

**Aus der Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde**

**(Direktor: Prof. Dr. med. dent. Matthias Kern)**

**im Universitätsklinikum Schleswig-Holstein, Campus Kiel**

**an der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel**

**Beständigkeit des Klebeverbundes selbststützender adhäsiver  
Befestigungssysteme zu humanem Dentin**

**Inauguraldissertation**

**zur**

**Erlangung der Doktorwürde der Zahnmedizin**

**der Medizinischen Fakultät**

**der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel**

**vorgelegt von**

**Marius Maaßen**

**aus Neuss**

**Kiel 2022**

**1. Berichterstatter\*in: Prof. Dr. med. dent. Matthias Kern – Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde**

**2. Berichterstatter\*in: Prof. Dr. med. dent. Sinan Şen, Klinik für Kieferorthopädie**

**Tag der mündlichen Prüfung: 21.04.2023**

**Zum Druck genehmigt, Kiel, den: 17.01.2023**

**gez.: Prof. Dr. med. dent. Hans-Jürgen Wenz - Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde**

**(Vorsitzende/r der Prüfungskommission)**

# Inhaltsverzeichnis

<b>Nomenklatur und Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>III</b>
<b>1. EINLEITUNG</b>	<b>1</b>
<b>1.1 LITERATURÜBERSICHT</b>	<b>1</b>
1.1.1 ENTWICKLUNG VON SELBSTÄTZENDEN PRIMERN UND/ODER ADHÄSIVEN	3
1.1.2 BEFESTIGUNGSKOMPOSITE	4
<b>1.2 PROBLEMSTELLUNG UND ZIELSETZUNG</b>	<b>6</b>
<b>2. MATERIAL UND METHODEN</b>	<b>7</b>
<b>2.1 VERWENDETE MATERIALIEN</b>	<b>7</b>
2.1.1 ADHÄSIVE BEFESTIGUNGSSYSTEME	7
2.1.2 PLEXIGLASTUBEN	12
2.1.3 FÜLLMATERIAL (CLEARFIL CORE NEW BOND)	13
2.1.4 POLYMERISATIONSLAMPE	13
2.1.5 GLYCERINGEL	13
<b>2.2 METHODE</b>	<b>15</b>
2.2.1 SCHEMATISCHE DARSTELLUNG PROJEKTDESIGN	15
<b>2.3 VORBEREITUNG DER DENTINPROBEN</b>	<b>15</b>
2.3.1 DENTINPROBEN	15
2.3.2 VORBEREITUNG DER DENTINPROBEN UND KONDITIONIERUNG	17
2.3.3 PANA VIA 21 / ED PRIMER	17
2.3.4 PANA VIA V5 / TOOTH PRIMER	18
2.3.5 VARIOLINK ESTHETIC / ADHESE UNIVERSAL	18
2.3.6 RELYX ULTIMATE / SCOTCHBOND UNIVERSAL	18
2.3.7 VERKLEBUNG	18
2.3.8 KLEBEVORRICHTUNG	19
2.3.9 BEFÜLLEN DER PLEXIGLASTUBEN	19
<b>2.4 VERKLEBUNG</b>	<b>21</b>
2.4.1 VERKLEBUNG MIT PANA VIA 21	22
2.4.2 VERKLEBUNG MIT PANA VIA V5	22
2.4.3 VERKLEBUNG MIT VARIOLINK ESTHETIC	23
2.4.4 VERKLEBUNG MIT RELYX ULTIMATE	23

<b>2.5</b>	<b>TEMPERATURWECHSELBELASTUNG</b>	<b>23</b>
<b>2.6</b>	<b>PRÜFUNG DER VERBUNDFESTIGKEIT</b>	<b>24</b>
<b>2.7</b>	<b>STATISTISCHE AUSWERTUNG</b>	<b>25</b>
<b>2.8</b>	<b>LICHTMIKROSKOPISCHE BRUCHFLÄCHENANALYSE</b>	<b>26</b>
<b>2.9</b>	<b>RASTERELEKTRONENMIKROSKOPISCHE BRUCHFLÄCHENANALYSE</b>	<b>26</b>
<b>3.</b>	<b>ERGEBNISSE</b>	<b>27</b>
<b>3.1</b>	<b>VERBUNDFESTIGKEIT DES ADHÄSIVEN VERBUNDES</b>	<b>27</b>
<b>3.2</b>	<b>STATISTISCHE AUSWERTUNG</b>	<b>28</b>
<b>3.3</b>	<b>BRUCHFLÄCHENANALYSE</b>	<b>29</b>
3.3.1	LICHTMIKROSKOPISCHE AUSWERTUNG	29
3.3.2	RASTERELEKTRONENMIKROSKOPISCHE AUSWERTUNG	30
<b>4.</b>	<b>DISKUSSION</b>	<b>31</b>
<b>4.1</b>	<b>DISKUSSION DER METHODIK</b>	<b>31</b>
4.1.1	VORBEREITENDE MAßNAHMEN DER DENTINPROBEN	31
4.1.2	AUSWAHL DER METHODIK, VERKLEBUNG UND BELASTUNG	32
4.1.3	LIMITATIONEN	35
<b>4.2</b>	<b>DISKUSSION DER ERGEBNISSE</b>	<b>36</b>
4.2.1	EINFLUSS DES ADHÄSIVEN BEFESTIGUNGSSYSTEMS	36
4.2.2	EINFLUSS DER LAGERUNG UND TEMPERATURWECHSELBELASTUNG	39
<b>5.</b>	<b>FAZIT</b>	<b>40</b>
<b>6.</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG</b>	<b>41</b>
<b>7.</b>	<b>SUMMARY</b>	<b>42</b>
<b>8.</b>	<b>REFERENZEN</b>	<b>43</b>
<b>9.</b>	<b>ANHANG</b>	<b>50</b>
<b>10.</b>	<b>DANKSAGUNG</b>	<b>51</b>

## **Nomenklatur und Abkürzungsverzeichnis**

Bis-GMA – Bisphenol-A-di-methacrylat

°C – Grad Celsius

d – Tage

DIN – Deutsche Industrienorm

g – Gramm

kV – Kilovolt

N – Newton

MDP – 10-Methacryloyloxydecylhydrogenphosphat

mm – Millimeter

MPa – Megapascal

% – Prozent

p – Signifikanzwert

REM – Rasterelektronenmikroskop

SD – Standardabweichung

SiC – Siliziumcarbid

TBS – Zugfestigkeit (Tensile bond strength)

µm – Mikrometer

# 1. Einleitung

## 1.1 Literaturübersicht

Die Adhäsivtechnik bietet der Zahnheilkunde diverse Vorteile, um den klinischen Erfolg vieler Restaurationen zu ermöglichen [62]. Die Adhäsivtechnik benötigt nur eine minimalinvasive Präparation des Zahnes, kann durch eine verbesserte Ästhetik profitieren und fördert einen guten Haftverbund zwischen Zahn und Restauration [62]. Jedoch ist auch bekannt, dass die Adhäsivtechnik durch ihre Techniksensitivität anfällig für Fehler ist und mit einem erhöhten Arbeitsaufwand zur absoluten Trockenlegung in der Behandlung einhergeht [62]. Seitdem Brudevold et al. [4] erstmalig die Konditionierung von Dentin mit Phosphorsäure beschrieben haben, hat sich die Adhäsivtechnik deutlich weiterentwickelt [74].

Unterschiedliche adhäsive Befestigungssysteme ermöglichen seitdem den Verbund zwischen Zahn und Restaurationmaterial. Die adhäsive Befestigung am Dentin ist aufgrund seiner Eigenschaften jedoch schwieriger als am Schmelz. Dabei spielt die Hydrophilie des Dentins durch den hohen Anteil organischer Bestandteile und die Permeabilität für Dentinliquor aus der Pulpa durch die Dentinkanäle eine zentrale Rolle [45]. Der Verbund zu Dentin war lange Zeit eine Herausforderung und ist in Bezug auf die Langlebigkeit und Verbundfestigkeit dem zu Schmelz unterlegen [16, 59, 75]. Ein großer Verlust von Zahnhartsubstanz durch Karies, Trauma, Attrition, Abrasion oder Erosion stellt auch noch heute die häufigste Indikation einer Überkronung oder Teilüberkronung des betroffenen Zahnes dar [62]. Hierbei ist der adhäsive Verbund häufig im Dentin zu finden. Der Verbund wird durch adhäsive Befestigungssysteme ermöglicht. Diese adhäsiven Befestigungssysteme bestehen in der Regel aus einem Primer und/oder Adhäsiv zur Konditionierung der Zahnhartsubstanzen und einem adhäsiven Befestigungskomposit, der die Restauration mit dem Zahn verbindet [61]. Es existieren jedoch auch adhäsive Befestigungssysteme, die selbstadhäsiv sind und ohne Primer und/oder Adhäsiv verwendet werden können. Die Verwendung dieses Systeme hat jedoch eine negative Auswirkung für den adhäsiven Verbund [5]. Die Dentaladhäsive können in Adhäsive mit einem separaten Ätzschritt (Ätzen und Spülen) und Systeme mit

selbstätzenden Primern und/oder Adhäsiven unterteilt werden [75]. Seit Mitte der 90er Jahre wurden selbstätzende Primer und/oder Adhäsive, die in zwei Schritten oder in einem Schritt auf das Dentin aufgebracht werden, entwickelt [8]. Die Anwendung von Zweischritt-Adhäsivsystemen wird dabei jedoch der von Einschritt-Adhäsivsystemen immer noch wegen einer besseren Adhäsion bevorzugt [69]. Immer zeitsparendere und simplifizierte Applikationsmechanismen scheinen jedoch mit einer schwächeren Verbundfestigkeit einherzugehen [1]. Andererseits wird berichtet, dass Einschritt-Adhäsivsysteme unter verschiedenen klinischen Bedingungen zuverlässig sind und einen stabilen Verbund zwischen Dentin und adhäsiven Befestigungskomposit bilden können [75, 76].

Seit der Mitte der 90er Jahre wurden verschiedene Studien publiziert, in denen der Haftverbund von auto- und dualpolymerisierenden Adhäsivsystemen untersucht wurde. Die autopolymerisierenden Adhäsivsysteme unterscheiden sich durch eine langsamere Polymerisationsreaktion des adhäsiven Befestigungskomposits von den adhäsiven Befestigungskompositen der dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme, bei denen Photoinitiatoren zu einer sofortigen Polymerisation führen, wenn diese mit Licht gehärtet werden. Untersuchungen haben gezeigt, dass dualpolymerisierende Adhäsivsysteme von der zusätzlichen lichtaktivierten Polymerisation der Photoinitiatoren von einem erhöhten Haftverbund profitieren [33, 34]. Weitere Studien befassten sich mit dem Vergleich von auto- oder dualpolymerisierenden adhäsiven Befestigungskompositen zu humanem Dentin untereinander, jedoch wurde dabei nicht die Langzeitbeständigkeit des Haftverbundes untersucht [32-34, 63, 82].

Eine frühere Studie aus dem Jahr 2000 verglich den Haftverbund zwischen einem autopolymerisierenden und einem dualpolymerisierenden Adhäsivsystem unter der Berücksichtigung der Untersuchungsparameter Langzeitbeständigkeit und Temperaturwechselbelastung in Wasser [16]. Ein dualpolymerisierendes Adhäsivsystem bot zu diesem Zeitpunkt keine Vorteile gegenüber einem autopolymerisierenden Adhäsivsystem [16].

### **1.1.1 Entwicklung von selbstätzenden Primern und/oder Adhäsiven**

Neueste Entwicklungen brachten Einschritt-Adhäsivsysteme hervor, auch All-in-One Adhäsive genannt [74]. Ein selbstätzender Primer und/oder Adhäsiv befindet sich in einer Flasche. Die historische Entwicklung zeigt, dass es einen Trend zu einer anwenderfreundlicheren und weniger techniksensitiven Konditionierung von Dentin gibt.

Selbstätzende Primer und/oder Adhäsive sind seit ihrer Entwicklung Mitte der 90er Jahre [8] wegen ihrer vereinfachten und weniger zeitaufwendigen klinischen Anwendung populär geworden [65, 71]. Sie erfordern keinen separaten Schritt, in dem die Zahnhartsubstanz mit Phosphorsäure konditioniert und diese anschließend wieder mit Wasser abgespült wird [7, 21, 75, 83]. Sie enthalten saure Monomere, meist Phosphatmethacrylate, Acryletherphosphonsäure und andere Phosphorsäureester, die Dentin und Zahnschmelz gleichzeitig konditionieren. Eine genaue Auflistung solcher Monomere wurde von Giannini et al. vorgelegt [21].

Diese sauren Monomere infiltrieren das Dentin und verbinden sich dort mit den Kollagenfasern innerhalb der Dentintubuli und dem Hydroxyapatit zu einer Hybridschicht durch die Formierung schwer löslicher Calcium-Salze [25, 49]. Eine besondere Bedeutung kommt dabei dem Monomer 10-MDP (10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat) zu, dass chemisch stabil zu Hydroxylapatit bindet und dabei Nanoschichten ausbildet, die den Verbund deutlich verbessern können [14, 21, 68].

Nakabayashi et al. [42] haben die Bedeutung der Hybridschicht für eine erfolgreiche adhäsive Befestigung zwischen Zahnhartsubstanz und Restaurationsmaterial demonstriert. Selbstätzende Primer und/oder Adhäsive sind weniger empfindlich gegenüber technischer Fehler und Erfahrung des Anwenders als Ätzsysteme der „Total-Etch“-Technik. Sie verhindern ein übermäßiges Ätzen der Zahnhartsubstanzen, das zu Microleackage führen könnte [20]. Selbstätzende Primer kombinieren den Ätzvorgang mit Priming und Bonding [21] in einem Schritt [8, 51, 55]. Ein Problem dieser vereinfachten Anwendung scheint zu sein, dass es Dentinliquor gelingt, durch bereits polymerisierte Bereiche zu treten und damit den Haftverbund möglicherweise zu schwächen [43]. Ein weiteres Problem stellt der pH-Wert dieser selbstätzenden Primer/Adhäsive dar, da ein zu saurer pH-Wert zu einem geringeren Haftverbund zu Dentin führt [77]. Eine Übersicht über die pH-Werte von



selbstätzenden Primern/Adhäsiven wurde von van Meerbeek et al. vorgelegt [73, 75] und reicht von „stark“ ( $\text{pH} < 1$ ) bis „ultra-mild“ ( $\text{pH} \geq 2,5$ ). Je niedriger der pH-Wert ist, desto stärker wird die Integrität der Grenzfläche geschwächt [73, 75]. Die Autoren empfehlen „milde“ ( $\text{pH} \approx 2$ ) selbstätzende Primer/Adhäsive bei der Anwendung auf Dentin während „starke“ ( $\text{pH} < 1$ ) selbstätzende Primer/Adhäsive vermieden werden sollten.

Nach der Präparation eines Zahnes für eine prothetische oder konservierende Restauration mittels rotierender oder oszillierender Instrumente verbleibt eine aus Schmelz-/Dentinresten, Bakterien und Speichel bestehende Schmierschicht auf der Zahnoberfläche [45]. Ein wesentlicher Unterschied zwischen Etch- und Rinse-Systemen (Ätzen und Spülen) und selbstätzenden Systemen besteht in der Handhabung dieser Schmierschicht. Bei selbstätzenden Primern/Adhäsiven verbleibt diese Schmierschicht auf der Zahnoberfläche und wird in den Verbund integriert, während sie bei Etch- und Rinse- Systemen durch einen Spülvorgang entfernt wird [8, 40, 41].

Die neuste Entwicklung brachten die sogenannten Universal-Adhäsive hervor [74]. Der Terminus „Universal“ kann nach van Meerbeek et al. auf die Eigenschaften dieser Adhäsive zurückgeführt werden, die sowohl mit der Etch- und Rinse-Technik als auch in der selbstätzenden Technik angewendet zu werden können.

### **1.1.2 Befestigungskomposite**

Das Befestigungskomposit stellt die Verbindung zwischen dem konditionierten Zahn und der Restauration her. Die Befestigungskomposite lassen sich aufgrund ihrer Zusammensetzung in zwei Gruppen einteilen: konventionelle und selbstadhäsive Befestigungskomposite [61]. Während konventionelle Befestigungskomposite mit einem Dentinadhäsiv verwendet werden, können selbstadhäsive Befestigungskomposite auch ohne ein Dentinadhäsiv benutzt werden, was sich jedoch nachteilig auf den Verbund zum Zahn auswirkt [5]. Aktuell beruhen Befestigungskomposite entweder auf einer modifizierten Polymethylmethacrylat-Basis (PMMA) oder auf einer Bisphenolglycidylmethacrylat-Basis (Bis-GMA) [16]. Eine gemeinsame Eigenschaft beider Klassen ist dabei die Aufteilung der Bestandteile in eine organische Matrix sowie anorganische Füllkörper. Beide bestimmen maßgeblich den Erfolg und die Festigkeit des Verbundes zu Zahnschmelz oder Dentin. Die organische Matrix bestimmt maßgeblich die

adhäsiven Eigenschaften, während die anorganischen Füllkörper stark die kohäsiven Eigenschaften des Befestigungskomposits beeinflussen [16].

