der Zugfestigkeitswerte aus. Besonders selbstprimende Systeme weisen das erhöhte Risiko der Bildung einer zu dünnen Schicht mit trockenen Stellen auf. Diese Erkenntnis deckt sich teilweise mit den Untersuchungsergebnissen dieser Studie, nach denen Futurabond DC in einigen Versuchsgruppen (Futurabond DC-Tetric EvoCeram®, Futurabond DC-Grandio®) mittelmäßige Haftkraftwerte aufwies.

Die Oberflächenfeuchtigkeit des Dentins kann die Haftfestigkeit des Adhäsivs ebenfalls beeinflussen (Moll et al., 2000; Jayaprakash et al., 2010). In dieser Studie wurde die Moist-Bonding-Methode angewandt. Bei selbstkonditionierenden Dentinprimern mit hohem Wassergehalt kann durch das Moist-Bonding eine übermäßige Befeuchtung der Oberfläche (overwetting) mit Verminderung der Haftfestigkeit entstehen. Dies könnte die Ursache der im Vergleich geringeren Zugfestigkeitswerte unter Verwendung von AdheSE® DC sein.

#### **5.4.2 Einfluss des Härtingsmodus der verwendeten Adhäsivsystems**

Um den unzureichenden chemischen Eigenschaften zwischen Bonding und auto- bzw. dualpolymerisierenden Komposit entgegenzuwirken, wurden Dual-cure-Aktivatoren entwickelt. Diese bieten bei zwei der drei verwendeten Haftvermittlersystemen eine photo- als auch autopolymerisierende Anwendung (AdheSE<sup>®</sup> DC/AdheSE<sup>®</sup> DC Activator, Clearfil<sup>™</sup> Liner Bond 2V). Durch die Anwendung der Aktivator-Lösung kann es zu einer Verdünnung der Monomere sowie der Photoinitiatoren kommen. Auch besteht die Möglichkeit, dass das Mischungsverhältnis der Lösungsmittel und der Monomere sich unter seiner Anwendung ändern kann. Beides kann sich nachteilig auf die Zugfestigkeitswerte auswirken. Zusätzlich kann angenommen werden, dass es durch Hinzugabe des Aktivators zu längeren Polymerisationsprozessen kommen kann, was wiederum die osmotische Diffusion aus dem Dentin und die daraus resultierende Wasserspeicherung zwischen Adhäsiv und Komposit begünstigt (Tay et al., 2003). Die Anwendung der Dual-cure-Aktivatoren in Verbindung mit chemisch- bzw. dualpolymerisierenden Kompositen zeigten in der Studie im Fall von AdheSE<sup>®</sup> DC/AdheSE<sup>®</sup> DC Activator eine erhöhte Tendenz (AM-C; 22,32 MPa), im Falle von Clearfil<sup>™</sup> Liner Bond 2V eine hohe Tendenz (CM-C; 35,10 MPa, CR-C; 37,09 MPa; CC-C; 39,71 MPa) zu erhöhten Haftfestigkeitswerten. Die Werte beider Versuchsgruppen sind vergleichbar mit Futurabond DC, welches ohne Verwendung des Aktivators arbeitet (FC-C; 32,28 MPa und FR-C; 39,26 MPa).

#### **5.4.3 Einfluss des Komposits auf die Verbundfestigkeit**

Unter Verwendung der rein photopolymerisierenden Komposite Grandio<sup>®</sup> sowie Tetric EvoCeram<sup>®</sup> mit dem dualpolymerisierenden Adhäsiv Futurabond DC konnten mittlere Zugfestigkeitswerte bestimmt werden (FG-L; 24,51 MPa, FT-L 15,58 MPa). Vergleicht man hierzu die dualpolymerisierenden Versuchsgruppen unter Futurabond DC-Rebilda DC und AdheSE<sup>®</sup> DC-MultiCore HB<sup>®</sup>, die mit Halogenlicht ausgehärtet wurden, zeigen sich hier signifikante Unterschiede. Während Futurabond DC in der Versuchsreihe mit Rebilda DC die höchsten Zugfestigkeitswerte der lichtpolymerisierenden Gruppen zeigt (FR-L; 32,15 MPa), wies eine Kombination mit MultiCore HB<sup>®</sup> (FM-L; 2,57 MPa) die geringsten Haftkraftwerte auf. Dies kann ein Indiz für einen verminderten Verbund zwischen dem betreffenden Bondingsysteme und Komposit sein. Bestätigen lassen sollte man sich diese Hypothese durch rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der einzelnen Dentinproben zur Klassifizierung des Bruchmusters. Prinzipiell werden drei Arten von Brüchen unterschieden. Zum einen der adhäsive Bruch, bei dem sich die Frakturlinie zwischen

zwei verschiedenen Materialien, zwischen Dentin und Hybridschicht oder zwischen der Hybridschicht und dem Füllungswerkstoff, befindet. Zum anderen der kohäsive Bruch, bei dem die sich Fraktur innerhalb eines Materials befindet. Dem gegenüber steht der gemischte Bruch, eine Kombination aus kohäsiver und adhäsiver Bruchform. Im Fall der Versuchsgruppe Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-L) ist ein adhäsiver Bruch zwischen Adhäsiv und Komposit zu vermuten, da Futurabond DC in anderen Versuchsreihen durchschnittlich gute Haftkraftwerte erzielte.

Betrachtet man die chemisch polymerisierenden Versuchsgruppen, zeigen sie sehr hohe Haftkraftwerte. Allen voran wurde die maximale Zugkraft bei der Versuchsgruppe Clearfil™ Liner Bond 2V-Clearfil™ Core (CC-C) mit 39,71 MPa gemessen. Trotz Anwendung des Dual-cure-Aktivators sind die Ergebnisse vergleichbar mit der Reihe Futurabond DC-Rebilda DC (FR-C). Generell wurden unter Verwendung des Adhäsivsystem Clearfil™ Liner Bond 2V in Kombination mit verschiedenen Kompositen sehr hohe Ergebnisse gemessen. Vergleicht man nun die Haftwerte der autopolymerisierenden Gruppen von AdheSE® DC, ebenfalls unter Verwendung des Dual-cure- Aktivators, zeigen sich verminderte Werte, bestätigt durch die oben aufgezeigten Nachteile der Aktivator Lösung. Die Geschwindigkeit und das Ausmaß der Polymerisation eines autopolymerisierenden Komposits wird durch die Art der im Adhäsiv enthaltenen Säuremonomeren beeinflusst. Die meisten zwei-Flaschen Adhäsivsysteme enthalten Phosphorsäureester, die als Weichmacher, Härter und Beschleuniger verwendet werden. In Gegenwart dieser organophosphathaltigen Monomere wurde eine vollständige Hemmung der Polymerisation beobachtet (Tay et al., 2003). Solche Phosphorverbindungen sind in allen angewandten Adhäsiven vorhanden und können somit Einfluss auf die verminderten Haftkraftwerte in den autopolymerisierenden Versuchsreihen haben. Self-Etch-Adhäsive in Kombination mit auto- bzw. dualpolymerisierenden Kompositen können die vollständige Polymerisation durch deren saure Monomere inhibieren (Haller, 2013). Würde man ein chemisch härtendes Komposit mit der bei Polymerisation des Adhäsivs entstehenden sauren Inhibitionsschicht in Kontakt bringen, bilden basische Amine einen Komplex, wodurch seine Funktion als Radikalfänger stark reduziert wäre. Die Polymerisationsreaktion der Kompositschicht verläuft somit unvollständig. Diese Theorien unterstreichen das Ergebnis der Versuchsgruppe Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-C; 3,03 MPa). Der chemische Verbund zwischen dem Adhäsiv und dem Komposit sollte über deren reaktiven Methacrylatgruppen möglich sein. MultiCore HB ist im Vergleich zu Rebilda DC ebenfalls ein dualhärtendes zwei-Komponenten-Material mit einem Benzoylperoxid/Amin-Initiatorsystem. Eine chemische Kompatibilität zwischen



Futurabond DC und MultiCore HB® sollte bestehen. Die geringen Haftfestigkeitswerte könnten sich durch die unterschiedliche Konsistenz der Materialien erklären lassen. MultiCore HB ist (im Gegensatz zu Rebuilda DC und MultiCore Flow) ein hochviskoses, stopfbares Stumpfaufbau-Komposit mit 86,5% Füllstoffgehalt. Daher ergeben sich vermutlich Probleme beim Anmischen der beiden hochviskosen Pasten in Bezug auf deren Homogenität sowie dem Untermischen von Luftsauerstoff, der die Polymerisation stört. Möglich sind aber auch Kollisionen von Mischzeit und Verarbeitungszeit, sodass sich im Zugversuch ein schlechter Verbund der beiden Materialien zeigt.

