

Aus der Abteilung für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie
des CharitéCentrums 3 für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Medizinischen Fakultät Charité - Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

**Morphologische Analyse und Haftung unterschiedlicher
Befestigungskomposite zur Verankerung
glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte**

zur Erlangung des akademischen Grades
Doctor medicinae dentariae (Dr. med. dent.)

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité - Universitätsmedizin Berlin

von

Cindy Pfürtner

aus Aschersleben

Gutachter: 1. Prof. Dr. A. M. Kielbassa
2. Prof. Dr. C. Hanning
3. Priv. -Doz. Dr. T. Wrbas

Datum der Promotion: 19.11.2010

Die Ergebnisse der vorliegenden Studie und die der Vorversuche wurden veröffentlicht:

Bitter K, Paris S, Pfuertner C, Neumann K, Kielbassa AM.
Morphological and bond strength evaluation of different resin cements to root dentin.
Eur J Oral Sci 2009; 117: 326-333.

Bitter K, Paris S, Mueller J, Neumann K, Kielbassa AM.
Correlation of scanning electron and confocal laser scanning microscopic analyses
for visualization of dentin-adhesive interfaces of the root canal.
J Adhes Dent 2009; 11: 7-14.

Meiner Mutter

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Einleitung | 1 |
| 2 | Literaturübersicht | 3 |
| 2.1 | Wurzelkanalstifte..... | 3 |
| 2.1.1 | Konfektionierte Stiftsysteme..... | 3 |
| 2.1.2 | Faserverstärkte Wurzelkanalstifte..... | 4 |
| 2.2 | Befestigung von faserverstärkten Wurzelkanalstiften..... | 6 |
| 2.2.1 | Befestigungskomposite..... | 7 |
| 2.3 | Adhäsivtechnik..... | 9 |
| 2.3.1 | Aufbau von Dentin und Wurzelkanaldentin..... | 9 |
| 2.3.2 | Adhäsiver Verbund zum koronalen Dentin und Wurzelentin..... | 10 |
| 2.4 | Morphologische Untersuchungsmethoden der Verbundschicht..... | 15 |
| 3 | Ziel der Arbeit und Arbeitshypothese | 18 |
| 4 | Material und Methoden | 19 |
| 4.1 | Herstellung der Proben..... | 19 |
| 4.2 | Probenvorbereitung für die konfokalmikroskopische Untersuchung..... | 24 |
| 4.3 | Konfokalmikroskopische Untersuchung..... | 27 |
| 4.3.1 | Konfokale Bildgebung..... | 27 |
| 4.3.2 | Probenuntersuchung am Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop..... | 28 |
| 4.4 | Vorbereitung der Proben für den Ausstoßversuch..... | 30 |
| 4.5 | Ausstoßversuch..... | 31 |
| 4.6 | Berechnung und Auswertung der quantitativen Parameter..... | 32 |
| 4.6.1 | Berechnung der Haftkraft..... | 32 |
| 4.6.2 | Visuelle Auswertung der Bruchstellen..... | 33 |
| 4.7 | Auswertung der morphologischen Parameter..... | 34 |
| 4.8 | Statistische Auswertung..... | 37 |
| 5 | Ergebnisse | 39 |
| 5.1 | Ergebnisse zur Haftkraft..... | 39 |
| 5.2 | Ergebnisse zur Hybridschicht..... | 40 |
| 5.3 | Ergebnisse zu den gebildeten Tags..... | 43 |
| 5.4 | Ergebnisse zu den Versagensmodi..... | 47 |
| 6 | Diskussion | 53 |
| 6.1 | Diskussion der Methodik..... | 53 |
| 6.1.1 | Probenzähne..... | 53 |

| | | |
|-----------|---|----|
| 6.1.2 | <i>Endodontische Aufbereitung</i> | 53 |
| 6.1.3 | <i>Einfluss der Probenherstellung auf die Untersuchungsergebnisse</i> | 54 |
| 6.1.4 | <i>Untersuchungsmethode mit dem Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop</i> | 54 |
| 6.1.5 | <i>Auswirkung der Fluoreszenzfarben auf die Befestigungsmaterialien</i> | 56 |
| 6.1.6 | <i>Ermittlung der Haftwerte</i> | 57 |
| 6.2 | <i>Diskussion der Ergebnisse</i> | 58 |
| 6.2.1 | <i>Haftkraft</i> | 58 |
| 6.2.2 | <i>Ausprägung der Hybridschicht</i> | 60 |
| 6.2.3 | <i>Ausprägung der Tags</i> | 61 |
| 6.2.4 | <i>Bruchstellenanalyse</i> | 63 |
| 7 | Schlussfolgerungen | 65 |
| 8 | Zusammenfassung | 66 |
| 9 | Abstract | 68 |
| 10 | Literaturverzeichnis | 70 |
| 11 | Anhang | 81 |
| 11.1 | <i>Abkürzungsverzeichnis</i> | 81 |
| 11.2 | <i>Liste der verwendeten Materialien</i> | 82 |
| 11.3 | <i>Geräteliste</i> | 84 |
| 11.4 | <i>Bearbeitungsprogramme</i> | 85 |
| 11.5 | <i>Zusätzliche Abbildungen</i> | 86 |
| 11.6 | <i>Abbildungsverzeichnis</i> | 88 |
| 11.7 | <i>Tabellenverzeichnis</i> | 89 |
| 11.8 | <i>Danksagung</i> | 90 |
| 11.9 | <i>Lebenslauf</i> | 91 |
| 11.10 | <i>Eidesstattliche Erklärung</i> | 92 |

