

Aus der Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde

(Direktor: Prof. Dr. M. Kern)

im Universitätsklinikum Schleswig-Holstein, Campus Kiel

an der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

Einfluss verschiedener Reinigungs- und Konditionierungsmaßnahmen  
auf den erzielbaren Klebeverbund zu oberflächenkontaminiertem  
Aufbaukomposit

Inauguraldissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde der Zahnheilkunde

der Medizinischen Fakultät

der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

Vorgelegt von

Walid Shahid

aus Kabul, Afghanistan

Kiel 2021

1. Berichterstatter:	Prof. Dr. Matthias Kern
2. Berichterstatter:	Prof. Dr. Dr. Ingo Springer
Tag der mündlichen Prüfung:	02.11.2021
Zum Druck genehmigt, Kiel, den	01.09.2021
Gez.	Prof. Dr. Hans-Jürgen Wenz

Für meine Eltern

# Inhaltsverzeichnis

I. Einleitung	1
1. Überblick	1
2. Stumpfaufbauten und klinischer Ablauf	2
3. Komposite	2
a) Struktureller Aufbau der Komposite	2
b) Aushärtungsreaktion	3
4. Adhäsivtechnik	4
a) Adhäsiver Verbund zu Schmelz	5
b) Adhäsiver Verbund zu Dentin	5
c) Adhäsiver Verbund zu dentalen Restaurationsmaterialien	6
d) Adhäsiver Verbund zu Kompositen	6
5. Kontamination	7
6. Bisherige Untersuchungen	7
7. Fragestellung	10
II. Material und Methoden	11
1. Herstellung der Probekörper und der Acrylglastuben	11
a) Kompositprobekörper	11
b) Acrylglastuben	11
2. Wasserlagerung	12
3. Kontamination der Oberflächen	12
4. Reinigungsverfahren	13
5. Konditionierung der Klebeflächen	14
6. Verklebung	15
a) Befüllen der Acrylglastuben	15
b) Klebevorrichtung	16
c) Klebevorgang	17
7. Künstliche Alterung	17
8. Debonding	18
9. Versuchsaufbau	18
10. Lichtmikroskopische Bruchflächenanalyse	18

11. Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse _____	20
12. LOT-Nummern der verwendeten Materialien _____	21
13. Statistische Auswertung _____	22
III. Ergebnisse _____	23
1. Deskriptive Statistik _____	23
2. Graphische Darstellung der Ergebnisse _____	23
3. Signifikanzniveau _____	23
4. Einfluss von Kontaminationen auf den Klebeverbund und ihre Entfernbareit _____	23
5. Einfluss der verschiedenen Reinigungssequenzen auf den Klebeverbund _____	23
6. Einfluss der verschiedenen Konditionierungsverfahren auf den Klebeverbund _____	24
7. Einfluss der künstlichen Alterung auf den Klebeverbund _____	24
8. Lichtmikroskopische Bruchflächenanalyse _____	33
9. Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse _____	33
IV. Diskussion _____	39
1. Diskussion der Methodik _____	39
a) Verwendete Materialien _____	39
b) Oberflächenkontamination _____	39
c) Auswahl der Reinigungsverfahren _____	40
d) Oberflächenkonditionierung _____	40
e) Verklebung _____	41
f) Lagerungsbedingungen _____	41
g) Axialer Zugversuch _____	42
h) Bruchflächenanalyse _____	42
2. Diskussion der Ergebnisse _____	43
a) Einfluss von Kontaminationen auf den Klebeverbund und ihre Entfernbareit _____	43
b) Einfluss der verschiedenen Reinigungssequenzen auf den Klebeverbund _____	44
c) Einfluss der verschiedenen Konditionierungsverfahren auf den Klebeverbund _____	44
d) Einfluss der künstlichen Alterung auf den Klebeverbund _____	45
e) Bruchflächenanalyse _____	46
3. Schlussfolgerung und klinische Empfehlung _____	46
V. Zusammenfassung _____	47

VI. Summary	49
VII. Literatur	51
VIII. Anhang	58
IX. Danksagung	64

## I. Einleitung

### 1. Überblick

Die Verklebung von dentalen Restaurationen ist hinsichtlich der Reinigung bzw. der Konditionierung der Klebeflächen im Falle der eigentlichen Restauration [2, 15, 92] und auch im Falle der natürlichen Zahnmaterialien Dentin und Schmelz ausführlich untersucht [6, 13, 20, 36, 111].

Im Gegensatz zu den gängigen Studien, in denen in der Regel der Klebeverbund unterschiedlicher Materialien zu kariesfreiem Dentin oder Schmelz in Zug- oder Schertests untersucht wurde, bestehen im klinischen Alltag große Anteile der Klebefläche aus Aufbaumaterialien, insbesondere Kompositen, da restaurativ zu versorgende Zähne in der Regel zuvor eine oder mehrere konservierende Maßnahmen durchlaufen haben, mit denen bereits Substanzverluste therapiert wurden [19, 48, 66].

Da Aufbaukomposite in der Regel einen nicht unerheblichen Teil an der prospektiven Gesamtklebefläche ausmachen und damit einen großen Einfluss auf die erzielbare Gesamtverbundfestigkeit haben, ist der Konditionierung bzw. Reinigung dieser Materialien nach Kontamination besonderes Augenmerk zu widmen. So ist bei indirekt hergestellten Restaurationen durch das systemimmanente mehrzeitige Vorgehen in der Regel eine Kontamination durch provisorische Zemente zur Befestigung temporärer Versorgungen unvermeidbar [109]. Diese provisorischen Zemente werden in der klinischen Praxis in der Regel makromechanisch entfernt und der Zahn dann zusätzlich mit abrasiven Pasten und rotierender Bürste gereinigt.

Im Rahmen der Einprobe einer Restauration (diese kann aus verschiedenen Materialien bestehen – etwa hochgoldhaltigen bzw. goldreduzierten Legierungen, Nicht-Edelmetall-Legierungen, Oxidkeramiken oder auch Silikatkeramiken) vor deren Zementierung werden außerdem häufig Störstellen mithilfe dünnfließender Silikone identifiziert, welche zwischen Zahn und Restauration eingebracht und nach Aushärtung auf durchgedrückte Stellen untersucht werden. Da diese Werkstoffe in der Regel nicht komplett chemisch umgesetzt werden, hinterlassen sie einen gewissen Silikonölfilm auf der untersuchten Oberfläche (also der Klebefläche der Restauration, den Zahnhartsubstanzen und der auf der Klebefläche befindlichen Aufbaukompositen) [35].

Nicht zuletzt wird die Klebefläche des Zahnes bei Entfernung des Provisoriums und nachfolgender Reinigung (s.o.) auch mit Speichel kontaminiert. Da Speichel neben Wasser auch Proteine enthält, können diese auf der prospektiven Klebefläche anhaften und so analog zu den oben beschriebenen Kontaminationen eine Trennschicht zwischen Kompositkleber und dem Zahn bilden [30, 50]. Werden die beschriebenen Kontaminationen vor definitiver adhäsiver Befestigung nicht vollständig von der Klebefläche entfernt, so können diese den erzielbaren Klebeverbund signifikant schwächen [1, 64, 126]. Begünstigt durch die Temperaturschwankungen und Kaubelastungen während der Nahrungsaufnahme führt die verminderte Verbundfestigkeit der Klebung zur Bildung von Randspalten, die wiederum ihrerseits die Entstehung von Sekundärkaries, Gingivitis und anderen Misserfolgen wie – im Falle einer vollkeramischen Restauration - Frakturen verursachen können [75, 129, 130].

## 2. Stumpfaufbauten und klinischer Ablauf

Durch Karies oder Traumata entstehen großvolumige, irreversible Destruktionen der Zahnhartsubstanz. Diese Defekte machen eine temporäre Rekonstruktion und eine spätere prothetische Versorgung des Zahns notwendig. Die temporäre Rekonstruktion erfolgt mittels einer Aufbaufüllung. Diese soll einerseits eine dichte Versiegelung der Dentinwunde und andererseits die Stabilisierung der restlichen Zahnhartsubstanz mit Wiederherstellung der Retentionsflächen bewirken. Ein weiterer Vorteil einer Aufbaufüllung ist die Erleichterung der Abformung [26, 106].

Zur Anfertigung einer adhäsiv befestigten Kompositaufbaufüllung sollte der Zahn nach Kariesexkavation mittels Kofferdams absolut trockengelegt werden. Dann erfolgt die Konditionierung und Vorbehandlung von Schmelz und Dentin (siehe „4. Adhäsivtechnik“). Anschließend wird die Aufbaufüllung nach Herstellervorgabe gelegt. Im nächsten Schritt erfolgt die Präparation des Zahns für die definitive prothetische Versorgung. Dabei müssen die Richtlinien bzw. Vorgaben zu den jeweiligen Präparationsformen eingehalten werden. Nach der Präparation erfolgt die Abformung mittels Abformmaterialien (in der Regel werden hierfür Vinylpolysiloxane, Polyäther oder thermoplastische Hydrokolloide in verschiedenen Abformtechniken verwendet), anschließend die Herstellung und temporäre Zementierung des Provisoriums. Ab dem Zeitpunkt der Abformung sind präparative Korrekturmaßnahmen am Stumpf nicht mehr durchführbar. Nach der Herstellung der definitiven Restauration im Labor und einer erfolgreichen intraoralen Anprobe kann diese definitiv zementiert werden. Abhängig von der Materialauswahl und dem klinischen Umfeld kann die Restauration nicht nur mithilfe konventioneller Zemente, sondern auch adhäsiv befestigt werden. Während Restaurationen aus Metall-Legierungen oder Oxidkeramiken nicht zwingend eine Stabilisierung durch einen adhäsiven Verbund zum Zahn benötigen, müssen Restaurationen aus Silikatkeramik in der Regel durch einen adhäsiven Verbund mit der Zahnhartsubstanz verstärkt werden [72, 104].

## 3. Komposite

### a) Struktureller Aufbau der Komposite

Komposite sind zusammengesetzte Werkstoffe. Die drei Hauptbestandteile der auf Methacrylat basierenden Komposite sind die organische Matrix, die disperse Phase (Füller) und die Verbundphase (Silane) [11, 27, 47, 51, 105]. Das bekannteste Methacrylat ist das von Bowen 1962 patentierte Bis-GMA (Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat, siehe Abbildung 1). Als organische Matrix zusammen mit silanisierendem Quarzmehl (anorganischer Füllstoff) entstand der erste dentale Kompositwerkstoff. Die organische Matrix moderner Komposite besteht aus Monomeren und Comonomeren, bei denen es sich meist um Di- oder Triester der Methacrylsäure handelt. Die Methacrylatgruppen besitzen reaktive Doppelbindungen. Unter Aufspaltung der endständigen Gruppen erfolgt eine Vernetzung der hochmolekularen Monomere, wie Bis-GMA (Bisphenol-Glycidylmethacrylat) oder UDMA (Urethan-Dimethacrylat) zu einem dreidimensionalen stabilen Polymergerüst. Die einzelnen Monomere sind für die mechanischen Eigenschaften, die Wasseraufnahme, die Schrumpfung, den Polymerisationsgrad, die Viskosität, Feuchtigkeitsempfindlichkeit, allgemeine Mundbeständigkeit und die toxikologischen Eigenschaften verantwortlich. Die niedermolekularen Comonomere wie TEGDMA (Triethylen-



Dimethacrylat) oder EDMA (Ethylen-Dimethacrylat), die in der Gerüstsubstanz enthalten sind, wirken zusätzlich verdünnend und senken die hohe Viskosität von Bis-GMA. Dadurch ermöglichen sie das Beimischen von Füllstoffen. Neben den Monomeren und Comonomeren sind Initiatoren (z. B. Kampherchinon als Photoinitiator), Inhibitoren (z. B. Hydrochinon-Monomethylether HQME) bzw. bei Autopolymerisaten Photostabilisatoren und Akzeleratoren und andere Additive weitere Bestandteile der organischen Matrix. Die Initiatoren starten die radikalische Polymerisationreaktion. Die Inhibitoren dagegen bewirken die Inaktivierung radikaler Substanzen. Eine vorzeitige Polymerisation der Monomere wird somit verhindert. Farbstabilisatoren absorbieren UV-Wellen und wirken damit einer Verfärbung der Matrix entgegen. Pigmente erlauben die Herstellung einer Vielzahl an nuancierten Farbpasten. In die Kategorie anderer Additive sind Weichmacher und optische Aufheller einzuordnen. Die disperse Phase wird auch als die anorganische Matrix der Komposite bezeichnet. Darin befinden sich die Füllkörper, welche hauptsächlich aus Quarz, Keramik, Glas oder Siliziumdioxid bestehen. Die Oberfläche der Füllstoffe ist silanisiert. Die Silanisierung dient somit als Verbundphase zwischen der organischen und der anorganischen Matrix [11, 27, 47, 51, 105].

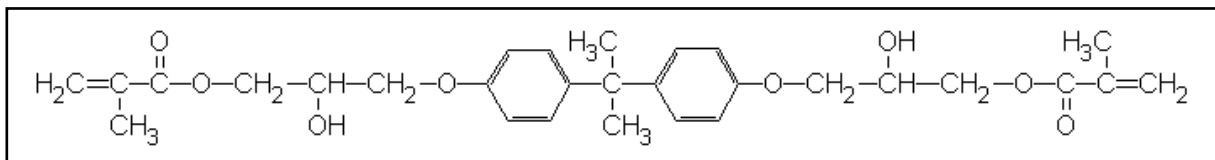


Abbildung 1: Strukturformel Bis-GMA [10]

### b) Aushärtungsreaktion

Komposite polymerisieren durch die Umsetzung der Monomere zu einem Polymernetz in einer radikalischen chemischen Reaktion aus. Dentale Kunststoffe werden nach dem jeweils enthaltenden Initiatorsystem in lichterhärtend, chemisch härtend und dualhärtend eingegliedert. Bei der Aktivierung der Initiatoren durch Aktivatoren zerfallen diese zu Radikalen und setzen durch die Aufspaltung der im Monomer vorhandenen Doppelbindungen die Polymerisation in Gang. Das Kettenwachstum wird solange fortgesetzt bis kein Monomer vorhanden ist bzw. zwei Radikale aufeinandertreffen (Abbildung 2). Der biradikale Luftsauerstoff kann die Monomer- und Initiatorradikale binden und somit die Kettenbildung der Polymerisation unterbrechen. Durch Sauerstoffeinwirkung entsteht an der Oberfläche des aushärtenden Kunststoffes eine dünne Schicht, sodass in diesem Bereich unverbrauchte Anteile für eine spätere Polymerisation zur Verfügung stehen (Sauerstoffinhibitionsschicht) [52, 53].

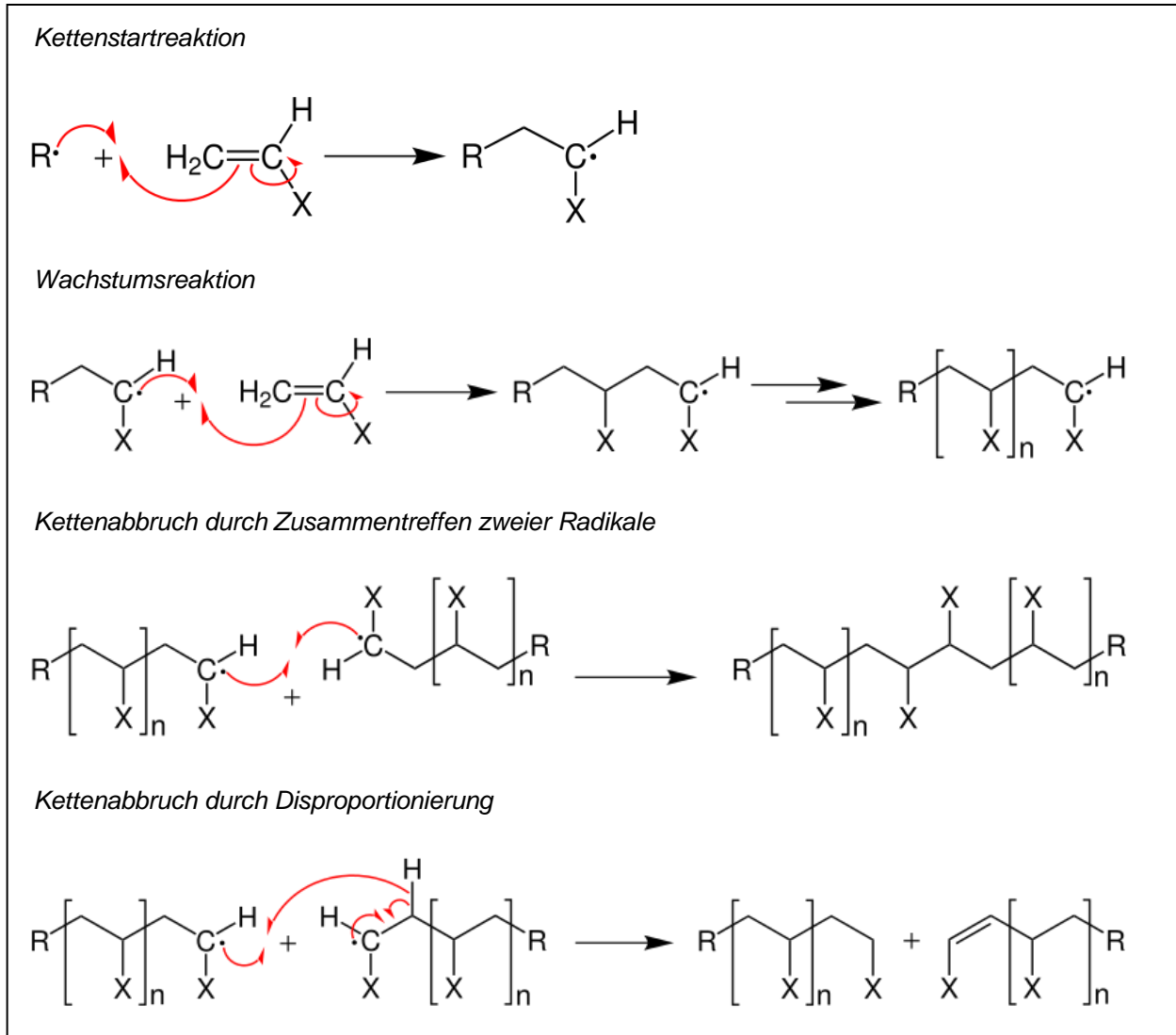


Abbildung 2: Reaktionsformen in einer Kettenpolymerisation

(Bildquelle: Wikipedia, Bildrechte unter Wikimedia Commons freigegeben)

#### 4. Adhäsivtechnik

Unter Adhäsion versteht man engste räumliche Beziehung zwischen zwei Molekülen unterschiedlicher Stoffe. Dabei entwickeln sich die Adhäsionskräfte zwischen einem Atom einer Grenzschicht und einem Atom einer weiteren begrenzenden Oberfläche. Die Adhäsivtechnik ist in der Zahnmedizin für eine stabile und wirksame Verankerung eines Komposits an Schmelz und Dentin einerseits und an dentalen Restaurationsmaterialien andererseits verantwortlich und wirkt der Spaltbildung durch Polymerisationsschrumpfung des Kompositklebers entgegen [31, 43].

Die Herstellung einer suffizienten Verbindung zwischen Komposit und Zahnhartsubstanz ist aufgrund materialspezifischer Eigenschaften der Materialien ohne begleitende Maßnahmen nicht möglich. Die Hydrophobie des Komposits und die Hydrophilie des Dentins machen die Zuhilfenahme eines Haftvermittlersystems notwendig. Mit der Einführung der Schmelz-Ätz-Technik (SÄT) durch Buonocore [18] und der Dentinkonditionierung mit Säuren durch Brudevold [17] wurde die Grundlage für die Adhäsivtechnik geschaffen.

### **a) Adhäsiver Verbund zu Schmelz**

Der Zahnschmelz ist die härteste, zugleich aber auch die sprödeste Substanz des Körpers [69]. Dieser Anteil der Zahnhartsubstanz stellt eine zellfreie Struktur dar und enthält überwiegend anorganische Substanzen. Hauptsächlich kommen Hydroxylapatitkristalle vor. Neben den Schmelzprismen, die vornehmlich radiär orientiert sind und nahezu die gesamte Breite der Schmelzschicht durchziehen, enthält der Schmelz auch interprismatische Schmelzsubstanz. Die Schmelzprismen haben einen hufeisen- oder schlüssellochförmigen Querschnitt [117].

In der Säure-Ätz-Technik wird auf den Schmelz ein Phosphorsäuregel in einer Konzentration von 37% aufgetragen. Dabei entsteht auf der Oberfläche ein Mikrorelief mit Porositäten von 5-50 µm Tiefe [41, 100] Konzentrationen weniger als 30% erzeugen schwer lösliche Präzipitate [25] und mehr als 40% erzielen nicht die gewünschten Ätztiefen [74]. Das Mikrorelief kann mit einem Adhäsiv (niedrig visköses, meist nicht gefülltes Komposit) als Haftvermittler infiltriert werden. Der Kunststoff penetriert zwischen die freiliegenden Schmelzzotten, indem er durch Kapillarkräfte eingezogen wird. Bei der Polymerisationsreaktion kommt es dann zum Aufschumpfen des Adhäsivs auf die Schmelzzotten somit zu einer kraft- und formschlüssigen Verbindung [71].

### **b) Adhäsiver Verbund zu Dentin**

Die Erlangung einer stabilen Verbindung zwischen Dentin und Komposit ist im Vergleich zum Schmelz aufgrund der Hydrophilie des Dentins nicht leicht realisierbar [114]. Das Dentin weist einen tubulären Aufbau auf: Dentintubuli durchziehen das gesamte Dentin von der Pulpa bis zur Dentin-Schmelz- bzw. Dentin-Zement-Grenze. Sie enthalten unter anderem die Odontoblastenfortsätze und den Dentinliquor. Dentin besteht zu 70 % aus Mineralien (überwiegend Hydroxylapatit, geringere Mengen an Fluor, Magnesium und Spurenelemente), zu 20% aus organischer Matrix (kollagene und nichtkollagene Komponenten, Lipide, Laktate, Zitate, Chondroitinsulfat) und zu 10 % aus Wasser. Die organische Matrix besteht zu 92% aus Kollagen Typ I [110].

Dadurch wird Dentin zu einem mineralisierten, vitalen und hydrophilen Gewebe. Die Verbindung des Kunststoffs zum Dentin wird noch zusätzlich durch die so genannte „Smear Layer“ (Schmierschicht) erschwert. Die Schicht ist eine inhomogene 0,5-5 µm starke Schicht aus Gewebstrümmern (Hydroxylapatitkristalle, denaturiertes Kollagen, Reste von Odontoblastenfortsätzen), Mikroorganismen und Speichelpräzipitaten, die nach dem mechanischen Bearbeiten des Dentins entsteht. Die Haftung der Schmierschicht am Dentin ist gering und beträgt ca. 2-6 MPa [12, 42]. Das Ziel der Dentinkonditionierung ist die Entfernung oder Modifikation der Schmierschicht, die Demineralisierung der Dentinoberfläche und die Freilegung der Dentintubuli [79]. Für diesen Zweck werden, wie bei der Schmelzätzung auch hier 37%iges Phosphorsäuregel verwendet. Nach Einhaltung der vorgegebenen Ätzzeit und Entfernung der Säurereste zusammen mit der Schmierschicht mittels Wasserspray, kann nun ein hydrophiles Monomer (Primer) in das freiliegende, poröse Kollagenfasergeflecht des dekalifizierten Dentins eindringen. Danach erfolgt die Applikation des stabilisierenden Adhäsivs. Anschließend wird das Kompositmaterial zur Rekonstruktion in die Kavität eingebracht.