Die anorganischen Füllkörper stellen dabei im Wesentlichen Silikate oder Siliziumdioxide dar. Eine Silanisierung der anorganischen Füllkörper ermöglicht die Verbindung zur organischen Matrix, wodurch die Eigenfestigkeit und damit die Kohäsion positiv beeinflusst wird [6]. Weitere Inhaltsstoffe sind Stabilisatoren, Initiatoren, Inhibitoren und Pigmente zur Farbgebung.

Des Weiteren lassen sich die Befestigungskomposite anhand des verwendeten Polymerisationsmodus in auto-, dual- und rein durch Photoinitiatoren polymerisierende Befestigungskomposite unterteilen [61]. Letztere haben den Nachteil, dass diese nur dann verwendet werden können, wenn das zu befestigende Material eine entsprechende Transluzenz aufweist.

Autopolymerisierende Befestigungskomposite werden chemisch durch Amin- und/oder Peroxidsysteme polymerisiert. Dualpolymerisierende Befestigungskomposite bieten die vorteilhafte Möglichkeit einer zusätzlichen lichtaktivierten Polymerisation unter Verwendung von Photoinitiatoren wie des bekannten Campherchinon- und Aminsystems [21, 33, 34, 41]. Diese Option wird jedoch nur dann möglich, wenn die zu verklebende Restauration auch eine ausreichende Transluzenz besitzt. Bei ausreichender Transluzenz profitiert der Haftverbund von dualpolymerisierenden Befestigungskompositen durch die lichtaktivierte Polymerisation und sollte daher angewendet werden [33, 34].

Aus der Literatur geht hervor, dass ein direkter Vergleich zwischen auto- und dualpolymerisierenden Befestigungskompositen und ihren systemspezifischen Primern/Adhäsiven zuletzt im Jahr 2000 untersucht wurde [16]. Zu diesem Zeitpunkt bot ein dualpolymerisierendes Befestigungskomposit jedoch keine Vorteile gegenüber einem rein autopolymerisierenden adhäsiven Befestigungskomposit. Für neu entwickelte Adhäsivsysteme stehen wissenschaftliche Daten zur Langzeitbewährung jedoch häufig aus [62]. Es folgten zwar weitere Studien, dabei wurde jedoch nicht die Langzeitbeständigkeit des adhäsiven Haftverbundes untersucht und ein direkter Vergleich zwischen auto- und dualpolymerisierenden Befestigungskompositen fand ebenfalls nicht statt [33, 34, 63, 82]. Allerdings sollten die Untersuchungsparameter Langzeitbeständigkeit und Temperaturwechselbelastung in Wasser zusätzlich berücksichtigt werden, um anschließend eine

Aussage für die Beständigkeit des Haftverbundes von auto- und dualpolymerisierenden Befestigungssystemen zu Dentin treffen zu können [11, 73].

Zwei weitere Studien befassten sich zwar mit der Langzeitbeständigkeit des adhäsiven Haftverbundes zu Dentin, jedoch wurden hier nur dual- [32] oder autopolymerisierende Befestigungskomposite untereinander verglichen [81].

## **1.2 Problemstellung und Zielsetzung**

Das Ziel dieser experimentellen Laborstudie bestand darin, den Haftverbund von einem auto- und drei dualpolymerisierenden Befestigungskompositen mit ihren systemspezifischen selbstätzenden Primern- und/oder Adhäsivsystemen an humanem Dentin zu untersuchen und zu vergleichen. Insbesondere die Langzeitbeständigkeit des adhäsiven Haftverbundes durch Langzeitlagerung in Wasser und Temperaturwechselbelastungen sollte berücksichtigt werden.

Daraus ergaben sich zwei Nullhypothesen für die Untersuchung:

1. Es besteht statistisch kein Unterschied bezüglich des Haftverbundes zwischen dem auto- und den drei dualpolymerisierenden Befestigungskompositen zu Dentin.
2. Eine künstliche Alterung durch Langzeitlagerung und Temperaturwechselbelastung in Wasser hat keinen signifikanten Einfluss auf die Langzeitbeständigkeit des adhäsiven Haftverbundes zu Dentin.

## 2. Material und Methoden

### 2.1 Verwendete Materialien

Für diese Studie wurden humane Dentinprobestkörper mit einem autopolymerisierenden Füllmaterial mittels vier verschiedener selbstätzenden Primer- und/oder Adhäsiven und deren Befestigungskompositen verklebt.

#### 2.1.1 Adhäsive Befestigungssysteme

Im folgenden Abschnitt werden die vier Befestigungskomposite und ihre systemspezifischen Primer/Adhäsive beschrieben, und es wird auf deren Inhaltsstoffe und Eigenschaften eingegangen. Bei der Auswahl der dualpolymerisierenden Befestigungskomposite wurde darauf geachtet, dass diese nicht opak sind, um eine vollständige Polymerisation auch durch Photopolymerisation zu ermöglichen. Eine Übersicht der verwendeten Gruppencodes, Hersteller, sowie der Befestigungskomposite und dazu gehörigen Primer/Adhäsiv ist in Tab. 1 zu finden. Gruppencodes, Lotnummern der Befestigungskomposite und der spezifischen Primer/Adhäsive sowie deren Inhaltsstoffe sind in Tab. 2 zu finden.

Tabelle 1: Gruppencodes der vier verwendeten Befestigungskomposite und der dazugehörigen systemspezifischen Primer/Adhäsive und Hersteller.

<b>Gruppen-codes</b>	<b>Befestigungskomposit</b>	<b>Primer/Adhäsiv</b>	<b>Hersteller</b>
P21	Panavia 21	ED Primer	Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan
PV5	Panavia V5	Tooth Primer	Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan
VE	Variolink Esthetic DC	Adhese Universal	Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein
RXU	RelyX Ultimate	Scotchbond Universal	3M Deutschland GmbH, Seefeld, Deutschland

### **2.1.1.1 Panavia 21**

Bei Panavia 21 handelt es sich um ein autopolymerisierendes 2-Komponenten-Befestigungskomposit auf Bis-Phenol-A-Basis (Bisphenolpolyethoxydimethacrylat). Das Anmischen erfolgt händisch durch einen Spatel auf einem Anmischblock. Das Produkt enthält das Monomer 10-Methacryloyoxydecyldi-hydrogenphosphat (MDP) und unterscheidet sich damit von den folgenden anderen dualpolymerisierenden Befestigungskompositen. Panavia 21 wird in einem Dispenser geliefert, der sicherstellen soll, dass ein Anmischverhältnis von Basis- zu Katalysatorpaste von 1:1 gewährleistet ist. Zusätzlich wird ein Glycingel mitgeliefert, Oxyguard II, welches die Sauerstoffinhibitionsschicht, die bei der Polymerisation unter Sauerstoffzutritt an der Oberfläche entsteht, unterbindet und die Polymerisation durch einen Katalysator beschleunigt. Panavia 21 ist in folgenden Farbvarianten verfügbar: EX (weiß), TC (zahnfarben) und OP (opak).

Der systemspezifische selbstätzende ED-Primer besteht ebenfalls aus zwei Komponenten. Es existieren zwei Flaschen, Primer A und B. Primer A enthält das hydrophile Molekül HEMA (2-Hydroxyethylmethacrylat), das saure Phosphorsäureestermonomer MDP, N-Methacryloyl-5-Aminosalicylsäure sowie Wasser und Polymerisationsbeschleuniger. Primer B enthält N-Methacryloyl-5-Aminosalicylsäure, Wasser, Katalysatoren und Beschleuniger. Die beiden Flüssigkeiten werden ebenfalls im Verhältnis 1:1 gemischt. Der pH-Wert wird vom Hersteller mit 3,0 angegeben.

### **2.1.1.2 Panavia V5**

Panavia V5 ist ein dualpolymerisierendes (licht- und/oder autopolymerisierendes) 2-Komponenten-Befestigungskomposit auf Bis-GMA (Bisphenol-A-Diglycidylmethacrylat) und TEGDMA (Triethyleneglycol-dimethacrylat)-Basis. TEGDMA gehört hierbei zu den leichten Co-Monomeren und stellt eine Neuerung zum Vorgänger Panavia 21 dar. Laut Hersteller ist der Befestigungskomposit aminfrei, so dass es auch nach längerer Zeit nicht zu Farbveränderungen kommen soll. Die Vermengung von Basis- und Katalysatorpaste erfolgt durch eine Mischkanüle. Als Photoinitiator enthält der Befestigungskomposit Campherchinon. Es sind folgende Farbvarianten verfügbar: Universal (A2), Brown (A4), Clear, Opaque und White. Der Hersteller empfiehlt bei der Farbe Opaque den autopolymerisierenden

Aushärtemodus. Die Gesamtmenge an anorganischen Füllstoffen beträgt ungefähr 38 Vol%. Die Partikelgröße der anorganischen Füllstoffe reicht von 0,01 µm bis 12 µm. Zudem gibt der Hersteller an, dass Panavia V5 Fluoridionen freisetzt.

Der systemspezifische Tooth Primer stellt ein Ein-Komponenten-Adhäsiv dar. Der Tooth Primer basiert auf HEMA (2-Hydroxyethylmethacrylat) und enthält MDP. Der pH-Wert wird mit 2,0 angegeben. Tooth Primer enthält keine Photoinitiatoren.

### **2.1.1.3 Variolink Esthetic DC**

Bei Variolink Esthetic DC handelt es sich um ein dualpolymerisierendes (licht- und/oder autopolymerisierendes) 2-Komponenten-Befestigungskomposit.

Das Anmischen von Basis- und Katalysatorpaste erfolgt in einer Mischkanüle. Wie Panavia V5 ist Variolink Esthetic DC frei von Aminen und soll damit eine bessere Langzeit-Farbstabilität unter intraoralen Bedingungen aufweisen als aminhaltige Befestigungskomposite. Statt Campherchinon als Photoinitiator enthält Variolink Esthetic einen vom Hersteller entwickelten Photoinitiator namens Ivocerin, basierend auf organischen Germaniumverbindungen. Variolink Esthetic DC gibt es in den folgenden Farbvarianten: Light+, Light, Neutral, Warm und Warm+.

Als systemspezifischer Primer/Adhäsiv wurde Adhese Universal verwendet, welches ein photopolymerisierendes Ein-Komponenten-Adhäsiv ist. Für die Versuche wurde der VivaPen von Adhese Universal benutzt, der eine integrierte, auswechselbare Applikatorbürste besitzt. Adhese Universal enthält Methacrylate, Ethanol, Wasser, Siliziumdioxid sowie Initiatoren und Stabilisatoren. Wie alle anderen Primer/Adhäsive besitzt es das saure Monomer MDP. Zur Photopolymerisation enthält Adhese Universal Campherchinon. Der pH-Wert wird mit 2,7 angegeben.

### **2.1.1.4 RelyX Ultimate**

RelyX Ultimate ist ein dualpolymerisierendes (licht- und/oder autopolymerisierendes) 2-Komponenten-Befestigungskomposit. Basis- und Katalysatorpaste werden in einer Mischkanüle miteinander gemischt. Es existieren vier verschiedene Farben: Transluzent, B 0,5 (Bleach), A1 und A3 opak.

Das systemspezifische Adhäsiv ist Scotchbond Universal, ein Ein-Komponenten-Adhäsiv. Der pH-Wert wird mit 2,7 angegeben. Als saures Monomer enthält Scotchbond Universal MDP. Für eine optionale Photopolymerisation enthält das

Adhäsiv Campherchinon. Zusätzlich ist ein Aktivator vorhanden, um die Dunkelhärtung von RelyX Ultimate zu aktivieren.

Tabelle 2: Verwendete Gruppencodes, Lotnummern der Befestigungskomposite und Primer/Adhäsive und deren Inhaltsstoffe.

Gruppen-codes	Befestigungskomposit, Primer/Adhäsiv (Lotnummer)	Inhaltsstoffe
P21	Panavia 21 (000024)	Basis Paste: Hydrophobes aromatisches Dimethylacrylat, hydrophobes aliphatisches Dimethylacrylat, hydrophiles aliphatisches Dimethylacrylat, silanisiertes Titandioxid, silanisiertes Bariumglas-Füllmittel, Katalysatoren, Beschleuniger, Pigmente  Katalysator Paste: MDP, hydrophobes aromatisches Dimethylacrylat, hydrophobes aliphatisches Dimethylacrylat, silanierte Kieselerdefüller, kolloidale Kieselerde, Katalysatoren
	ED-Primer (A: 940025) (B: 940005)	Flüssigkeit A: HEMA, MDP, 5-NMSA, Wasser, Beschleuniger  Flüssigkeit B: 5-NMSA, Wasser, Katalysatoren, Beschleuniger
PV5	Panavia V5 (AP0014)	Pastengemisch: Bis-GMA, TEGDMA, silanisiertes Bariumglas-Füllmittel, silanisierter Fluoroaluminosilikat-Glasfüller, kolloidale Kieselerde, oberflächenbehandelter Aluminiumoxid-Füllstoff, hydrophobes aromatisches Dimethylacrylat, hydrophiles aliphatisches Dimethylacrylat, CQ, Initiatoren, Beschleuniger, Pigmente
	Tooth-Primer (BJ0011)	HEMA, MDP, hydrophiles aliphatisches Dimethylacrylat, Beschleuniger, Wasser

RXU	RelyX Ultimate (571014)	<p>Basis Paste: Glaspulver, Gemisch aus Mono-Di- und Tri-Glycerin-dimethacrylat-Estern der Phosphorsäure, 2,2'-Ethyldioxydiethylmethacrylat, Siliziumdioxid mit Silan behandelt, Glas, Oxide, Chemikalien, Dinatriumperoxodisulfat, t-Butylperoxy-3,5,5-trimethylhexanoat</p> <p>Katalysator Paste: Glaspulver, substituiertes Dimethacrylat, 1-Benzyl-5-Phenyl-Barbic-Acid, Calciumsalz, 1,12-Dodecandiolmethacrylat, Natriumtoluol-4-sulfinat, Siliziumdioxid mit Silan behandelt, Calciumdihydroxid, 1-methylethylidene)bis(4,1-phenyleneoxy-3,1-propanediyl) bismethacrylate, Titandioxid</p>
	Scotchbond Universal (569732)	HEMA, Bis-GMA, Silan, Decamethylendimethacrylat, Ethanol, methacrylierte Phosphorsäure, Copolymer von Acryl- und Itaconsäure, CQ, Ethyl-4-dimethylaminobenzoat, (Dimethylamino)ethylmethacrylat, Butanon
VE	Variolink Esthetic DC (V09604)	<p>Basis Paste: Ytterbiumtrifluorid, UDMA, 1,10-Decandiolmethacrylat, Acetylthioharnstoff</p> <p>Katalysator Paste: Ytterbiumtrifluorid, UDMA, 1,10-Decandiolmethacrylat, CHUP</p>
	Adhese Universal (V11324)	HEMA, Bis-GMA, Ethanol, 1,10-Decandiolmethacrylat, Methacrylatphosphorsäureester, CQ, 2-Dimethylaminoethylmethacrylat
<p>MDP: 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat; Bis-GMA: Bisphenol-A-Diglycidylmethacrylat; TEGDMA: Triethylen-glycol-dimethacrylat; UDMA: Urethandimethacrylat; CQ: dl-Campherchinon oder Campherchinon; CUHP: <math>\alpha,\alpha</math>-dimethylbenzyl hydroperoxide; 5-NMSA: N-Methacryloyl-5-Aminosalicylsäure; HEMA: 2-Hydroxyethylmethacrylat</p>		



## 2.1.2 Plexiglastuben

Zur Prüfung des Klebeverbundes im axialen Zugtest wurden speziell angefertigte Tuben aus Plexiglas, einem thermoplastischen glasähnlichen Kunststoff, verwendet (Abb. 1). Die Plexiglastuben hatten einen Innendurchmesser von 3,2 mm und eine Höhe von 15,5 mm. Die Ausrichtung erfolgte senkrecht zur Tubuslängsachse, die damit einen rechten Winkel zu den Dentinproben bildete. Eine minimale Auflage des Tubuskopfes wurde durch eine Abschrägung zur Dentinprobe gewährleistet, hier betrug die Wandstärke nur 0,1-0,2 mm. Die Klebefläche errechnete sich durch den Innendurchmesser von 3,2 mm und betrug somit 8,042 mm<sup>2</sup>. Um eine Retention des verwendeten Füllmaterials zu gewährleisten, wurden zwei gegenüberliegende Vertiefungen an der Tubusinnenseite circa 3 mm von der Tubusbasis entfernt mit einem Rosenbohrer mit circa 2 mm Durchmesser angebracht. Durch die bei der Polymerisation hervorgerufene Schrumpfung des Komposits in Richtung dieser Vertiefungen entstand ein Hohlraum von circa 50 µm für das Befestigungskomposit am Tubuskopf.