1 Einleitung

Eine irreversible Pulpitis, bedingt durch ein Trauma oder eine tiefe Karies, ist ein häufiger Grund für eine Wurzelkanalbehandlung. Neben der chemomechanischen Aufbereitung der Wurzelkanäle ist auch der vollständige, bakterien- und flüssigkeitsdichte Verschluss der Kanäle bis zu ihrer apikalen Konstriktion für das Gelingen einer Wurzelkanalbehandlung maßgeblich [Baumann 2001]. Um einen Langzeiterfolg zu erzielen, ist eine dauerhafte und dichte koronale Restauration dieser Zähne unerlässlich [Saunders & Saunders 1994]. Nicht selten jedoch weisen wurzelkanalbehandelte Zähne einen großen Verlust an koronaler Zahnhartsubstanz auf und sind *nach wie vor* großen Druck-, Zug- und Scherkräften im Kausystem ausgesetzt. Um den Erhalt dieser Zähne mit einer koronalen Restauration sichern zu können, kommen hier oft Wurzelkanalstifte zum Einsatz. Diese Stifte stellen eine Retention für den Stumpfaufbau dar [Creugers *et al.* 1993].

Ende der 1990er-Jahre wurden konfektionierte, faserverstärkte Kunststoffstifte auf den Markt gebracht. Sie zeichnen sich vor allem durch ihre günstigen, dentinähnlichen Biegeeigenschaften aus [Ferrari *et al.* 2000b; Schwartz & Robbins, 2004] und bieten durch ihren transluzenten Charakter Vorteile in ästhetisch anspruchsvollen Bereichen [Michalakis *et al.* 2004]. Für die Befestigung faserverstärkter Wurzelkanalstifte im Kanal wird die adhäsive Verankerung mit Befestigungskompositen favorisiert [Bachicha *et al.* 1998]. Im Vergleich zu konventionellen Zementierungsarten zeigen sich hier signifikant geringere Undichtigkeiten [Bachicha *et al.* 1998], höhere Widerstände gegenüber Abzugskräften sowie eine günstigere Verteilung auftretender Spannungsspitzen [Stiefenhofer *et al.* 1994; Wong *et al.* 1995]. Dennoch ist der Verbund zwischen Befestigungskomposit und Wurzelkanaldentin geringer als der Verbund zu koronalem Dentin [Goracci *et al.* 2005b]. Gründe hierfür werden vor allem in den eingeschränkten Sichtverhältnissen während der Behandlung, in den anatomischen Besonderheiten des Wurzeldentins [Mjör *et al.* 2001] und im vergleichsweise hohen C-Faktor (Relation gebundener zu freier Kavitätenoberfläche) innerhalb des Wurzelkanals vermutet [Tay *et al.* 2005].

In der zugänglichen wissenschaftlichen Literatur ist die Etablierung des adhäsiven Verbundes im Wurzelkanal nicht unumstritten [Goracci *et al.* 2005a; Cury *et al.* 2006]. Nachgewiesen wurde die Entstehung adhäsiver Verbundschichten in Wurzelkanälen bisher über deren mikroskopische Visualisierung [Dietschi *et al.* 1997; Ferrari *et al.* 2001a; Bitter *et al.* 2006b; Bitter *et al.* 2009]. Für eine derartige Visualisierung morphologischer Details wurden bereits in der Vergangenheit Konfokale Laser-Raster-Mikroskope (CLSM) verwendet [Watson 1989]. Hierzu wurde eine spezielle Methode entwickelt, bei der verschiedene Fluoreszenzfarbstoffe zum Einsatz kommen, um die Verbundschichtanteile unterschiedlich zu markieren und so im Einzel-

nen sichtbar zu machen [Watson 1989; Watson & Wilmot 1992; Griffiths & Watson 1995].