### c) Adhäsiver Verbund zu dentalen Restaurationsmaterialien

Das Problem der Hydrophilie besteht bei den gängigen Restaurationsmaterialien nicht. Vordergründig musste hier bei der Entwicklung der heutigen Verbundsysteme die chemische Inkompatibilität zwischen einem Kompositkleber und den verschiedenen Restaurationsmaterialien überwunden werden. Die ersten in der Zahnmedizin für diesen Zweck eingesetzten bifunktionellen Moleküle (sogenannte Silane) besitzen einen Methacrylatanteil, mit dem diese an den Kompositkleber binden können und einen siliziumhaltigen Teil, mittels dem dieses Molekül an Silikatoberflächen binden kann. Damit konnte bereits direkt an (entsprechend vorbehandelte) Silikatkeramiken gebunden werden. Um an die übrigen Dentalwerkstoffe für indirekte Restaurationen (alle Arten von Legierungen und Oxidkeramiken) binden zu können, musste deren Oberfläche vor der Entwicklung weiterer bifunktioneller Moleküle chemisch oder mechanochemisch modifiziert werden. Beim Rocatec-System (3M) etwa wird in einem ersten Schritt die zu behandelnde Oberfläche mit Korundstrahlung gesäubert und aufgeraut, um dann in einem zweiten Schritt mittels der Verwendung eines speziellen Strahlsandes (silikatumhüllte Aluminiumoxidpartikel) mit einer Silikatschicht überzogen zu werden. An diese Silikatschicht kann dann wiederum mit einem Silan chemisch gebunden werden. Angesichts des relativ großen apparativen und verfahrenstechnischen Aufwandes wurden im Folgenden weitere bifunktionelle Moleküle entwickelt, mit deren Hilfe an die übrigen (oben genannten) Dentalwerkstoffe gebunden werden konnte. Eines der ersten Moleküle nach den Silanen war das sogenannte MDP, welches fester Bestandteil eines speziellen Kompositklebers (Panavia, Kuraray) war. Mittels dieses phosphorsäurehaltigen Monomers war es dann möglich, an die Oxidgruppen von Nichtelegierungen und von Oxidkeramiken chemisch zu binden [86, 116, 123]. Für die nun verbliebenen hochgoldhaltigen Legierungen wurden dann schwefelhaltige Monomere (z.B. VBATDT) entwickelt, mit deren Hilfe dann auch an diese Werkstoffgruppe gebunden werden konnte [59].

### d) Adhäsiver Verbund zu Kompositen

Im Falle des adhäsiven Verbundes zu Kompositen (auch Aufbaukompositen) stellen sich die oben genannten Probleme chemischer bzw. physikalischer Inkompatibilität nicht, da Füllkomposite und Kompositkleber weitgehend chemisch identisch oder zumindest chemisch verwandt sind. Aufgrund der heterogenen Zusammensetzung ergeben sich im Wesentlichen zwei mögliche Verbundmechanismen. Zum einen kann im Sinne einer Silanisierung an den silikathaltigen anorganischen Füllstoffanteil der Komposite gebunden werden, zum anderen kann versucht werden, an die organische Matrix zu binden. Bei modernen Füllkompositen ist die organische Phase jedoch weitgehend chemisch umgesetzt, so dass zur Bindung der Klebmonomere nicht mehr genügend freie Doppelbindungen zur Verfügung stehen. Zu diesem Zweck muss also die initial vorhandene Sauerstoffinhibitionsschicht (Hybridschicht) wiederhergestellt werden. Hierfür kann unter anderem ein dünnfließender Kunststoff (Adhäsiv) auf die Kompositoberfläche aufgetragen werden. Die ungebundenen Monomere des Adhäsivs diffundieren in das Komposit ein und bilden so nach chemischer Härtung bzw. Lichthärtung unter Einfluss des Luftsauerstoffes erneut eine reaktive Oberfläche mit freien Doppelbindungen, an die wiederum sekundär ein Kompositkleber binden kann [16].

## 5. Kontamination

Vor der Zementierung von indirekt hergestellten Restaurationen werden die Klebeflächen des Zahnes (also Zahnhartsubstanzen und Aufbaumaterialien) in der Regel durch Blut [91], Speichel [7, 61] und provisorische Befestigungszemente verunreinigt. Während Blut und Speichel [103, 132] u.a. eine Proteinschicht auf der Klebefläche hinterlassen, welche zumindest im Falle der Zahnhartsubstanzen im Rahmen der für die adhäsive Befestigung notwendigen Ätzung mit Phosphorsäure leicht entfernt werden kann, bestehen provisorische Befestigungszemente aus anderen Materialien, deren Entfernbareit aufgrund heterogener Zusammensetzung diverser provisorischer Befestigungszemente unklar ist. Zur Entfernung eventueller Rückstände hat es sich jedoch bisher bewährt, nach einer makromechanischen Entfernung mittels Handscaler die betreffenden Flächen mit abrasiven Pasten bzw. Bimsmehl und rotierender Bürste zu reinigen. Eine weitere Kontaminationsquelle sind fließfähige Silikone [134]. Diese werden bei der Anprobe der Restauration vor der definitiven Eingliederung verwendet, um eventuelle Störstellen zu lokalisieren und diese dann anschließend mit einem geeigneten Instrument zu entfernen. Dabei bleibt auf den zu verklebenden Oberflächen ein dünner Silikonölfilm zurück, welcher bei insuffizienter Entfernung vor allem auf dentalen Restaurationsmaterialien den späteren Klebeverbund negativ beeinflussen kann [96, 112]. Neben einer exakten Konditionierung der Klebeflächen ist eine gründliche und vollständige Entfernung dieser Kontaminationsschicht auch im Falle von Kompositaufbauten für eine erfolgreiche adhäsive Befestigung von größter Wichtigkeit. Bei der Wahl des Reinigungsverfahrens ist hierbei darauf zu achten, dass keine Veränderungen der Zahn- und Präparationsanatomie eintreten dürfen. Bei präparierten Stümpfen, die mit einer Aufbaufüllung versehen sind, muss sowohl bei der Reinigung als auch bei der Konditionierung darauf geachtet werden, dass in diesem Fall bis zu drei verschiedenen Materialien (Schmelz, Dentin und Aufbaumaterial) zu behandeln sind.

## 6. Bisherige Untersuchungen

Der Klebeverbund zwischen der Zahnhartsubstanz und dem Kleber ist umfangreich untersucht [38]. Der Fokus dieser Arbeit soll daher auf der Vorbehandlung von Aufbaukompositen vor der adhäsiven Befestigung definitiver Restaurationen liegen.

Der Vorgang des Klebeverbunds zwischen einem Aufbaukomposit und Kompositklebern kann der Reparatur einer Kompositfüllung gleichgesetzt werden. Zu diesem Thema gibt es zahlreiche Untersuchungen. Zu Beginn wurde in den Studien die Möglichkeit einer Konditionierung der Kompositoberflächen nicht in Betracht gezogen. Die neueren Untersuchungen befassen sich hauptsächlich mit Reparaturverfahren, die unabhängig vom verwendeten Komposit auf eine adäquate Vorbehandlung der Reparaturflächen und einen maximalen Haftverbund abzielen [45].

Hierbei werden unterschiedliche Parameter wie z.B. verschiedene Methoden der Oberflächenbearbeitung, Einsatz von Adhäsiven, Einfluss verschiedener Lagerzeiten und Lagerbedingungen vor der Reparatur untersucht. Zusätzliche Kontamination der Proben mit z.B. Speichel oder Speichelpräparaten werden als Nachahmung des oralen Milieus durchgeführt.

Zur künstlichen Alterung der Kompositproben kommen verschiedene Prozeduren, wie die Lagerung bei 37°C in destilliertem Wasser oder das Kochen in Wasser, das Thermowechselbad oder das Tauchbad in Zitronensäure zur Anwendung [14, 84, 88].

Man hat früh erkannt, dass eine mechanische Konditionierung der Bruchflächen die Erfolgsaussichten hinsichtlich eines langfristigen Klebeverbundes erhöhen. Zu diesem Zweck wurden unter anderem Hartmetallfräsen, diamantierte Bohrer, und Korundscheifer verwendet [16, 23]. Frenzel u. Viohl postulierten 1994, dass die schadhafte Kunststoffoberfläche mit rotierenden Instrumenten entfernt werden muss, um die Einwirkungen des Speichels auf die Verbundfestigkeit auszuschließen und ein Retentionsrelief zu erzielen [39]. In einer weiteren Studie von Bonstein et al. 2005 wurden die Oberflächen von aus Komposit hergestellten Proben mit verschiedenen Verfahren behandelt. Nach einer künstlichen Alterung im Wasser und anschließender Trocknung an der Luft bei Raumtemperatur wurden die Proben in fünf Gruppen aufgeteilt, wobei eine Gruppe als Kontrollgruppe diente. Die Oberflächen der Proben der ersten drei Gruppen wurden mit Phosphorsäure, Diamantenbohrer und Sandstrahlgerät vorbehandelt. Die Proben der vierten Gruppe wurden einer kombinierten Vorbehandlung mit Diamantenbohrer und Silan unterzogen. Die statistische Analyse ergab, dass die Oberflächenbehandlung mit einem Diamantbohrer zu einer höheren Scherfestigkeit als die anderen getesteten Methoden führte [9].

Zur mechanischen Vorbehandlung der Kompositoberflächen kommen neben rotierenden Schleifkörpern auch Sandstrahlgeräte zum Einsatz [37, 88, 98]. Interessant für die Kompositreparatur könnten hierbei sowohl Korundstrahlung als auch eine tribochemische Silikatisierung sein. Bei der Korundstrahlung wird die Materialoberfläche mit Aluminiumoxid-Strahlmittel aufgeraut, wodurch diese von Verunreinigungen befreit und die Entstehung eines mikroretentiven Reliefs erzielt wird. Bei einem tribochemischen Verfahren zur Silikatisierung von Oberflächen findet eine physikalische Haftung durch das Aufrauen der Oberfläche mit Hilfe von kiesel säuremodifizierten Strahlpartikeln statt. Zusätzlich wird durch die hohe Energie, die bei deren Aufprall freigesetzt wird, eine Silikatschicht auf die Oberfläche aufgebracht. Durch die anschließende Silanisierung wird dann ein chemischer Verbund hergestellt.

Durch eine Konditionierung der Reparaturfläche mittels Abstrahlen wurden in einer Studie Verbundwerte erreicht, die nicht signifikant geringer waren als jene, die erreicht werden, wenn Komposit im Rahmen der Schichttechnik auf ausgehärtetes Komposit mit vollständig erhaltener Sauerstoffinhibitionsschicht aufgetragen wird [68]. Im Jahre 2009 zeigten Rodrigues et al. anhand einer Studie mit zwei Substraten (Filtek Z250 und Filtek Supreme), dass sowohl Abstrahlen mit Aluminiumoxidpulver als auch tribochemisches Silikatisieren im Zugversuch zu vergleichbaren Verbundwerten führen [102].

Die Ergänzung der mechanischen Konditionierung durch eine chemische Komponente sorgt für erheblich verbesserte Werte. So fanden Chiba et al. 1989 heraus, dass das Beschleifen der Kompositoberfläche mittels Hartmetallfräse und die Applikation eines Adhäsivs vor der Reparatur hohe Verbundfestigkeiten auch nach längerer Lagerungsdauer im feuchten Milieu ermöglichen [23]. Die Studien anderer Autoren belegen ebenfalls, dass eine chemische Konditionierung mit Haftvermittlern nach erfolgter mechanischer Vorbehandlung die erzielbaren Verbundwerte positiv beeinflussen können

[46, 70, 98, 115]. Die Effektivität einer rein chemischen Vorbehandlung basierend auf der Säure-Ätz-Technik als alleinige Konditionierung der Kompositoberflächen ist nach gegenwärtiger Studienlage extrem gering [77, 119].

Ergänzend zu Adhäsivsystemen oder auch als alleinige Maßnahme wurde auch der Einsatz von Silanen zu chemischer Konditionierung von Kompositoberflächen untersucht. Die Autoren kamen jedoch zum Einsatz von Silanlösungen als alleinige Haftvermittler in einem Reparaturprozess zu unterschiedlichen Schlussfolgerungen. Einige unterstreichen den positiven Einfluss des Silans auf die erzielbaren Haftverbund besonders [113], während andere Arbeitsgruppen keinen signifikanten Einfluss dieser Substanzgruppe auf den erzielbaren Haftverbund feststellen konnten [24, 102].

Die Arbeitsgruppe um Celik et al. hat gezeigt, dass für eine erfolgreiche Reparatur von gealtertem Komposit eine Kombination aus mechanischer und chemischer Vorbehandlung unerlässlich ist [22]. In den neueren Studien werden neben der herkömmlichen mechanischen Vorbehandlung der Oberflächen auch Laser, wie z.B. der Er, Cr: YSGG Laser zur mechanischen Konditionierung eingesetzt [60]. Die dazu benötigten Geräte sind aber in der Zahnmedizin wenig verbreitet, so dass diese Methode nur selten zur Anwendung kommen kann.

Wie bereits im Abschnitt 5. erwähnt, stellt die Kontamination der zu verklebenden Flächen mit Speichel oder einem im Rahmen der Einprobe der Restauration verwendeten Silikon ein besonderes Problem bei der adhäsiven Befestigung von Restaurationen dar. In der Literatur werden die Kontamination der Zahnhartsubstanz bzw. Keramik sowie deren Folgen ausführlich untersucht.

Die Kontamination von geätztem Schmelz mit Speichel ist einer der häufigsten Gründe für einen schlechten Klebeverbund oder gar für ein Versagen der Klebung [94]. Es konnte gezeigt werden, dass bei einem Speichelkontakt von mehr als einer Sekunde Reste an der Schmelzoberfläche bleiben, die auch nicht mit Wasserspray entfernt werden können. In einem solchen Fall muss der Ätzvorgang wiederholt werden [61, 108].

In einer Laborstudie wurde gezeigt, dass selbst für die Reparatur eingesetzte Silane eine Verunreinigung der geätzten Schmelzoberfläche verursachen können. Hierbei wurde die Haftkraft reparierter Komposite am geätzten Zahnschmelz untersucht. Dabei konnte geschlussfolgert werden, dass die Verunreinigung von geätztem Schmelz mit den Reparaturmaterialien (in diesem Fall Monobond-S und Silibond) die Haftkraft nicht beeinflusst, wenn diese in Kombination mit den korrespondierenden Bondingsystemen der Komposite appliziert werden. Der Gebrauch der Systeme ohne die Verwendung eines entsprechenden Bondings führte zu Haftwerten, die deutlich niedriger waren als die Kontrollgruppenwerte [45].

Bei den keramischen Werkstoffen sind aufgrund der unterschiedlichen mechanischen Belastbarkeit auch unterschiedliche Reinigungsprozeduren erforderlich. Für die Reinigung von Oxidkeramiken ist das Abstrahlen der kontaminierten Oberfläche mit Aluminiumoxidpulver das überlegene Reinigungsverfahren [95], während das Abstrahlen einer Glaskeramik mit Aluminiumoxidpulver bereits nach einer Abstrahldauer von nur 7 Sekunden deutlich sichtbare Defekte von bis zu 1 mm Tiefe auf der Oberfläche der Keramik verursachen [58].

Für die Reinigung einer Glaskeramikoberfläche, die nach der Ätzung und Silanisierung mit Speichel kontaminiert wurde, benutzten die Autoren einer Studie Phosphorsäure beziehungsweise Aceton. Dabei wurden nach der Anwendung von Phosphorsäure bessere Klebeverbundwerte erzielt als nach der Reinigung mit Aceton [81].

## 7. Fragestellung

Die Reinigung von Kompositoberflächen nach Kontamination mit Speichel in Kombination einem Fließsilikon ist nach Kenntnis des Verfassers bisher noch nicht untersucht worden. Ziel dieser Untersuchung war es daher, die Eignung von verschiedenen Verfahren zur Reinigung und Konditionierung von Aufbaukompositoberflächen vor adhäsiver Befestigung von indirekt hergestellten dentalen Restaurationen nach Kontamination mit Speichel und einem Fließsilikon zu evaluieren.

Die hierbei untersuchten Reinigungsverfahren (Ätzung mit Phosphorsäure, Reinigung mit rotierender Bürste und einer wässrigen Bimsmehl suspension, Abstrahlen mit trockenen Aluminiumoxidpartikeln, Abstrahlen mit einer wässrigen Natriumbikarbonatsuspension) und Konditionierungsverfahren (Verwendung eines klassischen Dentinadhäsivsystems, Silanisierung, Infiltration mit einem speziellen Präparat zur Reparatur von Kompositen) leiten sich aus den bisherigen Studien ab.

Die sich dabei ergebenden Fragen lauten:

1. Welchen Einfluss hat die Kontamination einer Aufbaukompositoberfläche mit Speichel und einem Fließsilikon auf den erzielbaren Haftverbund zu einem Kompositkleber?
2. Welchen Einfluss haben die untersuchten Reinigungsverfahren auf den erzielbaren Haftverbund zwischen einer kontaminierten Aufbaukompositoberfläche und einem Kompositkleber?
3. Welchen Einfluss haben die untersuchten Konditionierungsverfahren auf den erzielbaren Haftverbund zwischen einer Aufbaukompositoberfläche und einem Kompositkleber?
4. Welche Kombinationen aus Reinigungs- und Konditionierungsverfahren erzielen einen zur Positivkontrolle vergleichbaren Haftverbund zwischen einem Aufbaukomposit und einem Kompositkleber und sind somit klinisch vor adhäsiver Befestigung von indirekten dentalen Restaurationen empfehlenswert?
5. Welchen Einfluss hat die künstliche Alterung auf den erzielbaren Haftverbund zwischen einem Aufbaukomposit und einem Kompositkleber?



## **II. Material und Methoden**

### **1. Herstellung der Probekörper und der Acrylglastuben**

#### **a) Kompositprobekörper**

Es wurden 384 (24X16) scheibenförmige Proben aus LuxaCore A3 (DMG, Hamburg, Deutschland) hergestellt. Hierfür wurde das konische Ende einer 2 ml-Einmalspritze abgetrennt und der Kolben komplett zurückgezogen. Das so entstandene Lumen wurde nun blasenfrei mit dem Komposit aufgefüllt. Nach einer Wartezeit von mindestens 10 Minuten wurde der so entstandene Kompositzylinder mittels einer Kreissäge senkrecht zur Zylinderlängsachse in jeweils 4 mm breite Kompositscheiben zertrennt, die einzelnen Scheiben dann aus den Einzelringen der ursprünglichen Einmalspritze entnommen. Da das verwendete Komposit zusätzlich zur chemischen Härtung noch eine Möglichkeit zu Lichthärtung hatte, wurden die Kompositscheiben im Anschluss daran noch in einem Lichtpolymerisationsgerät (Heraflash, Kulzer, D-Hanau) von beiden Seiten für je 90 Sekunden auspolymerisiert. Zur Erzielung einer einheitlichen Oberfläche wurden die Klebeflächen der Probekörper dann in einer Probenschleifmaschine (Metaserv Universal Polisher, Buehler, D-Düsseldorf) mit Schleifscheiben (SiC Grinding Paper, Durchmesser 200 mm, Grit P600; Buehler) bei Wasserkühlung mit 100 Umdrehungen pro Minute planparallel geschliffen.

#### **b) Acrylglastuben**

Es wurden 384 Acrylglastuben mithilfe einer CNC-Maschine hergestellt (Abbildung 3). Der Innendurchmesser der Tuben betrug 3,2 mm, woraus sich eine Klebefläche von 8,04 mm<sup>2</sup> ergab. Beide Tubenenden schlossen in einem Winkel von 90° zur Tubenlängsachse ab. Dadurch konnten Tuben und Probekörper axial verklebt und die Klebung später auf Zug belastet werden. Um eine gerichtete Abbindekontraktion des dualhärtenden Komposits zu erreichen, war vor der Befüllung der Tuben die Schaffung von Retentionen notwendig. Hierfür wurden mit einem Rosenbohrer, dessen Durchmesser 2 mm betrug, zwei sich gegenüberliegende Mulden nahe des Tubushalses an der Innenseite des Tubus angelegt.

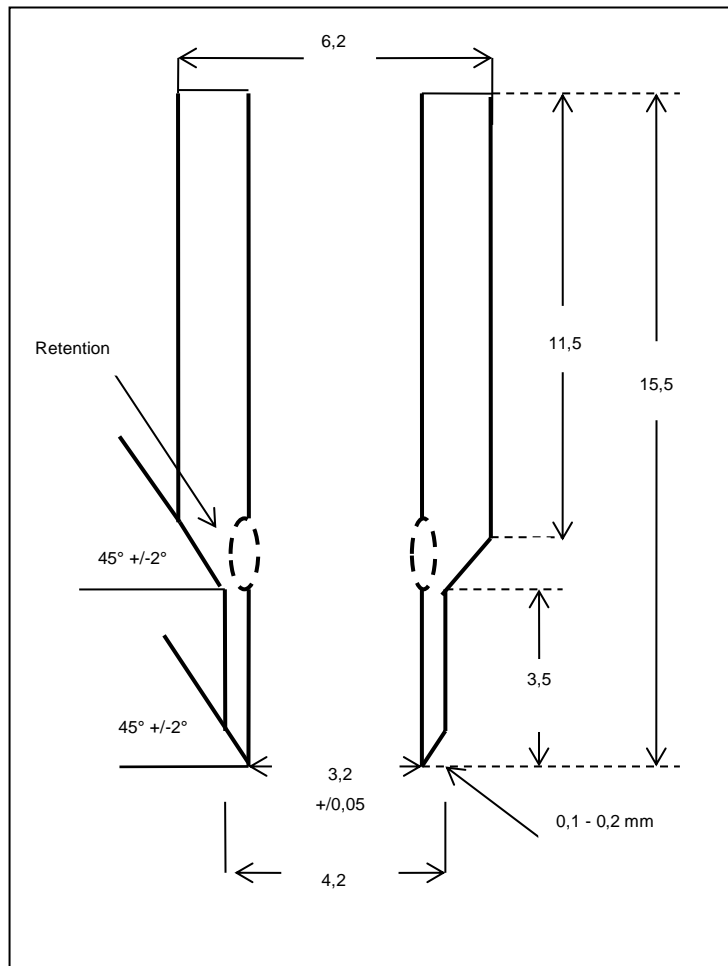


Abbildung 3: Querschnittzeichnung eines Acrylglastubus

## 2. Wasserlagerung

Die hergestellten Prüfkörper wurden in einem wassergefüllten und verschließbaren Behälter in einem 37°C warmen Ofen gelagert. Nach Ablauf einer Lagerungsfrist von 3 Wochen wurden die Prüfkörper entnommen. Anschließend wurde die prospektive Kleboberfläche für jeweils 15 Sekunden mit Wasserspray gereinigt und mittels Luftbläser getrocknet.

## 3. Kontamination der Oberflächen

Die Hälfte aller Prüfkörper wurde mit der Klebefläche nach unten in eine zuvor standardisiert gesammelte Speichellösung gelegt. Hierfür hatte der Autor 2 Stunden vor Speichelgewinnung auf Nahrungs- und Flüssigkeitsaufnahme verzichtet und anschließend den in den nächsten 5 Minuten gebildeten Speichel in einem verschließbaren Behältnis gesammelt. Nach einer Einwirkzeit von 1 Minute wurden die Prüfkörper entnommen und für jeweils 15 Sekunden abgesprayed und dann mit einem Luftbläser getrocknet. Ein schwarzes fließfähiges C-Silikon (Fit Checker Black, GC Europe, NL-Leuven) wurde gemäß Herstellervorgaben angemischt und auf die Klebefläche der Prüfkörper aufgetragen. Bei noch flüssigem Silikon wurden die Prüfkörper dann mit der Klebefläche auf eine Plexiglasscheibe gedrückt. Nach einer Abbindezeit von 5 Minuten wurde das Silikon von dem Prüfkörper abgezogen und eventuelle sichtbare Rückstände des Fließsilikons manuell entfernt.

#### 4. Reinigungsverfahren

Im Anschluss an die Kontaminierung wurden je 48 kontaminierte und nicht kontaminierte Proben mit den folgenden Verfahren gereinigt:

- PHS:** Auf die trockene Klebefläche wurde ein 37%iges Phosphorsäuregel (Etching Gel-Medium Viscosity, DMG, D-Hamburg) aufgetragen und die Klebefläche nach einer Einwirkzeit von 15 Sekunden für 15 Sekunden mit Wasser abgesprayt und für weitere 15 Sekunden mit einem Luftbläser mit ölfreier Luft getrocknet.
- BIM:** Auf die trockene Klebefläche wurde ein Gemisch aus isotoner NaCl-Lösung (Natriumchlorid) und Bimsmehl aufgetragen. Mit einem Gummikelch mit integriertem Bürstchen wurde das Gemisch für 15 Sekunden in rotierenden Bewegungen (bei 2000 Umdrehungen/Minute) auf der Klebefläche verteilt und die Klebefläche anschließend für 15 Sekunden mit Wasser abgesprayt und für weitere 15 Sekunden mit ölfreier Luft getrocknet.
- KOS:** Die trockene Klebefläche wurde mit dem roten Ende eines Zweifarbbuntstiftes (Zweifarbistift rot-blau der Marke Pelikan) flächig bemalt und anschließend für 15 Sekunden mit einem Griffelstrahler (50µm Aluminiumkorund) aus einem Abstand von 10 mm bei einem Druck von 0,5 bar gereinigt. Die vorherige Einfärbung machte hierbei die vollständige Behandlung der gesamten Klebefläche sichtbar. Anschließend wurde die Klebefläche für 15 Sekunden mit Wasser abgesprayt und für weitere 15 Sekunden mit ölfreier Luft getrocknet.
- PRS:** Die trockene Klebefläche wurde für 15 Sekunden mit einem Pulverstrahlergerät (CleanJet, Yoshida, Dental, J-Tokyo) mit Prophylaxepulver (Cavitron Prophy-Jet Prophy Powder, Dentsply DeTrey, D-Konstanz) aus einem Abstand von 10 mm bei einem Turbinendruck von 2,5 bar gereinigt. Die Klebefläche wurde anschließend für 15 Sekunden mit Wasser abgesprayt und für weitere 15 Sekunden mit ölfreier Luft getrocknet.