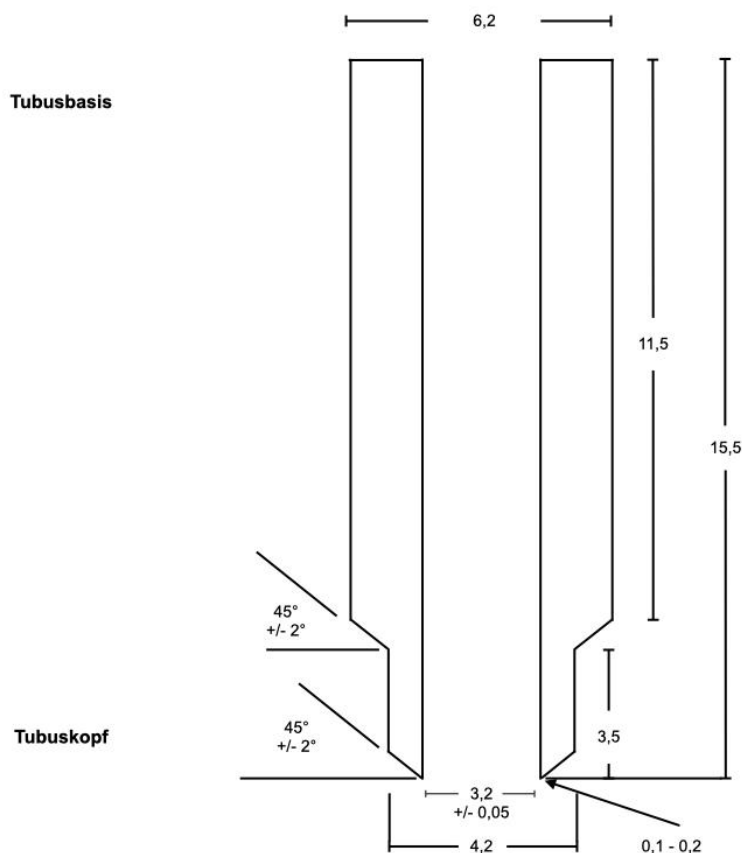


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Plexiglastubus. Alle Angaben in mm, außer anders angegeben.

### **2.1.3 Füllmaterial (Clearfil Core New Bond)**

Bei Clearfil Core New Bond (Kuraray Medical Inc., Tokyo, Japan) handelt es sich um ein autopolymerisierendes Komposit auf Bis-GMA-Basis. Die Polymerisation wird durch das Mischen von Basis- und einer Katalysatorpaste gestartet. In der klinischen Praxis wird Clearfil Core Newbond als Stumpfaufbaumaterial bei vitalen und devitalen Zähnen verwendet.

### **2.1.4 Polymerisationslampe**

Für diese Studie wurde die LED-Polymerisationslampe Radium-cal von SDI (SDI Limited., Bayswater, Victoria, Australien) verwendet. Die Lampe erreichte dabei eine Lichtleistung von 1.200 mW/cm<sup>2</sup> bei einer Wellenlänge von 440-480 nm.

### **2.1.5 Glyceringel**

Um die vollständige Polymerisation ohne Sauerstoffinhibitionsschicht zu erreichen, wurde ein Glyceringel am Rand des Plexiglastubus aufgetragen. Für die Gruppen P21 und PV5 wurde Oxyguard II (Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan) und für die Gruppen VE und RXU wurde Liquid Strip (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) verwendet. Das Glyceringel wurde erst um den Rand des Plexiglastubus aufgetragen, nachdem überschüssiges Befestigungskomposit mit einem Schaumstoffpellet entfernt wurde. Bei den drei dualpolymerisierenden adhäsiven Befestigungskompositen wurde nach Auftragen des Glyceringels die Polymerisation mit der Polymerisationslampe Radium-cal von zwei gegenüberliegenden Seiten mit jeweils 20 Sekunden gestartet. Das Glyceringel wurde bei allen Proben vor der Lagerung im Wasserbad mit einem Wasser-Luft-Gemisch gründlich entfernt.

Tabelle 3: Sonstige verwendete Materialien (Lot-Nr.), Hersteller und Inhaltsstoffe.

Material (Lot-Nr.)	Hersteller	Inhaltsstoffe
Liquid Strip (R08837)	Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein	Glycerin
Oxyguard II (98036)	Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan	Glycerin, Polyethyleglycol, Katalysatoren, Beschleuniger, Farbstoffe
Clearfil Core New Bond (Katalysator: 930029)	Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan	Bis-GMA, TEGDMA, Silanisierte Glasfaser, Kolloidale Kieselerde, Katalysatoren, Usw.
Clearfil Core New Bond (Universal: 990034)	Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan	Bis-GMA, TEGDMA, Silanisierte Kieselerde- füller, Kolloidale Kieselerde, Beschleuniger, Pigmente
Luxatemp Star (719487)	DMG Chemisch- Pharmazeutische Fabrik GmbH, Hamburg, Deutschland	silanisiertes Glaspulver, ethoxyliertes Bis-GMA, Urethanacrylat-Oligomere, ungesättigte Polyesterharze, alipathisches Urethanmethacrylat, Aerosile, TEGDMA, HEMA, Additive, Pigmente
Bis-GMA: Bisphenol-A-Diglycidylmethacrylat; HEMA: 2-Hydroxyethylmethacrylat; TEGDMA: Triethylen-glycol-dimethacrylat		

## 2.2 Methode

In diesem Abschnitt erfolgt die Darstellung der Versuchsdurchführung. Das Projektdesign wird hier schematisch dargestellt (Abb. 2) und im Folgenden erläutert.

### 2.2.1 Schematische Darstellung Projektdesign

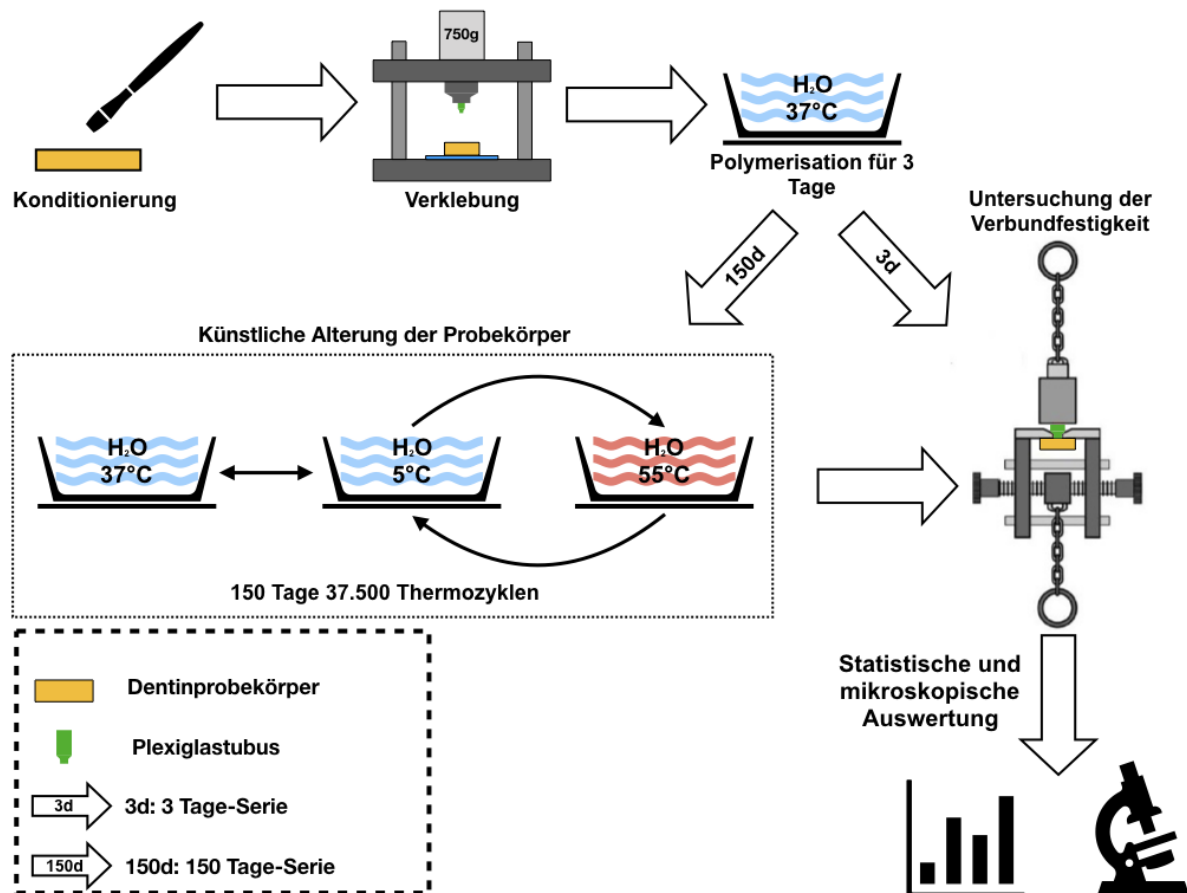


Abbildung 2: Schematische Darstellung des Versuchsablaufs.

## 2.3 Vorbereitung der Dentinproben

### 2.3.1 Dentinproben

Für die Untersuchung wurden 64 kariesfreie Weisheitszähne verwendet, die von einem Mund-, Kiefer- und Gesichtschirurgen extrahiert wurden. Die Zähne wurden von Patienten nach schriftlicher Einwilligung zur Verwendung für Studienzwecke gespendet. Bei der Auswahl der Molaren wurde darauf geachtet, dass der Zahn vollständig entwickelt war und keine äußerlichen Beschädigungen aufwies. Direkt nach der Extraktion wurden die Molaren in einer 0,1%igen Thymollösung bei 4 °C gelagert. Die extrahierten Zähne wurden innerhalb von 2 Wochen nach der

Extraktion verarbeitet. Die Zähne wurden von parodontalen Resten befreit und danach parallele Dentinscheiben mittels einer diamantierten Scheibe/Säge unter Wasserkühlung hergestellt (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). Als Entnahmebereich für die Dentinscheiben dienten dabei die approximalen Flächen der Zähne. Die Dicke der Dentinscheiben betrug hierbei 3,5-4,0 mm. Um eine stets gleichbleibende Schichtstärke und einen rechten Winkel zum späteren Tubus zu erreichen, wurden die Proben in einem Messingring (Außendurchmesser 15 mm, Höhe 4 mm) mittels Luxatemp Star (DMG Chemisch-Pharmazeutische Fabrik GmbH, Hamburg, D) eingebettet (Abb. 3). Die Dentinproben wurden dann mit 600 grit SiC-Schleifpapier nasspoliert, um die natürliche Schmierschicht nach einer klinischen Präparation zu simulieren. Für die Versuche wurde ausschließlich oberflächliches Dentin verwendet. Die Dentinproben wurden mit einem ölfreien Wasserluftgemisch einer dentalen Einheit abgesprüht und bei 4 °C für einen Tag in destilliertem Wasser gelagert.

Die 64 Proben wurden zufällig in 4 Gruppen mit je 16 Proben aufgeteilt. Die 16 Proben einer Gruppe wurden dann zufällig in zwei Untergruppen aufgeteilt (zu jeweils 8 Proben). Während des gesamten Versuchsablaufs wurden die Dentinproben stets in destilliertem Wasser gelagert.

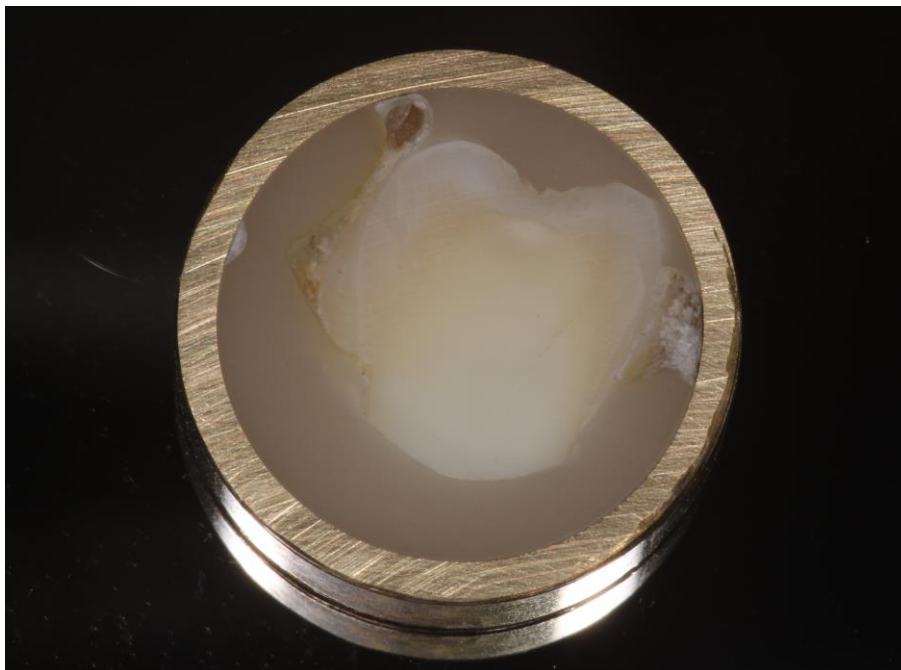


Abbildung 3: Messingring mit in Luxatemp Star eingebettetem Probekörper.

### 2.3.2 Vorbereitung der Dentinproben und Konditionierung

Nachdem alle so hergestellten Dentinproben für einen Tag in destilliertem Wasser gelagert worden waren, wurden sie nach der Entnahme aus dem Wasserbad mit Bimsbrei und einem Ziegenhaarbürstchen mittels Handstück 10 Sekunden gereinigt und mit einem Wasserluftgemisch einer dentalen Einheit abgesprüht. Die Proben wurden danach in ein neues Gefäß mit destilliertem Wasser bis zur anschließenden Verklebung gelagert. Jeweils zwei Dentinproben wurden aus einem Gefäß mit destilliertem Wasser entnommen, nass belassen und im weiteren Verlauf gleichzeitig konditioniert. Bis zu diesem Schritt wurden alle Dentinproben gleichbehandelt. Für nachfolgende Konditionierung wurde darauf geachtet, dass immer neue Applikatorbürsten und Plastikschalen benutzt wurden (Abb. 4). Die verwendeten Primer/Adhäsive und deren Inhaltsstoffe sind in Tabelle 2 gelistet (sonstige Materialien siehe Tab. 3).

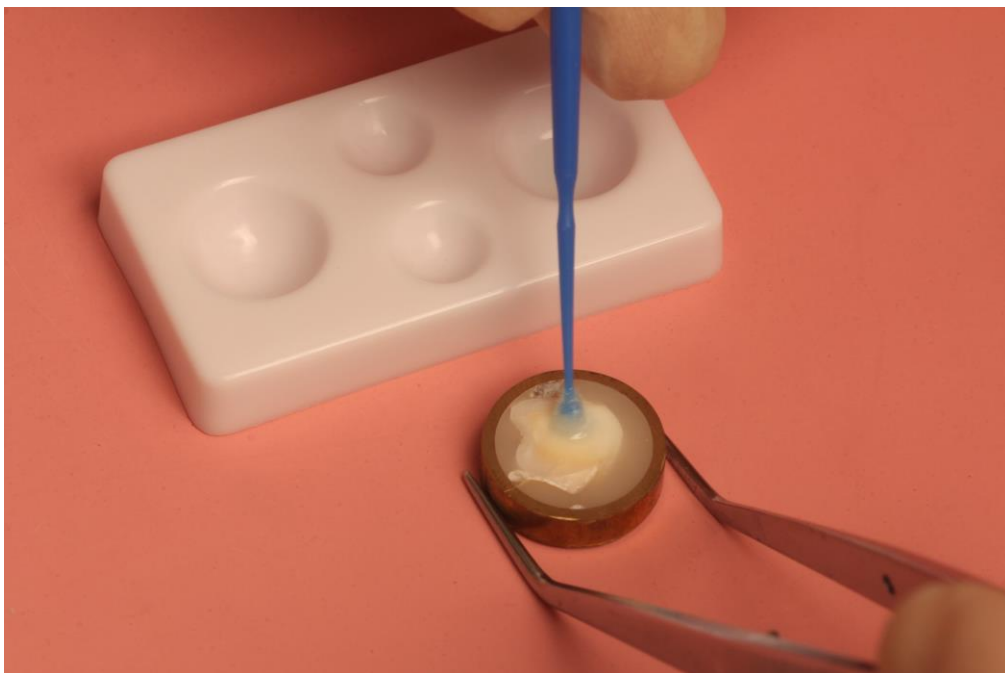


Abbildung 4: Konditionierung eines Dentinprobekörpers mit Primer/Adhäsiv.