Eine weiterführende mikroskopische Analyse jener morphologischen Charakteristika per CLSM im Dualfluoreszenzmodus, in Kombination mit Haftwertuntersuchungen könnte nun Schwachstellen der verschiedenen adhäsiven Systeme aufzeigen, was bislang als Verfahren in der Literatur noch nicht beschrieben wurde. Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist es deshalb, einen Beitrag zum Verständnis des Haftverbundes im Wurzelkanal bei der adhäsiven Befestigung faserverstärkter Stifte zu leisten.

Die vorliegende Studie wendete die Doppelfluoreszenzmethode an, um die morphologischen Eigenschaften der Verbundschicht von fünf verschiedenen Befestigungskompositen und den dazugehörigen Adhäsivsystemen im Wurzelkanal zu analysieren. Die Kombination von mikroskopischer Analyse mit den Haftwertmessungen derselben Probe zielte darauf ab, eventuell bestehende Zusammenhänge zwischen der Ausbildung der Verbundschicht und den ermittelten Haftwerten aufzuzeigen.

2 Literaturübersicht

2.1 Wurzelkanalstifte

Für den Erfolg einer konservierenden oder prothetischen Versorgung von wurzelkanalbehandelten Zähnen mit großen koronalen Zahnhartsubstanzdefekten ist eine ausreichende Retention des Stumpfaufbaus von großer Bedeutung. Wurzelkanalstifte bieten hier die Möglichkeit zur Schaffung einer zusätzlichen Retention [Heydecke *et al.* 1999]. Dem behandelnden Zahnarzt stehen hierfür eine Vielzahl verschiedener Wurzelkanalstiftsysteme zur Auswahl. Unterscheiden lassen sie sich nach Kriterien wie Material (Metall, Keramik, Kunststoff), Herstellungsart (individuell, halbkonfektioniert, vollkonfektioniert), Oberflächenbeschaffenheit (mit Gewinde, glatt, aufgeraut, segmentiert) und Stiftform (zylindrisch, konisch, zylindrisch-konisch) [Lauer *et al.* 1996; Kockapan 2003].

Im Hinblick auf das Herstellungsverfahren weisen individuell gefertigte Metallstifte die beste Passgenauigkeit auf und eignen sich vor allem für stark zerstörte, aber erhaltungswürdige Zähne [Bergman *et al.* 1989]. Jedoch erfordert dieses Verfahren aufgrund der Vermeidung unter sich gehender Bereiche und der Präparation eines Kanalnlays als Rotationssicherung einen höheren Zahnhartsubstanzabtrag. Zusätzlich ergibt sich ein erhöhter Zeitaufwand bei der Behandlung, da von der Stifanfertigung bis zur Stiftsetzung mindestens zwei Sitzungen vergehen [Edelhoff *et al.* 2000].

Um eine einfache und schnellere Anwendung zu ermöglichen, wurden deshalb konfektionierte Wurzelkanalstifte entwickelt. Diese Stifte können in einer Sitzung gesetzt und anschließend mit einem plastischen Aufbau versorgt werden. Neben der Zeitersparnis kann hierbei auch das Risiko einer bakteriellen Kontamination gesenkt werden, denn der präparierte Wurzelkanal muss nicht provisorisch versorgt werden [Heydecke *et al.* 2002; Grandini *et al.* 2005].

2.1.1 Konfektionierte Stiftsysteme

Diese Stiftsysteme lassen sich zunächst in aktive und passive unterteilen. Die aktiven Stifte erreichen durch ihr Gewinde die höchsten Retentionswerte [Standlee *et al.* 1978], erhöhen aber – im Vergleich zu passiven Systemen – durch die vermehrten Spannungen innerhalb der Wurzel das Risiko einer Wurzelfraktur [Standlee & Caputo 1992b; Thorsteinsson *et al.* 1992]. Aufgrund der daraus resultierenden geringen Erfolgsrate gilt die Anwendung dieser Stifte heute als obsolet [Sahafi *et al.* 2004].

Bei den passiven Wurzelkanalstiftsystemen ist die Stärke der Retention von der Stiftgeometrie abhängig. So zeigten zylindrische Stifte gute Langzeitergebnisse und höhere Retentionswerte als konische [Stockton 1999; Qualtrough *et al.* 2003; Sahafi *et al.* 2004]. Jedoch führt die für diese Stiftform nötige Aufbereitung zu einem erhöh-

ten apikalen Substanzverlust. Dadurch steigt das Risiko einer Perforation der Wurzel im Vergleich zu konischen Stiftsystemen, die in ihrer Form am ehesten der Wurzelanatomie entsprechen [Standlee *et al.* 1978]. Die verminderte Retention passiver konischer Wurzelkanalstifte kann durch adhäsives Einsetzen [Nissan *et al.* 2001; Balbosh *et al.* 2005] und retentive Oberflächengestaltung des Stiftes [Nergiz *et al.* 2002] sowie durch ein Aufrauen der Wurzelkanalwand [Nergiz *et al.* 1993] verbessert werden. Die Kombination eines zylindrisch retentiven Anteils mit einem apikal konischen bietet die Möglichkeit, die Wurzelanatomie besser zu berücksichtigen und dennoch eine ausreichende Retention zu erhalten [Lambjerg-Hansen & Asmussen 1997].