Dualpolymerisierende Komposite bestehen aus einem zwei-Pasten-System. Es lässt sich feststellen, dass beim Aushärten eine Schrumpfung zum Mittelpunkt der Füllung stattfindet, woraus Spannungen im Füllungsbereich entstehen können (Bausch et al., 1982; Hellwig et al., 2009). Eine weitere mögliche Ursache der geringen Zugfestigkeit könnte der Einschluss von Luft während des Vermischens der hochviskosen, stopfbaren Pasten und eine daraus resultierende Porenbildung sein.

Für vereinfachte selbstkonditionierende Adhäsivsysteme postulierten Tay et al (Tay et al., 2002; Yiu et al., 2006) in ihrer Studie, dass eine polymerisierte Adhäsivschicht, wie eine semipermeable Membran fungiert. In ihrer Studie wurden zwei drei-Schritt-Systeme sechs ein-Schritt-Systemen gegenüber gestellt. Das verwendete photopolymerisierende Komposit wurde appliziert und bei der einen Hälfte der Proben sofort, bei der anderen Hälfte verzögert nach 20 Minuten lichtgehärtet. Unter Verwendung der drei-Schritt-Systeme zeigten sich keinerlei Unterschiede in der Haftfestigkeit. Eine signifikante Minimierung der Zugfestigkeitswerte zeigte sich allerdings bei den ein-Schritt-Systemen, wenn das Komposit nach 20 Minuten lichtpolymerisiert wurde. Dies ist auf die polymerisierte Adhäsivschicht, die wie eine semipermeable Membran wirken soll, zurückzuführen. Wasser hat somit die Möglichkeit aus den Dentinkanälchen zu diffundieren und sich zwischen Adhäsiv und dem unpolymerisierten Komposit anzusammeln, sogenannte water trees zu bilden. Durch die Diffusion von Wasser zwischen diese beiden Schichten wird bei verzögerter Lichthärtung der Verbund beeinträchtigt und daraus resultierend die Mikrozugfestigkeit reduziert. Gleiches Prinzip sollte auch bei der verzögerten Polymerisation autopolymerisierender Komposite gelten. Während des Aushärtungsprozesses bleibt ausreichend Zeit, damit das Wasser durch die Adhäsivschicht dringt und den Verbund zum Komposit mindert. Zusätzlich wird der Auswärtsstrom des Wassers durch die in der Adhäsivschicht vorhandenen hydrophilen Komponenten unterstützt (Tay et al., 2002).

Anhand dieser Studie, bleibt zu spekulieren, ob die negativen Wechselwirkungen zwischen selbstkonditionierenden Adhäsiven und auto- bzw. dualpolymerisierenden Kompositen durch separate Applikation eines säurehaltigen Primers und eines Bondings frei von Säuremonomeren vermeidbar wären. Jedoch wurden entgegen dieser Studie bei den meisten autopolymerisierenden Versuchsreihen gute bis sehr gute Mikrozugfestigkeiten beobachtet. Möglicherweise liegt die Ursache darin, dass auch die selbstkonditionierenden Adhäsive, ähnlich wie Primer, saure Monomere enthalten.

Schlussfolgernd lässt sich feststellen, dass mit dem ausgewählten Versuchsaufbau zur Ermittlung der Haftkraft die In-vitro-Verhältnisse möglichst mit denen der natürlichen Bedingungen übereinstimmen sollten. Die Einflüsse der In-vivo Bedingungen können nur limitiert auf die Parameter einer Laborstudie transferiert werden und umgekehrt. In-vitro-Studien stellen daher in der zahnärztlichen Forschung lediglich eine Tendenz für viele klinische Langzeitstudien und der folgenden klinischen Anwendung dar.

Selbstätzende Adhäsive erfahren aufgrund ihrer vereinfachten und zeitsparenden Anwendung und ihrer geringeren Techniksensitivität in der klinischen Anwendung eine große Nachfrage. Probleme, die weiterhin in Zusammenhang mit den Self-Etch-Adhäsiven auftreten, erfordern noch immer Aufmerksamkeit (Oliveira et al., 2004). Generell zeigen die Ergebnisse dieser Studie für das selbstkonditionierende, selbstprimende Adhäsivsystem Futurabond DC auf dentinbegrenzten Kavitäten gute bis sehr gute Haftwerte im Mikrozugfestigkeitsversuch. Auch durch die vereinfachte und zeitsparende Verarbeitung der zwei Komponenten des Adhäsivs empfiehlt sich seine klinische Anwendung. Aufgrund der unterschiedlichen Polymerisationsmodi sollte durch die dualpolymerisierende Eigenschaft die Anwendung Indikativ lokalisiert werden. Unter lichtpolymerisierenden Einfluss und in Kombination mit lichtpolymerisierenden Kompositen ist eine Verarbeitung mit guten Haftwerten als Füllungstherapie im kaulastragenden Seitenzahnbereich indiziert. Aufgrund der dualpolymerisierenden Eigenschaft kann Futurabond DC auch im Bereich von Stiftaufbauten Anwendung finden, da der autopolymerisierende Modus im nicht dem Licht zugänglichen Wurzelkanal einsetzt.

Auch bezogen auf die Kombination mit verschiedenen Kompositen zeigte Futurabond DC gute Ergebnisse. Generell wurden in dieser Studie bei allen Zugversuchen, abhängig von der verwendeten Materialkombination, eine Haftfestigkeit zwischen

Komposit und Dentin festgestellt. Die kombinierte Verarbeitung der Self-Etch-Adhäsive mit den licht-, chemisch- oder dualhärtenden Kompositen kann nicht in allen Materialkombinationen empfohlen werden. So zeigten die gemessenen Haftkräfte der rein lichtpolymerisierenden Versuchsgruppen unter Verwendung des Adhäsivs Futurabond DC und des Komposits Grandio® (FG-L 24,51 Kontrollgruppe) keine signifikanten Unterschiede zu den rein lichtpolymerisierenden Kompositen Tetric EvoCeram® (FT-L 15,58) und den dualpolymerisierenden Versuchsgruppen mit dem Komposit Rebuilda DC (FR-C 32,15) im lichtpolymerisierenden Modus. Die Haftkräfte lassen demnach auf eine klinische Anwendungsempfehlung schließen. Jedoch kann diese nicht für die Materialkombination Futurabond DC und dem Komposit (FM-L 2,57) aufgrund der des hohen signifikanten Unterschiedes der Mikrozugfestigkeitswerte ausgesprochen werden. Die selbstpolymerisierenden Versuchsreihen zeigten allesamt Unterschiede auf. Eine Signifikanz wurde bei den dualpolymerisierenden Materialien unter Verwendung des Adhäsivs Futurabond DC in Kombination mit den Kompositen Clearfil™ Core (32,28 MPa) sowie Rebuilda DC (39,26 MPa) deutlich. Unter Verarbeitung des rein autopolymerisierenden Adhäsivs Clearfil™ Liner Bond 2V konnte keine Signifikanz innerhalb der Gruppen nachgewiesen werden. Allerdings kann aufgrund der erhöhten Haftwerte (CR-C 37,09 MPa; CM-C 35,10 MPa; CC-C 39,71 MPa) das Adhäsiv an sich, aber auch in den Kombinationen aller angewandten Komposite dieser Studie klinisch empfohlen werden. Die Verarbeitung des Adhäsivs Futurabond DC mit dem Komposit MultiCore HB® kann aufgrund der stark reduzierten Haftkraft (FM-C 3,03) nicht für den klinischen Alltag empfohlen werden. Allerdings zeigte die licht- und autopolymerisierende Verarbeitung von MultiCore HB® mit dem Adhäsiv AdheSE® DC deutlich bessere Ergebnisse und sollte den Ansprüchen in der therapeutischen Anwendung Genüge tragen.

Die im Vergleich niedrigen Haftwerte der vorliegenden Studie sind darauf zurückzuführen, dass die Verarbeitung von Futurabond DC mit MultiCore HB® vermutlich Probleme beim Anmischen der hochviskosen Pasten entstehen lassen. Kollisionen von Misch- und Verarbeitungszeit beim Anmischen führen möglicherweise zur Sauerstoffinhibition und folglich zu einer Schwächung der Polymerisation.