### 2.3.3 Panavia 21 / ED Primer

Je ein Tropfen Primer A und B wurden in eine Plastikschale gegeben und 5 Sekunden mittels Applikatorbürste vermischt. Dabei wurde darauf geachtet, dass sich keine Lufteinschlüsse beim Dosieren der Tropfen bildeten, um das Mischungsverhältnis nicht zu verändern. Die Dentinproben wurden mit öl- und wasserfreier Luft vorsichtig getrocknet. Der Primer wurde großzügig auf die zu verklebende Fläche beider Proben aufgebracht und wirkte 60 Sekunden lang ein.

Dabei wurde stets neuer Primer nachgegeben und der Flüssigkeitsfilm in Bewegung gehalten. Nach Ablauf der Zeit wurde der Primer vorsichtig mit öl- und wasserfreier Luft verblasen.

#### **2.3.4 Panavia V5 / Tooth Primer**

Ein Tropfen Tooth Primer wurde in eine Plastikschaale gegeben, daraufhin wurden beide Dentinproben mit öl- und wasserfreier Luft vorsichtig getrocknet. Der Tooth Primer wurde mittels Applikatorbürste auf beide Proben aufgetragen und wirkte jeweils 20 Sekunden ein. Nach Ablauf der Zeit wurde der Tooth Primer vorsichtig mit öl- und wasserfreier Luft verblasen.

#### **2.3.5 Variolink Esthetic / Adhese Universal**

Beide Dentinproben wurden mit öl- und wasserfreier Luft vorsichtig getrocknet. Adhese Universal wurde durch dreimaliges Klicken auf den VivaPen mit Applikatorbürste für 20 Sekunden einmassiert, bis die gesamte Dentinoberfläche benetzt war. Adhese Universal wurde daraufhin mit öl- und wasserfreier Luft verblasen bis ein glänzender, unbeweglicher Film entstanden war. Im Anschluss erfolgte eine Polymerisation für 20 Sekunden mit der LED-Polymerisationslampe Radium-Cal.

#### **2.3.6 RelyX Ultimate / Scotchbond Universal**

Ein Tropfen Scotchbond Universal wurde in eine Plastikschaale gegeben, daraufhin wurden beide Dentinproben mit öl- und wasserfreier Luft vorsichtig getrocknet. Scotchbond Universal wurde mittels Applikatorbürste aufgetragen und wirkte 20 Sekunden ein. Danach wurde Scotchbond Universal verblasen bis die Oberfläche matt glänzte. Im Anschluss daran wurden beide Proben 20 Sekunden mittels LED-Polymerisationslampe Radium-Cal polymerisiert.

#### **2.3.7 Verklebung**

Es erfolgten vier Verklebungen entsprechend den einzelnen Testgruppen. Dabei wurden die Proben einer Testgruppe paarweise hintereinander verklebt. Dies geschah bei einer konstanten Raumtemperatur von 21 °C. Der Anwender trug Handschuhe, Kittel, Mundschutz und eine Lupenbrille.

### 2.3.8 Klebevorrichtung

Um eine Verklebung der Plexiglastuben in axialer Richtung zu gewährleisten, wurde eine spezielle Apparatur benutzt (Abb. 5). Diese Klebevorrichtung besaß eine Aufnahme für die Plexiglastuben, die mit einer Stellschraube an der Schlittenunterseite befestigt wurde. Der Schlitten war mit einem Gewicht von 750 g versehen. Die Klebevorrichtung besaß eine definierte Anpresskraft von 7,5 N [27]. Mittels zweier parallel zueinander ausgerichteter Führungszylinder konnte die Aufnahmevorrichtung samt eingespanntem Plexiglastubus auf den Probekörper abgesenkt werden. Der Dentinprobekörper lag mit der konditionierten Seite zum Schlittenweisend auf einer Silikonauflage, um ein senkrecht Verkleben zu ermöglichen und eventuelle Unebenheiten auszugleichen.

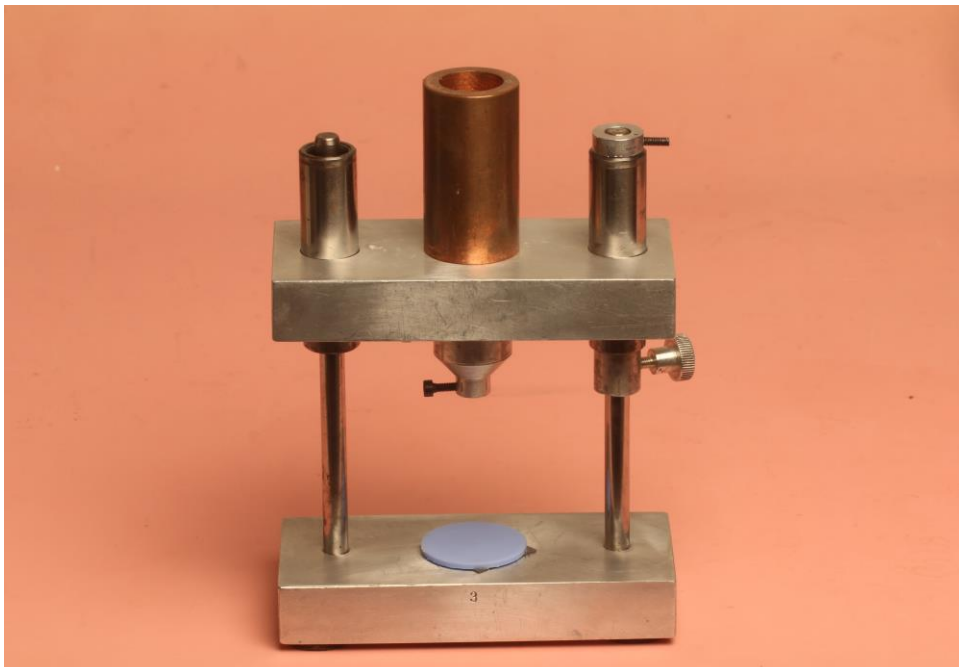


Abbildung 5: Die verwendete Klebevorrichtung ohne Plexiglastubus und Dentinprobekörper.

### 2.3.9 Befüllen der Plexiglastuben

Zwei Plexiglastuben wurden mit Clearfil Core New Bond befüllt. Im Verhältnis 1:1 wurden Basis- und Katalysatorpaste mit einem Kunststoffanmischspatel auf einem beschichteten Anmischblock für 20 Sekunden händisch homogen vermischt (Abb. 6). Beide Tuben wurden innerhalb von 2 Minuten hintereinander befüllt. Durch wiederholtes Absetzen des Tubus mit angeschrägter Seite wurde das Komposit in den Tubushohlraum gedrückt (Abb. 7). Überschüsse wurden dabei von der zu verklebenden Seite sorgfältig entfernt und plan gestrichen. Beide mit Komposit



gefüllten Tuben wurden danach in die Klebevorrichtung eingelegt und die Spanschraube mit Fingerdruck angezogen (Abb. 8). 7 Minuten nach Beginn des Anmischvorgangs wurden die Tuben mit den konditionierten Dentinprobekörpern verklebt.

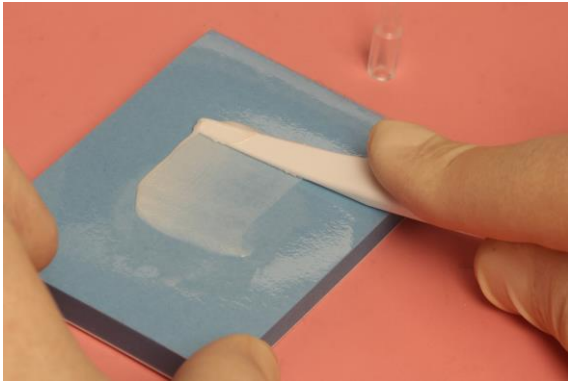


Abbildung 6: Anmischvorgang von Clearfil Core New Bond.      Abbildung 7: Befüllung des Plexiglastubus.



Abbildung 8: Einsetzen des mit Clearfil Core New Bond gefüllten Plexiglastubus in die Klebevorrichtung.

## 2.4 Verklebung

Nachdem das in die Plexiglastuben gefüllte Komposit für 7 Minuten polymerisieren konnte, wurden die Dentinprobekörper nach erfolgter Konditionierung mit einem gefüllten Plexiglastubus mittels des jeweiligen systemspezifischen Befestigungskomposits verklebt. Wurde eine Mischkanüle verwendet, so wurde das anfängliche Gemisch verworfen, um eine korrekte Vermengung von Basis- und Katalysatorpaste zu gewährleisten. Das Befestigungskomposit wurde dann im Überschuss auf den gefüllten Plexiglastubus aufgetragen und langsam auf den jeweiligen Probekörper abgesenkt (Abb. 9). Am Tubusrand austretende Überschüsse von Befestigungskomposit wurden gründlich innerhalb von einer Minute mit einem Schaumstoffpellet entfernt (Abb. 10). Auf die Klebefuge wurde gruppenspezifisch Oxyguard II (P21 und PV5) bzw. Liquid Strip (RXU und VE) aufgetragen (Abb. 11). Die dualpolymerisierenden Befestigungskomposite wurden mit der LED-Polymerisationslampe Radium-Cal von zwei gegenüberliegenden Seiten für jeweils 20 Sekunden belichtet (Abb. 12). Beide Verklebevorrichtungen wurden dann mit den Proben zusammen für 10 Minuten in einen Wärmeschrank mit 37 °C gestellt. Danach wurden die Proben aus dem Wärmeschrank entfernt und mit einem Wasser-Luft-Gemisch das vorher aufgetragene Oxyguard II bzw. Liquid Strip entfernt. Anschließend erfolgte die Lagerung in einem 37 °C Wasserbad.



Abbildung 9: Auftragen von Befestigungskomposit.

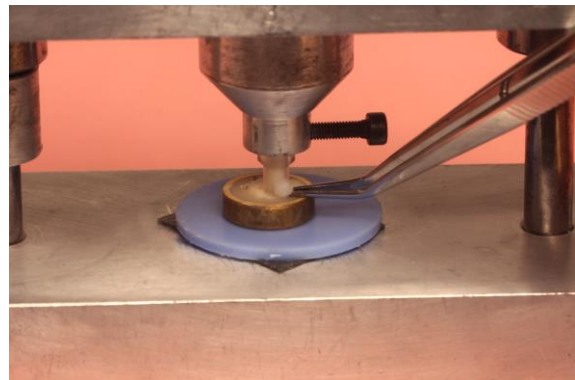


Abbildung 10: Entfernung von Überschüssen.



Abbildung 11: Auftragen von Glyceringel (hier Oxyguard II).

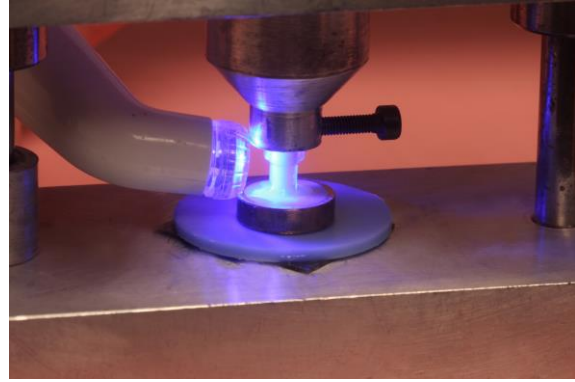


Abbildung 12: Belichtung mit Polymerisationslampe.

#### **2.4.1 Verklebung mit Panavia 21**

Basis- und Katalysatorpaste von Panavia 21 wurden mit dem Dispenser im Anmischverhältnis von 1:1 auf einen beschichteten Anmischblock aufgetragen. Mit einem Kunststoffspatel wurden beide Pasten 30 Sekunden breitflächig miteinander vermischt. Die fertig angemischte Paste wurde auf beide befüllten Tuben im Überschuss aufgetragen. Die Tuben wurden dann mit der Aufnahmevorrichtung auf die beiden konditionierten Dentinprobekörper abgesenkt. Mit einem Schaumstoffpellet wurden am Tubusrand austretende Überschüsse des Befestigungskomposits an der Klebefuge innerhalb einer Minute vorsichtig entfernt. Auf die Klebefugen wurde danach unmittelbar Oxyguard II aufgebracht.

#### **2.4.2 Verklebung mit Panavia V5**

Basis- und Katalysatorpaste von Panavia V5 wurde durch Vermengung durch eine Mischkanüle auf beide befüllten Tuben blasenfrei im Überschuss aufgebracht. Die eingespannten Tuben wurden dann auf die beiden Dentinprobekörper abgesenkt. Mit einem Schaumstoffpellet wurden am Tubusrand austretende Überschüsse des Befestigungskomposits an der Klebefuge innerhalb einer Minute vorsichtig entfernt. Auf die Klebefugen wurde unmittelbar danach Oxyguard II aufgebracht. Direkt im Anschluss erfolgte die Polymerisation mit der Polymerisationslampe Radii-cal mit einer Leistung von  $1.200 \text{ mW/cm}^2$  von zwei gegenüberliegenden Seiten für jeweils 20 Sekunden.

### **2.4.3 Verklebung mit Variolink Esthetic**

Basis- und Katalysatorpaste von Variolink Esthetic wurde durch Vermengung mit einer Mischkanüle auf beide befüllten Tuben blasenfrei und im Überschuss aufgebracht. Die eingespannten Tuben wurden dann auf die beiden Dentinprobekörper abgesenkt. Mit einem Schaumstoffpellet wurden am Tubusrand austretende Überschüsse des Befestigungskomposits an der Klebefuge innerhalb einer Minute vorsichtig entfernt. Auf die Klebefugen wurde unmittelbar danach Liquid Strip aufgebracht. Direkt im Anschluss erfolgte die Polymerisation mit der Polymerisationslampe Radium-cal mit einer Leistung von  $1.200 \text{ mW/cm}^2$  von zwei gegenüberliegenden Seiten für jeweils 20 Sekunden.

### **2.4.4 Verklebung mit RelyX Ultimate**

Basis- und Katalysatorpaste von RelyX Ultimate wurde auf beide befüllten Tuben blasenfrei im Überschuss aufgetragen. Die eingespannten Tuben wurden dann auf die beiden Dentinprobekörper abgesenkt. Mit einem Schaumstoffpellet wurden am Tubusrand austretende Überschüsse des Befestigungskomposits an der Klebefuge innerhalb einer Minute vorsichtig entfernt. Auf die Klebefugen wurde danach unmittelbar Liquid Strip aufgetragen. Direkt im Anschluss erfolgte die Polymerisation mit der Polymerisationslampe Radium-cal mit einer Leistung von  $1.200 \text{ mW/cm}^2$  von zwei gegenüberliegenden Seiten für jeweils 20 Sekunden.

## **2.5 Temperaturwechselbelastung**

Die Temperaturwechselbelastung zur künstlichen Alterung wurde mit einem Thermocycler (THE-1100, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, D) durchgeführt. Der Aufbau bestand im Wesentlichen aus zwei mit entionisiertem Wasser gefüllten Behältern unterschiedlicher Temperatur. In diese Behälter konnte ein Schwenkarm mit einem Korb am Ende eintauchen. Der Korb war mit den Probekörper bestückt. Ein Behälter war mit  $5 \text{ }^\circ\text{C}$  kaltem Wasser versehen, während der andere mit  $55 \text{ }^\circ\text{C}$  warmen Wasser gefüllt war, die Temperatur wurde durch ein Laborthermostat aufrechterhalten (vgl. Abb. 2). Die Proben der 150-Tages-Gruppe wurden in regelmäßigen Abständen  $5 \times 7.500$  Thermozyklen (insgesamt 37.500 Thermozyklen) unterzogen. Ein Zyklus bestand aus zwei Temperaturwechselbelastungen. Daraus ergab sich die Summe von insgesamt

75.000 Temperaturwechselbelastungen in 150 Tagen. Die Verweildauer in jedem Bad betrug 30 Sekunden. Die Transferzeit zwischen beiden Bädern betrug hierbei 6 Sekunden. Die Gruppen wurden dabei zu jeweils 8 Proben in einem mit Löchern versehenen Kasten gelagert, in den das Wasser der Bäder ein- und ausfließen konnte.