Bei den konfektionierten passiven Wurzelkanalstiften sind neben den klassischen Stiftsystemen aus Metall auch Wurzelkanalstifte aus Keramik oder faserverstärktem Kunststoff erhältlich. Für die ausreichende Verankerung eines Aufbaus ist bei Metallstiften eine möglichst große Stiftlänge von Vorteil [Janssen & Hülsmann 2003]. Dies kann allerdings das Risiko von Wurzelfrakturen erhöhen [Janssen & Hülsmann 2003]. Andere Studien konnten dieses Risiko auch für keramische Stifte belegen [Asmussen *et al.* 1999; Rosentritt *et al.* 2000]. Bei diesen rigiden Materialien zeigte sich eine sehr ungleichmäßige Verteilung der Kräfte auf die Restzahnhartsubstanz, die zu irreparablen Wurzeldentinfrakturen führen kann [Asmussen *et al.* 1999; Rosentritt *et al.* 2000]. Außerdem erwies es sich aufgrund der hohen Härte als sehr schwierig, Keramikstifte im Rahmen einer Revision der Wurzelfüllung wieder zu entfernen [Asmussen *et al.* 1999; Naumann 2003; Qualtrough & Mannocci 2003]. Auf der Suche nach Materialien mit dentinähnlichen biomechanischen Eigenschaften wurden faserverstärkte Wurzelkanalstifte entwickelt [Asmussen *et al.* 1999; Bateman *et al.* 2003; Schwartz & Robbins 2004]. Da diese in der hier vorliegenden Arbeit verwendet werden, wird ihnen im Folgenden ein eigener Abschnitt gewidmet.

2.1.2 Faserverstärkte Wurzelkanalstifte

In der Regel setzen sich faserverstärkte Wurzelkanalstifte aus Karbon- oder Silikatfasern und einer Kunststoffmatrix zusammen, in der die Fasern miteinander verklebt sind [Bateman *et al.* 2003].

Karbonfaserverstärkte Wurzelstifte

Bei den zuerst entwickelten Karbonfaserstiften besteht die Matrix aus Epoxidharz. Die darin eingebetteten Karbonfasern haben einen Durchmesser von ca. 8 μm [Mannocci *et al.* 1999; Bateman *et al.* 2003]. Durch In-vitro-Studien konnte für diese Stifte eine hohe Bruch- [King & Setchell 1990] und Biegefestigkeit [Torbjörner *et al.* 1995] nachwiesen werden. Weiter besitzen sie, wie alle Faserstifte, ein dentinähnliches Elastizitätsmodul (Faserstift = 20 - 40 GPa; Dentin = 18 GPa) [Asmussen *et al.* 1999; Galhano *et al.* 2005], wodurch einwirkende Kräfte gleichmäßiger auf die Zahn-

hartschubstanz übertragen werden können. Dies soll Spannungsspitzen und das Risiko von Wurzelfrakturen verringern [Duret *et al.* 1990; Asmussen *et al.* 1999]. Durch verschiedene Studien konnte belegt werden, dass, im Vergleich zu sehr steifen Stiftmaterialien wie Keramik oder Metalllegierungen, faserverstärkte Kunststoffstifte weniger Frakturen der Wurzel hervorrufen [Asmussen *et al.* 1999; Mannocci *et al.* 1999; Sirimai *et al.* 1999; Rosentritt *et al.* 2000].

Ein weiterer Vorteil faserverstärkter Stifte liegt in ihrer, im Vergleich zu starren Materialien wie Metall oder Keramik, leichten Entfernbarkeit im Falle einer notwendigen Wurzelfüllungsrevision [Mannocci *et al.* 1999; Sirimai *et al.* 1999; de Rijk 2000; Rosentritt *et al.* 2000]. Bei der Revision werden die Instrumente durch den parallelen Faserverlauf innerhalb des Stiftes im Wurzelkanal geführt. Das Risiko einer Wurzelperforation wird damit herabgesetzt und eine zusätzliche Wurzelschwächung vermieden [de Rijk 2000; Schwartz & Robbins 2004].