Die Anwendung des Self-Etch-Adhäsivs Futurabond DC erscheint für weiterführende klinische Studien vielversprechend.

## 6 Zusammenfassung

Ziel dieser Untersuchung war es, die Zugfestigkeit von verschiedenen Dentinhaftvermittlersystemen (Futurabond DC, Clearfil™ Liner Bond 2V, AdheSE® DC) in Kombination mit unterschiedlichen licht-, auto- oder dualpolymerisierenden Kompositmaterialien zu ermitteln und anschließend miteinander zu vergleichen.

Die Untersuchungen wurden an 144 menschlichen Molaren durchgeführt. Die kariesfreien Zähne wurden in der Zeit zwischen Extraktion und Versuchsdurchführung in physiologischer Kochsalzlösung aufbewahrt. Die Versuchszähne wurden ca. 1 mm unterhalb der Schmelz- Zement- Grenze von ihrer Wurzel getrennt und verbliebenes Gewebe der Kronenpulpa entfernt. Anschließend erfolgte die Reduktion des okklusalen Plateaus ca. 1,5 mm oberhalb der Schmelz- Zement-Grenze, bis sich ein konstanter Abstand von  $1,2 \pm 0,2$  mm von den Pulpenhörnern zur koronalen Oberfläche ergab. Abschließend wurde die apikale Fläche reduziert, um eine standardisierte Probenstärke von  $3,5 \pm 0,2$  mm zu erhalten. So wurde eine standardisierte Applikation der Dentinhaftvermittlersysteme gewährleistet. Aus der Anzahl der Haftvermittlersysteme und der Komposite wurden die 144 Dentinproben randomisiert auf 12 Versuchsreihen (Gruppe 1-12) verteilt. Die Gruppen 1 stellte die Vergleichsreihe dar, wobei die Haftkraft des Dentinhaftvermittlersystems Futurabond DC mit etablierten Kompositen evaluiert wurde. Die Gruppen setzten sich wie folgt zusammen: Gruppe 1: Futurabond DC-Grandio® (FG-L 24,51 Kontrollgruppe) Gruppe 2: Futurabond DC-Tetric EvoCeram (FT-L), Gruppe 3: Futurabond DC-Clearfil™ Core (FC-C), Gruppe 4: Futurabond DC-Rebilda DC (FR-L), Gruppe 5 Futurabond DC- Rebilda DC (FR-C), Gruppe 6: Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-L), Gruppe 7: Futurabond DC-MultiCore HB® (FM-C), Gruppe 8: AdheSE®-MultiCore HB® (AM-L), Gruppe 9: AdheSE®- MultiCore HB® (AM-C), Gruppe 10: Clearfil™ Liner Bond 2V-Rebilda DC (CR-C), Gruppe 11: Clearfil™ Liner Bond 2V-MultiCore HB® (CM-C), Gruppe 12: Clearfil™ Liner Bond 2V-Clearfil™ Core (CC-C). Unter Simulation physiologischer Verhältnisse wurden die jeweiligen Produkte entsprechend den Herstellerangaben appliziert. Mit Hilfe der PC-gestützten Zwick-Universal-Prüfmaschine wurde die Zugfestigkeit für die verschiedenen Gruppen 15 Minuten nach vollständiger Polymerisation des Kompositmaterials ermittelt. Es konnte bei allen Proben eine Zugfestigkeit an dentinbegrenzten Kavitäten registriert werden. Der Einfluss der unterschiedlichen Kombinationen auf die Zugfestigkeit war signifikant. Die signifikant höchsten Zugfestigkeitswerte wurden in den Gruppen Clearfil™ Liner Bond 2V in Verbindung

mit den Kompositen Clearfil™ Core, MultiCore HB® sowie Rebuilda DC registriert. Die Haftkraftwerte von Futurabond DC waren dagegen analog der Vergleichswerte. Die geringste Zugfestigkeit wurde im Vergleich bei der Verbindung Futurabond DC und MultiCore HB® erreicht (FM-L 2,57 MPa und FM-C 3,03 MPa). Die Unterschiede zwischen den einzelnen Dentinhaftvermittlersystemen sind in Kombination mit dem vom gleichen Hersteller angebotenen Kompositmaterial eher gering und nur vereinzelt statistisch nachweisbar.

## 7 Literaturverzeichnis

Abdalla AI (2010) Bond strength of a total-etch and two self-etch adhesives to dentin with and without intermediate flowable liner. *Am J Dent* 23(3): 157-160.

Aleixo AR, Guiraldo RD, Fugolin AP, Berger SB, Consani RL, Correr AB, Gonini-Júnior A, Lopes MB (2014) Evaluation of contraction stress, conversion degree, and cross-link density in low-shrinkage composites. *Photomed Laser Surg.* 32(5):267-273.

Andreas SB, Bayne SC, Heymann HO, Kannoy BE (1989) Intrapulpal composition and fluid flow effects on dentin bond strength. *J Dent Res* 67: Abstract 1114

Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. (2010) Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater.* Feb: 50-62.

Asande Adebayo O, Francis Burrow M, John Tyas M (2008) Bonding of one-step and two-step self-etching primer adhesives to dentin with different tubule orientations. *Acta Odontol Scand.* Jun: 159-168

Asmussen E (1975) NMR-analysis of monomers in restorative resins. *Acta Odontol Scand* 33(3): 129-134.

Asmussen E (1984) The effect of prepolymerization on photopolymer hardness. *Dtsch Zahnarztl Z* 39(12): 968-969.

Ayad MF, Johnston WM, Rosenstiel SF (2009) Influence of dental rotary instruments on the roughness and wettability of human dentin surfaces. *J Prosthet Dent.* Aug: 81-88.

Bail M1, Malacarne-Zanon J, Silva SM, Anauate-Netto A, Nascimento FD, Amore R, Lewgoy H, Pashley DH, Carrilho MR (2012) Effect of air-drying on the solvent evaporation, degree of conversion and water sorption/solubility of dental adhesive models. *J Mater Sci Mater Med.* 23(3):629-638

Bausch JR, de Lange K, Davidson CL, Peters A, de Gee AJ (1982) Clinical significance of polymerization shrinkage of composite resins. *J Prosthet Dent* 48(1): 59-67.

Benetti AR, Asmussen E, Peutzfeldt A (2007) Influence of curing rate of resin composite on the bond strength to dentin. *Oper Dent* 32(2): 144-148.

Bergenholtz G, Reit C (1980) Reaction of dental pulp to microbial provocation of calcium hydroxide treated dentin. *Scand J Dent Res* 88(3): 187-192.

Berry EA 3rd, von der Lehr WN, Herrin HK (1987) Dentin surface treatments for the removal of the smear layer: an SEM study. *J Am Dent Assoc* 115(1): 65-67.

- Bitter K, Gläser C, Neumann K, Blunck U, Frankenberger R (2014) Analysis of resin-dentin interface morphology and bond strength evaluation of core materials for one stage post-endodontic restorations. Published online 28;9(2): e86294.
- Blackman R, Barghi N, Duke E (1990) Influence of ceramic thickness on the polymerization of light-cured resin cement. *J Prosthet Dent* 63(3): 295-300.
- Bowen RL (1956) Use of epoxy resins in restorative materials. *J Dent Res* 35(3): 360-369.
- Bowen RL (1963). Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc* 66: 57-64.
- Bowen RL (1978). Adhesive bonding of various materials to tooth hard tissues - solubility of dentinal smear layer in dilute acid buffers. *Int J Dent Res* 28: 97.
- Bowen RL (1979) Compatibility of various materials with oral tissues I: The components in composite restorations. *J Dent Res* 58(5): 1493-1506.
- Brännström M, Johnson G (1974) Effect of various conditioners and cleaning agents on prepared dentin surfaces: A scanning electron microscopic investigation. *J Prosthet Dent* 31: 422-430.
- Brännström M (1984) Smear layer: pathological treatment considerations. *Oper Dent*: 35-42.
- Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA (2010) Adhesion to tooth structure: A critical review of "macro" test methods. *Dent Mater* 26:38-49
- Breschi L, Mazzoni A, Pashley DH, Pasquantonio GR, Suppa P, Mazzotti G, Di Lenarda R, Tay F (2006) Electric-current-assisted application of self-etch Adhesives to Dentin. *J Dent Res* 85: 1092–1096.
- Breschi L, Cadenaro M, Antonioli F, Visintini E, Toledano M, Di Lenarda R (2007) Extent of polymerization of dental bonding systems on bleached enamel. *Am J Dent* 20(4): 275-280.
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E (2008) Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater*. Jan: 90-101.
- Brown LJ (1991) Dental amalgam. Designs for research in human populations. *J Am Dent Assoc*. 122(8):73-77.
- Buonocore MG (1955) A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 35: 846-851.
- Buonocore MG, Brudevold F, Wileman W (1956) A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res* 35(6): 846-851.
- Burke FJ (2004) What's new in dentine bonding? Self-etch adhesives. *Dent Update* 31(10): 580-582, 584-586, 588-589.