## 2.6 Prüfung der Verbundfestigkeit

Um die Verklebung zu lösen und die Verbundfestigkeit des Klebeverbundes zu bestimmen, erfolgte nach entsprechender Lagerbedingung der Zugtest in axialer Richtung nach DIN 53288 (Lösen der Klebung mittels Zugkraft axial senkrecht zur verklebten Fläche). Dabei wurde der verklebte Probekörper in eine spezielle Abzugsvorrichtung einer Universalprüfmaschine (Zwick Z 010-TN2A, ZwickRoell, Ulm, D, Abb. 13 und 14) eingespannt. Die Abzugsvorrichtung ermöglichte einen Abzug orthogonal zur Klebefläche. Eine Kette diente hierbei als Aufhängung, um drehmomentfrei und ohne Torsionsgefahr des Probekörpers den Abzug zu gewährleisten. Bei einer Zuggeschwindigkeit von 2 mm/min erfolgte die Belastung bis zum Versagen der Verklebung [29]. Die ermittelten Maximalwerte wurden in MPa ( $\text{MPa} = \text{N}/\text{mm}^2$ ) mit einem Computerprogramm (testXpert II, ZwickRoell, Ulm, D) erfasst.



Abbildung 13: Detaildarstellung der Abzugsvorrichtung.



Abbildung 14: Universalprüfmaschine Zwick Z 010-TN2A mit eingespanntem Probekörper.

## 2.7 Statistische Auswertung

Die statistische Auswertung erfolgte in Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Wille in der Abteilung für Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel mit der Software SPSS Statistics (IBM, Armonk, NY, USA). Mittelwerte, Standardabweichungen und Medianwerte der Versuchsgruppen wurden statistisch deskriptiv errechnet (Tab. 4). Die Normalverteilung der Ergebnisse wurde mit einem Shapiro-Wilk-Test bestimmt. Um mögliche signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Gruppen festzustellen, wurde der Kruskal-Wallis-Test durchgeführt. Bei einzelnen Gruppen lag keine Normalverteilung vor, sodass paarweise Vergleiche mittels Mann-Whitney-U-Test ( $\alpha=0,05$ ) und einer Bonferroni-Holm-Korrektur für multiple Tests durchgeführt wurden. Die deskriptive Darstellung der Verbundfestigkeit erfolgte durch Boxplots. Der Medianwert markiert dabei die 50%-Grenze der gemessenen Werte, die Unterteilung der Box erfolgt dadurch in zwei Hälften. Die Versuchsgruppen unterscheiden sich durch zwei Faktoren, die verwendeten Adhäsivsysteme (vier Kategorien) sowie der Lagerungsbedingungen bis zum Zugversuch (zwei Kategorien).

## **2.8 Lichtmikroskopische Bruchflächenanalyse**

Der Bruchmodus jedes Probekörpers wurde unter einem Stereomikroskop (Wild Makroskop M 420, Heerbrugg, D) mit 25-facher Vergrößerung untersucht und prozentuale Mittelwerte zur Gesamtklebefläche bestimmt. Die Auswertung erfolgte hierbei durch ein Fadenkreuz innerhalb des Mikroskops, durch das visuell die Bruchfläche analysiert wurde. Es wurden drei Bruchmodi unterschieden: Ein adhäsives Versagen lag vor, wenn sich der Kleber von der Dentinprobe gelöst hatte. Kleber- oder Kompositreste auf dem Probekörper wurden einem kohäsiven Versagen zugeordnet. Separat wurde ein dritter Bruchmodus festgelegt, wenn es zu einem kohäsiven Versagen innerhalb des Dentins kam. Die Ergebnisse wurden gemittelt und in einem Säulendiagramm zusammengefasst (Abb.16).

## **2.9 Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse**

Um ein genaueres Bild der Bruchflächen zu erhalten, wurden jeweils zwei Probekörper aus jeder Testgruppe mit einem Rasterelektronenmikroskop (XL 30 CP, Philips, Kassel, D) begutachtet. Die ausgewählten Proben wurden mit einem Sputter Coater (Leica EM QSG 100, Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, D) mit einer Schicht von 15 nm aus Gold leitfähig gemacht. Bei einer Beschleunigungsspannung von 10-15 kV erfolgte eine Bildgebung mit 65-, 125-, 250-, 500- und 1000-facher Vergrößerung.

### 3. Ergebnisse

#### 3.1 Verbundfestigkeit des adhäsiven Verbundes

Die Verbundfestigkeiten der Testgruppen sind in Tabelle 4 beschrieben und werden in Abbildung 15 mittels Boxplotdarstellung visualisiert. Nach 3 Tagen betrug der Median 18,8 bis 29,1 MPa. Nach der 150 Tagen betrug der Median zwischen 14,7 und 25,6 MPa. Im gesamten Zeitraum fielen keine Proben spontan auseinander.

Tabelle 4: Mittelwerte, Standardabweichungen (SD) und Mediane der Zugfestigkeit der einzelnen adhäsiven Befestigungssysteme zu Dentin in MPa. Statistisch unterschiedliche Medianwerte ( $p \leq 0,05$ ) werden durch unterschiedliche hochgestellte Großbuchstaben innerhalb der Spalte angegeben (gleiche Art der Lagerungsbedingungen). Gleiche tiefgestellte Kleinbuchstaben zeigen keinen statistisch signifikanten Unterschied innerhalb der Zeile an (gleiches Adhäsivsystem).

Gruppe	Befestigungs- komposit	Primer/ Adhäsiv	3 Tage		150 Tage	
			Median	Mean ± SD	Median	Mean ± SD
<b>P21</b>	Panavia 21	ED Primer	18,8 <sup>B<sub>a</sub></sup>	19,2 ±2,7	14,7 <sup>B<sub>a</sub></sup>	15,4 ±2,5
<b>PV5</b>	Panavia V5	Tooth Primer	26,5 <sup>A<sub>a</sub></sup>	27,6 ±5,0	23,8 <sup>A<sub>a</sub></sup>	25,7 ±4,2
<b>VE</b>	Variolink Esthetic	Adhese Universal	27,6 <sup>A<sub>a</sub></sup>	28,1 ±3,5	24,3 <sup>A<sub>a</sub></sup>	23,7 ±2,5
<b>RXU</b>	RelyX Ultimate	Scotchbond Universal	29,1 <sup>A<sub>a</sub></sup>	28,9 ±3,5	25,6 <sup>A<sub>a</sub></sup>	25,5 ±2,7



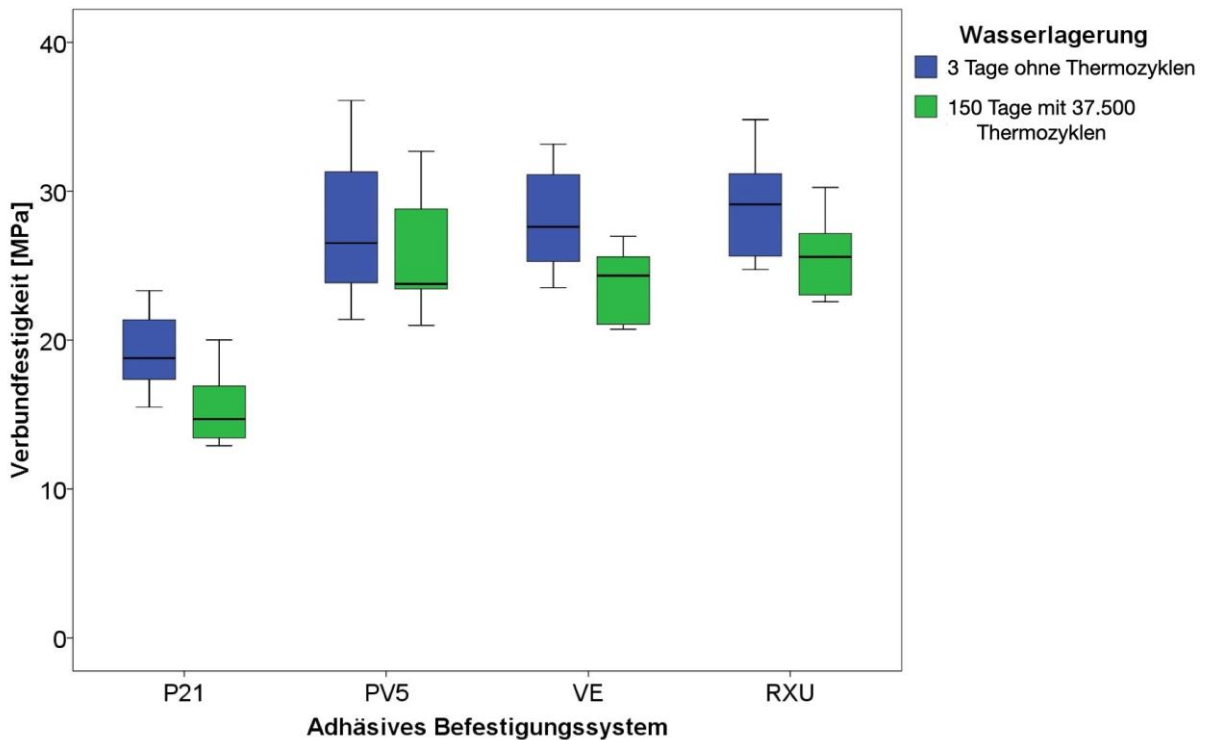


Abbildung 15: Boxplotdarstellung der Verbundfestigkeitswerte der vier Adhäsivsysteme der 3- und der 150-Tages-Serien. Der Median ist als schwarze Linie innerhalb der Box dargestellt und trennt das obere vom unteren Quartil. Das Minimum und Maximum der Messwerte sind als Whisker dargestellt. Es gibt keine Ausreißer. Die unsymmetrische Verteilung mancher Boxplots deutet bereits auf eine nicht normale Verteilung der Messwerte hin.

### 3.2 Statistische Auswertung

Aus dem Studiendesign ergaben sich zwei unterschiedliche Parameter. Die verwendeten Adhäsivsysteme (4) und die Lagerungsbedingung (2). In Bezug auf die Normalverteilung ergab der Shapiro-Wilk-Test, dass die Daten mehrerer Gruppen nicht normal verteilt waren. Daher wurden die Daten mit dem non-parametrischen Kruskal-Wallis-Test statistisch ausgewertet, um mögliche signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Gruppen festzustellen. Da in den Gruppen keine Normalverteilung vorlag, erfolgten paarweise Vergleiche mittels Mann-Whitney-U-Test ( $\alpha=0,05$ ) und einer Bonferroni-Holm-Korrektur für multiples Testen.

Die Ergebnisse der Zugfestigkeit aller Gruppen und ihre statistische Analyse sind in Tabelle 4 dargestellt. Die dualpolymerisierenden adhäsiven Befestigungssysteme zeigten eine statistisch signifikant höhere Verbundfestigkeiten als die der Kontrollgruppe mit dem autopolymerisierenden adhäsiven Befestigungssystem ( $p \leq 0,05$ ). Die künstliche Alterung mit Temperaturwechselbelastungen hatte keinen

statistisch signifikanten Einfluss auf die Zugfestigkeit der vier getesteten Befestigungskomposite ( $p > 0,05$ ).

### 3.3 Bruchflächenanalyse

#### 3.3.1 Lichtmikroskopische Auswertung

Die lichtmikroskopische Auswertung der Bruchflächen und den entsprechend zugeordneten Bruchmodi ist in Abbildung 16 dargestellt. Der Bruchmodus war für das autopolymerisierende Befestigungssystem hauptsächlich adhäsiv, während er für die dualpolymerisierenden Befestigungssysteme hauptsächlich kohäsiv war. Außerdem konnte dem autopolymerisierenden Befestigungssystem kein kohäsiver Bruchmodus im Dentin zugeordnet werden. Die anderen Gruppen zeigten eine begrenzte Anzahl von kohäsivem Versagen innerhalb des Dentins.

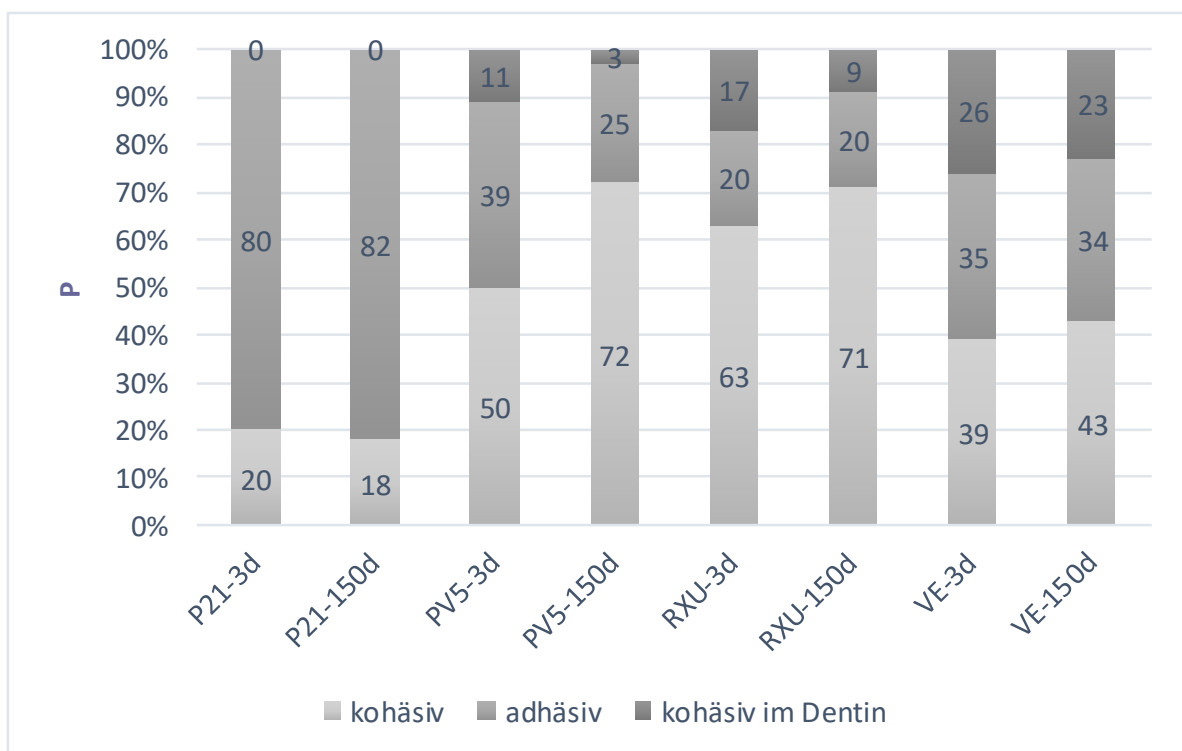


Abbildung 16: Grafische Darstellung der Verteilung des Bruchmodus der Testgruppen nach 3 und 150 Tagen (d) der Klebefläche in Prozent.

### 3.3.2 Rasterelektronenmikroskopische Auswertung

Ausgewählte Aufnahmen der rasterelektronenmikroskopischen Auswertung sind in den Abbildungen 17 und 18 dargestellt. Eine Analyse repräsentativer Proben ergab teilweise Abweichungen von der lichtmikroskopischen Auswertung. Dabei fielen vor allem Reste des Befestigungskomposits auf.

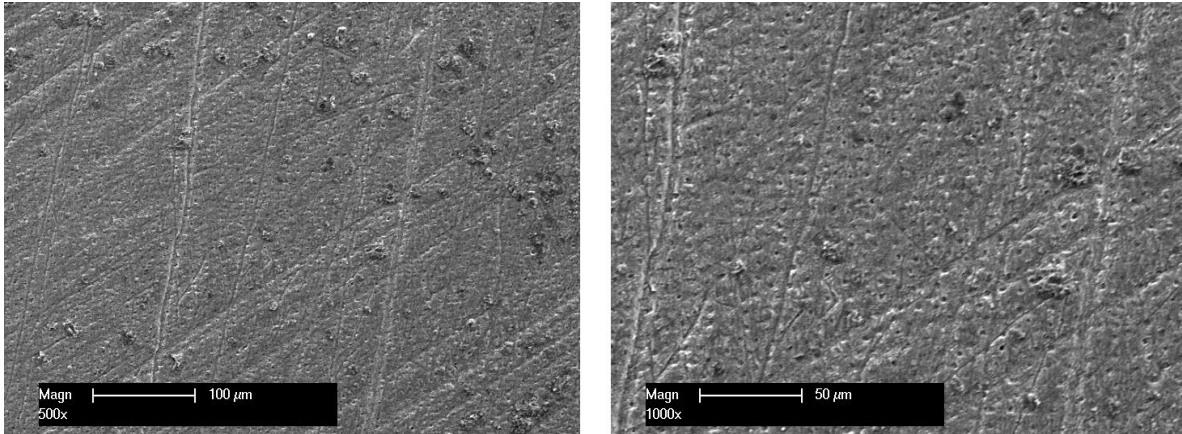


Abbildung 17: Eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer beispielhaften Probe P21 nach 150 Tagen mit geringer Vergrößerung (500x) und hoher Vergrößerung (1000x) zeigt Rillen durch das Schmirgelpapier und freigelegte Dentintubuli, was auf ein adhäsives Versagen hindeutet.