Ein entscheidender Nachteil der Karbonfaserstifte liegt in ihrer schwarzen Farbe. Wie Metallstifte haben sie die Tendenz, dunkel unter vollkeramischen Restaurationen oder auch marginal durch die Wurzel und Gingiva durchzuscheinen, was vor allem bei ästhetisch anspruchsvollen Rekonstruktionen devitaler Zähne ein Problem darstellt [Qualtrough & Mannocci 2003]. Dieses Manko konnte mit den später entwickelten glasfaserverstärkten Wurzelkanalstiften behoben werden.

Glas- und quarzfaserverstärkte Wurzelkanalstifte

Glasfaserstifte besitzen bei vergleichbaren mechanischen Eigenschaften nicht die ästhetischen Nachteile der Karbonfaserstifte [Asmussen *et al.* 1999; Galhano *et al.* 2005]. Je nach Farbe der Kunststoffmatrix können diese Stifte transparent oder zahnfarben sein. Eingebettet in die Matrix, die aus Acrylat oder Epoxidharz bestehen kann, sind silanisierter Siliziumoxidfasern [Solnit 1991; Bateman *et al.* 2003]. Je nach Struktur ihrer Fasern können glasfaserverstärkte Wurzelkanalstifte in Glasfaser- und Quarzfaserstifte unterteilt werden. Während bei den Glasfaserstiften das Siliziumoxid innerhalb der Fasern in amorpher Form vorliegt, also keine geordneten Strukturen besitzt, bildet es bei Quarzfaserstiften ein kristallines Gefüge [Lassila *et al.* 2004].

Die bisherigen klinischen Studien mit faserverstärkten Wurzelkanalstiften führten zu einer positiven Bewertung. So zeigte sich in einer retrospektiven Studie bei 1304 mit drei verschiedenen Faserstiftsystemen aufgebauten Zähnen nach sechs Jahren eine Misserfolgsrate von 3,2 % [Ferrari *et al.* 2000c]. Eine spätere prospektive Untersuchung versorgte 120 Prämolaren mit unterschiedlichen Zahnhartschubstanzdefekten mit einem Glasfaserstift und einer Metallkeramikkrone. Nach zwei Jahren konnte eine Überlebensrate von 92,5 % festgestellt werden. Dabei ließen sich alle Misserfolge auf Zähne mit großen Hartschubstanzdefekten reduzieren [Ferrari *et al.* 2007b]. Bei einer weiteren prospektiven klinischen Studie aus dem Jahr 2008 wurde für glasfa-

serstiftversorgte Zähne eine Misserfolgsrate von insgesamt 32 % innerhalb von fünf Jahren festgestellt [Naumann *et al.* 2008]. Die Versagensursachen waren hier vorwiegend Stiftbruch oder Retentionsverlust. Bei dieser Untersuchung zeigten Frontzähne signifikant höhere Versagensraten als Seitenzähne, weiter waren Zähne mit Einzelkronen häufiger von Misserfolgen betroffen als die innerhalb einer primären oder sekundären Verblockung. Auch bei Zähnen mit hohem Hartschubstanzverlust konnten solche Stiftverluste öfter beobachtet werden [Naumann *et al.* 2008]. Bessere Ergebnisse zeigten andere prospektive klinischen Studien: Bei einer 2003 veröffentlichten Untersuchung wiesen 180 mit Quarzfaserstiften und Keramik- oder Metallkeramikronen versorgte Zähne nach einem Zeitraum von 30 Monaten eine Misserfolgsrate von nur 1,7 % auf [Malferrari *et al.* 2003]. Diese Fehlschläge traten ausschließlich bei der Abnahme der provisorischen Versorgung auf.

Eine andere Studie des gleichen Jahres beschreibt die Versorgung von 225 Prämolaren mit drei verschiedenen Quarz- und Glasfaserstiften. Alle Zähne dieser Untersuchung wiesen einen zwei Wände umfassenden koronalen Defekt auf. Nach 30 Monaten zeigten hier 3,5 % der Zähne einen Retentionsverlust des Stiftes und weitere 6 Zähne eine erneute apikale Aufhellung. Auch hier traten alle Fehlschläge während der Abnahme der Provisorien auf [Monticelli *et al.* 2003].

2.2 Befestigung von faserverstärkten Wurzelkanalstiften

Die definitive Befestigung von Wurzelkanalstiften kann mit Zinkoxid-Phosphat- oder Glasionomermzement sowie mit Befestigungskompositen (dualhärtend oder chemisch härtend) und deren dazugehörigen Dentinadhäsivsystemen erfolgen. Zum Inserieren von faserverstärkten Wurzelkanalstiften empfehlen die Hersteller die adhäsive Befestigung.