- Burke FJ, Hussain A, Nolan L, Fleming GJ (2008) Methods used in dentine bonding tests: an analysis of 102 investigations on bond strength. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 16(4): 158-165.
- Cantoro A, Goracci C, Carvalho CA, Coniglio I, Ferrari M. (2009) Bonding potential of self-adhesive luting agents used at different temperatures to lute composite onlays. *J Dent. Jun*): 454-461.
- Caughman WF, Chang D, Rueggeberg F (2001) Curing potential of dual - polymerizable resin cements on simulated clinical situations. *J Prosthet Dent* 85(5): 479-484.
- Causton B, Sefton J (1989) Some bonding characteristics of a HEMA/maleic acid adhesion promoter. *Br Dent J* 167: 308.
- Chappell R, Cobb CM, Spencer P, Eick J (1994) Dentinal tubule anastomoses: a new factor in dentinal adhesive bonding?. *J Prosthet Dent* 72(2): 183-188.
- Chiodera G, Cerutti F, Cerutti A, Putignano A, Mangani F (2012) Prophylogometric and SEM analyses of four different finishing methods. *Oral Implantol (Rome)*. 2013 19;5(4): 77-85. Print 2012 Oct.
- Craig RG (1981) Chemistry, composition, and properties of composite resins. *Dent Clin North Am* 25(2): 219-239.
- Craig, RG, Powers JM, Wataha JC (2006) *Zahnärztliche Werkstoffe: Eigenschaften und Verarbeitung*. Urban & Fischer: 64-74.
- Cunha LG, Alonso RC, Sobrinho LC, Sinhoreti MA (2006) Effect of resin liners and photoactivation methods on the shrinkage stress of a resin composite. *J Esthet Restor Dent* 18(1): 29-36; discussion 36-37.
- Davari A, Mousvinasab M, Kazemi AD, Rouzbeh R (2013) Effect of different evaporation periods on microtensile bond strength of an acetone-based adhesive to dentin. *Indian J Dent Res*. 24(3):331-335.
- De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B (2005) A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 84(2): 118-132.
- de la Macorra JC, Gomez-Fernandez S (1996) Quantification of the configuration factor in Class I and II cavities and simulated cervical erosions. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 4(1): 29-33.
- Dickinson GL, Stevens JT, Overberger JE, McCutcheon WR (1991) Comparison of shear bond strengths of some third-generation dentin bonding agents. *Oper Dent* 16(6): 223-230.
- Dong X, Ritts AC, Staller C, Yu Q, Chen M, Wang Y (2013) Evaluation of plasma treatment effects on improving adhesive-dentin bonding by using the same tooth controls and varying cross-sectional surface areas. *Eur J Oral Sci*. Aug: 355-362.



- Drobac M, Stojanac I, Ramić B, Premović M, Petrović L (2015) Micromorphological characterization of adhesive interface of sound dentin and total-etch and self-etch adhesives. *Med Pregl. Jan-Feb*): 10-16.
- Duncanson MG Jr, Miranda FJ, Probst RT (1986) Resin dentin bonding agents--rationale and results. *Quintessence Int* 17(10): 625-629.
- Ehrnford L (1983) Dental composites reinforced with microporous sintered glassfiber networks. *Swed Dent J Suppl* (18): 1-45.
- Eick JD, Cobb CM, Chappell RP, Spencer P, Robinson SJ (1991) The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. *Quintessence Int* 22(12): 967-977.
- Erickson R (1992) Surface interactions of dentin adhesive materials. *Oper Dent* 81-94.
- Eick JD, Robinson SJ, Chappell RP, Cobb CM, Spencer P (1993) The dentinal surface: Its influence on dentinal adhesion. Part III. *Quintessence Int* 24(8): 571- 582.
- Eick JD, Robinson SJ, Byerley TJ, Chappelow CC (1993) Adhesives and nonshrinking dental resins of the future. *Quintessence Int* 24(9): 632-640.
- Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. (1997) Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med* 8(3): 306-335.
- Ernst CP, Heimeier I, Stender E, Willershausen B (2000) Härtemessungen zur Ermittlung der maximalen Kompositschichtstärke von Klasse-II-Füllungen bei Polymerisation von okklusl. *Dtsch Zahnärztl Z* 55(2): 139–144.
- Ernst CP, Willershausen B (2003) Eine aktuelle Standortbestimmung zahnärztlicher Füllungskomposite. *Zahnärztl Mitt*: 790-800.
- Ernst CP, Brandenbusch M, Canbek K, Meyer G, Fiedler T, Gottschalk F, Willershausen B (2003) Nanofüller- und Feinstpartikel-Hybridkomposit im klinischen Vergleich. *Dental Praxis*: 327-335.
- Ernst CP (2005) Was für ein Adhäsiv braucht man eigentlich? *Ästhetische Zahnmedizin* 2: 43-49.
- Fédération dentaire internationale FDI News November / Dezember 1990
- Ferracane J (1995) Current trends in dental composites. *Crit Rev Oral Biol Med*: 302.
- Finger WJ (1988) Dentin bonding agents. Relevance of in vitro investigations. *Am J Dent. Spec No*: 184-188.
- Frankenberger R, Krämer, N, Petschelt A (1999). Fatigue behaviour of different dentin adhesives. *Clin Oral Investig* 3: 11–17.

- Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A (2000) Technique sensitivity of dentin bonding: Effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 25: 324-330.
- Frankenberger R, Perdigão J, Rosa B, Lopes M (2001) "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives - a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater* 17: 373-380.
- Frankenberger R, Strobel WO, Lohbauer U, Kramer N, Petschelt A (2004) The effect of six years of water storage on resin composite bonding to human dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 69: 25-32.
- Frankenberger R, Tay F (2005) Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dent Mater* 21: 397-412.
- Frankenberger R (2006) Bonding 2006 – Zeitersparnis versus Langzeiterfolg. *Quintessenz* 57: 485-495.
- Frankenberger R (2008) Adhäsivtechnik 2008 oder The cost of saving time. *Ästhet Zahnmed* 3: 24-34.
- Frankenberger R (2009) Adhäsivtechnik 2009 – Neuigkeiten, Tipps, Trends. *Quintessenz* 60(4): 415-423.
- Frankenberger R (2010) Adhäsiv-Fibel, Adhäsive Zahnmedizin - Wege zum klinischen Erfolg. Marburg: Spitta Verlag: 32-41, 51-71.
- Frankenberger R (2013) Adhäsive Zahnheilkunde, Wissenschaft und Praxis. Köln: Deutscher Zahnärzte Verlag: 3-33.
- Fröhlich M, Schneider H, Merte K (1996) Oberflächeninteraktionen von Dentin und Adhäsiv. *Dtsch Zahnärztl Z* 51: 556.
- Fukushima T, Horibe T (1990) A scanning electron microscopic investigation of bonding of methacryloyloxyalkyl hydrogen maleate to etched dentin. *J Dent Res* 69: 46.
- Garberoglio R, Brannström M (1976) Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch Oral Biol*: 355-362.
- Ghazali FB (2003) Permeability of dentine. *Malays J Med Sci*. 10(1): 27-36.
- Giannini M, De Goes M, Nikaido T, Shimada Y, Tagami J (2004) Influence of activation mode of dual - cured resin composite cores and low - viscosity composite liners on bond strength to dentin treated with self. *J Adhes Dent*: 301-306.
- Goracci C, Sadek F, Monticelli F, Cardoso P, Ferrari M (2004) Microtensile bond strength of self-etching adhesives to enamel and dentin. *J Adhes Dent* 6: 313-318.