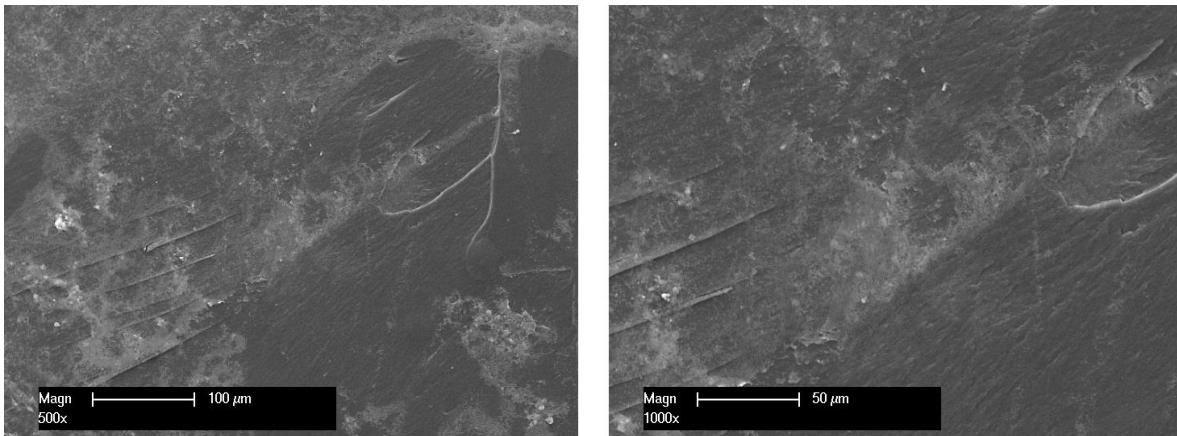


Abbildung 18: Eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme einer beispielhaften Probe RXU nach 150 Tagen mit geringer Vergrößerung (500x) und hoher Vergrößerung (1000x) zeigt Reste des adhäsiven Befestigungskomposits, es sind keine Dentintubuli erkennbar. Dies deutet auf ein kohäsives Versagen im adhäsiven Befestigungssystem hin.

## **4. Diskussion**

### **4.1 Diskussion der Methodik**

#### **4.1.1 Vorbereitende Maßnahmen der Dentinproben**

Alle Dentinproben für diese Studie waren humanen Ursprungs und entstammten kariesfreien Weisheitszähnen. Die Zähne wurden direkt nach der Extraktion in einem mit 0,1%-iger Thymollösung gefüllten, geschlossenem Gefäß in einem Kühlschrank bei circa 4 °C gelagert [22, 52, 60]. Dabei verhinderte die Thymollösung eine Dehydration der Zahnsubstanzen sowie eine potenzielle Keimvermehrung. Alle extrahierten Zähne wurden innerhalb von zwei Wochen verarbeitet und verklebt, um mögliche Streuungen der Verbundwerte durch Lagerungsunterschiede nach Extraktion zu vermeiden. Eine Beeinträchtigung der Zugfestigkeit des Klebeverbundes durch Thymollagerung war nicht zu erwarten. In einer Studie konnte nachgewiesen werden, dass weder die Lagerung in einer Thymollösung, noch in destilliertem Wasser Auswirkungen auf den Klebeverbund zu Dentin haben [52]. Zudem wurden die Dentinproben vor der Verklebung für einen Tag in destilliertem Wasser gelagert, um die Kontamination mit Thymol zu entfernen.

Um Streuungen der Verbundwerte durch unterschiedliche Entnahmestellen zu verhindern, wurden die späteren Klebeflächen immer aus dem Bereich approximaler Flächen entnommen. Es wurde dabei stets oberflächliches Dentin verwendet, da die unterschiedliche Präparation der Dentintiefe oder unterschiedliche Entnahmestellen die Verbundfestigkeit beeinflussen können [16, 44, 81, 84].

Durch die Schnittführung mit beschriebener Säge (siehe 2.3.1 Dentinproben ) konnte eine plane Oberfläche geschaffen werden, um auftretende Polymerisationsspannungen zu verhindern [15].

In den Vorversuchen hatte sich gezeigt, dass die Verklebung möglicherweise durch die Schichtstärke der Dentinproben beeinflusst wird. Eine zu dünne Schichtstärke (1,5-2 mm) erwies sich als negativ für den Klebeverbund während des Abzugs. Es könnte sein, dass hohe Kräfte eine Verformung der Dentinproben ausgelöst haben und so Stress an der Grenzfläche zwischen Adhäsivsystem und Dentin verursacht haben. Deshalb wurde die Schichtstärke der Probekörper verdoppelt (3,5-4,0 mm).

Durch die einheitlich größere Schichtstärke konnten die beobachteten starken Streuungen in den Vorversuchen in den Hauptversuchen verringert werden.

Die Dentinproben wurden zudem in einem Messingring mit einer Höhe von 4 mm, einem Außendurchmesser von 15,0 mm und eine Stärke von 1,3 mm eingebettet. Durch den Ring sollten die Proben während der Verklebung senkrecht zum Tubus ausgerichtet werden und beim Abzug zusätzlich stabilisiert werden. Dazu wurden die Proben mittels Luxatemp Star eingebettet. Eine einheitliche Schichtstärke und Parallelität der Oberflächen konnten dadurch sichergestellt werden. Dennoch vorhandene Unebenheiten wurden durch das Silikonpad der Klebevorrichtung ausgeglichen [27]. Es ist jedoch nicht gänzlich auszuschließen, dass Schwankungen durch die Qualität der Probekörper trotz einer sorgfältigen standardisierten Vorbereitung der Dentinproben zu Streuungen der Messdaten geführt haben könnten.

#### **4.1.2 Auswahl der Methodik, Verklebung und Belastung**

Um den Verbund adhäsiver Systeme zu diversen Materialien zu untersuchen, gibt es unterschiedliche Methoden [9]. Diese sind im Wesentlichen der Scherversuch, der axiale Zugtest und im Mikrozugtest. Die Zugfestigkeit kann am besten im axialen Zugtest bestimmt werden, da mittels Scherversuch hauptsächlich die kohäsive Eigenfestigkeit des Befestigungskomposits gemessen wird [12, 37]. Der Mikrozugtest unterscheidet sich vom konventionellen Zugtest dadurch, dass aus einem oder auch mehreren Dentinprobekörpern eine bestimmte Anzahl kleinerer 0,25-1,0 mm<sup>2</sup> großer Stücke heraus geschnitten werden [9, 46]. Somit fließen in die Auswertung lediglich die Messergebnisse eines oder weniger Probekörper ein. Bei der Prüfung des Klebeverbundes im konventionellen Zugtest wird für jede Verklebung ein eigener individueller Probekörper benutzt, sogenannte unabhängige Stichproben. Nachteilig ist jedoch die schlechte Vergleichbarkeit mit anderen Studien, da hierbei die Probengröße oder der Durchmesser der Klebefläche unterschiedlich ausfallen können. In dieser Studie wurde für die Überprüfung des Klebeverbundes der konventionelle axiale Zugtest verwendet, da er als geeignete Methode etabliert ist, um den Verbund adhäsiver Befestigungssysteme zu testen [3, 27].

Ein während der Verklebung stetig gleichbleibender Anpressdruck ist von hoher Bedeutung [80]. Ein wechselnder Anpressdruck kann die Filmdicke des adhäsiven Befestigungskomposits verändern und damit zu Schwankungen der Messergebnisse

führen [80]. Durch die speziell angefertigte Verklebeapparatur konnte ein stets gleicher Anpressdruck von 750 g gewährleistet werden.

Eine mögliche Fehlerquelle bei der Konditionierung der Dentinproben mit den systemspezifischen Primern/Adhäsiven könnte die Trocknung durch einen Luftstrom gewesen sein. Eine Übertrocknung vor dem Auftragen des Primers/Adhäsivs könnte zum Kollabieren der Kollagenfasern führen [47]. Ebenso könnte sich ein vermindertes verblasen negativ auswirken, wodurch eine zu feuchte Oberfläche hätte entstehen können [66]. Selbstätzende Adhäsivsysteme sind jedoch gegenüber erhöhter Trocknung oder Feuchtigkeit weniger sensitiv, solange diese korrekt appliziert werden [31, 50]. Diese Fehlerquellen sind vom Anwender abhängig. Um diese Fehlerquellen so gering wie möglich zu halten, wurden mehrere Vorkehrungen getroffen. Der standardisierte und in einem kontrollierten Laborumfeld durchgeführte Versuch schaffte gute Rahmenbedingungen für ein wiederholbares Verfahren. Alle Maßnahmen wurden nach einem festen Zeitplan und unter sekundengenauer zeitlicher Erfassung aller Verarbeitungsschritte durchgeführt.

Eine eventuelle Kontamination unter klinischen Bedingungen am Patienten mit Speichel oder Blut, die den Haftverbund negativ beeinflusst hätten [57], konnte im Labor ausgeschlossen werden. Der Anwender trug zudem eine Lupenbrille, um ideale Sichtverhältnisse zu gewährleisten. Vor jeder definitiven Verklebung wurden Probeverklebungen in Vorversuchen durchgeführt. Der Behandler konnte sich dadurch mit dem Vorgehen eines jeden adhäsiven Befestigungssystems vertraut machen und es konnte ein einheitlicher Ablauf für jede Gruppe eingeübt werden. Dennoch können mögliche Streuungen der Messergebnisse durch Fehler des Anwenders nicht gänzlich ausgeschlossen werden.

Um die Dentintubuli und das darin vorhandene Kollagen mit den Monomeren zu infiltrieren, muss eine systemspezifische Einwirkzeit berücksichtigt werden. Wird eine korrekte Infiltration gewährleistet, bewirkt dies die Bildung einer stabilen Hybridschicht [25, 42, 49]. Die Einwirkzeit der Primer/Adhäsive der dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme wird von den Herstellern mit 20 Sekunden angegeben. Der Hersteller des autopolymerisierenden Adhäsivsystems empfiehlt, den Primer für 60 Sekunden einwirken zu lassen. Fehler bei den Einwirkzeiten konnten ausgeschlossen werden, da mittels einer Stoppuhr stets die Einwirkzeiten gemessen wurden und dadurch eine Unter- oder Überschreitung vermieden wurde.

Eine potenzielle Fehlerquelle könnte auch im Anmischvorgang des Primers des autopolymerisierenden Adhäsivsystems liegen. Die Primer/Adhäsive der dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme müssen nicht mehr miteinander vermischt werden, da sie in einer Flasche (single-bottle adhesives) geliefert werden. Der Primer des autopolymerisierenden Adhäsivsystems wird durch die Vermischung durch jeweils einen Tropfen aus Flasche A und B aktiviert. Da bei der Vermischung genau darauf geachtet wurde, dass das Mischungsverhältnis eingehalten wurde, sind Streuungen in den Ergebnissen eher unwahrscheinlich, aber nicht gänzlich auszuschließen.

Klinisch sind Restaurationen stets den lokalen Bedingungen der Mundhöhle ausgesetzt. Zum einen Speichel und zum anderen Temperaturunterschiede während der Nahrungsaufnahme [39]. In einer Laborstudie lassen sich diese Bedingungen mit Temperaturwechselbelastungen simulieren und die Beständigkeit des Klebeverbundes überprüfen [28]. Der Temperaturbereich der Bäder entsprach dabei 5 °C und 55 °C bei einer Verweildauer von jeweils 30 Sekunden. Dieser Versuchsaufbau ist vergleichbar mit dem anderer Studien [17, 23, 26, 48, 79].

Die Temperaturwechselbelastung ist dabei eine gängige Methode, um in einer Laborstudie thermalen Stress an der Klebefuge zu simulieren [28, 56, 78]. Die Verweildauer der Probekörper im Wasser mit abwechselnder Temperaturwechselbelastung wurde in dieser experimentellen Studie auf 150 Tage festgelegt. In einer Laborstudie simulieren längere Lagerungszeiten in Wasser ebenfalls Bedingungen der Mundhöhle und können durch Wasserabsorption den Klebeverbund schwächen [28].

Für einen erfolgreichen adhäsiven Verbund ist die Beständigkeit gegenüber Hydrolyse und Temperaturunterschieden über die Zeit von großer Wichtigkeit. Für die Testung einer Hydrolysebeständigkeit muss sich eine vollständige Wassersättigung während des Lagerungszeitraums erzielen lassen, weswegen 150 Tage Lagerungszeit gewählt wurden [11]. Während des gesamten Zeitraums der künstlichen Alterung sollte eine Wasserbedeckung der Grenzfläche zwischen Adhäsiv und Zahnhartsubstanz vorliegen, damit eine vollständige Sättigung mit Wasser möglich ist [2, 13, 36, 58].

Mit einer justierbaren Abzugsvorrichtung wurde der axiale Zugtest durchgeführt. Eine Kettenaufhängung ermöglichte dabei die momentfreie Selbstjustierung senkrecht

zum Probekörper [27]. Nicht axiale Kräfte konnten dadurch ausgeschlossen werden. Eine Studie konnte zeigen, dass eine Dehydratation des gesamten Probekörpers zur Abnahme der Verbundfestigkeit im axialen Zugtest führen kann, wenn der Probekörper zu lange außerhalb von Wasser gelagert wird [10]. In dieser Laborstudie wurde darauf geachtet eine Dehydratation der Dentinprobekörper stets zu vermeiden, in dem diese zu jedem Zeitpunkt nass gelagert wurden. Die Probekörper einer Gruppe wurden dabei unmittelbar aus dem Wasserbad entnommen und unverzüglich in die Abzugsvorrichtung eingespannt.

### **4.1.3 Limitationen**

Bei der durchgeführten Untersuchung handelt es sich um eine Laborstudie, die nicht alle In-vivo-Verhältnisse der Mundhöhle simulieren konnte.

Zu den natürlichen Belastungen des Klebeverbundes zwischen der Zahnhartsubstanz und einer Restauration zählt auch die Kaubelastung bei der Nahrungsaufnahme und -zerkleinerung. Statt einem axialen Zugtest könnten weitere Studien die Verbundfestigkeit in einem Kausimulator untersuchen und somit weitere Aussagen zur Langzeitbeständigkeit unter mastikatorischem Stress getroffen werden.

In dieser Studie wurde die Verbundfestigkeit der vier adhäsiven Befestigungssysteme gegenüber chemischer (Wasser) als auch durch physikalischer (Temperatur) Belastungen getestet. Ein weiterer chemischer Faktor stellt jedoch auch ein durch die Nahrungs- und Flüssigkeitsaufnahme wechselnder pH-Wert dar. Ein wechselnder oder saurer pH-Wert könnte weitere Ergebnisse zur Verbundfestigkeit liefern, da er die Klebefuge zusätzlich belastet [38]. Ein weiterer Faktor, der die Verbundfestigkeit beeinflusst, aber in dieser Laborstudie keine Berücksichtigung fand, wäre ein simulierter Pulpendruck, wie bereits in anderen Studien gezeigt werden konnte [19, 32].

Letztlich ist die klinische Langzeitbeständigkeit unter allen aufgeführten oralen Einflüssen nicht ausreichend erforscht. Um genauere Aussagen zur Langzeitbeständigkeit treffen zu können, sind klinische Studien nötig.



## 4.2 Diskussion der Ergebnisse

### 4.2.1 Einfluss des adhäsiven Befestigungssystems

Die erste Null-Hypothese, dass statistisch kein Unterschied zwischen den adhäsiven Befestigungssystemen zu Dentin besteht, muss zurückgewiesen werden. Die Gruppe des autopolymerisierenden Adhäsivsystems zeigte im Vergleich zu den dualpolymerisierenden Adhäsivsystemen signifikant geringere Haftkräfte im axialen Zugtest zu Dentin. Die gemessenen Haftkräfte von P21 (14,7 bis 18,8 MPa) sind vergleichbar mit den Ergebnissen zuvor durchgeführter Studien (13,8 bis 17,1 MPa) [30, 53, 54]. Die Gruppen der dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme zeigten signifikant höhere Haftkräfte (23,8 bis 29,1 MPa), auch diese Ergebnisse liegen im Bereich anderer Studien [33, 35, 63, 64].