## 5. Konditionierung der Klebeflächen

Aus den bisher beschriebenen Verfahren ergeben sich 8 verschiedene Kombinationen (mit je 48 Probekörpern) aus Oberflächenvorbehandlung (Kontamination – Keine Kontamination) und Reinigungsverfahren (Phosphorsäureätzung – Reinigung mit Bismehl – Korundstrahlung – Prophylaxespray). Je 16 Proben jeder Kombination wurden im Anschluss an die Reinigung schließlich mit einem der folgenden Konditionierungsverfahren auf die dann folgende Verklebung vorbereitet:

**DEA:** Die erste Komponente (=Primer) des (Dentin-) Adhäsivs Optibond FL (Kerr Hawe, CH-Bioggio) wurde mittels eines Einmalpinsels auf die Klebefläche aufgetragen und die Überschüsse nach einer Einwirkdauer von 30 Sekunden für weitere 15 Sekunden mit ölfreier Luft verblasen. Daraufhin wurde die zweite Komponente (=Adhäsiv) mittels eines Einmalpinsels aufgetragen und nach einer Einwirkzeit von 15 Sekunden für weitere 15 Sekunden mit ölfreier Luft verblasen und anschließend für 30 Sekunden mit einer Polymerisationslampe (Demetron Optilux 501) aus einem Abstand von 1 cm gehärtet.

**SIL:** Die Proben wurden in einem einzelnen Applikationsvorgang mittels eines jeweils frischen Einmalpinsels mit einem silanhaltigen Primer (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent, FL-Schaan) bestrichen. Nach einer Einwirkdauer von 1 Minute wurde die verbliebene Flüssigkeit für 15 Sekunden mit ölfreier Luft verblasen.

**KPR:** Auf die Klebefläche wurde mittels eines Einmalpinsels eine dünne Schicht eines Kompositprimers (Ecusit-Composite Repair, DMG, D-Hamburg) aufgetragen und für 60 Sekunden einwirken lassen. Der Überstand wurde nach der Einwirkzeit für 15 Sekunden mit ölfreier Luft verblasen und dann für 20 Sekunden mit einer Polymerisationslampe (Demetron Optilux 501) aus einem Abstand von 1 cm gehärtet.

Mit den nun hinzugekommenen Konditionierungsverfahren ergeben sich 24 unterschiedliche Kombinationen aus Oberflächenvorbehandlung, Reinigung und Konditionierung. Eine Übersicht über die Versuchsgruppen ist Tabelle 1 zu entnehmen.

Tabelle 1: Auflistung aller in dieser Untersuchung verwendeten Testgruppen

<b>Reinigung</b> →	Phosphorsäure (PHS)	Bims/NaCl (BIM)	Korundstrahlung (KOS)	Prophylaxespray (PRS)
<b>Kontamination</b> ↓				
Keine	<i>Dentinadhäsiv (DEA)</i>	<i>Dentinadhäsiv (DEA)</i>	<i>Dentinadhäsiv (DEA)</i>	<i>Dentinadhäsiv (DEA)</i>
	<i>Silanhaltiger Primer (SIL)</i>	<i>Silanhaltiger Primer (SIL)</i>	<i>Silanhaltiger Primer (SIL)</i>	<i>Silanhaltiger Primer (SIL)</i>
	<i>Kompositprimer (KPR)</i>	<i>Kompositprimer (KPR)</i>	<i>Kompositprimer (KPR)</i>	<i>Kompositprimer (KPR)</i>
Speichel und Fließsilikon	<i>Dentinadhäsiv (DEA)</i>	<i>Dentinadhäsiv (DEA)</i>	<i>Dentinadhäsiv (DEA)</i>	<i>Dentinadhäsiv (DEA)</i>
	<i>Silanhaltiger Primer (SIL)</i>	<i>Silanhaltiger Primer (SIL)</i>	<i>Silanhaltiger Primer (SIL)</i>	<i>Silanhaltiger Primer (SIL)</i>
	<i>Kompositprimer (KPR)</i>	<i>Kompositprimer (KPR)</i>	<i>Kompositprimer (KPR)</i>	<i>Kompositprimer (KPR)</i>
<b>Konditionierung ↑</b>				

Die Erklärungen zu den Abkürzungen können den Teilkapiteln 3-5 entnommen werden.

## 6. Verklebung

### a) Befüllen der Acrylglastuben

Die zuvor mit Retentionen präparierten Plexiglastuben wurden an der nicht konisch zulaufenden Basis mit Klebeband verschlossen. Dann wurden die Tuben mit der konisch zulaufenden Seite nach oben zeigend in einer Halterung befestigt. Anschließend wurden diese 10 Minuten vor der Verklebung von der Basis her im Überschuss mit dem dualpolymerisierenden LuxaCore A3 (DMG, Hamburg, Deutschland) blasenfrei gefüllt und an der Luft auspolymerisiert, wodurch eine Sauerstoffinhibitionsschicht auf der Kompositoberfläche entstand, die es ermöglichte, einen festen Verbund des Füllkomposits zum später applizierten Kleber einzugehen. Direkt nach der Applikation des Füllkomposits wurde der Überschuss mithilfe eines Anmischblockblättchens plan im Bereich des konisch zulaufenden Endes abgestreift.

### b) Klebevorrichtung

Die Verklebung der vorbehandelten Prüfkörper mit den gefüllten Acrylglastuben fand unter Zuhilfenahme einer speziellen Klebevorrichtung (Abbildung 4) statt. Diese Klebevorrichtung gewährleistete eine axiale Klebung mit einem definierten Anpressdruck [57]. An der Basis der Vorrichtung befand sich ein Silikonkissen. Ein Schlitten war im oberen Bereich der Klebevorrichtung angebracht, welcher mittels zweier Linearführungen mit der Basis verbunden war. Auf der Unterseite des Schlittens befand sich ein Einschub zur Aufnahme der Acrylglastube. Diese wurde vor Verklebung mit der nicht konischen Seite in die Aufnahmestelle des Schlittens eingeführt und mittels einer Feststellschraube fixiert. Der Kompositprüfkörper wurde dann mit der Klebefläche nach oben mittig auf dem Silikonkissen positioniert. Durch das Lösen einer Feststellschraube konnte der Schlitten mit dem Acrylglastubus schließlich Richtung Basis zum Prüfkörper bewegt werden. Die Silikonscheibe glied bei der Verklebung geringe Unebenheiten auf der Rückseite des Probekörpers aus und gewährleistete somit eine axiale Belastung. Ein Verkanten der Klebeflächen war während des Klebevorgangs ausgeschlossen, da sich die Ebenen der Klebeflächen des Probekörpers und des konischen Endes des Acrylglastubus während des Absinkens des Schlittens parallel zueinander befanden. Das definierte Gewicht des Schlittens (750 g) sorgte außerdem einen reproduzierbaren und konstanten Anpressdruck bei der Verklebung.

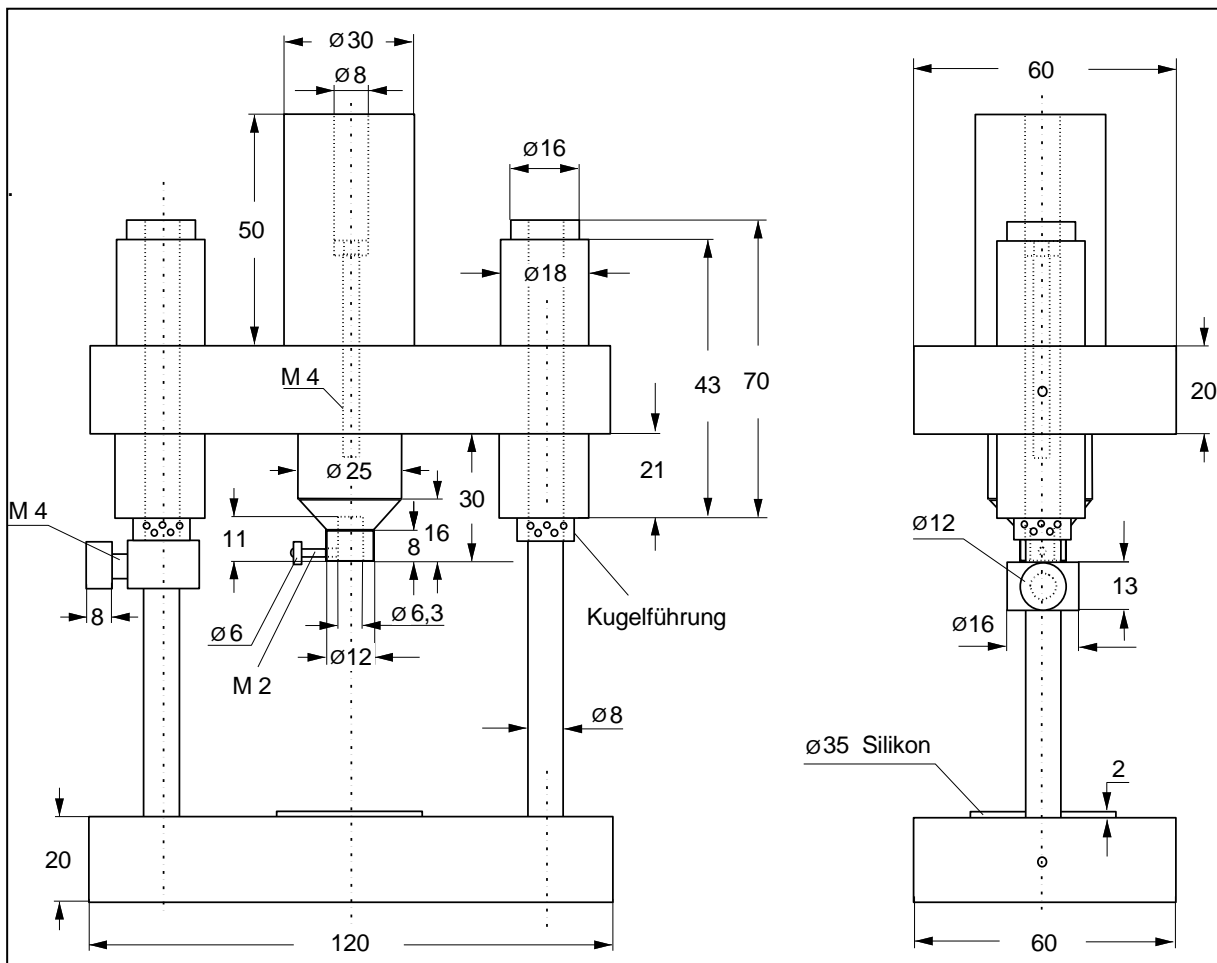


Abbildung 4: Konstruktionszeichnung der verwendeten Klebevorrichtung

### c) Klebevorgang

Der verwendete dualpolymerisierende Kleber (Vitique Weiß, DMG, D-Hamburg) wurde nach Verwerfen einer erbsengroßen Menge des Klebers mittels eines frischen Mischaufsatzes auf die Kompositfläche des Plexiglastubus im Überschuss aufgetragen. Eine chemische Verbindung zwischen dem Kleber und dem Füllkomposit wurde durch die Sauerstoffinhibitionsschicht, die beim Befüllen des Acrylglastubus entstand, gewährleistet. Zur Erzielung einer chemisch induzierten Polymerisation von Vitique musste eine dazugehörige Basispaste im Vorweg auf die Cata-Lock-Spritze der Katalysatorpaste gesetzt werden. Auf die Cata-Lock-Spritze wurde dann der Mischaufsatz aufgedreht. Mithilfe der im vorherigen Abschnitt beschriebenen Klebevorrichtung wurden die Prüfkörper dann mit den Plexiglastuben verbunden. Die Kleberüberschüsse wurden mittels frischer Schaumstoffpellets entfernt und die Klebefuge mit als Sauerstoff-Schutzgel verwendeter Try-In-Paste (Vitique Try-In-Paste Transparent, DMG, D-Hamburg) verschlossen. Bei Zimmertemperatur wurden die Proben nach 5 Minuten dann von zwei Seiten für je 20 Sekunden mit einer Polymerisationslampe (Demetron Optilux 501) lichtgehärtet und anschließend für 90 Sekunden in einem Lichtpolymerisationsgerät (Heraflash, Heraeus Kulzer, Hanau) endpolymerisiert. Nach weiteren 10 Minuten wurde das Sauerstoffschutzgel mittels Wasserspray entfernt und die Proben dann in ein 37 °C warmes Wasserbad gegeben.

## 7. Künstliche Alterung

Jede Testgruppe (n=16) wurde randomisiert in zwei Untergruppen geteilt, welche unterschiedliche Lagerungsbedingungen hatten. Zeitserie A (n=8) wurde in 37 °C warmem Wasser für 3 Tage gelagert. Zeitserie B (n=8) wurde ebenfalls in 37 °C warmem Wasser für 150 Tage gelagert, wobei diese Lagerung durch 5x15.000 Temperaturlastwechsel unterbrochen wurde. Die Proben der Serie B wurden dafür 5 Mal im Abstand von 3 Wochen je 15.000 Temperaturwechselbelastungen ausgesetzt. Um mechanische Belastungen der Proben zu vermeiden, wurden die Proben während des Thermocyclings in einem speziellen Drahtgeflecht aufbewahrt. Für die Wechselbelastungen wurde eine spezielle Thermocycling-Testapparatur (Willytec, D-München) verwendet. Ein Zyklus umfasste zwei Wechselbelastungen von 55 °C auf 5 °C und von 5 °C auf 55 °C. Daraus ergab sich eine Gesamtzahl von 37.500 Thermozyklen. Die Proben wurden für jeweils 30 Sekunden in einem Wasserbad belassen. Der Wechsel zwischen den Bädern dauerte 6 Sekunden. Eine Übersicht über die Zeitserien zeigt Tabelle 2.

*Tabelle 2: In dieser Untersuchung verwendete Zeitserien*

<b>Serie</b>	<b>Lagerung</b>	<b>TLW</b>	<b>Zyklen</b>
A	3 Tage	0	0
B	150 Tage	75.000	37.500

*TLW=Temperaturlastwechsel*

## 8. Debonding

Die Verklebungen der Prüfkörper wurden nach Ablauf der vorgesehenen Lagerzeit nach DIN 53288 (Lösen der Klebung mittels Zugkraft axial senkrecht zur Klebefläche) in einem axialen Zugversuch gelöst. Hierfür wurde eine spezielle Abzugsvorrichtung in einer Universalprüfmaschine (Zwick Z010/TN2A, Ulm, Deutschland) verwendet.

Die Abbildung 5 zeigt die Konstruktionszeichnungen dieser speziellen Abzugsvorrichtung. Dabei stellt der linke Bildteil den unteren Teil und der rechte Bildteil den oberen Teil der Vorrichtung dar. Der dünne Anteil des Acrylglastubus mit dem daran befindlichen verklebten Kompositprüfkörper wurde spannungsfrei zwischen den beiden halbmondförmigen Einkerbungen, die im oberen Teil des linken Bildteils gut sichtbar waren, eingeführt. Dabei kam die Oberfläche des Prüfkörpers plan auf dem Metall zu liegen. Der obere Anteil der Vorrichtung bestand aus je einem konisch geformten Innen- und Außenteil. Das Innenteil dieses Elements hatte drei Spannbacken. Durch die Anordnung dieser drei Spannbacken entstand ein Raum, in den das breite Ende der Acrylglastubus eingeführt wurde. Drehte man nun das Innenteil in das konische Außenteil ein, so wurden die Spannbacken auf das eingeführte Ende des Tubus gepresst. Auf diese Art wurde der Tubus spielfrei in Position gehalten. Beide Anteile der Vorrichtung waren durch Halteketten mit der Universalprüfmaschine verbunden, durch welche die Klebung mit einer Geschwindigkeit von 2 mm/min axial bis zum Bruch belastet wurde. Das zu der Materialprüfmaschine gehörende Computerprogramm errechnete anschließend die Verbundfestigkeit der Klebung als Quotient aus Gesamtkraft (N) und der Gesamtklebefläche (mm<sup>2</sup>). Die so erhaltenen Werte werden im Ergebnisteil in MPa (Kraft/Klebefläche entspricht N/mm<sup>2</sup>) angegeben.

## 9. Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau, der oben beschrieben wurde, basiert auf einer im Jahr 1993 vorgestellten Versuchsanordnung [57]. In Abbildung 6 wird das Prinzip dieses Versuchs noch einmal schematisch dargestellt.

## 10. Lichtmikroskopische Bruchflächenanalyse

Der Bruchmodus jeder einzelnen Probe wurde bei 30-facher Vergrößerung mit einem Stereomikroskop (Zeiss S7, Carl Zeiss AG, Oberkochen) analysiert. Hierbei wurde zwischen einem adhäsiven und einem kohäsiven Bruch unterschieden. Der Bruch wurde als adhäsiv bezeichnet, wenn sich der Kleber von dem Kompositprobekörper gelöst hatte. Bei einem Verbleiben von Kleber und/oder Tubeninhalte auf dem Probekörper wurde der Bruch dagegen als kohäsiv eingestuft. Bei anteiligem Versagen wurde der Anteil des Bruchmodus prozentual in 5%-Schritten abgeschätzt und tabellarisch festgehalten. Anschließend wurden die Werte für die jeweiligen Versuchsgruppen zusammengefasst und das arithmetische Mittel bezüglich des Bruchmodus (adhäsiv bzw. kohäsiv) errechnet.



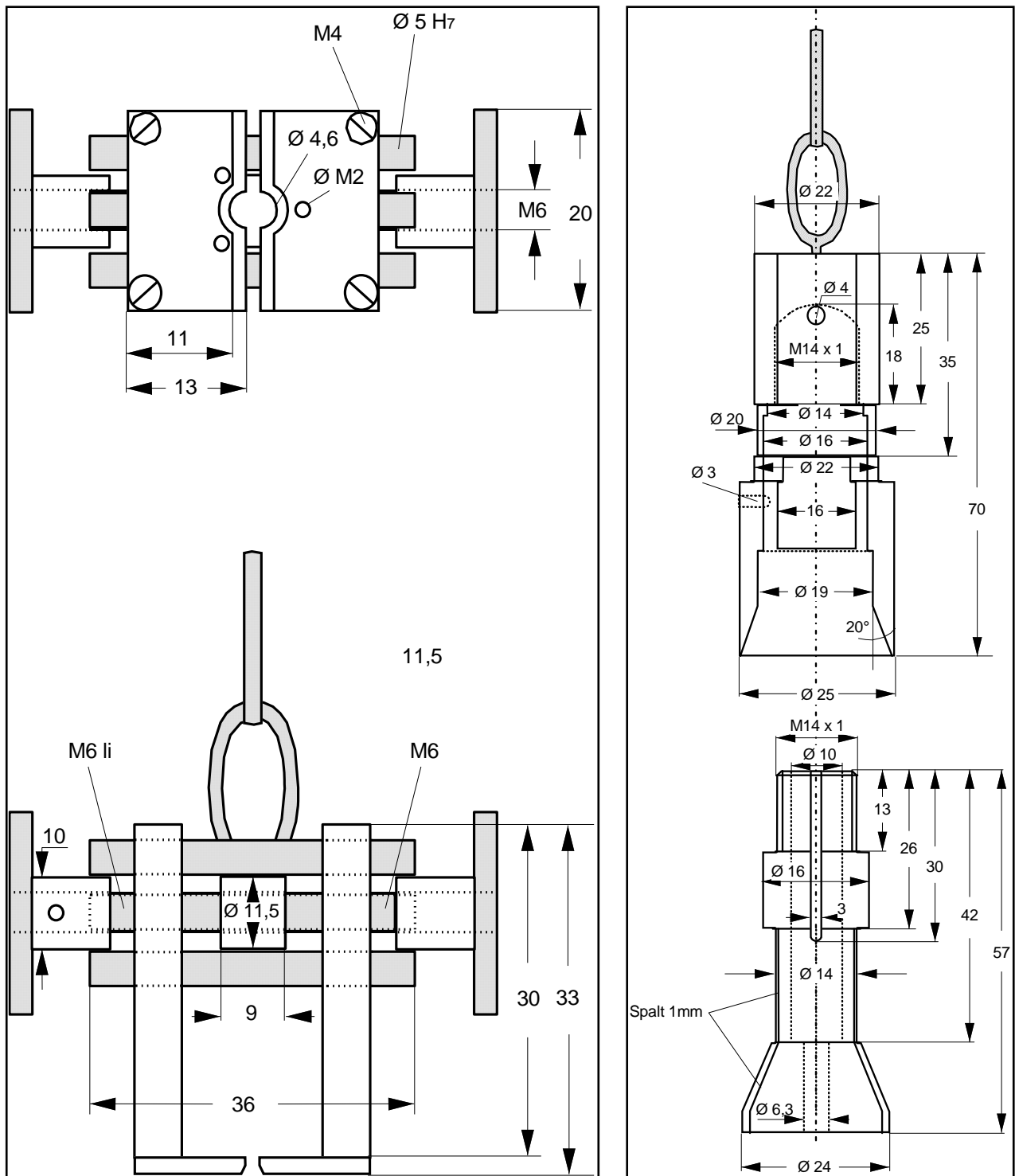


Abbildung 5: Konstruktionszeichnungen der verwendeten zweiteiligen Abzugsvorrichtung. So weit nicht anders angegeben, sind alle Angaben in mm.

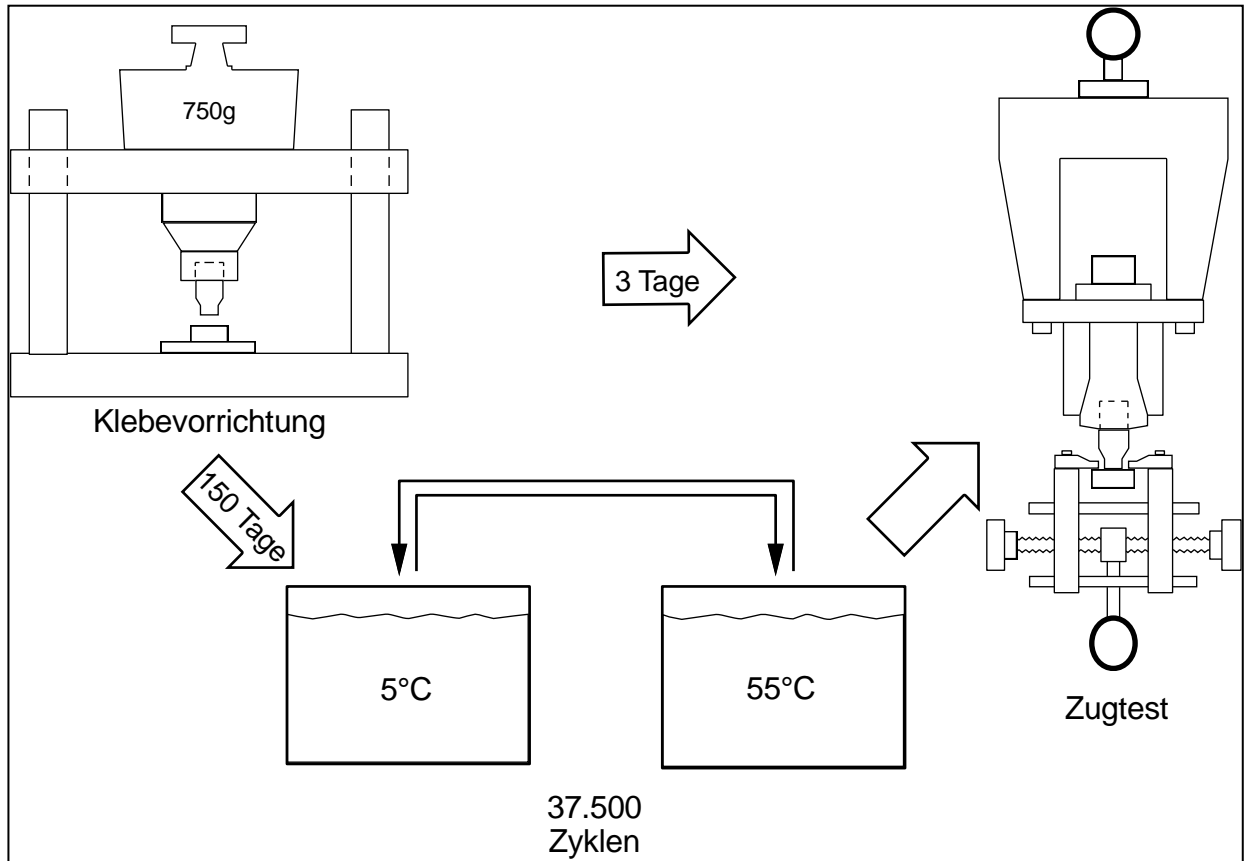


Abbildung 6: Schematische Darstellung des Versuchsablaufs

## 11. Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse

Nach der lichtmikroskopischen Auswertung wurden aus jeder Gruppe drei repräsentative Proben ausgewählt. Deren Bruchflächen wurden dann mittels eines Rasterelektronenmikroskops (REM) beurteilt. Dazu wurde auf die Proben eine ca. 15 nm dicke Goldschicht aufgesputtert. Die REM-Bilder wurden dann bei einer Spannung von 15 keV und einem Abstand von 10 mm aufgenommen (XL 30 CP, Philips, Eindhoven, Niederlande). Die Vergrößerungen, die dabei verwendet wurden, lagen bei 50-fach und 2000-fach (bezogen auf das Computerdisplay).