- Gwinnett AJ (1984) Smear layer: morphological considerations. *Oper Dent Suppl* (3): 2-12.
- Gwinnett A (1992) Moist versus dry dentin: Its effect on shear bond strength. *Am J Dent*. 6: 127.
- Gwinnett A (1994a) Altered tissue contribution to interfacial bond strength with acid conditioned dentin. *Am J Dent* 7: 243.
- Gwinnett A, Tay F, Pang K, Wie S (1996) Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. *Am J Dent* 9: 140.
- Haller B, Thull R, Klaiber B, Teuber M (1991) An extrusion test for determination of bond strength to dentin. *J Dent Res* 70 (Special issue): 525 (AbstractNo. 2070).
- Haller B (1992) Aktueller Stand der Komposit-Dentinhaftung. *Zahnärztl Mitt* 82: 86-97.
- Haller B, Hofmann N, Klaiber B, Bloching U (1993) Effect of storage media on microleakage of five dentin bonding agents. *Dent Mater* 9: 191-197.
- Haller B (1994) Mechanismus und Wirksamkeit von Dentinhaftvermittlern. *Dtsch Zahnärztl Z* 49: 750-759.
- Haller B, Fritzenschaft A (1999) Dentinhaftung von Ein - und Mehrkomponenten - Haftvermittlern bei Dry und Moist Bonding in vitro. *Dtsch Zahnärztl Z* 54: 225-230.
- Haller B, Blunck U (2003) Übersicht und Wertung der aktuellen Bondingsysteme. *Zahnärztl Mitt* 93: 808-818.
- Hansen S, Swift EK (1992) Permeability effects of two dentin adhesive systems. *J Esthet Dent*: 169-172.
- Harnirattisai C, Inokoshi S, Shimada Y, Hosoda H (1992) Interfacial morphology of an adhesive composite resin and etched caries-affected dentin. *Oper Dent*. 17: 222.
- Hellwig E, Klimek J, Attin T (2009). Einführung in die Zahnerhaltung. Urban Schwarzenberg Verlag München: 181-275.
- Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P, Peumans M (2007) Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater*. Jan: 71-80.
- Hiraishi N, Yiu CK, King NM, Tay FR. (2009) Effect of pulpal pressure on the microtensile bond strength of luting resin cements to human dentin. *Dent Mater*. Jan: 58-66.

- Hofmann N, Papsthart G, Hugo BK (2001) Comparison of photo - activation versus chemical or dual - curing of resin - based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J Oral Rehabil* 28: 1022-1028.
- Ilie N, Kunzelmann KH, Hickel R (2006) Evaluation of micro-tensile bond strengths of composite materials in comparison to their polymerization shrinkage. *Dent Mater* 22(7): 593-601.
- Imazato S, Kinomoto Y, Tarumi H, Torii M, Russell RR, McCabe JF. Incorporation of antibacterial monomer MDPB into dentin primer. *J Dent Res* 76(3): 768-772.
- Inoue H, S, Uno Takahashi A, Koase K, Sano H (2001a) Microtensile bond strength of two single - step adhesive systems to bur - prepared dentin. *J Adhes Dent* 3: 129-136.
- Jacobsen T, Söderholm KJ (1995) Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater* 11(2): 132-136.
- Janda R (1988) Conditioning tooth hard substances with acids and complex structures. I. Dental enamel. *Phillip J Restaur Zahnmed* 5 (4): 210-220.
- Janda R (1988) Der Stand der Entwicklung auf dem Gebiet der Zahnfüllungskunststoffe. Teil I- III. *Quintess Zahnärztl Lit*: 1067-1073, 1243-1253, 1393-1398.
- Janda R (2007) Polymerisierbare Füllungsmaterialien. *DFZ* 5: 37-47.
- Janda R (2008) Organische Polymere: Chemie und Physik, Teil 1. *Quintessenz Zahntech* 34(2): 190-204.
- Janda R (2008) Organische Polymere: Chemie und Physik, Teil 2. *Quintessenz Zahntech* 34(4): 460-473.
- Janda R (2008) Organische Polymere: Chemie und Physik, Teil 3. *Quintessenz Zahntech* 34(5): 584-594.
- Jayaprakash T, Srinivasan MR, Indira R. (2010) Evaluation of the effect of surface moisture on dentinal tensile bond strength to dentine adhesive: An in vitro study. *J Conserv Dent*. 13(3):116-118.
- Jørgensen KD, Hoh K, Munksgaard EC, Asmussen E (1985) Composite wall to wall polymerization contraction in dentin cavities treated with various bonding agents. *Scand J Dent Res* 93: 276-279.
- Johnson G, Powell L, Gordon G (1991) Dentin bonding systems: a review of current products and techniques. *J Am Dent Assoc* 122(7): 34-41.
- Jones IL, Leaver AG (1974) Studies on the minor components of the organic matrix of human dentin. *Arch Oral Biol* 19(5): 371-380.

- Jung H, Friedl KH, Hiller KA, Haller A, Schmalz G (2001) Curing efficiency of different polymerization methods through ceramic restorations. *Clin Oral Investig* 5, 156-161.
- Kamada K, Yoshida K, Atsuta M (2001) Early bond strength and durability of bond between a ceramic material and chemically-cured or dual-cured resin luting agent. *Am J Dent*: 14(2): 85-88.
- Kanca J (1991) The all-etch bonding technique/wetbonding. *Dent Today* 10(9): 58, 60-61.
- Kanca J (1992) Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quintessence Int* 23: 39.
- Kanca J (1996) Wet bonding: effect of drying time and distance. *Am J Dent* 9(6): 273-276.
- Kanca III J (1997) One step bond strength to enamel and dentin. *J Am Dent Assoc* 10(1): 5-8.
- Khoroushi M, Rafizadeh M, Samimi P (2014) Bond strength of composite resin to enamel: assessment of two ethanol wet-bonding techniques. *J Dent (Tehran)*. 11(2):150-160.
- Kiyomura M (1987) Bonding strength to bovine dentin with 4-META/MMA-TBB resin: longterm stability and influence of water. *J Jpn Dent Mater* 6: 860.
- Kleverlaan C, de Gee AJ (2004 ) Curing efficiency and heat generation of various resin composites cured with high-intensity halogen lights. *Eur J Oral Sci* 112(1): 84-88.
- Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N (2001) Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect of smear layers. *Dent Mater* 17(2): 122-126.
- Koppolu M, Gogala D, Mathew VB, Thangala V, Deepthi M, Sasidhar N (2012) Effect of saliva and blood contamination on the bond strength of self-etching adhesive system- An in vitro study. *J Conserv Dent*. 15(3): 270-273.
- Kugel G, Ferrari M (2000) The science of bonding: from first to sixth generation. *J Am Dent Assoc*. Jun;131 Suppl: 20S-25S.
- Li H, Burrow MF, Tyras MJ (2001) The effect of long-term storage on nanoleakage. *Oper Dent* 26: 609-616.
- Li H, Burrow MF, Tyras MJ (2002) The effect of load cycling on the nanoleakage of dentin bonding systems. *Dent Mater* 18: 111-119.
- Linde A (1985) The extracellular matrix of the dental pulp and dentin. *Journal of Dental Research* 64: 523-529.

- Lohbauer U, Nikolaenko SA, Petschelt A, Frankenberger R (2008) Resin tags do not contribute to dentin adhesion in self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* Feb:97-103.
- Lutz F, Phillips R, Roulet JF, Imfeld T (1983) Komposits - Klassifikation und Wertung. *Schweiz Mschr Zahnheilk* 93: 914-929.
- Lutz F, Krejci I (1992) Lichtpolymerisation. *Schweizer Monatsschr Zahnmed*, Vol. 102: 575-582.
- Lutz F, Krejci I (1993) Adhäsivsysteme für zahnfarbene Restaurationen. *Schweiz Mschr Zahnmed* 103: 537-549.
- Mahnhart J (2006) Charakterisierung direkter zahnärztlicher Füllungsmaterialien für den Seitenzahnbereich. *Quintessenz* 57(5): 465-481.
- Malekipour MR, Razavi SM, Khazaei S, Behnamanesh M, Shirani F (2013) Histologic evaluation of human pulp response to total etch and self etch adhesive systems. *Iran Red Crescent Med J.* 15(5): 428-431.
- Marshall GW Jr (1993) Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int* 24(9): 606-617.
- Marx R (1993) Moderne keramische Werkstoffe für ästhetische Restaurationen - Verstärkung und Bruchzähigkeit. *Dtsch Zahnärztl Z*: 229-236.
- Marx R, Meiners H (2001) Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffe. Köln München: Deutscher Zahnärzte Verlag DÄV-Hanser.
- Meyer-Lückel H, Paris S, Ekstrand K (2012) Karies Wissenschaft und Klinische Praxis. Georg Thieme Verlag KG: 231-248.
- Miyazaki M, Tsujimoto A, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Platt JA (2014) Important compositional characteristics in the clinical use of adhesive systems. *J Oral Sci.* 56(1):1-9.
- Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, Yoshida Y, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2008) Bonding effectiveness and interfacial characterization of a HEMA/TEGDMA-free three-step etch&rinse adhesive. *J Dent.* Oct: 767-773.
- Mine A, De Munck J, Cardoso M, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, Yoshida Y, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2009) Bonding effectiveness of two contemporary self-etch adhesives to enamel and dentin. *J Dent* 37: 872-883.
- Mitchem JC, Gronas DG (1986) Effects of time after extraction and depth of dentin on resin dentin adhesives. *J Am Dent Assoc* 113: 285-287.
- Mitchem JC, Gronas DG (1993) Bonding to dentin maintained under varying degrees of physiological pressure. *J Dent Res Special Issue: Abstract* 265.