Die geringeren Messergebnisse des autopolymerisierenden Adhäsivsystems gingen mit einem erhöhten adhäsiven Versagen der Probekörper einher. Die höheren Messergebnisse der dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme gingen hingegen mit einem erhöhten kohäsiven Versagen innerhalb des Befestigungskomposits, des Füllmaterials oder des Dentins einher. Die höheren Haftkräfte der dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme zu Dentin überstiegen hierbei die Eigenfestigkeit des verwendeten Befestigungskomposits [5, 16, 32, 81, 82]. Ein kohäsives Versagen steigt mit wachsenden Haftkräften im axialen Zugversuch und wurde bereits in anderen Studien beobachtet [5, 16, 32, 81, 82].

Innerhalb der Limitationen dieser Studie kann also die Aussage getroffen werden, dass die dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme dem autopolymerisierenden Adhäsivsystem in Bezug auf die Haftkraft zu Dentin überlegen sind.

Ein möglicher Grund für die Ergebnisse könnte mit der Zusammensetzung der unterschiedlichen Primer als auch den adhäsiven Befestigungskompositen in Zusammenhang stehen. Die Eigenschaften von selbstätzenden Primern/Adhäsiven werden durch wichtige Komponenten wie die sauren Monomere bestimmt [75].

Wie aus Tabelle 3 zu entnehmen ist, besitzen alle Primer/Adhäsive als Bestandteil das saure Monomer MDP. MDP schafft dabei eine chemische Verbindung zu Hydroxylapatit durch die Bildung schwer löslicher Calcium-Salze [83]. Die Haftkräfte zu Dentin von selbstätzenden Primern/Adhäsiven mit MDP sind solchen ohne MDP

überlegen [24, 70]. Eine Gemeinsamkeit, die alle getesteten Primer/Adhäsive haben, ist das Vorhandensein von MDP und HEMA (2-Hydroxyethylmethacrylat).

HEMA ist ein Methacrylat-Monomer. Durch seine polaren Eigenschaften verbessert es die Möglichkeit des Adhäsivs, demineralisiertes Dentin zu benetzen und mit Monomeren zu penetrieren [72]. Die Konzentration von HEMA in Einschritt-Adhäsivsystemen scheint dabei von wichtiger Bedeutung zu sein, da zu hohe Konzentrationen (über 10 %) zu einer Tröpfchenbildung durch gesteigerte Osmose an der Grenzfläche führen können, was in einem reduzierten adhäsiven Verbund münden könnte [72]. Der Hersteller des autopolymerisierenden Adhäsivsystems gibt die Konzentration von HEMA mit circa 30-50 % an. Die Konzentrationen der anderen Primer/Adhäsive werden jedoch unterschiedlich angegeben (RXU: 15-25 %; PV5: 25-50 %; VE: 10-25 %)

Die Werte zeigen, dass der ED Primer von P21 und der Tooth Primer von PV5 beide höhere Konzentrationen von HEMA aufweisen. Die Konzentrationen von Scotchbond Universal des Systems RXU und Adhese Universal des Systems VE enthalten geringere Konzentrationen. Dennoch scheinen die Verbundwerte unter den drei dualpolymerisierenden Adhäsivsystemen durch die teilweise unterschiedliche Konzentration von HEMA nicht beeinflusst worden zu sein. Der Unterschied in der Konzentration von HEMA kann also kein Grund dafür sein, dass die Verbundwerte bei dem autopolymerisierenden Adhäsivsystem signifikant schlechter ausfallen als bei den dualpolymerisierenden Adhäsivsystemen.

Die Primer/Adhäsive unterscheiden sich jedoch durch den Inhaltstoff Campherchinon als Photoinitiator. Dieser Photoinitiator dient der lichtaktivierten Polymerisation des Primers/Adhäsives. Die Anwesenheit eines Photoinitiators im Primer/Adhäsiv kann jedoch nicht alleine ursächlich für die unterschiedlichen Haftkräfte sein. Der Primer des dualpolymerisierenden Adhäsivsystems PV5 besitzt ebenso keinen Photoinitiator wie der mit geringeren Haftkräften gemessene Primer des autopolymerisierenden Adhäsivsystems P21.

Ein möglicher Erklärungsversuch der unterschiedlichen Haftkräfte liegt in der Betrachtung der pH-Werte der einzelnen Primer/Adhäsive. Dabei ist ein niedriger pH-Wert unerlässlich, um eine ausreichende Demineralisation der Zahnhartsubstanz zu ermöglichen. Der pH-Wert des Primers des autopolymerisierenden Adhäsivsystems P21 wird vom Hersteller mit 3,0 angegeben. Die pH-Werte der Primer/Adhäsive der

dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme werden dagegen von den Herstellern mit 2,0 (PV5) und 2,7 (VE und RXU) angegeben. Damit können die pH-Werte in eine entsprechende Einteilung von van Meerbeek et al. [73, 75] eingegliedert werden. Ein milder pH-Wert liegt bei  $\text{pH} \approx 2,0$  vor, ein ultra-milder bei  $\text{pH} \geq 2,5$ . Ein milder selbstätzender Primer entfernt teilweise die Schmierschicht und bildet anschließend eine dünne Hybridschicht. Das gelöste Hydroxylapatit aus den Zahnhartsubstanzen kann dann chemisch über Calcium-Ionen an die funktionellen Monomere binden [21, 83]. Demgegenüber legen ultra-milde selbstätzende Primer nur oberflächliches Dentin frei und bilden dabei eine nur nanometerdicke Interaktionszone [21]. Obwohl die Hybridschicht von großer Wichtigkeit für den erfolgreichen Verbund zu sein scheint, ist die Dicke der Hybridschicht und damit eine einhergehende Beziehung mit den Haftkräften immer noch unklar [25, 49]. Damit lässt sich vermuten, dass der milde pH-Wert des Primers des autopolymerisierenden Adhäsivsystems zumindest mitverantwortlich für die geringeren gemessenen Haftkräfte zu Dentin sein kann.

In anderen Studien wurden zwischen Ein-Flaschen-Adhäsiven (single-bottle adhesives) und autopolymerisierenden sowie dualpolymerisierenden Befestigungskompositen Inkompatibilitäten festgestellt [55, 67]. Diese beobachteten Inkompatibilitäten traten dabei ausschließlich im autopolymerisierenden Modus auf. Dabei kam es durch die enthaltenen sauren Monomere des Primers/Adhäsives zu einer Extraktion von wichtigen Aminen aus dem Redox-Initiator-System des Befestigungskomposits [55, 67]. Die tertiären Amine sind dabei von großer Wichtigkeit für das Redox-Initiator-System und damit für die Polymerisation des Befestigungskomposits. Eine Abnahme dieser Amine führt zu einer geringen Polymerisation an der Grenzfläche zwischen Primer/Adhäsiv und dem Befestigungskomposit. Dies könnte eine zusätzliche Erklärung für die geringeren Haftkräfte des autopolymerisierenden Adhäsivsystems sein [55, 67].

Ein weiterer Erklärungsversuch könnte das Vorhandensein des sauren Monomers MDP im Befestigungskomposit des autopolymerisierenden Systems sein. Eine Aussage, ob MDP ebenfalls zu einer Reduzierung der Amine im Befestigungskomposit beigetragen haben könnte, kann an dieser Stelle nicht sicher getroffen werden. In der Studie von Tagami et al. [63] konnte jedoch ein ähnliches Ergebnis für ein MDP enthaltendes Befestigungskomposit beobachtet werden.

In anderen Studien wurde bereits darüber diskutiert, dass eine langsame Autopolymerisation des adhäsiven Befestigungssystems zu Problemen im adhäsiven Verbund führen kann. Indem Flüssigkeit aus den Dentintubuli zur Grenzfläche zwischen Hybridschicht und Dentinoberfläche aufsteigt und Wassertröpfchen bildet, könnte eine Polymerisation verhindert werden und der adhäsive Verbund geschwächt werden [55, 65, 71, 82]. Auch dies könnte zu den geringeren Haftkräften des autopolymerisierenden Adhäsivsystems geführt haben. Lührs et al. [34], Tagami et al. [63] und van Landuyt et al. [71] haben bereits beschrieben, dass eine schnellere Polymerisationsreaktion der dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme durch die zusätzliche Aktivierung des Photoinitiators eine initiale Diffusion von Flüssigkeit verhindert oder zumindest reduziert haben könnte. Dies könnte zu höheren Haftkräften zu Dentin geführt haben. Der geringere Anteil adhäsiven Versagens bei den dualpolymerisierenden Adhäsivsystemen könnte somit ebenfalls erklärt werden.

Ein weiterer Unterschied zwischen dem autopolymerisierenden Adhäsivsystem und den dualpolymerisierenden Adhäsivsystemen ist die Verwendung verschiedener katalytischer Systeme im Befestigungskomposit. Das autopolymerisierende Adhäsivsystem bindet über ein binäres, während die dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme über ein ternäres katalytisches System abbinden. Eine vollständige Polymerisation der dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme durch Licht könnte im Zentrum der Klebefläche durch die Opazität des Füllmaterials im Plexiglastubus nicht stattgefunden haben [63], sodass hier nur ein chemischer Abbindevorgang stattgefunden haben könnte. Der chemische Abbindevorgang in einer Wärmekammer bei 37 °C ermöglichte dabei eine vollständige Polymerisation. Das ternäre katalytische System der dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme könnte sich damit zusätzlich positiv auf die Haftkräfte zu Dentin ausgewirkt haben.

#### **4.2.2 Einfluss der Lagerung und Temperaturwechselbelastung**

Die zweite Nullhypothese, dass eine künstliche Alterung durch Langzeitlagerung und Temperaturwechselbelastung in Wasser keinen signifikanten Einfluss auf die Langzeitbeständigkeit des adhäsiven Haftverbundes zu Dentin besitzt, konnte bestätigt werden. Bei allen getesteten adhäsiven Befestigungssystemen konnte kein signifikanter Einfluss der hydrolytischen Lagerungsbedingungen oder der Temperaturwechselbelastungen während des geprüften Zeitraumes auf die

Verbundfestigkeit festgestellt werden. In anderen Untersuchungen konnte im Gegensatz zu dieser Studie eine signifikante Abnahme der Verbundfestigkeit beobachtet werden [58, 78]. Es existieren jedoch auch Studien, die ebenfalls keine signifikante Abnahme der Verbundfestigkeit messen konnten [5, 18, 51, 76]. Ein Grund für Beständigkeit des Verbundes könnte die verbesserte Integration des Smear Layer sein, wodurch eine stabilere Hybridschicht entsteht. Das Ergebnis zeigt sich in einer gegen Temperaturwechsel und Hydrolyse beständigen Grenzfläche, bei der es zu keiner signifikanten Abnahme des Haftverbundes kommt. Auch dieses Ergebnis konnte bereits zuvor beobachtet werden [16]. Nach Rücksprache mit den Herstellern der adhäsiven Befestigungssysteme konnten keine Daten zum Wärmeausdehnungskoeffizienten der Befestigungskomposite verglichen werden, da diese von den Herstellern nicht erhoben wurden. Somit kann keine Aussage über den Einfluss des Wärmeausdehnungskoeffizienten der Befestigungskomposite getroffen werden.

## **5. Fazit**

Es können folgende Schlussfolgerungen gezogen werden:

1. Die drei dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme weisen eine signifikant höhere Verbundfestigkeit zu Dentin auf als das getestete autopolymerisierende Adhäsivsystem. Dualpolymerisierende Adhäsivsysteme mit ihren systemspezifischen Primern/Adhäsiven scheinen einem autopolymerisierenden Adhäsivsystem bezüglich der Verbundfestigkeit überlegen zu sein.
2. Keinen signifikanten Einfluss auf die Beständigkeit der Verbundfestigkeit hatte dabei die künstliche Alterung durch Temperaturwechselbelastungen und 150-tägiger Lagerung in Wasser auf die vier getesteten adhäsiven Befestigungssysteme. Eine Beständigkeit des adhäsiven Verbundes sowohl gegenüber Hydrolyse als auch Stress in Form von Temperaturwechselbelastungen scheint bei allen getesteten adhäsiven Befestigungssystemen gegeben zu sein.

## 6. Zusammenfassung

Die Beständigkeit von Adhäsivsystemen zu Dentin ist von hoher Bedeutung für die Langlebigkeit einer dentalen Restauration. Deswegen sollten neue Adhäsivsysteme präklinisch unter künstlicher Alterung getestet werden, bevor diese klinisch angewendet werden.

In dieser Laborstudie wurde die Verbundfestigkeit von einem etablierten autopolymerisierenden und drei neueren dualpolymerisierenden Adhäsivsystemen zu humanem Dentin untersucht. 64 kariesfreie Weisheitszähne wurden extrahiert, in Scheiben geschnitten und mit einem Messingring eingebettet. Die Prüfkörper wurden dann zufällig in vier Gruppen aufgeteilt. Je 16 dieser Prüfkörper wurden anschließend nach Herstellerangaben mit dem systemspezifischen Primer/Adhäsiv konditioniert und mit einem mit Füllmaterial versehenen Plexiglastubus mit dem entsprechenden Befestigungskomposit verklebt. Dazu wurde eine spezielle Verklebevorrichtung verwendet. Die dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme wurden zusätzlich 20 Sekunden mit einer Polymerisationslampe polymerisiert. Danach wurden alle Prüfkörper in einen Wärmeschrank bei 37 °C für 10 Minuten gelagert. Jede Gruppe wurde dann in Bezug auf die Lagerungsbedingungen zufällig in 2 Untergruppen (n = 8) aufgeteilt, indem Probekörper zufällig aus dem Gruppenbehälter gezogen wurden. Eine Untergruppe wurde 3 Tage in Wasser gelagert, und die andere wurde 150 Tage in Wasser einer künstlichen Alterung mit Temperaturwechselbelastungen ausgesetzt. Den unterschiedlichen Lagerbedingungen folgend, wurde die Haftzugfestigkeit in einer Universalprüfmaschine mit einer speziellen Prüfanordnung gemessen. Die statistische Analyse mittels Shapiro-Wilk-Test ergab, dass die Daten einiger Gruppen nicht normal verteilt waren. Daher wurden die Daten mit dem Kruskal-Wallis-Test statistisch ausgewertet, gefolgt von einem paarweisen Mann-Whitney-Vergleich ( $\alpha=0,05$ ) und einer Bonferroni-Holm-Korrektur für multiple Vergleiche. Die Ergebnisse zeigten, dass die drei dualpolymerisierenden Adhäsivsysteme eine höhere Verbundfestigkeit zu Dentin aufwiesen als das autopolymerisierende Adhäsivsystem. Die künstliche Alterung durch Temperaturwechselbelastungen und 150-tägige Lagerung in Wasser hatte dabei keinen signifikanten Einfluss auf die Beständigkeit der Verbundfestigkeit aller vier adhäsiven Befestigungssysteme. Eine klinische Testung der neueren dualpolymerisierenden Adhäsivsystemen scheint gerechtfertigt.

## 7. Summary

The durability of adhesive bonding systems to dentin is of importance for the longevity of dental restorations. Therefore, new adhesive systems should be tested in vitro with long-term artificial aging before clinical application. In this laboratory study, the bond strength of one autopolymerizing and three dual-polymerizing adhesive systems to human dentin was investigated. Sixty-four caries-free human third molars were extracted, prepared to dentin disks and embedded with a brass ring. The specimens were then randomly divided into four groups. Each of these 16 specimens were then conditioned according to the manufacturer with the system-specific primer/adhesive and bonded to an acrylic resin tube filled with an autopolymerizing resin. For this purpose, a special alignment apparatus was used. The dual-polymerizing adhesive systems were additionally polymerized for 20 seconds with a polymerization lamp. Each bonding group was then randomly divided into 2 subgroups (n=8) with respect to the storing conditions by drawing them blindly out of the group container. One subgroup was stored in water for 3 days with no thermocycling, and the other was stored for 150 days with thermocycling.

Following the different storage conditions, the tensile bond strength was evaluated in a universal testing machine using a special test configuration. The statistical analysis with the Shapiro-Wilk test revealed that the data of some groups were not normally distributed. Therefore, the data were statistically evaluated with the Kruskal-Wallis test followed by a pairwise Mann-Whitney comparison ( $\alpha=.05$ ), and a Bonferroni-Holm correction for multiple comparisons was conducted. The results showed that the three tested dual-polymerizing adhesive systems had a higher bond strength to dentin than the autopolymerizing adhesive system. Artificial aging with thermocycling and 150 days of storage in water did not significantly affect the tensile bond strength of any of the tested adhesive resin systems. Clinical testing of the new dual-polymerizing adhesive systems seems warranted.