## 12. LOT-Nummern der verwendeten Materialien

In der Tabelle 3 sind die Chargennummern der in diesem Versuch verwendeten Materialien aufgeführt.

Tabelle 3: Zusammenfassung der in dieser Untersuchung verwendeten Materialien mit LOT-Nummern

Markenname	Art des Materials	Hersteller	LOT-Nummer
LuxaCore	Komposit (Bis-GMA, UDMA, DDDMA, HDDMA)	DMG, D-Hamburg	643862
Vitique weiß	Kompositkleber (Base) (Bariumglas, Bis-GMA, Dentalharze, Campherchinon, Pigmente auf TiO <sub>2</sub> - und Eisenoxidbasis)	DMG, D-Hamburg	632877
Vitique weiß	Kompositkleber (Katalysator) (Bariumglas, Bis-GMA, Dentalharze)	DMG, D-Hamburg	633912
Vitique Try-In-Paste	Glyceringel (PEG, SiO <sub>2</sub> , Methacrylatharze, Pigmente auf TiO <sub>2</sub> Basis)	DMG, D-Hamburg	635487
Total Etch	Phosphorsäuregel (Phosphorsäure, Polyethylenglycol)	Ivoclar Vivadent, FL-Schaan	637056
Ecusit	Haftvermittler (Bis-GMA, TEDMA, EBPADMA, UDMA, KC)	DMG, D-Hamburg	637728
Monobond Plus	Silan (Ethanol, Methacrylatphosphorsäureester, H <sub>2</sub> O)	Ivoclar Vivadent, FL-Schaan	M35022
Optibond FL	Primer (HEMA, GPDM, PAMA, KC, Ethanol, H <sub>2</sub> O)	Kerr, Italia S. r. l.	62894
Optibond FL	Adhäsiv (Bis-GMA, HEMA, GDMA, Ba-Al-Borsilikat-Glas, Silikatglas, Na <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub> , KC)	Kerr, Italia S. r. l.	62890
Fit Checker	Fließfähiges C-Silikon (VDMPS, MHDMPs, VPS, SiO <sub>2</sub> , Polyetherverbindungen, Pigmente)	GC Corporation	0409091

Erläuterungen der Abkürzungen der chemischen Inhaltsstoffe in der Tabelle 3:

Bis-GMA=Bisphenolglycidylmethacrylat, DDDMA=Dodecandiolmethacrylat, GPDM=Glycerolphosphatdimethacrylat, GDMA=Glyceroldimethacrylat, H<sub>2</sub>O=Wasser, HDDMA=Hexandiolmethacrylat, HEMA=Hydroxyethylmethacrylat, KC=Kampferchinon, MHDMPs=Methylhydrogen-dimethylpolysiloxane, MMPAA=Methacrylat-modifizierte Polyakrylsäure, Na<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>=Natriumhexafluorosilicat, PAMA=Phtalsäuremonomethacrylat, PEG=Polyethylenglycol, SiO<sub>2</sub>=Siliciumdioxid, UDMA=Urethandimethacrylat, VDMPS= Vinyl dimethylpolysiloxane, VPS= Vinylpolysiloxane, TiO<sub>2</sub>=Titandioxid

### **13. Statistische Auswertung**

Die in den axialen Zugversuchen erhaltenen Haftwerte wurden statistisch ausgewertet. Hierfür wurde das Programm Gnu R der Version 2.15.0 verwendet. Die Auswertung begann mit der Überprüfung der Normalverteilung jeder einzelnen Gruppe mittels Shapiro-Wilk-Test. Dabei wurde festgestellt, dass einzelne Gruppen nicht normalverteilt waren, weshalb im Folgenden der nichtparametrische Kruskal-Wallis-Test über die Grundgesamtheit durchgeführt wurde. Durch diesen Test konnten statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen aufgedeckt werden. Um statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen ermitteln zu können, wurden anschließend einzelne Gruppen paarweise mithilfe des Wilcoxon-Rangsummentests mit Bonferroni-Korrektur innerhalb des Tests miteinander verglichen [4]. Ferner wurden für jede Gruppe das Minimum, die 1. Quartile, der Median, die 3. Quartile und das Maximum errechnet.

### **III. Ergebnisse**

#### **1. Deskriptive Statistik**

In den Tabellen 4 und 5 sind die Minima, 25ste Perzentile, Mediane, 75ste Perzentile und Maxima der Resultate in MPa (N/mm<sup>2</sup>) für alle Gruppen - getrennt nach den Lagerungsbedingungen - aufgelistet.

#### **2. Graphische Darstellung der Ergebnisse**

Die Ergebnisse des Shapiro-Wilk-Tests auf Normalverteilung werden in den Abbildungen 6 und 7 graphisch dargestellt. Diese graphische Darstellung beinhaltet die Medianwerte der einzelnen Gruppen aus den Zugversuchen. In der Abbildung 7 werden Werte nach 3 Tagen und in der Abbildung 8 Werte nach 150 Tagen Lagerung aufgeführt.

#### **3. Signifikanzniveau**

Das Gesamtsignifikanzniveau ( $p \leq 0,05$ ) wurde wegen Mehrfachtests nach Bonferroni durch die Anzahl der einzigartigen Reinigungs-Konditionierungs-Kombinationen (12 Kombinationen) angepasst, was zu einem Signifikanzniveau von  $p \leq 0,0042$  für jeden einzelnen Vergleich für eine Irrtumswahrscheinlichkeit von 5% führte.

#### **4. Einfluss von Kontaminationen auf den Klebeverbund und ihre Entfernbareit**

Der Vergleich der kontaminierten mit den dazugehörigen nicht kontaminierten Gruppen ergab keinen statistisch signifikanten Unterschied bei den Gruppen, welche einer künstlichen Alterung bei Langzeitlagerung (150 Tage) unterzogen wurden. Bei den nur kurz (3 Tage) gelagerten Gruppen ohne künstliche Alterung führte lediglich die Kombination aus Reinigung mit Prophylaxespray und einem silanhaltigen Primer zu einem statistisch signifikant geringeren Verbund (Tabelle 6).

#### **5. Einfluss der verschiedenen Reinigungssequenzen auf den Klebeverbund**

In den Gruppen, die mit einem Dentinadhäsiv konditioniert wurden, erzielte die Reinigung mit Korundstrahlung nach der Kontamination mit Speichel und einem Fließsilikon sowohl nach Kurzzeitlagerung als auch nach Langzeitlagerung einen statistisch signifikant ( $p \leq 0,05$ ) höheren Klebeverbund als die Reinigung mit Prophylaxespray. Ferner erzielte die Reinigung mit Phosphorsäure nach Kontamination und nach Langzeitlagerung mit künstlicher Alterung einen statistisch signifikant ( $p \leq 0,05$ ) geringeren Klebeverbund als die Reinigung mit einer Bimsmehl suspension bzw. mit Korundstrahlung (Tabelle 7).

Bei Verwendung eines silanhaltigen Primers erzielte die Reinigung mit Korundstrahlung nach der Kontamination mit Speichel und einem Fließsilikon sowohl nach Kurzzeitlagerung als auch nach Langzeitlagerung einen statistisch signifikant ( $p \leq 0,05$ ) höheren Klebeverbund als die Reinigung mit Phosphorsäure. Nach Kurzzeitlagerung erzielte die Reinigung mit Prophylaxespray darüber hinaus im

Vergleich zur Reinigung mit Phosphorsäure sogar noch einen statistisch signifikant geringeren Klebeverbund.

Bei Verwendung eines Kompositprimers nach Kurzzeitlagerung erzielte die Reinigung mit einer Bimsmehl suspension statistisch signifikant ( $p \leq 0,05$ ) geringere Verbundwerte als die Reinigung mit Prophylaxespray.

## **6. Einfluss der verschiedenen Konditionierungsverfahren auf den Klebeverbund**

Bei den Gruppen, welche nach Kontamination mit Phosphorsäure gereinigt wurden und bei den Gruppen, welche ohne vorherige Kontamination mit Prophylaxespray behandelt wurden, erzielte die Konditionierung mit einem silanhaltigen Primer nach Kurzzeitlagerung statistisch signifikant ( $p \leq 0,05$ ) geringere Klebeverbundwerte als bei Konditionierung mit einem Dentinadhäsiv oder mit einem Kompositprimer. Diese statistisch niedrigen, teilweise signifikant geringeren Verbundwerte von einem silanhaltigen Primer im Vergleich zu einem Dentinadhäsiv bzw. einem Kompositprimer konnten nach Langzeitlagerung ebenfalls bei den Gruppen beobachtet werden, welche ohne vorherige Kontamination mit Phosphorsäure bzw. Korundstrahlung behandelt wurden (Tabelle 8).

Der silanhaltige Primer hat darüber hinaus im Vergleich zu einem Dentinadhäsiv statistisch signifikant ( $p \leq 0,05$ ) geringere Verbundwerte bei jenen Gruppen erzeugt, welche nach Kontamination mit einem Prophylaxespray gereinigt wurden (Kurzzeitlagerung), sowie bei jenen Gruppen, welche ohne Kontamination mit Korundstrahlung gereinigt wurden (Langzeitlagerung).

## **7. Einfluss der künstlichen Alterung auf den Klebeverbund**

Beim Vergleich der Lagerungsbedingungen (Kurzzeitlagerung versus Langzeitlagerung mit künstlicher Alterung) konnte lediglich bei den Gruppen, welche mit Prophylaxespray gereinigt wurden, nach Konditionierung mit einem Dentinadhäsiv bzw. einem Kompositprimer und, nach Kontamination auch beim silanhaltigen Primer ein statistisch signifikanter ( $p \leq 0,05$ ) Abfall der Klebeverbundwerte nach Langzeitlagerung und künstlicher Alterung beobachtet werden (Tabelle 9).

Tabelle 4: Auflistung der Minima (MIN), 25sten Perzentilen (P25), Mediane (MED), 75sten Perzentilen (P75) und Maxima (MAX) aus den Zugversuchen der Versuchsgruppen ohne künstliche Alterung nach 3 Tagen.

Kontamination	Reinigung	Konditionierung	MIN (MPa)	P25 (MPa)	MED (MPa)	P75 (MPa)	MAX (MPa)
Keine	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	14,5	20,6	21,6	27,7	31,1
		Silanhaltiger Primer	5,5	7,0	12,7	17,4	22,7
		Kompositprimer	10,9	20,4	22,2	22,7	24,5
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	10,7	19,2	20,8	23,8	29,5
		Silanhaltiger Primer	10,8	16,0	17,8	20,2	25,7
		Kompositprimer	11,3	11,9	13,3	20,1	21,2
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	17,2	18,3	21,0	22,2	27,8
		Silanhaltiger Primer	8,0	14,3	15,3	19,9	29,4
		Kompositprimer	13,4	15,5	18,3	19,8	22,8
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	12,5	15,5	17,3	25,3	29,5
		Silanhaltiger Primer	1,1	7,6	10,2	12,3	13,9
		Kompositprimer	14,9	23,6	26,6	27,7	32,8
Speichel und Fließsilikon	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	8,1	14,5	15,9	19,2	23,0
		Silanhaltiger Primer	5,6	6,5	8,0	11,6	14,0
		Kompositprimer	14,9	16,7	19,3	20,9	24,5
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	10,8	13,5	14,9	17,4	23,4
		Silanhaltiger Primer	0,0	11,9	14,0	15,9	22,5
		Kompositprimer	9,0	11,2	12,7	14,7	20,2
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	13,4	16,7	18,1	18,9	22,9
		Silanhaltiger Primer	10,9	16,7	21,2	24,7	26,5
		Kompositprimer	17,5	19,5	21,4	24,6	33,0
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	23,1	26,7	28,6	34,4	38,2
		Silanhaltiger Primer	14,2	16,0	18,8	23,3	24,6
		Kompositprimer	18,3	21,7	24,1	25,1	31,1

Tabelle 5: Auflistung der Minima (MIN), 25sten Perzentilen (P25), Mediane (MED), 75sten Perzentilen (P75) und Maxima (MAX) aus den Zugversuchen der Versuchsgruppen nach künstlicher Alterung nach 150 Tagen.

Kontamination	Reinigung	Konditionierung	MIN (MPa)	P25 (MPa)	MED (MPa)	P75 (MPa)	MAX (MPa)
Keine	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	11,9	14,1	16,2	20,5	28,3
		Silanhaltiger Primer	0,0	6,1	10,7	12,7	15,0
		Kompositprimer	13,7	15,9	18,7	20,3	21,6
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	14,6	14,9	16,5	19,6	21,9
		Silanhaltiger Primer	14,4	18,4	19,2	23,3	27,4
		Kompositprimer	8,1	14,3	16,8	18,6	23,7
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	15,0	20,2	21,6	22,4	24,0
		Silanhaltiger Primer	9,6	10,9	12,1	14,1	15,9
		Kompositprimer	12,2	15,7	19,5	24,3	27,3
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	8,1	10,2	11,5	12,8	16,7
		Silanhaltiger Primer	0,0	1,8	4,9	8,0	13,8
		Kompositprimer	8,6	11,9	12,8	14,7	24,9
Speichel und Fließsilikon	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	7,5	9,5	10,3	11,9	15,2
		Silanhaltiger Primer	2,7	5,3	7,3	9,9	11,4
		Kompositprimer	10,7	13,5	15,8	19,2	22,5
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	12,3	13,6	16,0	17,8	22,3
		Silanhaltiger Primer	9,1	14,1	14,6	15,9	20,8
		Kompositprimer	5,0	12,8	14,9	16,6	19,2
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	18,0	18,2	19,9	22,3	28,7
		Silanhaltiger Primer	11,4	12,9	16,2	17,0	18,6
		Kompositprimer	10,0	14,6	17,5	21,0	23,6
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	9,2	11,1	12,5	14,9	15,6
		Silanhaltiger Primer	4,9	9,0	10,1	13,0	16,6
		Kompositprimer	7,1	10,7	13,4	16,0	19,5



Tabelle 6: Vergleich jeder Testgruppe mit und ohne Kontamination unter Verwendung des Wilcoxon-Rangsummentests mit Bonferroni-Korrektur für multiples Testen. Zeiträume wurden separat getestet. Gesamtsignifikanzniveau angepasst für Mehrfachtests nach Bonferroni ( $p \leq 0,05$ ). \*= $p \leq 0,05$ , n.s.=nicht signifikant= $p > 0,05$

Zugversuch	Reinigung	Konditionierung	p-Wert
Nach 3 Tagen	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	*
		Kompositprimer	n.s.
Nach 150 Tagen	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.

Tabelle 7: Vergleich der Reinigungsmethoden nach Kontaminationsstatus- und Konditionierungskombinationen. Jede einzelne Kombination und jeder Zeitraum wurde separat unter Verwendung des Wilcoxon-Rangsummentests mit Bonferroni-Korrektur für multiples Testen verglichen. Gesamtsignifikanzniveau angepasst für Mehrfachtests nach Bonferroni ( $p \leq 0,05$ ). \*= $p \leq 0,05$ , n.s.=nicht signifikant= $p > 0,05$

			Debonding nach 3 Tagen			Debonding nach 150 Tagen		
			Phosphorsäure	Bims + NaCl	Korundstrahlung	Phosphorsäure	Bims + NaCl	Korundstrahlung
Keine Kontamination	Dentinadhäsiv	Bims + NaCl	n.s.	-	-	n.s.	-	-
		Korundstrahlung	n.s.	n.s.	-	n.s.	n.s.	-
		Prophylaxespray	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	*	*
	Silanhaltiger Primer	Bims + NaCl	n.s.	-	-	*	-	-
		Korundstrahlung	n.s.	n.s.	-	n.s.	*	-
		Prophylaxespray	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	*	n.s.
	Kompositprimer	Bims + NaCl	n.s.	-	-	n.s.	-	-
		Korundstrahlung	n.s.	n.s.	-	n.s.	n.s.	-
		Prophylaxespray	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
Kontamination	Dentinadhäsiv	Bims + NaCl	n.s.	-	-	*	-	-
		Korundstrahlung	n.s.	n.s.	-	*	n.s.	-
		Prophylaxespray	*	*	*	n.s.	n.s.	*
	Silanhaltiger Primer	Bims + NaCl	n.s.	-	-	*	-	-
		Korundstrahlung	*	n.s.	-	*	n.s.	-
		Prophylaxespray	*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
	Kompositprimer	Bims + NaCl	n.s.	-	-	n.s.	-	-
		Korundstrahlung	n.s.	n.s.	-	n.s.	n.s.	-
		Prophylaxespray	n.s.	*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.

Tabelle 8: Vergleich von Konditionierungsansätzen durch Kontaminationsstatus- und Methodenkombinationen. Jede einzelne Kombination und jeder Zeitraum wurde separat unter Verwendung des Wilcoxon-Rangsummentests mit Bonferroni-Korrektur für multiples Testen verglichen. Gesamtsignifikanzniveau angepasst für Mehrfachtests nach Bonferroni ( $p \leq 0,05$ ).  $*=p \leq 0,05$ , n.s.=nicht signifikant= $p > 0,05$

		Debonding nach 3 Tagen			Debonding nach 150 Tagen		
		Dentinadhäsiv - Silanhaltiger Primer	Dentinadhäsiv - Kompositprimer	Silanhaltiger Primer - Kompositprimer	Dentinadhäsiv - Silanhaltiger Primer	Dentinadhäsiv - Kompositprimer	Silanhaltiger Primer - Kompositprimer
Keine Kontamination	Phosphorsäure	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
	Bims + NaCl	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
	Korundstrahlung	n.s.	n.s.	n.s.	*	n.s.	n.s.
	Prophylaxespray	*	n.s.	*	n.s.	n.s.	n.s.
Kontamination	Phosphorsäure	n.s.	n.s.	*	n.s.	n.s.	*
	Bims + NaCl	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
	Korundstrahlung	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
	Prophylaxespray	*	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.

Tabelle 9: Vergleich einzigartiger Kombinationen von Kontaminations-, Reinigungs- und Konditionierungsmethoden im Zeitverlauf. Jede einzelne Kombination wurde separat unter Verwendung des Wilcoxon-Rangsummentests mit Bonferroni-Korrektur für multiples Testen verglichen. Gesamtsignifikanzniveau angepasst für Mehrfachtests nach Bonferroni ( $p \leq 0,05$ ).  
 $*$ = $p \leq 0,05$ , n.s.=nicht signifikant= $p > 0,05$

Kontamination	Reinigung	Konditionierung	p-Wert
Keine	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	*
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	*
Speichel und Fließsilikon	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	n.s.
		Silanhaltiger Primer	n.s.
		Kompositprimer	n.s.
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	*
		Silanhaltiger Primer	*
		Kompositprimer	*

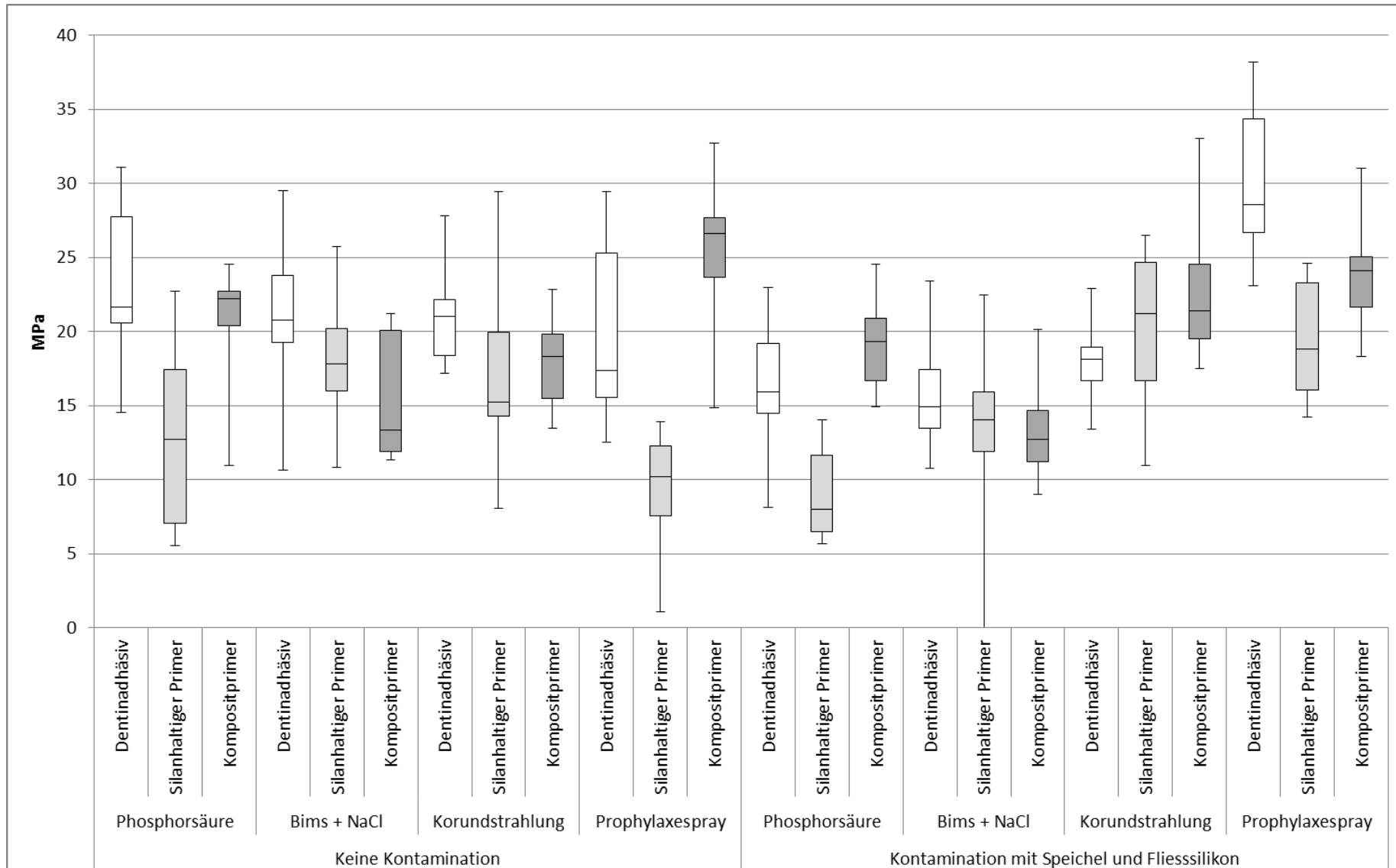


Abbildung 7: Graphische Darstellung (Boxplot) der deskriptiven Statistik gemäß Tabelle 4 (Zugversuch nach 3 Tagen)

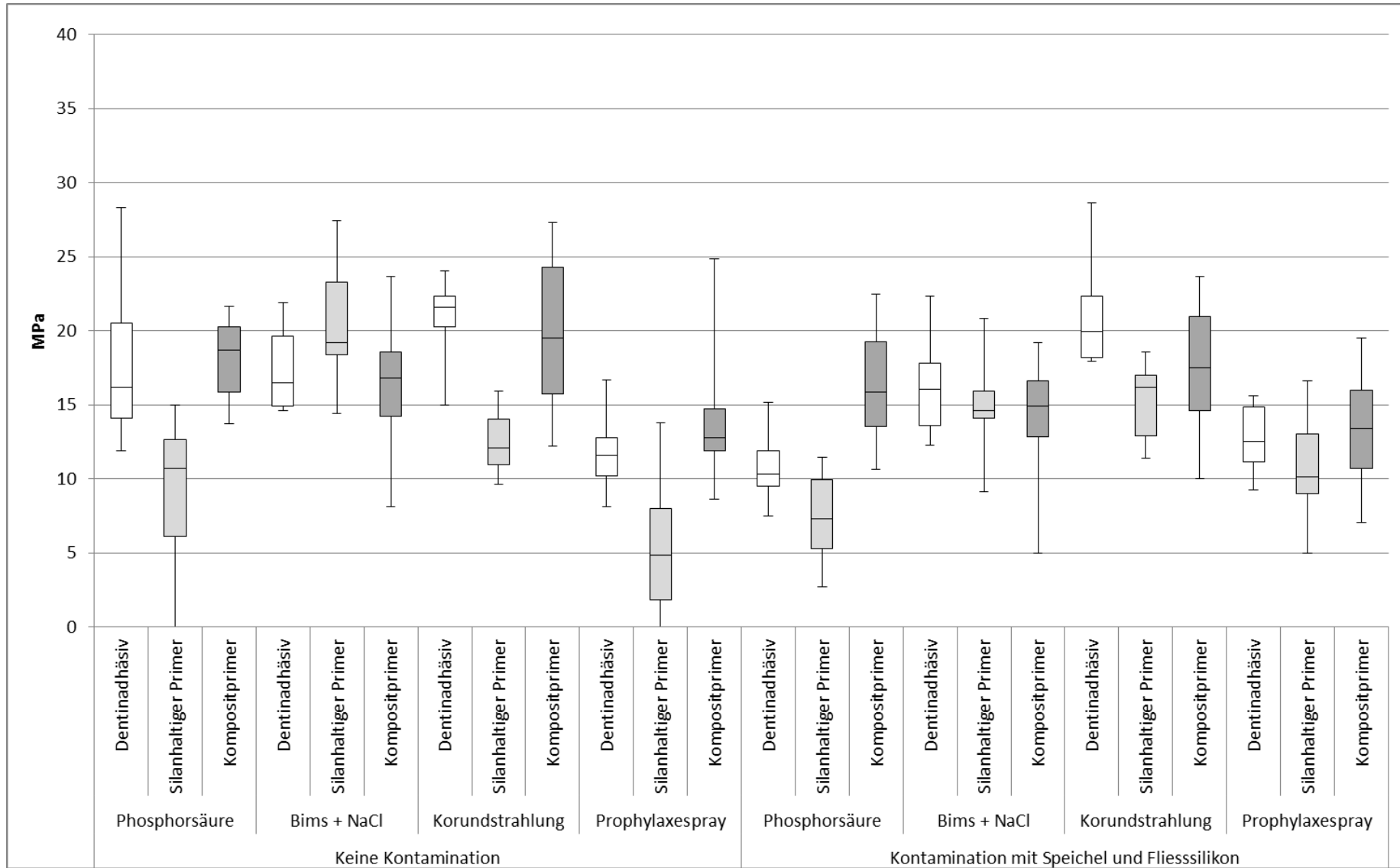


Abbildung 8: Graphische Darstellung (Boxplot) der deskriptiven Statistik gemäß Tabelle 5 (Zugversuch nach 150 Tagen)

## **8. Lichtmikroskopische Bruchflächenanalyse**

Die prozentualen Anteile der Bruchmodi (adhäsiv versus kohäsiv) sind in den Abbildungen 9 und 10 graphisch dargestellt.