- Moll K, Haller B (2000) Effect of intrinsic and extrinsic moisture on bond strength to dentine. *J Oral Rehabil* 27(2): 150-165.
- Moreira da Silva E, dos Santos GO, Guimarães JG, Barcellos Ade A, Sampaio EM (2007) The influence of C-factor, flexural modulus and viscous flow on gap formation in resin composite restorations. *Oper Dent* 32(4): 356-362.
- Nakabayashi N (1985) Bonding of restorative materials to dentin: the present status in Japan. *Int Dent J* 35: 145.
- Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N (1991) Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent* 3: 133.
- Nakabayashi N, Takarada K (1992) Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 8: 125.
- Naves LZ, Silva GR, Correr-Sobrinho L, Costa AR, Valdivia AD, Soares CJ. (2016) Influence of crosshead speed on failure load and failure mode of restored maxillary premolars. *Braz Oral Res.* 30(1).
- Nikaido T, Nurrohman H, Takagaki T, Sadr A, Ichinose S, Tagami J (2015) Nanoleakage in Hybrid Layer and Acid-Base Resistant Zone at the Adhesive/Dentin Interface. *Microsc Microanal.*;21(5):1271-1277.
- Nikolaenko S, Lohbauer U, Roggendorf M, Petschelt A, Dasch W, Frankenberger R (2004) Influence of c- factor and layering technique on microtensile bond strength to dentin. *Dent Mater* 29: 579-585.
- Nojiri K, Tsujimoto A, Suzuki T, Shibasaki S, Matsuyoshi S, Takamizawa T, Miyazaki M. (2015) Influence of light intensity on surface-free energy and dentin bond strength of single-step self-etch adhesives. *Dent Mater J.* 34(5):611-617.
- Nolden R (1986) Current improvements and future composites. *Rev Belge Med Dent.* 41(2): 54-59.
- Okuda M, Pereira PNR, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH (2002) Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs microtensile bond strength. *Oper Dent* 27: 289-296.
- Oliveira SS, Marshall SJ, Habelitz S, Gansky SA, Wilson RS, Marshall GW Jr (2004) The effect of a self-etching primer on the continuous demineralization of dentin. *Eur J Oral Sci.*;112(4):376-383.
- Ozok AR, Wu MK, De Gee AJ, Wesselink PR (2004) Effect of dentin perfusion on the sealing ability and microtensile bond strengths of a total-etch versus an all-in-one adhesive. *Dent Mater* 20(5): 479-486.
- Paris, S, Meyer-Lueckel H, Cölfen H, Kielbassa MA (2006) Penetration coefficients of commercially available and experimental composites intended to infiltrate enamel carious lesions. *Dent Mater* 23:742-748.

- Paris, S, Meyer-Lueckel H, Cölfen H, Kielbassa MA (2007) Resin infiltration of artificial enamel caries lesion with experimental light curing resins. *Dent Mater* 26: 582-588.
- Paris S, Meyer-Lueckel H, Mueller J, Hummel M, Kielbassa MA (2006) Progression of sealed initial bovine enamel lesions under demineralizing conditions in vitro. *Caries Res* 40: 124-129.
- Park S, Kim S, Cho Y, Lee C, Noh B (2004) Curing units' ability to cure restorative composites and dual-cured composite cements under composite overlay. *Oper Dent* 29(6): 627-635.
- Pashley DH, Michelich V, Kehl T (1981) Dentin permeability: Effects of smear layer removal. *J Prosthet Dent* 48(5): 531-537.
- Pashley DH, Tao L, Boyd L, King GE, Horner JA (1988) Scanning electron microscopy of the substructure of smear layers in human dentine. *Archs Oral Biol* 33: 265-270.
- Pashley EL, Tao L, Derkson G, Pashley DH (1989) Dentin permeability and bond strength after various surface treatments. *Dent Mater* 5(6): 375-378.
- Pashley EL, Talman R, Horner JA, Pashley DH (1991) Permeability of normal versus carious dentin. *Endodont Dent Traumatol* 7(5): 207-211.
- Pashley DH (1991) Dentin bonding: overview of the substrate with respect to adhesive material. *J Esthet Dent* 3(2): 46-50.
- Pashley DH (1991) Clinical correlations of dentin structure and function. *J Prosth Dent* 66(6): 777-781.
- Pashley DH, Pashley EL (1991) Dentin permeability and restorative dentistry: a status report for the American Journal of Dentistry. *Am J Dent*: 5-9.
- Pashley DH (1992) The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Oper Dent* 17(6):229-242.
- Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA (1993) Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int* 24(9): 618-631.
- Pashley DH (1994) Theory of dentin sensitivity. *J Clin Dent* 5: 65-67.
- Pashley DH, Carvalho RM, Tay FR, Agee KA, Lee KW. (2002) Solvation of dried dentin matrix by water and other polar solvents. *Am J Dent*. Apr :97-102.
- Pashley DH (2003) The evolution of dentin bonding. *Dent Today*. (5):112-114, 116, 118-119.
- Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, Rueggeberg FA, Agee KA, Carrilho M, Donnelly A, García-Godoy F. (2007) From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *Am J Dent*. Feb:7-20.



- Pashley DH, Tay FR, Imazato S (2011) How to increase the durability of resin-dentin bonds. *Compend Contin Educ Dent*. 32(7):60-64, 66.
- Pedrosa RF, Brasileiro IV, dos Anjos Pontual ML, dos Anjos Pontual A, da Silveira MM. (1989) An evaluation of the radiopacity of composite restorative materials used in class 1 and class 2 cavities. *Acta Odontol Scand*. 47: 401-407.
- Perdigão J, Swift EJ (1994) Analysis of dental adhesive systems using scanning electron microscopy. *Int Dent J* 44: 349.
- Perdigão J, Geraldeli S, Heymann HO, Rosa BT (2000) Effect of conditioner and restorative resin on enamel bond strengths. *Am J Dent* 13(2): 88-92.
- Perdigão J, Carmo AR, Geraldeli S, Dutra HR, Masuda MS (2001) Six-month clinical evaluation of two dentin adhesives applied on dry vs moist dentin. *J Adhes Dent* 3(4): 343-352.
- Perdigão J (2002) Dentin bonding as a function of dentin structure. *Dent Clin North Am* 46: 277–301.
- Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2005) Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 21(9): 864-881.
- Peutzfeld A (1997) Resin composites in dentistry: the monomer systems. *Eur J Oral Sci* 105(2): 97-116.
- Pioch T, Dörfer C, Staehle HJ (1998) *Schmelz-Dentin-Adhäsive. Klinische Materialkunde für Zahnärzte*. München Wien: Carl Hanser.
- Pioch T, Stotz S, Buff E, Duschner H, Staehle HJ (1998) Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength. *Am J Dent*. Oct:202-206.
- Pioch T (2000) Das Phänomen der „Nanoleakage“ am Komposit-Dentin-Übergang bei Anwendung von Adhäsiven. *Dtsch Zahnärztl Z* 55: 387-393.
- Pinzon LM, Watanabe LG, Reis AF, Powers JM, Marshall SJ, Marshall GW (2013) Analysis of interfacial structure and bond strength of self-etch adhesives. *Am J Dent*. 26(6): 335-340.
- Plueddemann EP (1970) Adhesion Through Silane Coupling Agents. *The Journal of Adhesion* 2(3): 184-201.
- Prati C, Biagini G, Rizzoli C, Nucci C, Zucchini C, Montanari G (1990) Shear bond strength and SEM evaluation of dentinal bonding systems. *Am J Dent* 3: 283.
- Qvist V, Qvist J, Mjor IA (1990) Placement and longevity of tooth-colored restorations in Denmark. *Acta Odontologica Scandinavica*: 305-311.
- Reeder O, Walton R, Livingston M, Pashley D (1978) Dentin Permeability: Determinants of Hydraulic Conductance. *J Dent Res* 57 (2): 187-193.