Einige Studien konnten zeigen, dass adhäsiv befestigte Stifte im Vergleich zu konventionellen Zementierungen signifikant geringere Undichtigkeiten [Tjan *et al.* 1991; Bachicha *et al.* 1998] und höhere Retentionswerte aufwiesen [Standlee & Caputo 1992a; Duncan & Pameijer 1998]. Eine weitere Untersuchung konnte mit Hilfe einer Finite-Elemente-Analyse belegen, dass adhäsiv befestigte Wurzelkanalstifte weniger Spannungen im Wurzelkanal verursachen als herkömmlich zementierte Stifte [Asmussen *et al.* 2005]. Auch wiesen Befestigungskomposite im In-vitro-Test eine höhere Resistenz gegenüber zyklischen Belastungen auf als Zinkoxid-Phosphat- und Glasionomermzemente [Junge *et al.* 1998]. Eine Autorengruppe weist aber darauf hin, dass bei der adhäsiven Befestigung von Faserstiften das Zementierungsprotokoll streng eingehalten werden muss, um eine hohe Adhäsion mit dem Wurzelkanalentin sowie eine dauerhafte Stabilität des Stumpfes und der koronalen Restauration zu gewährleisten [Signore *et al.* 2003].

2.2.1 Befestigungskomposite

Befestigungskomposite gehören zu den in der Zahnmedizin verwendeten Kompositen. Sie dienen, neben der Befestigung von Glasfaserstiften, vor allem der definitiven Zementierung von vollkeramischen Restaurationen. Hinsichtlich ihrer Zusammensetzung sind sie mit den anderen zahnärztlichen Kompositen vergleichbar [Eichner & Kappert 2000]. Sie bestehen aus einer organischen Matrix, einer dispersen Phase und einer Verbundphase.

Die organische Matrix setzt sich zusammen aus Monomeren, Initiatoren, Stabilisatoren und Pigmenten [Lutz *et al.* 1983; Hellwig *et al.* 2003]. Ihren Hauptbestandteil bilden langkettige Monomere bzw. Komonomere mit einer, zwei oder drei endständigen Doppelbindungen, wie etwa Mono-, Di- und Trimethacrylate. Durch die Mischung dieser unterschiedlichen Methacrylate kann die Viskosität einer Kunststoffmatrix verändert werden. Während sich beispielsweise Bis-GMA (Bisphenol-A-Glycidyl-dimethacrylat) erhöhend auf die Viskosität auswirkt, lässt sie sich durch Monomere wie UDMA (Urethan-dimethacrylat) [Setz *et al.* 1991] und Komonomere wie TEGDMA (Triethylenglykol-dimethacrylat) senken. Durch eine niedrigere Viskosität ist es wiederum möglich, den Anteil der anorganischen Phase im Komposit zu erhöhen [Roulet 1987; Söderholm & Mariotti 1999].

Die disperse Phase entspricht den Füllstoffen und ist in der Matrix eingebettet. Sie besteht hauptsächlich aus Quarz, Keramik, Glas oder Siliziumdioxid. Füllkörper können in konventionelle Makrofüller mit einer mittleren Teilchengröße von 2 bis 10 μm , in Mikrofüller aus pyrogenem Siliziumdioxid mit einer Teilchengröße von 0,04 μm und in Mikrofüllerkomplexe aus splitterförmigen und sphärischen Vorpolymerisaten mit einer Teilchengröße von 100 bis 200 μm eingeteilt werden [Lutz *et al.* 1983].

Zwischen organischer Matrix und disperser Phase liegt die Verbundphase aus Silanen und Kopolymeren. Die Füllkörper sind mit den Silanverbindungen beschichtet, welche eine Verbindung mit der Kunststoffmatrix eingehen und so den Zusammenhalt ermöglichen [Lutz *et al.* 1983; Hellwig *et al.* 2003].

Komposite erreichen ihre Endhärte nach der Polymerisation. Darunter versteht man die Aneinanderlagerung vieler Monomere mit reaktiven Doppelbindungen, die spontan oder durch Initiation von Kettenreaktionen zu Polymeren führen, ohne dass Nebenprodukte anfallen [Hoffmann-Axthelm 1995]. Während der Polymerisation kommt es zu einer Volumenabnahme des organischen Anteils im Komposit [Setz *et al.* 1991]. Dieser Vorgang wird als Polymerisationsschrumpfung bezeichnet und liegt bei Kompositen zwischen 1,7 und 3 Vol.-% [Hellwig *et al.* 2003]. Sie ist umso größer, je mehr Monomer während der Reaktion in Polymer umgesetzt wird und je geringer der Füllkörperanteil ist [Feilzer *et al.* 1988]. Der durch die Polymerisationsschrumpfung entstehende Schrumpfstress im Material überträgt sich auch auf die Kavitätä-

tenwände [Feilzer *et al.* 1990]. Eine effektive Haftung an der Zahnhartsubstanz soll diese entstehenden Spannungen ausgleichen [Eick *et al.* 1993].