## **9. Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse**

Exemplarische REM-Bilder von Gruppen mit rein adhäsiven, rein kohäsiven und gemischt adhäsiv-kohäsiven Bruchmustern sind in den Abbildungen 11-16 dargestellt.

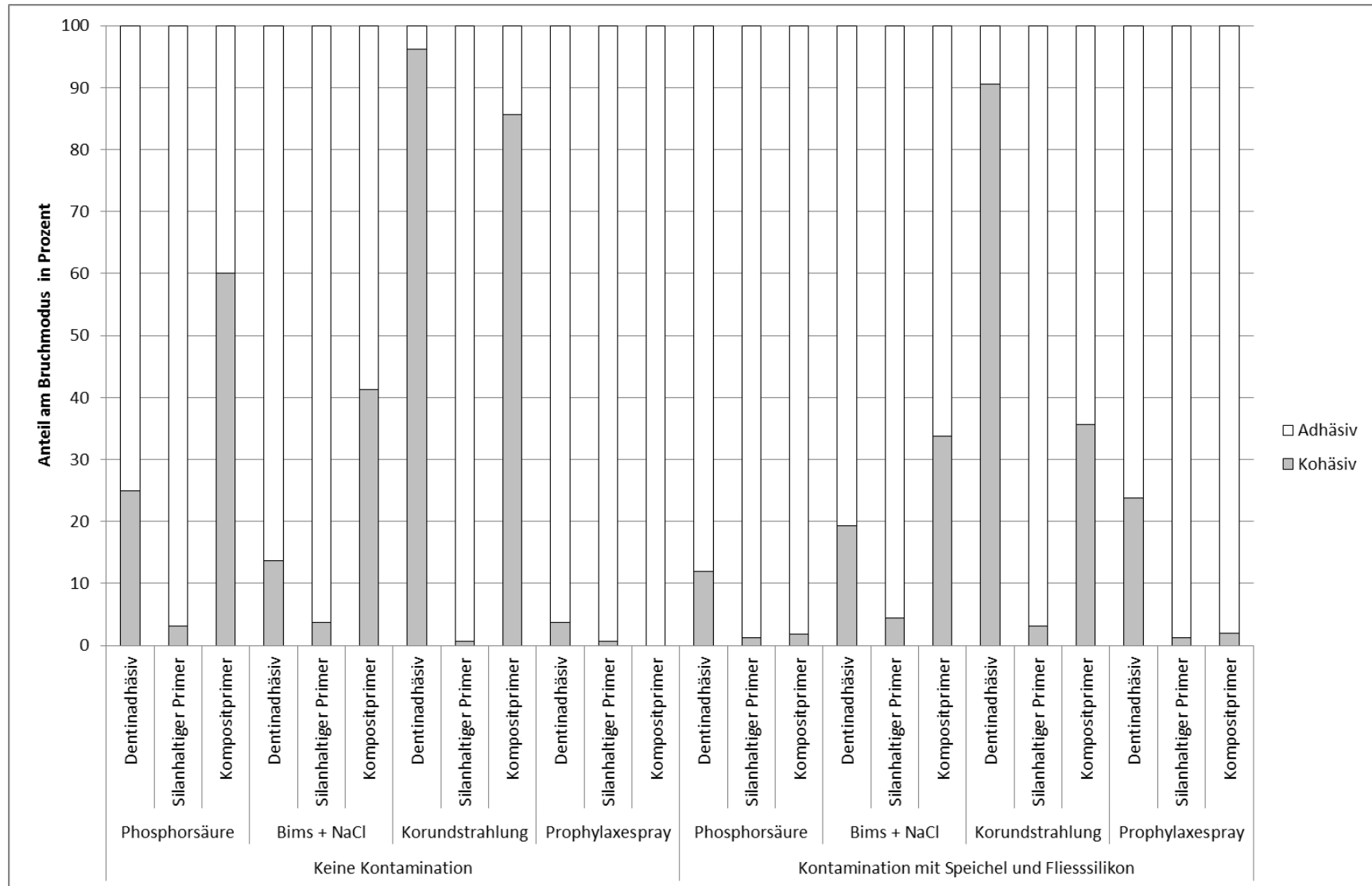


Abbildung 9: Bruchmodi aller Gruppen nach Kontamination, Reinigung und Konditionierung (Kurzzeitlagerung für 3 Tage)



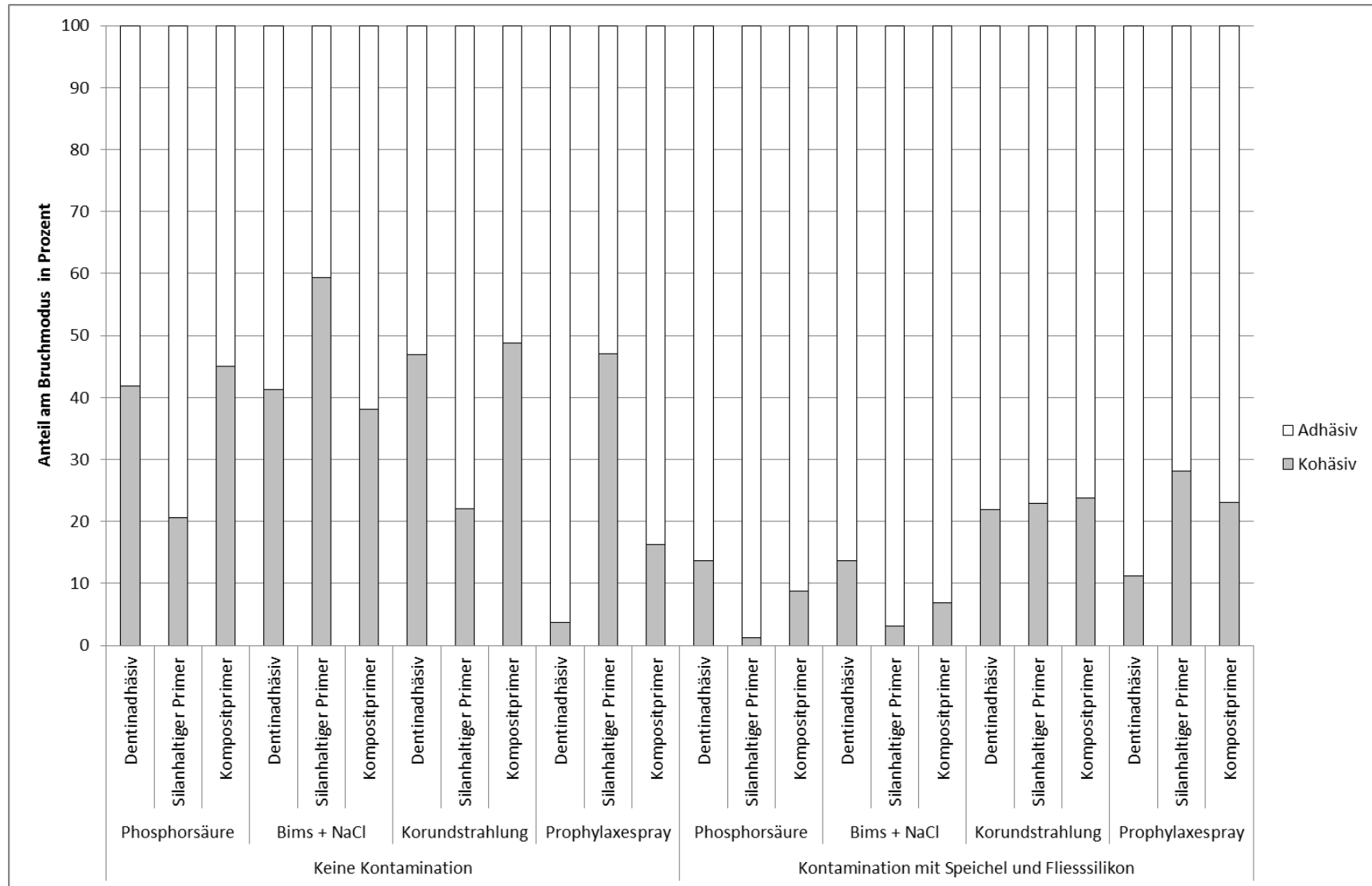
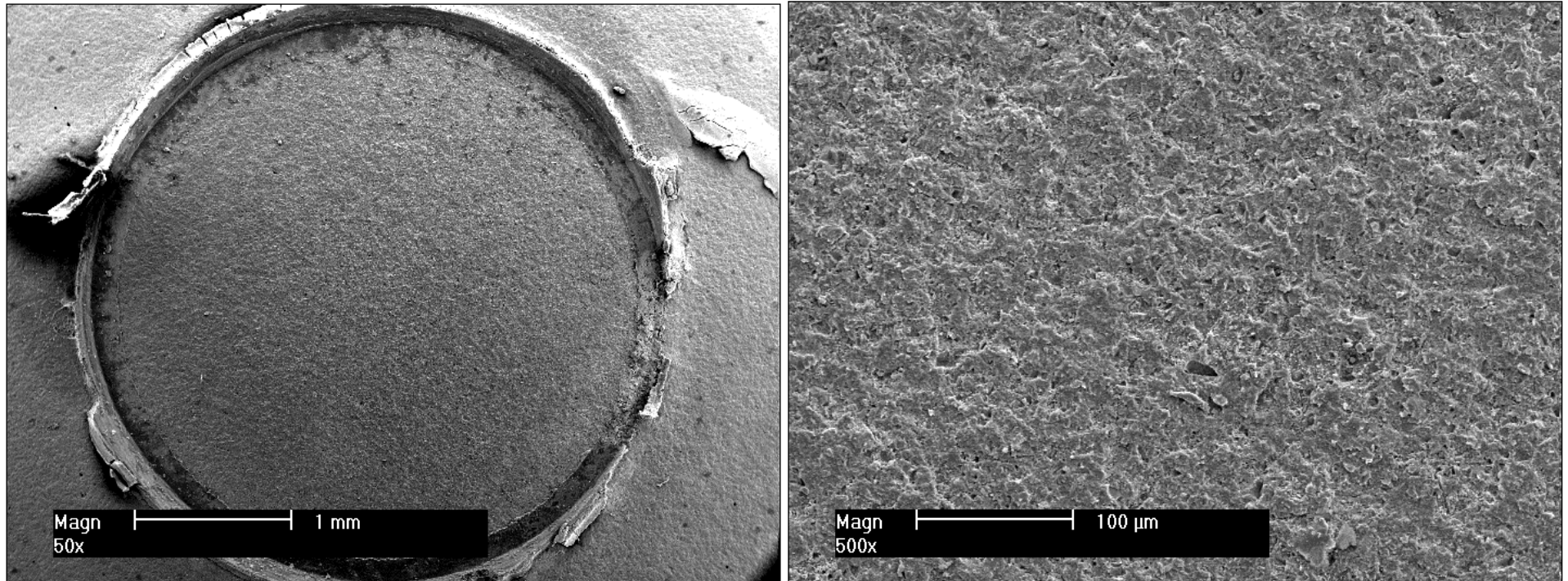
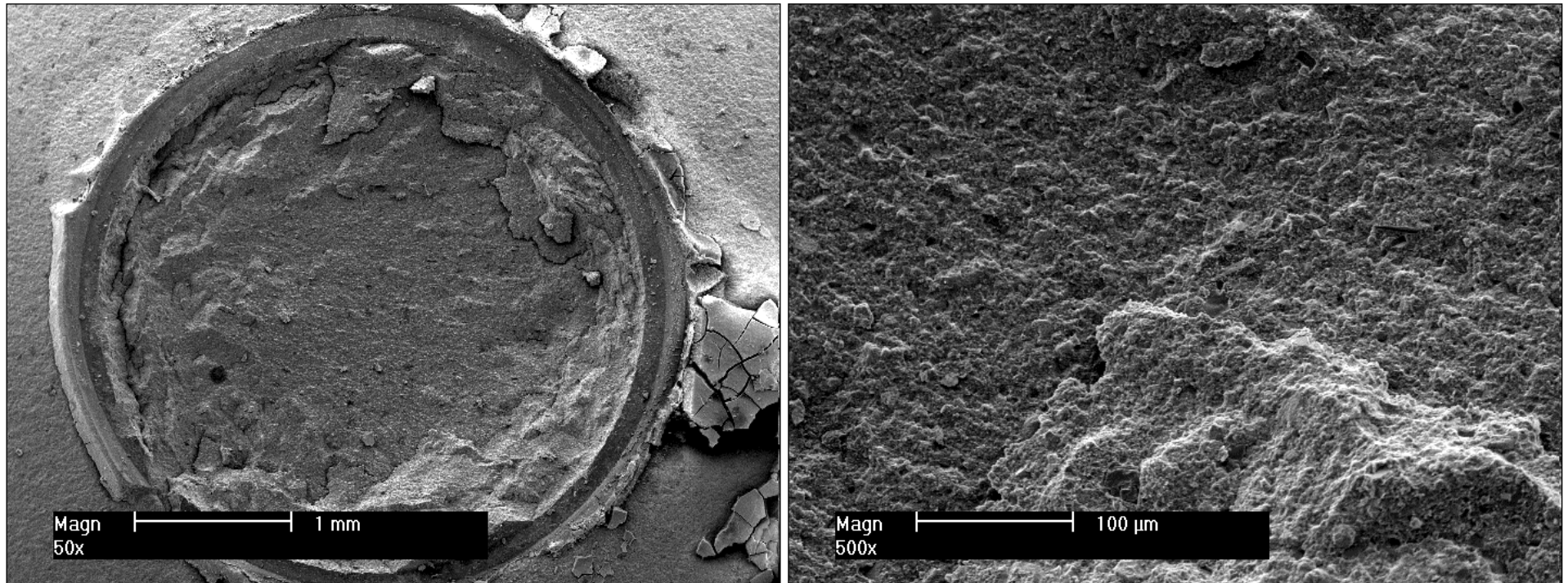


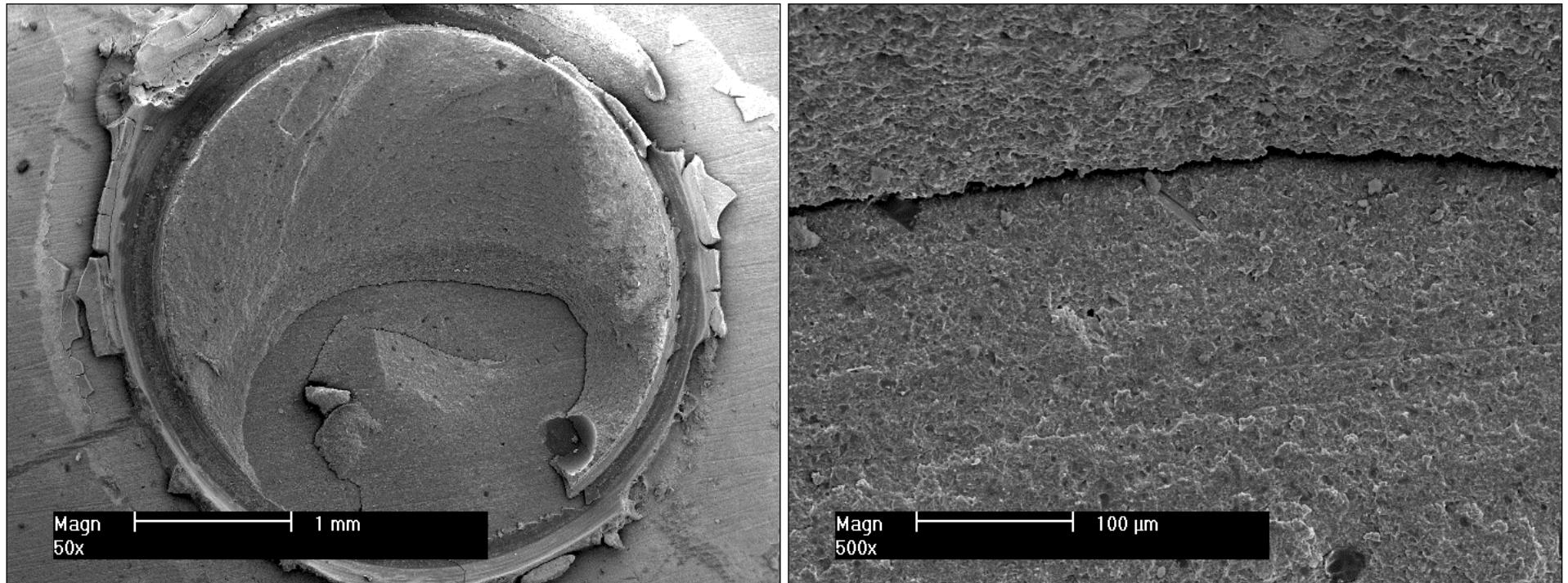
Abbildung 10: Bruchmodi aller Gruppen nach Kontamination, Reinigung und Konditionierung (Langzeitlagerung für 150 Tage mit künstlicher Alterung)



Abbildungen 11 (Übersichtsaufnahme links) und 12 (Detailvergrößerung rechts): Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (50x und 500x – bezogen auf das Display des REM-Computers) eines rein adhäsiven Bruches aus einer Probe, welche nach Kontamination und anschließender Reinigung mit Phosphorsäure und Konditionierung mit einem silanhaltigen Primer nach Kurzzeitlagerung axial bis zum Bruch belastet wurde. Es befinden sich keine Kleber- oder Tubuskompositreste auf der Klebefläche, die Integrität des Probekörpers ist erhalten.



Abbildungen 13 (Übersichtsaufnahme links) und 14 (Detailvergrößerung rechts): Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (50x und 500x – bezogen auf das Display des REM-Computers) eines rein kohäsiven Bruches aus einer Probe, welche nach Kontamination und anschließender Reinigung mit Korundstrahlung, sowie Konditionierung mit einem Dentinadhäsiv nach Kurzzeitlagerung axial bis zum Bruch belastet wurde. Der erzielte Klebeverbund übertraf den internen Verbund des Probekörpers, wodurch Teile des Komposits aus der Klebefläche herausgebrochen wurden.



Abbildungen 15 (Übersichtsaufnahme links) und 16 (Detailvergrößerung rechts): Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (50x und 500x – bezogen auf das Display des REM-Computers) eines gemischt adhäsiv-kohäsiven Bruches aus einer Probe, welche nach Kontamination und anschließender Reinigung mit Korundstrahlung, sowie Konditionierung mit einem Kompositprimer nach künstlicher Alterung axial bis zum Bruch belastet wurde. Im unteren Bereich befindet sich der adhäsiv gebrochene Anteil, halbmondförmig darum erscheint der Kompositkleber in der Übersichtsaufnahme leicht dunkler als das darauf liegende Tubuskomposit. In der Detailaufnahme ist der Übergangsbereich zwischen adhäsivem und kohäsivem Bruchanteil dargestellt.

## IV. Diskussion

### 1. Diskussion der Methodik

Die Ergebnisse von Verbundfestigkeitsmessungen sind stark von dem jeweils verwendeten Versuchsaufbau abhängig [107]. Die in dieser Studie gemessenen Werte lassen sich dementsprechend als Absolutwerte nur mit Messungen an Untersuchungen vergleichen, in denen ein ähnliches Versuchsdesign verwendet wurde. Für die klinische Relevanz sind vor allem die Unterschiede zwischen den Versuchsgruppen interessant.

#### a) Verwendete Materialien

Bei Verwendung eines plastischen Materials als Basis für Probekörper stellten sich die bisher etablierten Methoden [28] der Probekörperherstellung für die Verwendung axialer Klebeverfahren als nicht praktikabel heraus. Ein hierfür geeigneter diskoider Probekörper muss eine beidseitige Planparallelität intakter Klebeflächen aufweisen, weshalb der erste Versuch einer Herstellung mittels vorgefertigter Silikonformen aufgrund unkontrollierbaren Blaseneinschlusses gescheitert ist. Die daraufhin gewählte Herstellung von Kompositzylindern durch die Befüllung von Einmalspritzen und das daraufhin folgende Zersägen mittels einer Kappsäge hat hingegen die oben genannten Kriterien reproduzierbar erfüllen können. Nach Kenntnis des Autors ist ein solches Verfahren bisher nicht in vergleichbaren Studien verwendet worden.

Die Verwendung CNC-gefräster Acrylglastuben hat sich bisher in vielen Studien [5, 62, 63], welche mit standardisierter axialer Verklebung und axialem Debonding arbeiten, bewährt. Durch ein einheitliches Tubusdesign (die Klebefläche am konischen Ende des Tubus betrug  $8 \text{ mm}^2$ ) wurde die Vergleichbarkeit der gewonnenen Verbundwerte auch mit vergangenen und zukünftigen Studien begünstigt (s.o.). Das Anlegen von standardisierten Retentionsmulden im Tubusinneren am Übergang zwischen dem schmalen und dem breiten Anteil des Tubus ermöglichte eine gerichtete und weitgehend einheitliche Abbindekontraktion des eingefüllten Füllkomposits (darüber hinaus ermöglichten die Mulden eine makromechanische Verankerung des dann ausgehärteten Füllkomposits in dem Tubus), wodurch eine „Klebefuge“ von durchschnittlich  $100 \mu\text{m}$  bei jedem Tubus entstand, in welche im Folgenden der Kompositkleber (s.u.) blasenfrei eingefüllt werden konnte. Durch Aushärtung des Füllkomposits unter Luftsauerstoffeinfluss entstand eine Sauerstoffinhibitionsschicht, mit der sich dann der Kompositkleber bei der Verklebung verbinden konnte.