- Retief DH, Mandras RS, Russell CM, Denys FR (1990) Extracted human versus bovine teeth in laboratory studies. *Am J Dent* 3(6): 253-258.
- Roeters J, de Kloet H (1992) Kosmetische Zahnheilkunde mit Hilfe von Komposit. Quintessenz Verlags-GmbH: 37-45.
- Roulet JF (1982) Plastische Füllungstherapie im Seitenzahnbereich. *Freie Zahnarzt* 26: 79-90.
- Roulet, J F (1987) Degradation of dental polymers. *Journal of Polymer Science Part C: Polymer Letters* 25(7): 303–304.
- Roulet JF (1994) Zahnfarbene Restaurationen als Amalgamalternativen. *Dtsch Zahnärztl Z*: 49: 859-886.
- Roulet JF(1997) Benefits and disadvantages of tooth-colored alternatives to amalgam. *J Dent*: 25: 459-447.
- Rueggeberg F, Ergle J, Mettenburg D (2000) Polymerization depths of contemporary light-curing units using micrhardness. *J Esthet Dent* 12 (6): 340-349.
- Rüttermann S, Wandrey C, Raab W HM, Janda R (2008) Novel nano-particles as fillers for an experimental resin-based restorative material. *Acta Biomater* 4(6): 1846-1853.
- Ruyter I (1988) Composites - characterization of composite filling materials: reactor response. *Adv Dent Res* 2: 122-129.
- Sadek FT1, Goracci C, Cardoso PE, Tay FR, Ferrari M (2005) Microtensile bond strength of current dentin adhesives measured immediately and 24 hours after application. *J Adhes Dent* 7(4): 297-302.
- Sanares A, Itthagarun A, King N, Tay F, Pashley D (2001) Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater* 17(6): 542-556.
- Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner J, Matthews W, Pashley D (1995). Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 20: 18–25.
- Sargison AE, McCabe JF, Gordon PH (1995) An ex vivo study of self-, light-, and dual-cured composites for orthodontic bonding. *Br J Orthod* 22(4): 319-323.
- Schäfer E (1999a) Geschichtliche Entwicklung, Klassifizierung und Haftmechanismen der Dentinadhäsive; Teil 1: Grundlagen der Dentinadhäsion und Adhäsive der 1. bis 3. Generation. *Zahnärztliche Welt. Zahnärztliche Rundschau. Zahnärztliche Reform. Das Deutsche Zahnärzteblatt* 108: 218-225.
- Schäfer E (1999b) Geschichtliche Entwicklung, Klassifizierung und Haftmechanismen der Dentinadhäsive; Teil 2: Von der Einführung der 4. Generation bis zu den sogenannten Ein-Schicht-Adhäsiven. *Zahnärztliche Welt, Zahnärztliche Rundschau, Zahnärztliche Reform, Das Deutsche Zahnärzteblatt* 108: 306-311.

- Schäfer E. (1999c) Geschichtliche Entwicklung, Klassifizierung und Haftmechanismen der Dentinadhäsive; Teil 3: Aktuelle Konzepte der Dentinadhäsion. Zahnärztliche Welt. Zahnärztliche Rundschau. Zahnärztliche Reform. Das Deutsche Zahnärzteblatt 108: 390-396.
- Schaller HG, Stumbaum P, Gotze W (1991) The influence of dentin conditioning on permeability of dentin. Dtsch Stomatol 41(10): 369-371.
- Schaller HG, Kielbassa AM, Daiber B (1994) Tensile bond strength of various dentin bonding agents as a function of dentin permeability. Dtsch Zahnärztl Z 49: 830-833.
- Schemel W, Hummel K, Krekeler G (1984) Hardness tests on the enamel, dentin and cementum of living human teeth. Schweizer Monatsschrift für Zahnmedizin, 94(10): 1029-1041.
- Schmalz, G., Federlin, M., Geurtsen, W (1994) Sind Keramik-Inlays wissenschaftlich anerkannt? Dtsch Zahnärztl Z 49, 197-208.
- Schröder HE (1992) Orale Strukturbiologie. Georg Thieme Verlag. 72-79.
- Shortall A, Wilson H, Harrington E (1995) Depth of cure of radiation-activated composite restoratives--influence of shade and opacity. J Oral Rehabil 22(5): 337-342.
- Söderholm K (1988) Die hydrolytische Degeneration von Composites. Teil I: Physikalische Grundlagen. Phillip J. 5: 323-328.
- Stanley HR, Pereira JC, Spiegel E, Broom C, Schultz M (1983) The detection and prevalence of reactive and physiologic sclerotic dentin, reparative dentin and dead tracts beneath various types of dental lesions according to tooth surface and age. J Oral Pathol 12(4): 257-289.
- Stansbury JW (2000) Curing dental resins and composites by photopolymerization. J Esthet Dent 12(6): 300-308.
- Steiniger B, Schwarzbach H, Stachniss, V (2010). Mikroskopische Anatomie der Zähne und des Parodonts. Marburg: Georg Thieme Verlag KG S. 24-34.
- Stenvik A (1972) The pulp: reaction to trauma. Nor Tannlaegeforen Tid 82(5): 253-256.
- Swift EJ Jr, Perdigão J, Heymann HO (1995) Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art. Quintessence Int 26 (2): 95 - 110.
- Tagami J, Tao L, Pashley DH (1990) Correlation among dentin depth, permeability, and bond strength of adhesive resins. Dent Mater 6(1): 45-50.
- Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Berry TP, Watanabe H, Erickson RL, Latta MA, Miyazaki M (2016) Influence of different etching modes on bond strength and fatigue strength to dentin using universal adhesive systems. Dent Mater. Feb: 9-21.

- Takemori T, Chigira H, Itoh K, Hisamitsu H, Wakumoto S (1993) Factors affecting tensile bond strength of composite to dentin. *Dent Mater.* 9(2): 136-138.
- Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SH (1996) Resin permeation into acid-conditioned, moist, and dry dentin: a paradigm using water-free adhesive primers. *J Dent Res.*75(4):1034-1044.
- Tay FR, Suh BI, Pashley DH, Prati C, Chuang SF, Li F (1996) Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual-cured composites. Part II. Single bottle, total-etch adhesive. *J Adhes Dent* 5: 91-105.
- Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH (1996) The overwet phenomenon: A transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. *Am J Dent* 9(4): 161-166.
- Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH (1997) Ultrastructure of the resin-dentin interface following reversible and irreversible rewetting. *Am J Dent* 10(2): 77-82.
- Tay FR, King NM, Suh BI, Pashley DH (2001) Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. *J Adhes Dent* 3(3): 207-225.
- Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M (2002) Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res* 81: 472-476.
- Tay FR, Pashley DH (2002) Dental adhesives of the future. *J Adhes Dent* 4: 91-103.
- Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A (2002) Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent* 30: 371-382.
- Tay FR, Feng L, Suh B, Pashley D (2003) Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemical-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers. *J Adhes Dent* 5: 267-282.
- Tjan A, Castelnovo J, Liu P (1996) Bond strength of multi - step and simplified - step systems. *Am J Dent* 9: 269-272.
- Türkün S (2003) Clinical evaluation of a self-etching and a one-bottle adhesive system at two years. *J Dent* 31(8): 527-534.
- Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G (1992a) Morphological aspects of the resin dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 71(8): 1530-1540
- Van Meerbeek B, Lambrechts P, Inokoshi S, Braem M, Vanherle G (1992b) Factors effecting adhesion to mineralized tissues. *Oper Dent* 5: 111-124.
- Van Meerbeek B, Vanherle G, Lambrechts P, Braem M. (1992). Dentin- and enamel-bonding agents. *Curr Opin Dent* 2: 117-127.

- Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicaise M, Braem M, Lambrechts P, VanHerle G (1993) Comparative SEM and TEM Examination of the Ultrastructure of the Resin-Dentin Interdiffusion Zone. *J Dent Res* 72(2): 495-501.
- Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G (1994) Dentinhaftung: Mechanismen und klinische Resultate. *Dtsch Zahnärztl Z* 49(12): 977-984.
- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G (2003) Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 28: 215-235.
- Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K (2005) Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dent Mater J. Mar*: 1-13.
- Viohl J, Dermann K, Quast D, Ven, S (1986) Die Chemie zahnärztlicher Füllungswerkstoffe. München: Carl Hanser Verlag. 64-66, 68-90.
- Vojinovic O, Nyborg H, Brännström M (1973) Acid treatment of cavities under resin fillings: bacterial growth in dentinal tubules and pulpal reactions. *J Dent Res*, 52: 1189-1193.
- Walter R, Swift EJ Jr, Ritter AV, Bartholomew WW, Gibson CG (2009) Dentin bonding of an etch-and-rinse adhesive using self- and light-cured composites. *Am J Dent*. 22(4): 215-208.
- Watanabe I, Hiranuma K, Nakabayashi N (1993) Bonding durability of photocured Phenyl-P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin. *Quintessence Int* 24, 335-342
- Weatherell AJ, Robinson C (1973) The inorganic composition of teeth. *Biological mineralization*: 43-49.
- Yamamoto A, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S, Takigawa T, Kuroda T, Miyazaki M (2006) Influence of light intensity on dentin bond strength of self-etch systems. *J Oral Sci* 48: 21-26.
- Yamamoto A, Miyazaki M, Rikuta A, Kurokawa H, Takamizawa T (2007) Comparison of two methods for measuring the polymerization characteristics of flowable resin composites. *Dent Mater* 7: 892-898.
- Yeşilyurt C, Bulucu B (2006) 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* 7(2): 26-36.
- Yiu CK, Hiraishi N, Chersoni S, Breschi L, Ferrari M, Prati C, King NN, Pashley DH, Tay FR (2006) Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerisation. II. Differential permeability reduction with an oxalate desensitiser. *J Dent*. 34(2):106-116.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B (2004) Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* Jun: 454-458.

## 8 Thesen

1. Das Konzept der adhäsiven Füllungstherapie hat sich in den vergangenen Jahren im Bereich der konservierenden Zahnheilkunde rasant weiter- und neuentwickelt.
2. Als limitierender Faktor bei Kompositfüllungen gilt der Verbund zwischen hydrophilem Dentin und hydrophobem Kunststoff.
3. Zugversuche sind eine in der Zahnmedizin weit verbreitete Methode zur Ermittlung von Haftkräften. Zur Minimierung von Fehlerquellen, die durch Spannungen im Dentin-Komposit-Verbund auftreten, finden Mikro-Zugversuche Verwendung
4. Der signifikant höchste Wert mit 24,51 MPa wurden für die rein photopolymerisierende Haftung von Futurabond DC und Grandio® ermittelt.
5. Der Verbund von Clearfil™ NewBond Liner 2V und Clearfil™ Core lieferte mit 39,71 MPa die signifikant höchsten Haftkraftwerte der rein autopolymerisierenden Gruppen.
6. In den dualpolymerisierenden Gruppen zeigte die Materialkombination Futurabond DC und Rebuilda DC im autopolymerisierenden Modus die signifikant höchste Haftkraft mit 32,15 MPa.
7. Die geringsten Haftwerte zeigten sich bei der Verarbeitung von Futurabond DC mit MultiCore HB® bei der photo- als auch autopolymerisierenden Anwendung.

8. Unter Bedingungen einer In-vitro-Untersuchung sind für die klinische Anwendung nicht alle Materialkombinationen aufgrund der reduzierten Haftkräfte empfehlenswert.
  
9. Bei der Kombination verschiedener Adhäsive und Komposite stellen sich vermutlich Probleme beim Anmischen der hochviskosen Pasten ein.
  
10. Kollisionen von Misch- und Verarbeitungszeit beim Anmischen führen möglicherweise zur Sauerstoffinhibition und folglich zu einer Schwächung der Polymerisation.



**9 Lebenslauf****Angaben zur Person:**

Name: Claudia Friedrich, geb. Rettig  
Geburtsdatum: 08. September 1978  
Geburtsort: Sangerhausen  
Staatsangehörigkeit: deutsch  
Eltern: Ralf Rettig  
Antje Christiane Maurer  
Kinder: Mads Anton Friedrich, 4 Jahre  
Thees Willem Friedrich, 2 Jahre  
E-Mail: Claudia.Rettig@uk-halle.de

**Schulbildung:**

09/1985 – 08/1991 Karl-Marx-Oberschule Rottleberode  
09/1991 – 09/1997 Goethe-Gymnasium Kelbra  
09/1997 Allgemeine Hochschulreife

**Berufsbildung:**

09/1997 – 08/2000 Ausbildung zur Sozialversicherungsfachangestellten  
Theorie Berufsbildende Schulen Friedrich List, Halle  
Bildungszentrum Halberstadt  
Praxis AOK Sachsen-Anhalt, Geschäftsstelle Sangerhausen  
08/2000 Abschluss Sozialversicherungsfachangestellte

**Berufspraxis:**

09/2000 – 09/2003 BKK für Heilberufe

**Hochschulbildung:**

10/2003 - 11/2009	Studium der Zahnmedizin an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
09/2004	Naturwissenschaftliche Vorprüfung
03/2007	Zahnärztliche Vorprüfung
11/2009	Staatsexamen Zahnmedizin
11/2009	Approbation als Zahnärztin
seit 12/2009	Wissenschaftliche Mitarbeiterin in der Universitätspoliklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie des Departments für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde an der Martin-Luther-Universität Halle- Wittenberg

### **10 Selbstständigkeitserklärung**

Hiermit erkläre ich, Claudia Friedrich, geb. Rettig, geboren am 08.09.1978, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne unerlaubte fremde Hilfe angefertigt habe.

Ich habe mich dabei keiner anderen als der von mir angegebenen Quellen und Hilfen bedient.

Halle (Saale), den 2015

Claudia Friedrich

**11 Erklärung über frühere Promotionsversuche**

Hiermit erkläre ich, Claudia Friedrich (geb. Rettig), geboren am 08.09.1978, bisher an keiner in- und/oder ausländischen Medizinischen Fakultät ein Gesuch um eine Zulassung zur Promotion eingereicht, noch die vorliegende Arbeit als Dissertation vorgelegt zu haben.

Halle (Saale), 2015

Claudia Friedrich

## 12 Danksagung

Mein besonderer Dank gilt zunächst Herrn **Professor Dr. med. dent. habil. Christian R. Gernhardt** (Universitätspoliklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie) für die Überlassung dieses interessanten Themas, sein Engagement in allen theoretischen und praktischen Belangen sowie seine Motivation bei der Anfertigung der Arbeit. Seine Bereitschaft trotz des engen Terminplanes immer mit Rat und Tat geholfen zu haben, hat mir bei dem Erstellen dieser Dissertation sehr geholfen. Weiterhin möchte ich ihm für die umfassende Ausbildung während meines Studiums danken.

Ein mille Grazie gilt Frau **Dr. med. dent. Karolin V. Brandt** (Universitätspoliklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie, Sektion Präventive Zahnheilkunde und Kinderzahnheilkunde) für Ihre ständige Beratung, Korrektur und unermüdliche Motivation bezüglich dieser Arbeit.

An dieser Stelle möchte ich auch Herrn **Univ.- Prof. Dr. med. dent. Hans-Günter Schaller** (Direktor der Universitätspoliklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie) ganz herzlich für die Unterstützung und die Zulassung zur Promotion an seiner Klinik danken.

**Meinen Kollegen** der Universitätspoliklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie, besonders denen des Eckzimmers (Sektion Zahnerhaltungskunde und Parodontologie an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg) gebührt Dank für die Hilfsbereitschaft und Motivation bei der Erstellung dieser Arbeit.

Den niedergelassenen Zahnärzten diverser Praxen in Halle danke ich für die Unterstützung bei der Bereitstellung des Probenmaterials.

Besonders meinen drei Männern **Matthias, Mads & Thees** möchte ich ganz besonders für Ihre Liebe und grenzenlose Unterstützung in jeglicher Hinsicht danken.

Ein ganz großer Dank gilt all meinen **Freunden**.

Meinen **Eltern, Großeltern und Schwiegereltern** sei von ganzem Herzen für alles gedankt.