Die in der Zahnmedizin verwendeten Befestigungskomposite besitzen Initiatoren, welche, durch einen Aktivator in Radikale umgesetzt, die Polymerisation starten. Je nach der Art der enthaltenen Initiatoren lassen sich lichthärtende, chemisch härtende und dualhärtende Komposite unterscheiden. In lichthärtenden Kompositen befinden sich Photoinitiatoren, die durch Halogenlicht im Wellenlängenbereich von 400 bis 480 nm aktiviert werden. Dabei hat die Lichtintensität Einfluss auf die Polymerisationsrate, so dass es passieren kann, dass die Polymerisation bei großen Schichtstärken nicht vollständig abläuft [Lovell *et al.* 1999; Hellwig *et al.* 2003]. Bei den chemisch härtenden Kompositen beginnt die Polymerisation mit dem Vermischen zweier Komponenten, von denen die eine den Katalysator und die andere den Basisanteil enthält. Die Katalysatorphase enthält einen Initiator (Benzoylperoxid), der mit einem zur Basisphase gehörenden Akzelerator (tertiäres Amin) reagiert. Die Polymerisation ist ohne weitere Energiezufuhr in der gesamten Schichtstärke des Materials gewährleistet. Allerdings ist hier der Polymerisationsgrad geringer als bei lichthärtenden Kunststoffen, und es bleibt ein erhöhter Restmonomergehalt zurück [Hellwig *et al.* 2003].

Die dualhärtenden Befestigungsmaterialien vereinen die Vorteile der beiden anderen Systeme: Hier kommt es bei einem hohen Polymerisationsgrad auch zur vollständigen Aushärtung tiefer liegender Bereiche [Hellwig *et al.* 2003].

In einer Studie zur Anwendung von Befestigungskompositen im Wurzelkanal aus dem Jahr 2004 wurden sowohl dual- als auch rein lichthärtende Systeme zur adhäsiven Verankerung von transparenten Glasfaserstiften mittels einer elektronenmikroskopischen Untersuchung und einem Pull-out-Test untersucht. Hier zeigte sich, dass Materialien mit einer selbsthärtenden Komponente auch in apikal gelegenen Regionen aushärten und so hinsichtlich der vollständigen Polymerisation im Wurzelkanal verlässlicher sind [Giachetti *et al.* 2004]. Zu ähnlichen Ergebnissen kam auch eine spätere Arbeit. Bei der Untersuchung verschiedener Komposite zur Befestigung von glasfaserverstärkten Wurzelkanalstiften konnte belegt werden, dass die Konversionsrate der lichthärtenden Befestigungsmaterialien von koronal nach apikal abnahm und sich damit auch die Festigkeit der verwendeten Komposite reduzierte [Wrbas *et al.* 2006]. Für die Anwendung im Wurzelkanal werden daher dual- oder chemisch härtende Befestigungssysteme von den Stiftherstellern empfohlen.

2.3 Adhäsivtechnik

Für eine dauerhafte Restauration wurzelkanalbehandelter Zähne mit adhäsiv befestigten Wurzelkanalstiften ist der effektive Verbund zwischen den einzelnen Komponenten essentiell. Neben der Haftung zwischen Wurzelstift und Komposit stellt hier vor allem der Verbund zwischen Komposit und Dentinoberfläche eine Schwachstelle dar [Zicari *et al.* 2008].

Die Adhäsivtechnik ist eine Klebetechnik, die der wirksamen Verankerung des Komposits an Zahnschmelz und Dentin dient. Dafür wurden unterschiedliche Wege der Konditionierung von Schmelz- und Dentinoberflächen entwickelt, die einen solchen adhäsiven Verbund ermöglichen [Hellwig *et al.* 2003].

Die Grundlagen für diese Technik entstanden in den 1950er-Jahren mit der Einführung der Schmelz-Ätz-Technik [Buonocore 1955] und der Dentinkonditionierung [Brudevold *et al.* 1956]. Aufgrund des relativ hohen organischen Anteils und der Hydrophilie des Dentins stellt die adhäsive Verbindung hierzu eine besondere Schwierigkeit dar [Hellwig *et al.* 2003]. Deshalb ist die Kenntnis um die Morphologie dieser Zahnhartsubstanz essenziell für die Entwicklung spezieller Haftvermittlersysteme.