#### b) Oberflächenkontamination

In dieser Studie wurde die Möglichkeit einer gemischten Kontamination der Kompositoberfläche mit Speichel und Fit Checker gewählt. Die Entscheidung für einen kombinierten Kontaminationsmodus aus Speichel und Fließsilikon wurde durch die Überlegung begünstigt, möglichst praxisnahe Bedingungen zu simulieren. Fließfähige Silikone werden bei der Anprobe einer Restauration vor der definitiven Eingliederung verwendet, um eventuelle Störstellen zu lokalisieren und eliminieren. Dadurch tragen sie dazu bei, den Sitz der Restauration zu verbessern [121]. Bei Verwendung solcher Silikone bleibt auf

den zu verklebenden Oberflächen ein dünner Silikonölfilm zurück, welcher den späteren Klebeverbund negativ beeinflussen kann [127].

Der negative Einfluss von Speichelkontaminationen auf den Klebeverbund wurde bereits in verschiedenen Untersuchungen nachgewiesen [2, 3, 54, 78, 81]. Hintergrund der Kontamination mit Speichel war die Annahme, dass die Inhaltsstoffe des Speichels (Proteine, Kohlenwasserstoffe, Zelltrümmer, Bakterien, etc.) sich als dünne Schicht auf der Oberfläche ablagern und somit den chemischen und mikroretentiven Verbund beeinflussen [61]. In dieser Studie kam wie in zahlreichen anderen Studien frischer natürlicher Speichel zum Einsatz [2, 21, 32, 87, 128, 131]. Die Sammlung des Speichels mittels vorhergehender zweistündiger Nahrungskarenz und vorherigem zweimaligen Ausspülen des Mundes mit Leitungswasser sollte zur bestmöglichen Standardisierbarkeit des Verfahrens beitragen und reproduzierbare Ergebnisse ermöglichen.

### **c) Auswahl der Reinigungsverfahren**

Nach persönlicher Erfahrung des Autors kommen in der zahnärztlichen Praxis zahlreiche Verfahren zur Reinigung von kontaminierten Oberflächen mit teils fehlender wissenschaftlicher Grundlage zum Einsatz. Da der Fantasie des einzelnen Behandlers in dieser Hinsicht nahezu keine Grenzen gesetzt zu sein scheinen, ist es in dieser Studie nicht möglich, sämtliche Reinigungsverfahren zu testen. In dieser Untersuchung wurde sich daher auf die Reinigung mit Phosphorsäuregel, Abstrahlen mit Aluminiumoxidpulver, mit einer wässrigen Bimsmehl suspension und mit einem Pulverstrahlgerät (Prophylaxespray) beschränkt. Die Verwendung von Phosphorsäure [23, 81, 98, 102, 124] oder das Abstrahlen mit einem Aluminiumoxidpulver [88, 96, 98, 102] zur Reinigung von Klebeflächen unterschiedlicher Restaurationsarten ist in der internationalen Literatur bereits gut erforscht. Zur Reinigung mit Prophylaxespray bzw. mit einer Bimsmehl suspension existieren nach Kenntnis des Autors bisher keine vergleichbaren Studien. Dass die Reinigungsverfahren beim postulierten Szenario (Aufbaukomposit als teilweise Klebefläche in einem präparierten Pfeilerzahn) am vitalen oder auch devitalen Zahn angewendet werden sollen, ist bei der Auswahl der Reinigungsverfahren berücksichtigt worden, wobei die Verwendung von Phosphorsäure im Rahmen eines normalen Klebevorganges den klinischen Standard darstellt. Die Verwendung isotoner Kochsalzlösung als Suspensionsbasis sollte eine größtmögliche Pulpenschonung bei Anwendung der Bimsmehl suspension ermöglichen. Beim Reinigen mit Prophylaxespray trifft eine wässrige Calciumcarbonatsuspension unter hohem Druck (2,5 bar) auf die zu reinigenden Zahnoberflächen, wobei eine Pulpenschädigung durch den mechanischen Einfluss nicht ausgeschlossen werden kann und im Falle einer Eignung zur Reinigung von entsprechenden Oberflächen vor Verklebung weiter untersucht werden müsste. Das gilt ebenso für die Reinigung mit Korundstrahlung, wobei hier noch eine mögliche Austrocknung des Zahnes zusätzlich berücksichtigt werden müsste.

### **d) Oberflächenkonditionierung**

Bei der Auswahl der Konditionierungsmethoden stand wie schon im Falle der Reinigungsverfahren größtmögliche Praxisnähe im Vordergrund. So wurde ein zweiphasiges Dentinadhäsiv gewählt, da in dem dieser Studie zugrunde liegenden Szenario, die adhäsive Befestigung einer dentalen Restauration auf einem mit Komposit aufgebautem Zahn mit freiliegenden Dentinanteilen, in jedem Fall eine

Konditionierung des Zahnes mit einem Dentinadhäsiv stattfinden würde [65, 88, 93, 98]. Der wässrige (Primer-) Anteil des Adhäsivsystems bindet dann an das bereits geätzte Dentin und wird mit dem lipophilen (Adhäsiv-) Anteil ergänzt. Letzterer Anteil könnte in die organische Matrix des Aufbaukomposits diffundieren und so die Ausbildung einer reaktiven Hybridschicht bewirken, an die der im Anschluss aufgetragene Kompositkleber binden könnte. Dieser Haftmechanismus trifft auch auf den verwendeten Kompositprimer zu [73]. Neben der anorganischen Matrix kommen bei Kompositen regelmäßig auch anorganische an der Oberfläche liegende Füllkörper infrage. Da ein großer Bestandteil der Füllkörper aus Silikat bestehen, kommt die chemische Bindung mithilfe eines silanhaltigen Primers [34, 44, 76, 85, 98] in Betracht, weshalb ein solches Präparat als drittes Konditionierungsverfahren in dieser Studie verwendet wurde.

### **e) Verklebung**

In dieser Arbeit erfolgten alle Verklebungen nach einem standardisierten Verfahren in einer speziellen Klebevorrichtung, die eine exakt axiale Verklebung bei einem definierten Anpressdruck von 7,5 N ermöglichte [57]. Die Verwendung eines standardisierten Verfahrens dient der Gewährleistung der Vergleichbarkeit der gemessenen Verbundfestigkeitswerte innerhalb der Untersuchung. Bereits geringe Abweichungen vom Testdesign können die Aussagekraft der Studie gefährden [82, 107, 118]. Diese Verfahren fand bereits in mehreren Studien Verwendung [49, 120, 122, 126].

Nach dem Zusammenfügen von mit Kunststoff gefülltem Acryltubus und Prüfkörper in der Klebevorrichtung und dem Entfernen von Kleberüberschüssen wurde ein Sauerstoff-Schutzgel (Try-In-Paste) appliziert, um die Ausbildung einer den Klebeverbund beeinträchtigenden Sauerstoffinhibitionsschicht zu verhindern. Das Einhalten einer fünfminütigen Wartezeit vor der ersten Lichtpolymerisation sollte einerseits der Simulation des klinischen Ablaufes einer Verklebung dienen und andererseits dem Befestigungskomposit ausreichend Zeit für eine Autopolymerisation geben, um weniger Spannung auf die Klebefuge auszuüben, da in der Regel eine Autopolymerisation im Gegensatz zu einer Lichtpolymerisation langsamer abläuft [61]. Durch die erhöhte Temperatur im Lichtofen diente die anschließende Lichthärtung der Sicherstellung einer maximalen Polymerisation.

### **f) Lagerungsbedingungen**

Um Alterungsprozesse und Materialstress zu simulieren, sind das Thermowechselbad und die Lagerung in Wasser in der internationalen Literatur akzeptierte Methoden. Sowohl das Thermocycling als auch die Wasserlagerung können beide die Haftfestigkeit von Kompositen zu Zahnhartsubstanz [33] und zwischen Kompositen untereinander [89] beeinträchtigen, wobei durch die Temperaturunterschiede und unterschiedliche Wärmeausdehnungskoeffizienten der Bindungspartner mechanischer Stress auf die Klebefuge ausgeübt wird (s.u.). Durch hydrolytische Vorgänge kann die Wasserlagerung ferner zu einer Beeinträchtigung des chemischen Verbundes führen.

Das Studiendesign sah vor, dass die Proben aller Gruppen in je zwei Untergruppen aufgeteilt werden. Eine Untergruppe wurde für 3 Tage in 37 °C warmem Wasser gelagert. Eine Wasserlagerung bei 37°C simuliert das durchschnittliche Mundhöhlenmilieu, wenn keine Aufnahme unterschiedlich temperierter Speisen und Getränke stattfindet. Die aus dieser Untergruppe gewonnenen Verbundwerte

repräsentieren im Wesentlichen die Situation unmittelbar nach der Verklebung, also ohne Einfluss hydrolytischer Vorgänge bzw. thermomechanischen Stresses und erlauben keine Rückschlüsse auf die Langzeitbewährung.

Durch die Nahrungs- und Getränkeaufnahme mit unterschiedlichen Temperaturen unterliegt die intraorale Temperatur starken Schwankungen [133]. Die durchschnittliche Spanne der im Mund vorkommenden Temperaturen liegt zwischen 5 °C und 55 °C [90]. Die zweite der oben genannten Untergruppen wurde zur Simulation dieser Vorgänge daher 150 Tage in 37 °C warmem Wasser gelagert, wobei diese Lagerung monatlich durch 5 Phasen mit je 7.500 Thermozyklen zwischen 5 °C und 55 °C unterbrochen wurde. Diese Art der Lagerung entspricht ungefähr 4 bis 5 Jahren Materialbelastung unter Mundbedingungen [56].

Da die Lagerung in künstlichem Speichel ähnliche Festigkeitswerte wie die Lagerung in Leitungswasser ergab [29], wurde auf den Einsatz von künstlichem Speichel bzw. speichelisotoner Lösung als Lagerungsmedium zugunsten des Leitungswassers verzichtet.

#### **g) Axialer Zugversuch**

Für den axialen Zugbelastungstest werden in der Literatur Zuggeschwindigkeiten von 0,5-5,0 mm/min angegeben [83]. In diesen Versuchen scheint sich die Zuggeschwindigkeit weniger stark auf die Ergebnisse auszuwirken als in Scherversuchen. Eine Studie untersuchte den Einfluss unterschiedlicher Zuggeschwindigkeiten (0,1, 0,5, 1,0, 2,0 und 4,0 mm/min) auf den Verbund zwischen Komposit und Dentin. Die Ergebnisse dieser Studie zeigte, dass trotz verschiedener Geschwindigkeiten keine statistisch signifikante Unterschiede der Verbundfestigkeitswerte feststellbar waren [99]. Eine weitere Studie kam zu einem ähnlichen Ergebnis [125].

In der vorliegenden Arbeit wurde der Klebeverbund in einer Universalprüfmaschine getestet. Die Proben wurden mit einer definierten Zuggeschwindigkeit von 2 mm/min bis zum Bruch belastet. Zur Erzielung einer axialen Zugbelastung wurde die bereits beschriebene Apparatur verwendet. Durch die Kettenaufhängung mit Drehmöglichkeit konnte ein Ausgleich möglicherweise noch vorhandener Rotationen erzielt werden, wodurch die Klebefuge drehmomentfrei rein axial belastet werden konnte [57].

#### **h) Bruchflächenanalyse**

Jede einzelne Probe wurde lichtmikroskopisch auf ihren Anteil an adhäsiven und kohäsiven Brüchen hin untersucht. Dadurch sollten Erkenntnisse über die Art des Versagens der Klebung gewonnen werden. Die Beurteilung erfolgte mit dem menschlichen Auge, so dass die Werte näherungsweise maximal in 5%-Schritten angegeben werden konnten. Durch die Auswertung von jeweils drei repräsentativen Proben aus jeder Gruppe mit dem Rasterelektronenmikroskop konnten die Ergebnisse der lichtmikroskopischen Untersuchung verifiziert werden. Dieses Verfahren der Bruchmodusanalyse wurde bereits in vielen vorhergehenden Studien angewandt [5, 61, 63].



## 2. Diskussion der Ergebnisse

Zahlreiche Untersuchungen haben gezeigt, dass der Klebeverbund zu unterschiedlichen Materialien abhängig von den Lagerungsbedingungen ist [5, 61-63]. Wasserlagerung und damit einhergehende hydrolytische Vorgänge können den Klebeverbund ebenso beeinträchtigen, wie der Einfluss thermomechanischen Stresses (s.o.). Ein geringer Klebeverbund nach Kurzzeitlagerung scheint den Einfluss dieser Faktoren zu begünstigen. Da die vorliegende Studie auf möglichst große Praxisnähe ausgelegt war und hier primär die Langzeitbewährung von Restaurationen von Interesse erschien, fokussiert sich die nun folgende Diskussion der Ergebnisse vor allem auf den erzielbaren Klebeverbund nach künstlicher Alterung. Sollten Ergebnisse nach Kurzzeitlagerung diskutiert werden, so wird im Text ausdrücklich darauf hingewiesen.

### a) Einfluss von Kontaminationen auf den Klebeverbund und ihre Entfernbarekeit

Der Vergleich der kontaminierten mit den dazugehörigen nicht kontaminierten Gruppen ergab keinen statistisch signifikanten Unterschied bei den Gruppen, welche einer künstlichen Alterung bei Langzeitlagerung unterzogen wurden. Ohne Betrachtung der jeweiligen Verbundwerte ist jedoch eine isolierte Bewertung dieser Beobachtung nicht möglich, da der Klebeverbund zusätzlich von den Reinigungsverfahren und von den Konditionierungsverfahren beeinflusst werden kann (s.u.). So wäre es im Falle der Phosphorsäurereinigung mit relativ niedrigen Verbundwerten (ohne vorherige Kontamination: 10,7-18,7 MPa / mit vorheriger Kontamination: 7,3-15,8 MPa) denkbar, dass die Phosphorsäurereinigung auf kontaminierter Oberfläche eine unbefriedigende Reinigungsleistung aufweist, während sie auf unkontaminierter Oberfläche zu einer Schädigung der Oberflächenintegrität führt (s.u.) [28]. Im Falle der Reinigung mit einem Prophylaxespray wurden ebenfalls im Vergleich zu den verbliebenen beiden Reinigungsverfahren relativ geringe Verbundwerte (ohne vorherige Kontamination: 4,9-12,8 MPa / mit vorheriger Kontamination: 10,1-13,4 MPa) beobachtet. Eine mögliche Ursache dieser Beobachtung wäre, dass die Anwendung von Prophylaxespray auf der Klebefläche eine isolierende Schicht aus Natriumbikarbonatpartikeln hinterlässt, welche den Klebeverbund als Trennschicht sowohl mit als auch ohne vorherige Kontamination negativ beeinflusst [55, 80].

Die Verwendung einer Bimsmehl suspension mit rotierender Bürste (ohne vorherige Kontamination: 16,5-19,2 MPa / mit vorheriger Kontamination: 14,6-16,0 MPa) und ebenso die Anwendung von Korundstrahlung (ohne vorherige Kontamination: 12,1-21,6 MPa / mit vorheriger Kontamination: 16,2-19,9 MPa) als primär mechanische Reinigungsverfahren resultierten in vergleichsweise höheren Verbundwerten als die zuvor genannten Reinigungsverfahren. Nach Auffassung des Autors lässt sich hierbei der fehlende statistisch signifikante Unterschied zwischen den Verbundwerten mit und ohne vorherige Kontamination einerseits durch eine wirksame Reinigungsleistung auf kontaminierten Oberflächen und andererseits durch eine nicht vorhandene negative Beeinflussung nicht kontaminierter Oberflächen erklären [97].

### **b) Einfluss der verschiedenen Reinigungssequenzen auf den Klebeverbund**

Je nach dem im Anschluss an die Reinigung folgenden Konditionierungsverfahren zeigten die unterschiedlichen Reinigungsverfahren nach vorheriger Kontamination mit Speichel und einem Fließsilikon verschiedene Verbundwerte. Im Falle der Verwendung eines Dentinadhäsivsystems (welches im Rahmen einer adhäsiven Befestigung routinemäßig zur Anwendung gelangt) zeigte die vorherige Reinigung mit Korundstrahlung (19,9 MPa) statistisch signifikant höhere Verbundwerte als die vorherige Reinigung mit Prophylaxespray (12,5 MPa) bzw. mittels Phosphorsäureätzung (10,3 MPa) [68, 88]. Letztere war ebenfalls der Reinigung mit einer Bimsmehl suspension und rotierender Bürste (16,0 MPa) unterlegen [77, 119]. Eine vergleichbare Beobachtung findet sich ebenfalls nach Konditionierung mit einem silanhaltigen Primer [102]. Zwischen der Anwendung von Korundstrahlung und der Anwendung einer Bimsmehl suspension mit rotierender Bürste konnten keine statistisch signifikanten Unterschiede beobachtet werden, wobei letzteres Reinigungsverfahren hinsichtlich Pulpenschonung, Wahrung der Randintegrität und Einfachheit der Reinigung mit Korundstrahlung überlegen sein dürfte.

Über die möglichen zugrundeliegenden Mechanismen der vorgenannten Beobachtungen wurde im vorherigen Unterkapitel bereits diskutiert. Allerdings darf an dieser Stelle nicht unerwähnt bleiben, dass die Anwendung von Phosphorsäure ähnlich wie die zuvor beschriebene Anwendung eines Dentinadhäsivsystems im Rahmen einer adhäsiven Befestigung unabdingbar ist [40]. Hierbei kann hinsichtlich möglicher negativer Einflüsse von Phosphorsäureeinwirkung auf die organische Kompositmatrix nicht von einer isolierten Ätzung der Zahnhartsubstanz ausgegangen werden, sodass Phosphorsäuregel in jedem Fall zumindest mit Anteilen einer Kompositaufauffüllung in Kontakt kommen dürfte. Die isolierte Betrachtung der Verbundwerte getrennt nach Reinigungsverfahren ist somit dem In-vitro-Charakter der vorliegenden Studie geschuldet und bedürfte weitergehender Überprüfung etwa im Rahmen einer In-vivo-Studie. Im Falle der Verwendung eines Kompositprimers als Konditionierungsverfahren konnte nach Langzeitlagerung kein statistisch signifikanter Unterschied zwischen den einzelnen Reinigungsverfahren beobachtet werden, was auf einer guten Durchdringungsfähigkeit des Kompositprimers durch die Kontaminationsschicht basieren könnte. Ob die Verwendung der Kompositprimers der alleinigen Verwendung eines Dentinadhäsivsystems überlegen ist, wird im folgenden Abschnitt diskutiert.

### **c) Einfluss der verschiedenen Konditionierungsverfahren auf den Klebeverbund**

Wie bereits erwähnt, kommt ein Dentinadhäsivsystem bei jeder adhäsiven Befestigung mit Dentinanteilen zum Einsatz, weshalb die isolierte Verwendung eines silanhaltigen Primers oder die isolierte Verwendung eines Kompositprimers auf in Klebeflächen befindlichen Kompositanteilen primär dem In-vitro-Charakter der vorliegenden Studie geschuldet ist und in der zahnärztlichen Praxis bei adhäsiven Befestigungen in dieser Form nicht vorkommen dürfte. Bei Betrachtung der erzielten Verbundwerte erscheint die Konditionierung mit einem silanhaltigen Primer im Vergleich zu der Konditionierung mit einem Dentinadhäsiv bzw. mit einem Kompositprimer unterlegen. Die Grundidee bei der Verwendung eines silanhaltigen Primers ist die chemische Bindung an anorganische silikatische Füllkörperanteile des Kompositkunststoffs. Der in der vorliegenden Untersuchung verwendete

Universalprimer enthält jedoch neben Silananteilen auch solche Monomere, welche mittels Disulfidbrücken an Edelmetalle bzw. mittels Phosphatgruppen an Metalloxide binden sollen. Der beobachtete statistisch signifikant geringere Klebeverbund nach Verwendung eines silanhaltigen Universalprimers (je nach vorherigem Reinigungsverfahren 7,3-16,2 MPa) im Vergleich zu der Verwendung eines Dentinadhäsivs (10,3-19,9 MPa) bzw. eines Kompositprimers (13,4-17,5 MPa) kann darauf beruhen, dass das verwendete Aufbaukomposit einen im Vergleich zur organischen Matrix geringeren Silikatanteil besitzt [8, 67, 101]. Weiterhin aber auch darauf, dass ungebundene, weil chemisch inkompatible Anteile des silanhaltigen Primers wiederum chemische Bindungen mit dem aufgetragenen Kompositkleber eingehen, dessen Doppelbindungen dann nicht mehr vollständig für die chemische Bindung an silikatgebundene Silananteile zur Verfügung stehen [5].

Nach Verwendung der im vorigen Kapitel als „stärker“ identifizierten mechanischen Reinigungsverfahren mit vorheriger Kontamination mit Speichel und einem Fließsilikon erzielten die Konditionierung mit einem Dentinadhäsiv (16,0-19,9 MPa) bzw. mit einem Kompositprimer (14,9-17,5 MPa) die höchsten Verbundwerte. Zwischen diesen Gruppen existierten außerdem keine statistisch signifikanten Unterschiede. Im Gegensatz zu der Konditionierung mit einem Silan binden beide Konditionierungsverfahren nicht an die anorganischen Anteile des Komposits, sondern führen durch Infiltration der organischen Matrix zur Ausbildung einer oberflächlichen und doppelbindungsreichen Hybridschicht, an welche wiederum der nun aufgetragene Kompositkleber chemisch binden konnte. Die vorherige Applikation des eher hydrophilen Primeranteils des Dentinadhäsivsystems scheint diesen Vorgang nicht negativ zu beeinflussen. Hinsichtlich der Praktikabilität der Anwendung erscheint die separate Verwendung eines Kompositprimers jedoch als wenig sinnvoll, da zum einen bei Verwendung geeigneter Reinigungsverfahren kein Vorteil eines der Konditionierungsverfahren nachgewiesen werden konnte und ein Dentinadhäsivsystem im Rahmen der adhäsiven Befestigung standardmäßig zum Einsatz kommt, zum anderen die isolierte Applikation des Kompositprimers nur auf Kompositanteile in der Praxis als unmöglich erscheint. Dies wiederum wäre allerdings vonnöten, da eine „Kontamination“ noch nicht konditionierter benachbarter Dentinanteile mit einem Kompositprimer vermutlich zu einem geringeren Klebeverbund in diesen Arealen führen würde.

#### **d) Einfluss der künstlichen Alterung auf den Klebeverbund**

Die künstliche Alterung mittels längerfristiger Wasserlagerung und Thermocycling soll die Materialbelastung unter Mundbedingungen über einen hypothetischen Zeitraum von 4-5 Jahren simulieren [56]. Die hierbei auftretenden wesentlichen Einflussfaktoren hinsichtlich der Verringerung des Klebeverbundes beruhen auf hydrolytischen Vorgängen durch Wasseraufnahme am Klebeinterface sowie thermomechanischer Belastung bei Temperaturlastwechseln aufgrund unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten der Bindungspartner. Ein initial schwächerer Verbund dürfte bei Einwirken längerfristiger Wasserlagerung aufgrund einfacheren Eindringens von Wassermolekülen im Bereich der Klebefuge eine stärkere Wirkung haben als bei initial stärkerem Verbund. In der vorliegenden Studie konnte ein statistisch signifikanter Abfall jedoch lediglich nach vorheriger Kontamination und anschließender Reinigung mit einem Prophylaxespray, welches entgegen der Erwartung des Autors initial hohe Verbundwerte (18,8-28,6 MPa) erzielen konnte, beobachtet werden.

Eine mögliche Erklärung für dieses scheinbare Paradox wäre eine Einsprengung von Natriumbicarbonatpartikeln in die Kompositoberfläche, welche zwar initial für eine mikromechanische zusätzliche Verankerung gesorgt haben, im Rahmen der künstlichen Alterung jedoch aufgrund ihres zusätzlichen unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten und deren Wasserlöslichkeit für einen starken Abfalls des Klebeverbundes (10,1-13,4 MPa) verantwortlich sein könnte.

#### **e) Bruchflächenanalyse**

Die Ergebnisse der Bruchflächenanalyse spiegeln im Wesentlichen die je Gruppe erzielten Verbundwerte wider. Hierbei scheint die Regel zu gelten, dass ein initial niedriger Klebeverbund mit einem Mehr an adhäsiven Bruchmodi assoziiert ist. Diese Beobachtung wurde bereits in anderen Studien getätigt [61-63].

### **3. Schlussfolgerung und klinische Empfehlung**

Aus der Untersuchung kann man folgende Schlussfolgerung und Empfehlungen ableiten:

In dieser Untersuchung wurde gezeigt, dass die Verwendung einer Suspension aus Bimsmehl und Natriumchlorid-Lösung mit rotierender Bürste und ebenso die Anwendung von Korundstrahlung als primär mechanische Reinigungsverfahren hinsichtlich des erzielbaren Klebeverbundes den anderen Reinigungsmethoden überlegen sind. Zwischen der Anwendung von Korundstrahlung und einer Bimsmehl suspension mit rotierender Bürste konnten keine statistisch signifikanten Unterschiede beobachtet werden, daher wäre es empfehlenswert, letzterem Reinigungsverfahren aufgrund der systemimmanenten Pulpenschonung, Wahrung der Randintegrität und Einfachheit der Reinigung den Vorrang zu gewähren.