## 8. Referenzen

- [1] Ahmed MH, Yoshihara K, Mercelis B, Van Landuyt K, Peumans M, Van Meerbeek B. Quick bonding using a universal adhesive. *Clin Oral Investig.* 2020;24:2837-51
- [2] Braden M, Causton EE, Clarke RL. Diffusion of water in composite filling materials. *J Dent Res.* 1976;55:730-2
- [3] Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. *Dent Mater.* 2010;26:38-49
- [4] Brudevold F, Buonocore M, Wileman W. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res.* 1956;35:846-51
- [5] Brunzel S, Yang B, Wolfart S, Kern M. Tensile bond strength of a so-called self-adhesive luting resin cement to dentin. *J Adhes Dent.* 2010;12:143-50
- [6] Calais JG, Söderholm K-JM. Influence of filler type and water exposure on flexural strength of experimental composite resins. *J Dent Res.* 1988;67:836-40
- [7] Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, Van Meerbeek B. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J.* 2011;56:31-44
- [8] Cardoso MV, Yoshida Y, van Meerbeek B. Adhesion to tooth enamel and dentin. A view on the latest technology and future perspectives. In: Roulet J-F, Kappert HF, editors. *Statements Diagnostics and therapy in dental medicine today and in the future.* London: Quintessence Publ. Co. Ltd.; 2009. S. 25-43
- [9] Cardoso PEC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater.* 1998;14:394-8
- [10] Chowdhury A, Saikaew P, Matsumoto M, Sano H, Carvalho RM. Gradual dehydration affects the mechanical properties and bonding outcome of adhesives to dentin. *Dent Mater J.* 2019;38:361-7
- [11] De Munck J, Mine A, Vivan Cardoso M, De Almeida Neves A, Van Landuyt KL, Poitevin A, Van Meerbeek B. Effect of dentin location and long-term water storage on bonding effectiveness of dentin adhesives. *Dent Mater.* 2011;30:7-13
- [12] Della Bona A, Van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res.* 1995;74:1591-6



- [13] Diaz-Arnold AM, Arnold MA, Williams VD. Measurement of water sorption by resin composite adhesives with near-infrared spectroscopy. *J Dent Res.* 1992;71:438-42
- [14] Elkaffas AA, Hamama HHH, Mahmoud SH. Do universal adhesives promote bonding to dentin? A systematic review and meta-analysis. *Restor Dent Endod.* 2018;43:e29
- [15] Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to the configuration of the restoration. *J Dent Res.* 1987;66:1636-9
- [16] Frenzel E, Kern M. Klebeverbund von dual- und autopolymerisierenden, phosphatmonomerhaltigen Kompositklebern zu hochgoldhaltigen Legierungen. Jahrestagung der DGZPW. Berlin: DGZPW; 2000. S. 35-6
- [17] Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999;27:89-99
- [18] Geng Vivanco R, Cardoso RS, Sousa ABS, Chinelatti MA, Vincenti SAF, Tonani-Torrieri R, Pires-de-Souza FCP. Effect of thermo-mechanical cycling and chlorhexidine on the bond strength of universal adhesive system to dentin. *Heliyon.* 2020;6:e03871
- [19] Gernhardt CR, Bekes K, Fechner K, Schaller HG. The influence of human plasma used for in vitro dentin perfusion on microtensile bond strength of 5 self-conditioning dentin adhesives. *Quintessence Int.* 2006;37:429-35
- [20] Giachetti L, Scaminaci Russo D, Bertini F, Pierleoni F, Nieri M. Effect of operator skill in relation to microleakage of total-etch and self-etch bonding systems. *J Dent.* 2007;35:289-93
- [21] Giannini M, Makishi P, Ayres AP, Vermelho PM, Fronza BM, Nikaido T, Tagami J. Self-etch adhesive systems: a literature review. *Braz Dent J.* 2015;26:3-10
- [22] Guan R, Takagaki T, Matsui N, Sato T, Burrow MF, Palamara J, Nikaido T, Tagami J. Dentin bonding performance using Weibull statistics and evaluation of acid-base resistant zone formation of recently introduced adhesives. *Dent Mater J.* 2016;35:684-93
- [23] Güers P, Wille S, Strunskus T, Polonskyi O, Kern M. Durability of resin bonding to zirconia ceramic after contamination and the use of various cleaning methods. *Dent Mater.* 2019;35:1388-96

- [24] Hidari T, Takamizawa T, Imai A, Hirokane E, Ishii R, Tsujimoto A, Suzuki T, Miyazaki M. Role of the functional monomer 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate in dentin bond durability of universal adhesives in etch-&-rinse mode. *Dent Mater J.* 2020;39:616-23
- [25] Hiraishi N, Nishiyama N, Ikemura K, Yau JY, King NM, Tagami J, Pashley DH, Tay FR. Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin. *J Dent Res.* 2005;84:653-8
- [26] Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res.* 2009;88:817-22
- [27] Kern M, Thompson VP. Eine einfache Versuchsanordnung zur universellen Prüfung des Klebeverbundes im axialen Zugtest. *Dtsch Zahnärztl Z.* 1993;48:769-72
- [28] Kern M, Thompson VP. Influence of prolonged thermal cycling and water storage on the tensile bond strength of composite to NiCr alloy. *Dent Mater.* 1994;10:19-25
- [29] Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica-coating of dental alloys: Volume loss, morphology and changes in the surface composition. *Dent Mater.* 1993;9:155-61
- [30] Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. *Dent Mater.* 2000;16:1-6
- [31] Leite M, Costa CAS, Duarte RM, Andrade AKM, Soares DG. Bond strength and cytotoxicity of a universal adhesive according to the hybridization strategies to dentin. *Braz Dent J.* 2018;29:68-75
- [32] Lin J, Mehl C, Yang B, Kern M. Durability of four composite resin cements bonded to dentin under simulated pulpal pressure. *Dent Mater.* 2010;26:1001-9
- [33] Lühns AK, De Munck J, Geurtsen W, Van Meerbeek B. Composite cements benefit from light-curing. *Dent Mater.* 2014;30:292-301
- [34] Lühns AK, Pongprueksa P, De Munck J, Geurtsen W, Van Meerbeek B. Curing mode affects bond strength of adhesively luted composite CAD/CAM restorations to dentin. *Dent Mater.* 2014;30:281-91
- [35] Manfroi FB, Marcondes ML, Somacal DC, Borges GA, Junior LH, Spohr AM. Bond strength of a novel one bottle multi-mode adhesive to human dentin after six months of storage. *Open Dent J.* 2016;10:268-77
- [36] Martin N, Jedynakiewicz N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials.* 1998;19:77-83

- [37] Marx R, Haass C. Zug- oder Schertest. Welcher Test ist für den Verbund Metall/Kunststoff aussagekräftiger? Dtsch Zahnärztl Z. 1992;47:165-8
- [38] Matsui N, Takagaki T, Sadr A, Ikeda M, Ichinose S, Nikaido T, Tagami J. The role of MDP in a bonding resin of a two-step self-etching adhesive system. Dent Mater J. 2015;34:227-33
- [39] Michalesco PM, Marciano J, Grieve AR, Abadie MJ. An in vivo recording of variations in oral temperature during meals: a pilot study. J Prosthet Dent. 1995;73:214-8
- [40] Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Van Ende A, Matsumoto M, Yoshida Y, Kuboki T, Yatani H, Van Meerbeek B. Dentin-smear remains at self-etch adhesive interface. Dent Mater. 2014;30:1147-53
- [41] Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. Dent Mater. 2005;21:895-910
- [42] Nakabayashi N, Ashizawa M, Nakamura M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: Durable bonding to vital dentin. Quintessence Int. 1992;23:135-41
- [43] Nawareg MM, Zidan AZ, Zhou J, Chiba A, Tagami J, Pashley DH. Adhesive sealing of dentin surfaces in vitro: A review. Am J Dent. 2015;28:321-32
- [44] Oilo G, Olsson S. Tensile bond strength of dentin adhesives: a comparison of materials and methods. Dent Mater. 1990;6:138-44
- [45] Pashley DH. Smear layer: overview of structure and function. Proc Finn Dent Soc. 1992;88:215-24
- [46] Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. J Adhes Dent. 1999;1:299-309
- [47] Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. Quintessence Int. 1993;24:618-31
- [48] Pfeiffer P, Marx R. Temperaturbelastung von Adhäsivbrücken und ihre Auswirkung auf die Verbundfestigkeit der Klebeverbindung. Schweiz Monatsschr Zahnmed. 1989;99:782-6
- [49] Reis A, Grandi V, Carlotto L, Bortoli G, Patzlaff R, Rodrigues Accorinte Mde L, Dourado Loguercio A. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin. J Dent. 2005;33:549-59

- [50] Reis A, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Gones OM, Patzlaff R, Loguercio AD. Impact of adhesive application to wet and dry dentin on long-term resin-dentin bond strengths. *Oper Dent*. 2007;32:380-7
- [51] Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent*. 2015;43:765-76
- [52] Rueggeberg FA. Substrate for adhesion testing to tooth structure. Review of the literature. *Dent Mater*. 1991;7:2-10
- [53] Sailer I, Tettamanti S, Stawarczyk B, Fischer J, Hämmerle CH. In vitro study of the influence of dentin desensitizing and sealing on the shear bond strength of two universal resin cements. *J Adhes Dent*. 2010;12:381-92
- [54] Salz U, Zimmermann J, Salzer T. Self-curing, self-etching adhesive cement systems. *J Adhes Dent*. 2005;7:7-17
- [55] Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH. Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater*. 2001;17:542-56
- [56] Sangwichit K, Kingkaew R, Pongprueksa P, Senawongse P. Effect of thermocycling on the durability of etch-and-rinse and self-etch adhesives on dentin. *Dent Mater J*. 2016;35:360-8
- [57] Sattabanasuk V, Shimada Y, Tagami J. Effects of saliva contamination on dentin bond strength using all-in-one adhesives. *J Adhes Dent*. 2006;8:311-8
- [58] Söderholm K-J. Water sorption in bis (GMA)/TEGDM resin. *Dtsch Zahnärztl Z*. 1984;18:271-9
- [59] Souza-Zaroni WC, Seixas LC, Ciccone-Nogueira JC, Chimello DT, Palma-Dibb RG. Tensile bond strength of different adhesive systems to enamel and dentin. *Braz Dent J*. 2007;18:124-8
- [60] Sparrius O, Grossman ES. Marginal leakage of composite resin restorations in combination with dentinal and enamel bonding agents. *J Prosthet Dent*. 1989;61:678-84
- [61] Stamatacos C, Simon JF. Cementation of indirect restorations: an overview of resin cements. *Compend Contin Educ Dent*. 2013;34:42-4, 6
- [62] Strub JR, Kern M, Türp J, Wittkowski S, Heydecke G, Wolfart S. Curriculum Prothetik II. Artikulatoren - Ästhetik - Werkstoffkunde - Festsitzende Prothetik. 4. Auflage. Berlin: Quintessenz; 2011

- [63] Tagami A, Takahashi R, Nikaido T, Tagami J. The effect of curing conditions on the dentin bond strength of two dual-cure resin cements. *J Prosthodont Res.* 2017;61:412-8
- [64] Tamura Y, Tsubota K, Otsuka E, Endo H, Takubo C, Miyazaki M, Latta MA. Dentin bonding: influence of bonded surface area and crosshead speed on bond strength. *Dent Mater.* 2011;30:206-11
- [65] Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM, Lai CN. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. *J Dent.* 2004;32:611-21
- [66] Tay FR, Gwinnett AJ, Pang KM, Wei SH. Resin permeation into acid-conditioned, moist, and dry dentin: a paradigm using water-free adhesive primers. *J Dent Res.* 1996;75:1034-44
- [67] Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH. Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent.* 2003;5:27-40
- [68] Tian F, Zhou L, Zhang Z, Niu L, Zhang L, Chen C, Zhou J, Yang H, Wang X, Fu B, Huang C, Pashley DH, Tay FR. Paucity of nanolayering in resin-dentin interfaces of MDP-based adhesives. *J Dent Res.* 2016;95:380-7
- [69] Tsujimoto A, Barkmeier WW, Takamizawa T, Watanabe H, Johnson WW, Latta MA, Miyazaki M. Comparison between universal adhesives and two-step self-etch adhesives in terms of dentin bond fatigue durability in self-etch mode. *Eur J Oral Sci.* 2017;125:215-22
- [70] Valizadeh S, Moradi A, Mirazei M, Amiri H, Kharazifard MJ. Microshear bond strength of different adhesive systems to dentin. *Front Dent.* 2019;16:265-71
- [71] Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Origin of interfacial droplets with one-step adhesives. *J Dent Res.* 2007;86:739-44
- [72] Van Landuyt KL, Snauwaert J, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2008;24:1412-9
- [73] Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010;26:100-21

- [74] Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's pioneering acid-etch technique to self-adhering restoratives. A status perspective of rapidly advancing dental adhesive technology. *J Adhes Dent.* 2020;22:7-34
- [75] Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011;27:17-28
- [76] Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent.* 2014;42:800-7
- [77] Wang Y, Spencer P. Continuing etching of an all-in-one adhesive in wet dentin tubules. *J Dent Res.* 2005;84:350-4
- [78] Watanabe EK, Yatani H, Yamashita A, Ishikawa K, Suzuki K. Effects of thermocycling on the tensile bond strength between resin cement and dentin surfaces after temporary cement application. *Int J Prosthodont.* 1999;12:230-5
- [79] Wegner S, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent.* 2000;2:139-45
- [80] Wegner SM, Gerdes W, Kern M. Effect of different artificial aging conditions on ceramic/composite bond strength. *Int J Prosthodont.* 2002;15:267-72
- [81] Yang B, Adelung R, Ludwig K, Pashley DH, Kern M. Effect of structural change of collagen fibrils on the durability of dentin bonding. *Biomater.* 2005;26:5021-31
- [82] Yang B, Ludwig K, Adelung R, Kern M. Micro-tensile bond strength of three luting resins to human regional dentin. *Dent Mater.* 2005;22:45-56
- [83] Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res.* 2004;83:454-8
- [84] Yoshikawa T, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Pashley DH. Effects of dentin depth and cavity configuration on bond strength. *J Dent Res.* 1999;78:898-905

## 9. Anhang

Tabelle 5: Ergebnisse der Verbundfestigkeit der einzelnen Proben der verschiedenen Gruppen nach 3 Tagen in MPa.

Gruppe	Proben Nr.							
	1	2	3	4	5	6	7	8
P21	18,8	18,8	15,5	23,0	17,8	16,9	23,3	19,7
PV5	36,1	30,5	32,1	21,4	24,5	25,1	28,0	23,2
VE	31,5	26,9	27,2	33,2	23,5	28,0	23,7	30,8
RXU	24,7	29,8	34,8	25,9	25,4	29,2	29,0	32,6

Tabelle 6: Ergebnisse der Verbundfestigkeit der einzelnen Proben der verschiedenen Gruppen nach 150 Tagen in MPa.

Gruppe	Proben Nr.							
	1	2	3	4	5	6	7	8
P21	13,9	16,8	15,5	13,7	17,1	20,0	13,2	12,9
PV5	23,6	32,7	21,0	32,0	25,6	24,0	23,6	23,3
VE	25,8	21,3	23,7	20,8	24,9	25,4	27,0	20,7
RXU	22,8	22,6	23,3	24,9	27,5	30,3	26,8	26,3

## 10. Danksagung

Mein erster Dank gilt Herrn Prof. Dr. med. dent. Matthias Kern für die Überlassung des Themas und seiner professionellen Hilfestellung bei der Abfassung meiner Dissertation.

Ein großer Dank gilt Herrn Dr. Sebastian Wille, der mich immer bei Fragen zu den Versuchsaufbauten oder bei der Einreichung meiner Publikation mit hilfreichen Anregungen unterstützt hat.

Herrn Frank Lehmann möchte ich für die anfängliche Betreuung danken sowie für die Erstellung des Posters für die AADR.

Herrn Rüdiger Möller möchte ich für die technische Unterstützung danken, die am Ende einen entscheidenden Wendepunkt und die Beendigung der Vorversuche ermöglichte.

Ein weiterer Dank gilt Herrn Detlef Gostomsky für die professionellen Fotos.

Ich möchte mich auch bei Dr. Dr. Mirko Bartsch, Dr. Dr. Andreas Kerscher und Dr. Dr. Thomas Körner bedanken, die mich während meiner Studie mit ausreichend vielen Weisheitszähnen versorgt haben.

Ebenso möchte ich den Patienten danken, die bereitwillig ihre extrahierten Zähne dieser Studie zur Verfügung gestellt haben.

Der Firma Kuraray danke ich für die freundliche Bereitstellung der verwendeten Materialien.

Philipp Christoph Güers gilt mein Dank als geschätzter Kollege, mit dem ich mich ständig im fachlichen Austausch befand.

Mein persönlicher Dank gilt von ganzem Herzen meinen Eltern, Uwe und Petra Maaßen, die mich stets in meinem Leben gefördert und unterstützt haben.