Die Kombination mechanischer Reinigungsverfahren und der Einsatz eines Dentinadhäsivsystems bzw. eines Kompositprimers haben die höchsten Verbundwerte in dieser Studie erzielt. Die Verwendung eines Dentinadhäsivsystems ist zu empfehlen, da ein Konditionierungsverfahren mit einem Dentinadhäsivsystem im Rahmen der adhäsiven Befestigung bereits standardmäßig zum Einsatz kommt.

## V. Zusammenfassung

Da Aufbaukomposite in der Regel einen nicht unerheblichen Teil an der prospektiven Gesamtklebefläche ausmachen und damit einen großen Einfluss auf die erzielbare Gesamtverbundfestigkeit zwischen Zahn und Restauration haben, ist der Konditionierung bzw. Reinigung dieser Materialien nach Kontamination besonderes Augenmerk zu widmen.

Ziel dieser Untersuchung war es, die Eignung von verschiedenen Verfahren zur Reinigung und Konditionierung von Aufbaukompositoberflächen vor adhäsiver Befestigung von indirekt hergestellten dentalen Restaurationen nach Kontamination mit Speichel und einem Fließsilikon zu evaluieren.

Es wurden 384 scheibenförmige Proben aus einem Aufbaukompositkunststoff (LuxaCore) hergestellt. Die Proben wurden einer dreiwöchigen Wasserlagerung bei einer Temperatur von 37 °C unterzogen. Anschließend wurde die Hälfte der Prüfkörper mit zuvor standardisiert gesammelter Speichellösung und Fließsilikon kontaminiert. Die andere Hälfte blieb unkontaminiert. Im Anschluss an die Kontaminierung wurden je 48 kontaminierte und nicht kontaminierte Proben mit verschiedenen Verfahren gereinigt (Phosphorsäureätzung – Reinigung mit Bimsmehl suspension – Korundstrahlung – Prophylaxespray). Dem Reinigungsverfahren folgte die Konditionierung der prospektiven Kleboberflächen mit verschiedenen Haftvermittlern (Dentinadhäsiv, silanhaltiger Primer, Kompositprimer). Aus der Menge der gewählten Verfahren ergeben sich 24 unterschiedliche Kombinationen aus Oberflächenvorbehandlung, Reinigung und Konditionierung mit jeweils 16 Proben. Nach Applikation der Haftvermittler der jeweiligen Gruppen wurden mit Komposit (LuxaCore A3) gefüllte Acryltuben mit einem dualpolymerisierenden Kleber (Vitique Weiß) mithilfe einer speziell entwickelten Klebevorrichtung mit je einem Prüfkörper verklebt. Jede Testgruppe wurde randomisiert in zwei Untergruppen geteilt, welche unterschiedliche Lagerungsbedingungen hatten. Zeitserie A (n=8) wurde in 37 °C warmem Wasser für 3 Tage gelagert. Zeitserie B (n=8) wurde ebenfalls in 37 °C warmem Wasser für 150 Tage gelagert. Die Proben der Serie B wurden dafür 5 Mal im Abstand von 3 Wochen je 7.500 Thermozyklen ausgesetzt. Ein Zyklus umfasste zwei Wechselbelastungen von 55 °C auf 5 °C und von 5 °C auf 55 °C. Daraus ergab sich eine Gesamtzahl von 37.500 Thermozyklen. Die Verklebungen der Prüfkörper wurden nach Ablauf der vorgesehenen Lagerzeit in einem axialen Zugversuch gelöst. Hierfür wurde eine spezielle Abzugsvorrichtung in einer Universalprüfmaschine (Zwick Z010/TN2A, Ulm, Deutschland) verwendet. Die gewonnenen Haftwerte wurden mithilfe des Shapiro-Wilk-Tests, des Kruskal-Wallis-Tests, sowie des Wilcoxon-Rangsummentests (korrigiert mit der Prozedur nach Bonferroni für multiples Testen) statistisch ausgewertet. Die Bruchmodi wurden licht- und rasterelektronenmikroskopisch beurteilt.

Um eine Aussage darüber treffen zu können, welchen Einfluss die verschiedenen Konditionierungsverfahren auf den erzielbaren Haftverbund zwischen einer Aufbaukompositoberfläche und einem Kompositkleber haben, wurden alle Ergebnisse nach Verwendung unterschiedlicher Reinigungsverfahren mit vorheriger Kontamination mit Speichel und einem Fließsilikon und anschließender Konditionierung miteinander verglichen.

Abhängig von den Konditionierungsverfahren zeigten die unterschiedlichen Reinigungsverfahren nach vorheriger Kontamination mit Speichel und einem Fließsilikon unterschiedliche Verbundwerte.

Bei der Verwendung eines Dentinadhäsivsystems erzielte die vorherige Reinigung mit Korundstrahlung, aber auch die Reinigung mit einer Bismehlsuspension und rotierender Bürste statistisch signifikant höhere Verbundwerte als eine Reinigung mittels Phosphorsäureätzung. Die Konditionierung mit einem silanhaltigen Primer war der Konditionierung mit einem Dentinadhäsiv bzw. mit einem Kompositprimer unterlegen.

Ein statistisch signifikanter Abfall der Klebeverbundwerte wurde nach der Langzeitlagerung bei den Gruppen festgestellt, die mit Prophylaxespray gereinigt und einem Dentinadhäsiv bzw. einem Kompositprimer konditioniert wurden. Der gleiche Effekt trat auch bei den kontaminierten Gruppen mit gleicher Lagerungszeit auf, die vor ihrer Konditionierung mit einem silanhaltigen Primer ebenfalls mit Prophylaxespray gereinigt wurden. Die Kombination aus Korundstrahlung und einem Dentinadhäsiv und die Reinigung mit einer Bismehlsuspension mit rotierender Bürste und anschließender Konditionierung durch einen Kompositprimer ergaben die höchsten Verbundwerte und sind somit die empfehlenswertesten Reinigungsverfahren. Die Reinigung mit Bismehlsuspension sollte aufgrund der systemimmanenten Pulpenschonung, Wahrung der Randintegrität und Einfachheit der Reinigung bevorzugt werden.

## VI. Summary

Composite build-ups often take up a considerable amount of the prospective total bonding area. They have a major influence on the adhesive bond strength that can be achieved between the tooth and the restoration, so special attention must be paid to the conditioning and cleaning of these materials after contamination.

The main aim of this study was to evaluate the suitability of various methods of cleaning and conditioning composite build-up surfaces before adhesive cementation of indirect dental restorations after contamination with saliva and a dental silicone.

A total of 384 disk-shaped specimens were made from a composite resin (LuxaCore). The specimens were subjected to three weeks of water storage at 37°C. Afterwards, half of the test specimens in each group were contaminated with a previously standardized saliva solution and disclosing silicone. The other half of the specimens remained uncontaminated. After contamination, groups of 48 contaminated and the same number of uncontaminated specimens were each cleaned using four different cleaning methods (phosphoric acid, pumice suspension, air abrasion and air polishing powder). The cleaning process was followed by conditioning the prospective adhesive surfaces with various adhesion promoters (a dentin adhesive, a silane-containing primer and a composite primer). Thus, in total 24 different combinations with 16 specimens per combination of surface contamination, cleaning, and conditioning resulted. After application of the adhesion primer of the respective groups, acrylic tubes filled with a composite resin (LuxaCore A3) were filled with a dual-polymerizing adhesive (Vitique white) and bonded to each test specimen using a specially developed adhesion bonding apparatus. Each of the 24 test groups was randomly divided into two subgroups, each with different storage conditions. Time series A (n=8) was stored in 37°C warm water for three days. Time series B (n=8) was also stored in 37°C warm water, but for 150 days. The specimens from series B were exposed to 7.500 temperature from 55°C to 5°C cycles every three weeks, i.e. five times over the course of the study, resulting overall in 37.500 thermal cycles. The test specimens were debonded in tension after the respective storage time. For this purpose, a special debonding apparatus was used in a universal testing machine (Zwick Z010/TN2A, Ulm, Germany). The obtained values were evaluated using a Shapiro-Wilk test, the Kruskal-Wallis test and the Wilcoxon rank sum. The overall nominal significance level was adjusted due to multiple testing according to Bonferroni by the number of unique cleaning-conditioning. In addition, fracture modes were assessed using light and scanning electron microscopy.

In order to be able to make statements about the influence of the various conditioning methods on the achievable bond between a build-up composite surface and a composite adhesive, the results consisted of a comparison between all combinations of cleaning methods, previous contamination with saliva and flow silicone as well and subsequent conditioning.

Depending on the conditioning process, the different cleaning processes showed varying bond strengths after preceding contamination with saliva and silicone. When using a dentine adhesive, cleaning with air abrasion, but also cleaning with a pumice powder suspension and rotating brush achieved statistically significantly higher bond strengths than cleaning with phosphoric acid (10.3 MPa).

The analysis of achieved bond strengths shows that the conditioning with silane is inferior compared to conditioning with a dentine adhesive or with a composite primer.

A statistically significant decrease in bond strength was found after long-term storage in the groups that were cleaned with air polishing powder and conditioned with a dentine adhesive or composite primer. The same effect also occurred in the contaminated groups within the same storage time, which were also cleaned with air polishing powder before being conditioned with silane.

The combination of air abrasion with alumina particles and a dentin adhesive and cleaning with a rotating brush and a pumice suspension and subsequent conditioning with a composite primer achieved the highest tensile bond strengths and are therefore the most recommended cleaning methods. Cleaning with pumice should be preferred due to the inherent protection of the pulp, preservation of the integrity of marginal integrity and the ease of cleaning.



## VII. Literatur

1. Aboush, Y.E.: *Removing saliva contamination from porcelain veneers before bonding. J Prosthet Dent* 80, 649-653 (1998).
2. Aboush, Y.E.Y., Jenkins, C.B.G.: *Resin-bonded bridges: Chairside methods of cleaning metal surfaces contaminated with saliva. Br Dent J* 163, 227-230 (1987).
3. Ari, H., Donmez, N., Belli, S.: *Effect of artificial saliva contamination on bond strength to pulp chamber dentin. Eur J Dent* 2, 86-90 (2008).
4. Armstrong, R.A.: *When to use the Bonferroni correction. Ophthalmic Physiol Opt* 34, 502-508 (2014).
5. Azimian, F., Klosa, K., Kern, M.: *Evaluation of a new universal primer for ceramics and alloys. J Adhes Dent* 14, 275-282 (2011).
6. Barkmeier, W.W., Cooley, R.L.: *Laboratory evaluation of adhesive systems. Oper Dent Suppl* 5, 50-61 (1992).
7. Bijelic-Donova, J., Flett, A., Lassila, L.V.J., Vallittu, P.K.: *Immediate repair bond strength of fiber-reinforced composite after saliva or water contamination. J Adhes Dent* 20, 205-212 (2018).
8. Bitter, K., Schubert, A., Neumann, K., Blunck, U., Sterzenbach, G., Ruttermann, S.: *Are self-adhesive resin cements suitable as core build-up materials? Analyses of maximum load capability, margin integrity, and physical properties. Clin Oral Investig* 20, 1337-1345 (2016).
9. Bonstein, T., Garlapo, D., Donarummo, J., Jr., Bush, P.J.: *Evaluation of varied repair protocols applied to aged composite resin. J Adhes Dent* 7, 41-49 (2005).
10. Bowen, R.L.: *Synthesis of silica-resin filling material: Progress report. J Dent Res* 37, 90 (1958).
11. Bowen, R.L.: *Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. J Am Dent Assoc* 66, 57-64 (1963).
12. Bowen, R.L.: *Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissue - solubility of dental smear layer in dilute acid buffers. Int Dent J* 28, 97-107 (1978).
13. Bowen, R.L., Cobb, E.N.: *A method of bonding to dentin and enamel. J Am Dent Assoc* 107, 734-736 (1983).
14. Brendeke, J., Ozcan, M.: *Effect of physicochemical aging conditions on the composite-composite repair bond strength. J Adhes Dent* 9, 399-406 (2007).
15. Brondani, L.P., Pereira-Cenci, T., Wandsher, V.F., Pereira, G.K., Valandro, L.F., Bergoli, C.D.: *Longevity of metal-ceramic crowns cemented with self-adhesive resin cement: a prospective clinical study. Braz Oral Res* 31, e22 (2017).
16. Brosh, T., Pilo, R., Bichacho, N., Blutstein, R.: *Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. J Prosthet Dent* 77, 122-126 (1997).
17. Brudevold, F., Buonocore, M., Wileman, W.: *A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. J Dent Res* 35, 846-851 (1956).
18. Buonocore, M.G.: *A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res* 34, 849-853 (1955).
19. Burke, F.J., Cheung, S.W., Mjor, I.A., Wilson, N.H.: *Reasons for the placement and replacement of restorations in vocational training practices. Prim Dent Care* 6, 17-20 (1999).
20. Burrow, M.F., Kitasako, Y., Thomas, C.D., Tagami, J.: *Comparison of enamel and dentin microshear bond strengths of a two-step self-etching priming system with five all-in-one systems. Oper Dent* 33, 456-460 (2008).

21. Cacciafesta, V., Sfondrini, M.F., Baluga, L., Scribante, A., Klersy, C.: Use of a self-etching primer in combination with a resin-modified glass ionomer: effect of water and saliva contamination on shear bond strength. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 124, 420-426 (2003).
22. Celik, E.U., Ergucu, Z., Turkun, L.S., Ercan, U.K.: Tensile bond strength of an aged resin composite repaired with different protocols. *J Adhes Dent* 13, 359-366 (2011).
23. Chiba, K., Hosoda, H., Fusayama, T.: The addition of an adhesive composite resin to the same material: Bond strength and clinical techniques. *J Prosthet Dent* 61, 669-675 (1989).
24. Cho, S.D., Rajitrangson, P., Matis, B.A., Platt, J.A.: Effect of Er,Cr:YSGG laser, air abrasion, and silane application on repaired shear bond strength of composites. *Oper Dent* 38, E1-9 (2013).
25. Chow, L.C., Bowen, W.E.: Phosphoric acid conditioning of teeth for pit and fissure sealants. *J Dent Res* 52, 1158-1162 (1973).
26. Combe, E.C., Shaglouf, A.M., Watts, D.C., Wilson, N.H.: Mechanical properties of direct core build-up materials. *Dent Mater* 15, 158-165 (1999).
27. Craig, R.G., Powers, J.M., Wataha, J.C.: *Zahnärztliche Werkstoffe – Eigenschaften und Verarbeitung*. 1. Auflage. Urban und Fischer, München 2006.
28. Dos Santos, V.H., Griza, S., de Moraes, R.R., Faria, E.S.A.L.: Bond strength of self-adhesive resin cements to composite submitted to different surface pretreatments. *Restor Dent Endod* 39, 12-16 (2014).
29. Douglas, W.H., Sakaguchi, R.L., DeLong, R.: Frictional effects between natural teeth in an artificial mouth. *Dent Mater* 1, 115-119 (1985).
30. Duarte, S.J., Lolato, A.L., de Freitas, C.R., Dinelli, W.: SEM analysis of internal adaptation of adhesive restorations after contamination with saliva. *J Adhes Dent* 7, 51-56 (2005).
31. Eick, J.D., Robinson, S.J., Chappell, R.P., Cobb, C.M., Spencer, P.: The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part III. *Quintessence Int* 24, 571-582 (1993).
32. Eiriksson, S.O., Pereira, P.N., Swift, E.J., Jr., Heymann, H.O., Sigurdsson, A.: Effects of saliva contamination on resin-resin bond strength. *Dent Mater* 20, 37-44 (2004).
33. El-Araby, A.M., Talic, Y.F.: The effect of thermocycling on the adhesion of self-etching adhesives on dental enamel and dentin. *J Contemp Dent Pract* 8, 17-24 (2007).
34. El-Askary, F.S., El-Banna, A.H., Noort, R.: Immediate vs Delayed Repair Bond Strength of a nanohybrid resin composite. *J Adhes Dent* 14, 265-274 (2012).
35. Fraga, S., Oliveira, S.C., Pereira, G.K., Beekman, P., Rippe, M.P., Kleverlaan, C.J.: Silicone disclosing material used after ceramic surface treatment reduces bond strength. *J Adhes Dent* 18, 545-554 (2016).
36. Frankenberger, R., Kramer, N., Petschelt, A.: Long-term effect of dentin primers on enamel bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent* 25, 11-19 (2000).
37. Frankenberger, R., Kramer, N., Ebert, J., Lohbauer, U., Kappel, S., ten Weges, S., Petschelt, A.: Fatigue behavior of the resin-resin bond of partially replaced resin-based composite restorations. *Am J Dent* 16, 17-22 (2003).
38. Frankenberger, R., Krech, M., Krämer, N., Braun, A., Roggendorf, M.: Universaladhäsive: Sind Mehrflaschen-Bondingsysteme heute schon "out"? *Quintessenz* 66, 1261-1267 (2015).
39. Frenzel, C., Viohl, J.: Biegefestigkeit von neun Kompositen in Abhängigkeit von verschiedenen Reparaturverfahren. *Dtsch Zahnärztl Z* 49, 729-732 (1994).
40. Gerbo, L.R., Lacefield, W.R., Wells, B.R., Russell, C.M.: The effect of enamel preparation on the tensile bond strength of orthodontic composite resin. *Angle Orthod* 62, 275-281 (1992).

41. Gwinnett, A.J.: *Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents.* Arch Oral Biol 16, 731-738 (1971).
42. Gwinnett, A.J.: *Smear layer. Morphological considerations.* Oper Dent Suppl, 3-12 (1984).
43. Haller, B.: *Mechanismus und Wirksamkeit von Dentinhaftvermittlern.* Dtsch Zahnärztl Z 49, 750-759 (1994).
44. Hamano, N., Chiang, Y.C., Nyamaa, I., Yamaguchi, H., Ino, S., Hickel, R., Kunzelmann, K.H.: *Effect of different surface treatments on the repair strength of a nanofilled resin-based composite.* Dent Mater J 30, 537-545 (2011).
45. Hannig, C., Hahn, P., Thiele, P.P., Attin, T.: *Influence of different repair procedures on bond strength of adhesive filling materials to etched enamel in vitro.* Oper Dent 28, 800-807 (2003).
46. Hannig, C., Laubach, S., Hahn, P., Attin, T.: *Shear bond strength of repaired adhesive filling materials using different repair procedures.* J Adhes Dent 8, 35-40 (2006).
47. Heidemann, D., Becker, J.: *Kariologie und Füllungstherapie.* 4. Auflage. Urban und Fischer, München 1999.
48. Hickel, R., Manhart, J.: *Longevity of restorations in posterior teeth and reasons for failure.* J Adhes Dent 3, 45-64 (2001).
49. Hummel, M., Kern, M.: *Durability of the resin bond strength to the alumina ceramic Procera.* Dent Mater 20, 498-508 (2004).
50. Irmak, O., Yaman, B.C., Orhan, E.O., Kilicarslan, M.A., Mante, F.K., Ozer, F.: *Influence of cleaning methods on bond strength to saliva contaminated zirconia.* J Esthet Restor Dent 30, 551-556 (2018).
51. Ivanovas, S., Hickel, R., Ilie, N.: *How to repair fillings made by silorane-based composites.* Clin Oral Investig 15, 915-922 (2011).
52. Janda, R.: *Der Stand der Entwicklung auf dem Gebiet der Zahnfüllungskunststoffe.* Quintessenz 7, 1393-1398 (1988).
53. Janda, R.: *Chemie und Physik zahnärztlicher Kunststoffe.* In: Eichner, K., Kappert, H.-F. (Hrsg.): *Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung.* Band 1. Grundlagen und Verarbeitung, 6. Auflage. Hüthig, Heidelberg 1996, 173-210.
54. Jiang, Q., Pan, H., Liang, B., Fu, B., Hannig, M.: *Effect of saliva contamination and decontamination on bovine enamel bond strength of four self-etching adhesives.* Oper Dent 35, 194-202 (2010).
55. Johnson, W.W., Barnes, C.M., Covey, D.A., Walker, M.P., Ross, J.A.: *The effects of a commercial aluminum airpolishing powder on dental restorative materials.* J Prosthodont 13, 166-172 (2004).
56. Kappert, H.F., Schreck, U., Prünke, H., Barucha, A., Erpelding, E., Banholzer, M.: *Prüfung von Metall-Kunststoff-Verbundsystemen durch Scher-, Biege- und axialen Zugversuch.* Dtsch Zahnärztl Z 44, 879-881 (1989).
57. Kern, M., Thompson, V.P.: *Eine einfache Versuchsanordnung zur universellen Prüfung des Klebeverbundes im axialen Zugtest.* Dtsch Zahnärztl Z 48, 769-772 (1993).
58. Kern, M., Thompson, V.P.: *Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: Volume loss, morphology, and changes in the surface composition.* J Prosthet Dent 71, 453-461 (1994).
59. Kern, M., Kohal, R.J., Mehl, A., Pospiech, P., Frankenberger, R., Reiss, B., Wiedhahn, K., Kunzelmann, K.H.: *Vollkeramik auf einen Blick.* 6. Auflage. Arbeitsgemeinschaft für Keramik in der Zahnheilkunde e.V., Ettlingen 2015.
60. Kimyai, S., Mohammadi, N., Navimipour, E.J., Rikhtegaran, S.: *Comparison of the effect of three mechanical surface treatments on the repair bond strength of a laboratory composite.* Photomed Laser Surg 28 Suppl 2, 25-30 (2010).

61. Klosa, K., Wolfart, S., Lehmann, F., Wenz, H.J., Kern, M.: The effect of storage conditions, contamination modes and cleaning procedures on the resin bond strength to lithium disilicate ceramic. *J Adhes Dent* 11, 127-135 (2009).
62. Klosa, K., Boesch, I., Kern, M.: Long-term bond of glass ceramic and resin cement: evaluation of titanium tetrafluoride as an alternative etching agent for lithium disilicate ceramics. *J Adhes Dent* 15, 377-383 (2013).
63. Klosa, K., Warnecke, H., Kern, M.: Effectiveness of protecting a zirconia bonding surface against contaminations using a newly developed protective lacquer. *Dent Mater* 30, 785-792 (2014).
64. Klosa, K., Meyer, G., Kern, M.: Clinically used adhesive ceramic bonding methods: a survey in 2007, 2011, and in 2015. *Clin Oral Investig* 20, 1691-1698 (2016).
65. Knight, J.S., Holmes, J.R., Bradford, H., Lawson, C.: Shear bond strengths of composite bonded to porcelain using porcelain repair systems. *Am J Dent* 16, 252-254 (2003).
66. Krejci, I., Lieber, C.M., Lutz, F.: Time required to remove totally bonded tooth-colored posterior restorations and related tooth substance loss. *Dent Mater* 11, 34-40 (1995).
67. Kumar, L., Pal, B., Pujari, P.: An assessment of fracture resistance of three composite resin core build-up materials on three prefabricated non-metallic posts, cemented in endodontically treated teeth: an in vitro study. *PeerJ* 3, e795 (2015).
68. Kupiec, K.A., Barkmeier, W.W.: Laboratory evaluation of surface treatments for composite repair. *Oper Dent* 21, 59-62 (1996).
69. Lehmann, K.M., Hellwig, E.: *Zahnärztliche Propädeutik*. 9. Auflage. Urban & Fischer, München 2002.
70. Lucena-Martin, C., Gonzalez-Lopez, S., Navajas-Rodriguez de Mondelo, J.M.: The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites. *J Prosthet Dent* 86, 481-488 (2001).
71. Lutz, F., Lüscher, B., Ochsenbein, H., Mühlemann, H.R.: *Adhäsive Zahnheilkunde*. 1. Auflage. Juris, Zürich 1976.
72. Malament, K.A., Socransky, S.S.: Survival of Dicor glass-ceramic dental restorations over 16 years. Part III: Effect of luting agent and tooth or tooth-substitute core structure. *J Prosthet Dent* 86, 511-519 (2001).
73. Maneenut, C., Sakoolnamarka, R., Tyas, M.J.: The repair potential of resin composite materials. *Dent Mater* 27, e20-7 (2011).
74. Manson-Rahemtulla, B., Retief, D.H., Jamison, H.C.: Effect of concentrations of phosphoric acid on enamel dissolution. *J Prosthet Dent* 51, 495-498 (1984).
75. Meiners, H., Benz, C., Caesar, H.H., Fischbach, H., Maschinski, G., Morgenroth, K., Müller, J., Otten, J.E., Selke-Lodhia, R., Selle, G., Setz, J., Trefz, H.: *Lexikon Zahnmedizin / Zahntechnik*. 2. Auflage. Urban & Fischer, München 2000.
76. Melo, M.A., Moyses, M.R., Santos, S.G., Alcantara, C.E., Ribeiro, J.C.: Effects of different surface treatments and accelerated artificial aging on the bond strength of composite resin repairs. *Braz Oral Res* 25, 485-491 (2011).
77. Miranda, F.J., Duncanson, M.G., Jr., Dilts, W.E.: Interfacial bonding strengths of paired composite systems. *J Prosthet Dent* 51, 29-32 (1984).
78. Müller, G.: Ätzen und Silanisieren dentaler Keramiken. *Dtsch Zahnärztl Z* 43, 438-441 (1988).
79. Nakabayashi, N., Saimi, Y.: Bonding to intact dentin. *J Dent Res* 75, 1706-1715 (1996).
80. Neme, A.L., Frazier, K.B., Roeder, L.B., Debner, T.L.: Effect of prophylactic polishing protocols on the surface roughness of esthetic restorative materials. *Oper Dent* 27, 50-58 (2002).

81. Nicholls, J.I.: Tensile bond of resin cements to porcelain veneers. *J Prosthet Dent* 60, 443-447 (1988).
82. Øilo, G.: Bond strength testing - what does it mean? *Int Dent J* 43, 492-498 (1993).
83. Oshida, Y., Miyazaki, M.: Dentin bonding system. Part II: Effect of crosshead speed. *Biomed Mater Eng* 6, 87-100 (1996).
84. Ozcan, M., Cura, C., Brendeke, J.: Effect of aging conditions on the repair bond strength of a microhybrid and a nanohybrid resin composite. *J Adhes Dent* 12, 451-459 (2010).
85. Ozcan, M., Valandro, L.: Effect of silane coupling agents and alloy primers on adhesion to titanium. *Minerva Stomatol* 60, 427-434 (2011).
86. Özdemir, H., Yanikoglu, N., Sagsöz, N.: Effect of MDP-based silane and different surface conditioner methods on bonding of resin cements to zirconium framework. *J Prosthodont* 28, 79-84 (2017).
87. Oztoprak, M.O., Isik, F., Sayinsu, K., Arun, T., Aydemir, B.: Effect of blood and saliva contamination on shear bond strength of brackets bonded with 4 adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 131, 238-242 (2007).
88. Papacchini, F., Dall'Oca, S., Chieffi, N., Goracci, C., Sadek, F.T., Suh, B.I., Tay, F.R., Ferrari, M.: Composite-to-composite microtensile bond strength in the repair of a microfilled hybrid resin: Effect of surface treatment and oxygen inhibition. *J Adhes Dent* 9, 25-31 (2007).
89. Papacchini, F., Magni, E., Radovic, I., Mazzitelli, C., Monticellia, F., Goracci, C., Polimeni, A., Ferrari, M.: Effect of intermediate agents and pre-heating of repairing resin on composite-repair bonds. *Oper Dent* 32, 363-371 (2007).
90. Pfeiffer, P., Marx, R.: Temperaturbelastung von Adhäsivbrücken und ihre Auswirkung auf die Verbundfestigkeit der Klebeverbindung. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 99, 782-786 (1989).
91. Phark, J.H., Duarte, S., Jr., Kahn, H., Blatz, M.B., Sadan, A.: Influence of contamination and cleaning on bond strength to modified zirconia. *Dent Mater* 25, 1541-1550 (2009).
92. Pisani-Proenca, J., Erhardt, M.C., Valandro, L.F., Gutierrez-Aceves, G., Bolanos-Carmona, M.V., Del Castillo-Salmeron, R., Bottino, M.A.: Influence of ceramic surface conditioning and resin cements on microtensile bond strength to a glass ceramic. *J Prosthet Dent* 96, 412-417 (2006).
93. Popoff, D., Rosa, T.S., Ferreira, R., Magalhaes, C., Moreira, A., Mjor, I.: Repair of dimethacrylate-based composite restorations by a silorane-based composite: A one-year randomized clinical trial. *Oper Dent* (2012).
94. Price, R., Sauro, S., Alex, G.: What factors affect long-term bond durability, and how can bond strength be improved? *Inside Dentistry* 14, digital version (2018).
95. Quaas, A.C., Heide, S., Freitag, S., Kern, M.: Influence of metal cleaning methods on the resin bond strength to NiCr alloy. *Dent Mater* 21, 192-200 (2005).
96. Quaas, A.C., Yang, B., Kern, M.: Panavia F 2.0 bonding to contaminated zirconia ceramic after different cleaning procedures. *Dent Mater* 23, 506-512 (2007).
97. Radovic, I., Monticelli, F., Goracci, C., Cury, A.H., Coniglio, I., Vulicevic, Z.R., Garcia-Godoy, F., Ferrari, M.: The effect of sandblasting on adhesion of a dual-cured resin composite to methacrylic fiber posts: microtensile bond strength and SEM evaluation. *J Dent* 35, 496-502 (2007).
98. Rathke, A., Tymina, Y., Haller, B.: Effect of different surface treatments on the composite-composite repair bond strength. *Clin Oral Investig* 13, 317-323 (2009).
99. Reis, A., de Oliveira Bauer, J.R., Loguercio, A.D.: Influence of crosshead speed on resin-dentin microtensile bond strength. *J Adhes Dent* 6, 275-278 (2004).
100. Retief, D.H.: Adhesion in dentistry. *J Dent Assoc S Afr* 28, 11-15 (1973).

101. Reymus, M., Roos, M., Eichberger, M., Edelhoff, D., Hickel, R., Stawarczyk, B.: Bonding to new CAD/CAM resin composites: influence of air abrasion and conditioning agents as pretreatment strategy. *Clin Oral Investig* 23, 529-538 (2019).
102. Rodrigues, S.A., Jr., Ferracane, J.L., Della Bona, A.: Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. *Dent Mater* 25, 442-451 (2009).
103. Samran, A., Al-Ammari, A., El Bahra, S., Halboub, E., Wille, S., Kern, M.: Bond strength durability of self-adhesive resin cements to zirconia ceramic: An in vitro study. *J Prosthet Dent* 121, 477-484 (2019).
104. Sasse, M., Krummel, A., Klosa, K., Kern, M.: Influence of restoration thickness and dental bonding surface on the fracture resistance of full-coverage occlusal veneers made from lithium disilicate ceramic. *Dent Mater* 31, 907-915 (2015).
105. Schmalz, G., Arenholt-Binslev, D.: *Biokompatibilität zahnärztlicher Werkstoffe*. 1. Auflage. Urban und Fischer, München 2005, 100-104.
106. Shillingburg, H.T., Jr., Jacobi, R., Brackett, S.E.: Preparation modifications for damaged vital posterior teeth. *Dent Clin North Am* 29, 305-326 (1985).
107. Sickfeld, J.: Pull-off test, an internationally standardized method for adhesion testing. Assessment of the relevance of the test results. In: Mittal, K.L. (Hrsg.): *Adhesion Aspects of Polymeric Coatings*. Plenum Press, New York 1983, 543-567.
108. Silverstone, L.M., Hicks, M.J., Featherstone, M.J.: Oral fluid contamination of etched enamel surfaces. An SEM study. *J Am Dent Assoc* 110, 329-332 (1985).
109. Stegemann, A., Jacker-Guhr, S., Geurtsen, W., Lührs, A. K.: Beeinflussen temporäre Zemente die Haftkraft von Adhäsivsystemen? *Dtsch Zahnärztl Z* 68, 19-29 (2013).
110. Strub, J.R., Kern, M., Türp, J., Witkowski, S., Heydecke, G., Wolfart, S.: *Curriculum Prothetik I. Geschichte - Grundlagen - Behandlungskonzept - Vorbehandlung*. 4. Auflage. Quintessenz, Berlin 2011.
111. Swift, E.J., Perdigao, J., Heymann, H.O.: Bonding to enamel and dentin: A brief history and state of the art, 1995. *Quintessence International* 26, 95-110 (1995).
112. Szep, S., Schmid, C., Weigl, P., Hahn, L., Heidemann, D.: Effect of the silicone disclosing procedure on the shear bond strength of composite cements to ceramic restorations. *J Prosthet Dent* 89, 60-65 (2003).
113. Tezvergil, A., Lassila, L.V., Vallittu, P.K.: Composite-composite repair bond strength: effect of different adhesion primers. *J Dent* 31, 521-525 (2003).
114. Tjäderhane, L.: Dentin bonding: Can we make it last? *Oper Dent* 40, 4-18 (2015).
115. Turner, C.W., Meiers, J.C.: Repair of an aged, contaminated indirect composite resin with a direct, visible-light-cured composite resin. *Oper Dent* 18, 187-194 (1993).
116. Tzanakakis, E.C., Tzoutzas, I.G., Koidis, P.T.: Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent* (2015).
117. Ulfing, N.: *Kurzlehrbuch Histologie*. 2. Auflage. Georg Thieme, New York 2003.
118. Van Noort, R., Noroozi, S., Howard, I.C., Cardew, G.: A critique of bond strength measurements. *J Dent* 17, 61-67 (1989).
119. Vivas, J., Yaman, P., Taylor, G.: Effect of different surface treatments on the shear and flexural re-bond strengths of a micro-hybrid composite. *J Contemp Dent Pract* 10, E001-8 (2009).
120. Wegner, S.M., Gerdes, W., Kern, M.: Effect of different artificial aging conditions on ceramic/composite bond strength. *Int J Prosthodont* 15, 267-272 (2002).

121. White, S.N., Sorensen, J.A., Kang, S.K.: Improved marginal seating of cast restorations using a silicone disclosing medium. *Int J Prosthodont* 4, 323-326 (1991).
122. Wolfart, M., Lehmann, F., Wolfart, S., Kern, M.: Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent Mater* 23, 45-50 (2007).
123. Xie, H., Li, Q., Zhang, F., Lu, Y., Tay, F.R., Qian, M., Chen, C.: Comparison of resin bonding improvements to zirconia between one-bottle universal adhesives and tribochemical silica coating, which is better? *Dent Mater* 32, 403-411 (2016).
124. Xie, J., Powers, J.M., McGuckin, R.S.: In vitro bond strength of two adhesives to enamel and dentin under normal and contaminated conditions. *Dent Mater* 9, 295-299 (1993).
125. Yamaguchi, K., Miyazaki, M., Takamizawa, T., Tsubota, K., Rikuta, A.: Influence of crosshead speed on micro-tensile bond strength of two-step adhesive systems. *Dent Mater* 22, 420-425 (2006).
126. Yang, B., Scharnberg, M., Wolfart, S., Quaas, A.C., Ludwig, K., Adelung, R., Kern, M.: Influence of contamination on bonding to zirconia ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 81, 283-290 (2007).
127. Yang, B., Wolfart, S., Scharnberg, M., Ludwig, K., Adelung, R., Kern, M.: Influence of contamination on zirconia ceramic bonding. *J Dent Res* 86, 749-753 (2007).
128. Yang, B., Lange-Jansen, H.C., Scharnberg, M., Wolfart, S., Ludwig, K., Adelung, R., Kern, M.: Influence of saliva contamination on zirconia ceramic bonding. *Dent Mater* 24, 508-513 (2008).
129. Yazigi, C., Kern, M., Chaar, M.S.: Influence of various bonding techniques on the fracture strength of thin CAD/CAM-fabricated occlusal glass-ceramic veneers. *J Mech Behav Biomed Mater* 75, 504-511 (2017).
130. Yazigi, C., Schneider, H., Chaar, M.S., Ruger, C., Haak, R., Kern, M.: Effects of artificial aging and progression of cracks on thin occlusal veneers using SD-OCT. *J Mech Behav Biomed Mater* 88, 231-237 (2018).
131. Yoo, H.M., Oh, T.S., Pereira, P.N.: Effect of saliva contamination on the microshear bond strength of one-step self-etching adhesive systems to dentin. *Oper Dent* 31, 127-134 (2006).
132. Yoshida, K.: Influence of cleaning methods on resin bonding to saliva-contaminated zirconia. *J Esthet Restor Dent* 30, 259-264 (2018).
133. Youngson, C.C., Barclay, C.W.: A pilot study of intraoral temperature changes. *Clin Oral Investig* 4, 183-189 (2000).
134. Zhang, S., Kocjan, A., Lehmann, F., Kosmac, T., Kern, M.: Influence of contamination on resin bond strength to nano-structured alumina-coated zirconia ceramic. *Eur J Oral Sci* 118, 396-403 (2010).

## **VIII. Anhang**

### **1. Publikation**

Aus dieser Dissertation ist folgende Publikation hervorgegangen:

*Klosa, K., Shahid, W., Aleknyte-Resch, M., Kern, M.: Cleaning and conditioning of contaminated core build-up material before adhesive bonding. Materials (Basel) 13, 2880 (2020).*

### **2. Förderung**

Die vorliegende Studie wurde durch die großzügige Überlassung der Materialien der Firma DMG, D-Hamburg ermöglicht.

### **3. Einzelwerte**

In diesem Abschnitt sind tabellarisch die Einzelwerte aus den Zugversuchen der Versuchsgruppen vor und nach künstlicher Alterung sowie die kohäsiven Einzelprozentsätze der lichtmikroskopischen Bruchflächenanalyse, die nach den Haftvermittlern eingeteilt sind, aufgeführt.



Einzelwerte aus den Zugversuchen (MPa) der Versuchsgruppen vor künstlicher Alterung (Zugversuch nach 3 Tagen).

Kontamination	Reinigung	Konditionierung	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6	Probe 7	Probe 8
Keine	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	0,4	31,1	29,8	21,1	25,6	14,5	21,6	20,1
		Silanhaltiger Primer	7,3	16,2	12,8	19,2	12,6	22,7	6,4	5,5
		Kompositprimer	22,4	22,1	24,5	16,5	22,4	21,7	23,5	10,9
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	19,5	29,5	20,8	22,1	10,7	28,9	20,7	18,4
		Silanhaltiger Primer	25,7	18,4	10,8	18,0	25,6	13,6	17,6	16,8
		Kompositprimer	12,3	11,3	20,1	21,2	11,7	14,3	12,0	20,1
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	17,2	20,7	21,4	24,6	17,6	27,8	18,6	21,4
		Silanhaltiger Primer	23,6	15,3	15,2	12,0	15,1	29,4	18,7	8,0
		Kompositprimer	15,7	22,8	20,0	13,4	19,7	18,8	17,8	14,9
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	26,7	24,8	15,8	29,5	14,7	17,6	17,1	12,5
		Silanhaltiger Primer	7,9	13,9	10,8	6,5	13,8	1,1	9,6	11,8
		Kompositprimer	27,3	27,1	17,0	14,9	32,8	25,9	26,2	28,8
Speichel und Fließsilikon	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	15,2	8,1	23,0	16,6	21,4	14,9	13,2	18,5
		Silanhaltiger Primer	14,0	7,6	6,7	5,6	8,4	11,2	12,9	5,8
		Kompositprimer	20,1	18,6	20,0	14,9	16,7	24,5	16,7	23,4
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	23,4	15,2	12,4	13,8	21,5	14,6	10,8	16,1
		Silanhaltiger Primer	16,1	13,8	15,9	13,0	8,4	22,5	14,3	0
		Kompositprimer	12,9	9,0	19,8	20,2	12,6	11,4	10,4	12,9
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	17,1	18,4	18,9	13,4	17,9	22,9	19,2	15,5
		Silanhaltiger Primer	21,5	14,5	24,5	10,9	26,5	21,0	25,1	17,4
		Kompositprimer	17,5	20,7	18,9	19,7	22,1	23,5	27,8	33,0
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	25,6	28,2	27,0	29,0	36,6	38,2	23,1	33,7
		Silanhaltiger Primer	22,8	19,1	18,5	14,2	24,5	16,2	15,6	24,6
		Kompositprimer	22,2	25,4	23,4	18,3	25,0	31,1	20,1	24,8

Einzelwerte aus den Zugversuchen (MPa) der Versuchsgruppen nach künstlicher Alterung (Zugversuch nach 150 Tagen).

Kontamination	Reinigung	Konditionierung	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6	Probe 7	Probe 8
Keine	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	19,9	13,3	16,9	28,3	15,5	22,5	11,9	14,4
		Silanhaltiger Primer	12,0	14,7	5,6	15,0	11,5	6,3	9,9	0
		Kompositprimer	17,6	13,7	21,0	20,0	16,6	21,6	13,7	19,8
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	19,8	21,9	15,1	19,6	15,0	14,6	17,9	14,6
		Silanhaltiger Primer	25,2	18,7	22,7	17,9	18,6	14,4	19,7	27,4
		Kompositprimer	18,9	15,7	17,9	11,5	15,2	18,5	8,1	23,7
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	21,3	15,0	20,3	22,1	21,8	23,2	20,2	24,0
		Silanhaltiger Primer	14,3	11,8	10,4	11,1	15,9	9,6	14,0	12,4
		Kompositprimer	14,4	16,1	12,2	19,6	25,6	19,4	27,3	23,8
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	16,7	11,7	8,1	9,4	11,4	10,5	14,0	12,4
		Silanhaltiger Primer	0	0	3,8	13,8	10,4	7,2	5,9	2,4
		Kompositprimer	24,9	12,2	8,6	12,7	10,1	19,3	12,4	12,9
Speichel und Fließsilikon	Phosphorsäure	Dentinadhäsiv	7,5	9,9	12,1	8,4	10,2	10,5	15,2	11,9
		Silanhaltiger Primer	11,4	6,7	9,9	5,2	10,1	2,7	7,9	5,3
		Kompositprimer	19,0	15,1	10,7	13,9	16,6	22,5	12,5	20,1
	Bims + NaCl	Dentinadhäsiv	15,7	13,8	12,9	16,4	20,7	12,3	16,8	22,3
		Silanhaltiger Primer	20,8	15,2	14,5	9,1	18,1	14,6	14,6	12,8
		Kompositprimer	5,0	16,0	18,7	16,0	19,2	10,6	13,9	13,6
	Korundstrahlung	Dentinadhäsiv	28,7	19,4	25,8	21,2	18,1	18,0	20,4	18,2
		Silanhaltiger Primer	16,6	13,1	11,4	12,3	16,2	16,2	18,6	18,2
		Kompositprimer	21,0	10,0	17,6	21,0	17,4	15,4	12,3	23,6
	Prophylaxespray	Dentinadhäsiv	15,4	12,5	11,5	9,2	15,6	10,2	12,5	14,7
		Silanhaltiger Primer	14,0	10,5	12,7	4,9	16,6	6,6	9,8	9,8
		Kompositprimer	7,6	18,7	15,0	19,5	7,1	13,5	11,7	13,3

In den folgenden 3 Tabellen (A-C) sind die kohäsiven Einzelprozensätze der lichtmikroskopischen Bruchflächenanalyse aufgeführt, die nach den Haftvermittlern eingeteilt sind. Die korrespondierenden adhäsiven Bruchmodi müssen dann durch Subtraktion von Hundert errechnet werden.

A: Kohäsive Einzelprozensätze der lichtmikroskopischen Bruchflächenanalyse bei der Verwendung eines Dentinadhäsivs.

Kontamination	Konditionierung	Reinigung	Lagerung	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6	Probe 7	Probe 8		
Keine	Dentinadhäsiv (Optibond FL)	Phosphorsäure	3 Tage	25	70	10	20	0	40	30	5		
			150 Tage	80	40	40	15	80	40	20	20		
		Bims + NaCl	3 Tage	0	0	25	0	5	30	20	30		
			150 Tage	40	80	20	40	40	30	80	0		
		Korundstrahlung	3 Tage	100	100	100	100	100	95	85	90		
			150 Tage	60	50	100	60	25	20	20	40		
		Prophylaxespray	3 Tage	0	10	10	0	0	0	10	0		
			150 Tage	10	0	10	10	0	0	0	0		
		Speichel und Fließsilikon	Dentinadhäsiv (Optibond FL)	Phosphorsäure	3 Tage	0	15	15	0	50	0	10	10
					150 Tage	0	0	0	10	0	0	100	0
Bims + NaCl	3 Tage			15	15	20	10	25	15	15	40		
	150 Tage			0	40	0	50	20	0	0	0		
Korundstrahlung	3 Tage			100	100	100	95	100	70	100	60		
	150 Tage			95	80	80	100	60	70	60	80		
Prophylaxespray	3 Tage			0	0	0	0	0	0	100	90		
	150 Tage			100	90	95	95	60	100	80	90		

B: Kohäsive Einzelprozensätze der lichtmikroskopischen Bruchflächenanalyse bei der Verwendung eines silanhaltigen Primers.

Kontamination	Konditionierung	Reinigung	Lagerung	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6	Probe 7	Probe 8		
Keine	Silanhaltiger Primer (Monobond Plus)	Phosphorsäure	3 Tage	0	0	5	0	5	0	0	15		
			150 Tage	25	0	80	0	0	60	0	0		
		Bims + NaCl	3 Tage	10	5	0	0	0	0	0	15	0	
			150 Tage	30	95	15	60	65	95	15	100		
		Korundstrahlung	3 Tage	0	0	0	0	0	0	0	0	5	
			150 Tage	20	0	0	50	0	0	50	60		
		Prophylaxespray	3 Tage	0	5	0	0	0	0	0	0	0	
			150 Tage	80	80	80	80	0	0	60	0		
		Speichel und Fließsilikon	Silanhaltiger Primer (Monobond Plus)	Phosphorsäure	3 Tage	0	0	0	0	5	5	0	0
					150 Tage	0	0	5	0	5	0	0	0
Bims + NaCl	3 Tage			0	5	5	0	0	0	0	25		
	150 Tage			5	5	0	5	10	0	0	0		
Korundstrahlung	3 Tage			0	0	0	10	15	0	0	0		
	150 Tage			90	60	90	90	50	90	90	60		
Prophylaxespray	3 Tage			0	0	0	5	0	0	0	5		
	150 Tage			25	90	90	80	90	80	25	95		

C: Kohäsive Einzelprozensätze der lichtmikroskopischen Bruchflächenanalyse bei der Verwendung eines Kompositprimers.

Kontamination	Konditionierung	Reinigung	Lagerung	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4	Probe 5	Probe 6	Probe 7	Probe 8		
Keine	Kompositprimer (Ecusit)	Phosphorsäure	3 Tage	100	20	90	0	90	30	100	50		
			150 Tage	40	50	40	60	90	20	20	40		
		Bims + NaCl	3 Tage	70	50	20	20	30	50	40	50		
			150 Tage	35	95	30	40	15	60	0	30		
		Korundstrahlung	3 Tage	40	60	85	100	100	100	100	100		
			150 Tage	40	25	40	60	85	30	40	70		
		Prophylaxespray	3 Tage	0	0	0	0	0	0	0	0		
			150 Tage	0	0	10	0	60	0	0	60		
		Speichel und Fließsilikon	Kompositprimer (Ecusit)	Phosphorsäure	3 Tage	0	5	0	0	5	0	5	0
					150 Tage	10	30	30	0	0	0	0	0
Bims + NaCl	3 Tage			50	10	90	35	35	10	20	20		
	150 Tage			0	5	5	10	10	10	5	10		
Korundstrahlung	3 Tage			25	30	25	35	100	50	10	10		
	150 Tage			90	40	95	85	95	40	80	85		
Prophylaxespray	3 Tage			0	0	10	0	0	0	10	0		
	150 Tage			80	25	85	95	70	100	60	100		

## **IX. Danksagung**

An erster Stelle möchte ich mich bei meinem Doktorvater, Herrn Professor Dr. Matthias Kern, Direktor der Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde der CAU Kiel für das Dissertationsthema sowie die freundliche Betreuung und väterliche Motivation während dieser Arbeit bedanken. Ich bedanke mich auch für die großartige Unterstützung bei der Veröffentlichung der Publikation dieser Dissertation sowie die Dissertationskorrektur.

Ein besonderes Dankeschön gebührt Herrn Dr. Karsten Klosa für die geduldige und sehr intensive Unterstützung sowohl bei der Durchführung des experimentellen Teiles als auch bei der statistischen Auswertung der Ergebnisse. Seine hervorragende Arbeit bei der Fertigstellung der Publikation, die aus dieser Dissertation hervorgegangen ist, darf nicht unerwähnt bleiben. Des Weiteren bedanke ich mich für die Dissertationskorrektur, wofür er sich besonders viel Zeit genommen hat.

Frau Milda Aleknyte-Resch danke ich für die wertvolle Hilfestellung bei der statistischen Auswertung.

Herrn Dipl. Ing. Frank Lehmann danke ich für die exzellente technische Einweisung und Betreuung an sämtlichen Geräten.

Zum Schluss möchte ich mich bei meiner gesamten Familie, allen voran meinen Eltern, meinen Geschwistern, meiner Frau und meinen beiden Söhnen für die Geduld und Unterstützung danken, durch die ich auch die schweren Momente des Lebens meistern konnte und die Kraft fand diese Dissertation zu beenden.