2.3.1 Aufbau von Dentin und Wurzelkanaldentin

Dentin besteht zu 70 Gew.% aus anorganischem, zu 20 Gew.% aus organischem Material. Den Rest bildet Wasser [Eastoe 1967]. Der organische Anteil des Dentins setzt sich zu 91 bis 92 % aus Kollagen zusammen. Die übrigen Komponenten bilden Laktat, Zitrat, Lipide, Chondroitinsulfat, Muko- und Sialoproteine [Perdigao & Lopes 1999].

Dentin wird durch Odontoblasten gebildet. Diese versorgen, nach Abschluss der Zahnbildung, durch ihre in den Dentinkanälchen liegenden Fortsätze das Dentin physiologisch und sind auch weiterhin in der Lage, Dentin zu bilden [Schroeder 2000]. Durch das dabei entstehende reguläre Sekundärdentin kommt es im Laufe des Lebens zur Einengung der Pulpakammer. Neben dieser Dentinart kann auch das so genannte Tertiärdentin gebildet werden. Es ist im Vergleich zum Sekundärdentin wenig mineralisiert und wird nur aufgrund pathologischer Reize synthetisiert [Magloire *et al.* 1992; Hellwig *et al.* 2003].

Die Wände der Dentinkanälchen, der so genannten Dentintubuli, werden durch peritubuläres Dentin gebildet. Dieses ist hypermineralisiert und homogen auskristallisiert. Im Alter kann es durch weitere Auflagerung zunehmen und die Kanälchen einengen (sklerotisches Dentin). Das zwischen den Tubuli liegende intertubuläre Dentin ist weniger stark mineralisiert und enthält zu 50 % kollagene Fasern [Schroeder 2000; Hellwig *et al.* 2003].

Die Dentintubuli verlaufen im Wurzelanteil des Zahnes geradlinig von der Pulpa nach außen [Jessen 1967]. In gleicher Verlaufsrichtung nehmen sowohl ihre Anzahl als auch ihr Durchmesser ab [Perdigao *et al.* 1994]. Das bedeutet, dass der durchschnittliche Tubulidurchmesser in Pulpanähe bei ca. 2,5 µm und in der Peripherie bei nur ca. 0,8 µm liegt [Marshall 1993]. Die Anzahl der Tubuli beträgt im pulpanahen Bereich 45000 bis 65000 pro mm² und nimmt zur Peripherie hin bis auf 10000 pro mm² ab [Mjör & Nordahl 1996]. In einer Studie von 1988 wurde im Dentin des koronalen Wurzelkanalanteils eine höhere Dichte an Dentinkanälchen gemessen als im apikalen Bereich. Des Weiteren zeigte sich, dass sich Anzahl und Lumen der Tubuli in der Regel mit zunehmendem Alter verringern [Schroeder & Scherle 1988]. Dieses signifikant verminderte Vorkommen von Dentintubuli im apikalen Wurzelanteil wurde auch in anderen Untersuchungen bestätigt [Schellenberg *et al.* 1992; Mjör & Nordahl 1996; Ferrari & Mannocci 2000]. Im Rahmen einer deskriptiven histologischen Studie von Mjör *et al.* aus dem Jahr 2001 wurden unterschiedliche mikroskopierende Verfahren (Licht-, Raster-Elektronen- und Konfokal-Tandem-Mikroskop) eingesetzt, um Wurzelkanaldentinproben der apikalen Region im Hinblick auf ihre Morphologie zu untersuchen. Bei den Proben wurden irreguläre Strukturen in der Wurzelkanalwand gefunden, die unterschiedlich starke Auflagerungen von Sekundärdentin und zementartigem Gewebe enthielten. Zudem konnten hier tubulifreie Gebiete nachgewiesen werden [Mjör *et al.* 2001].

2.3.2 Adhäsiver Verbund zum koronalen Dentin und Wurzelentin

Die Voraussetzungen für die Haftung von Komposit am Dentin sind im Vergleich zum Zahnschmelz generell deutlich ungünstiger. Hierzu tragen der hohe Anteil an organischen Substanzen, die intrinsische Feuchtigkeit und die tubuläre Mikrostruktur bei [Eick *et al.* 1991; Eick *et al.* 1997; Perdigao & Lopes 1999]. Zusätzlich wirkt sich der sehr hohe C-Faktor (Relation gebundener zu freier Oberfläche) im Wurzelkanal nachteilig auf den Verbund aus [Tay *et al.* 2005].

Wird koronales Dentin beschliffen, kommt es zur Bildung einer ca. 1 bis 5 µm dicken Schmierschicht, dem so genannten Smear Layer. Hierbei handelt es sich um eine Schicht, die sich unter anderem aus Zelltrümmern, Bakterien und Zahnhartgewebe zusammensetzt und weder mit Wasserspülung entfernt noch abgewischt werden kann [Hellwig *et al.* 2003]. Eine ähnliche Schicht entsteht auch bei der mechanischen Aufbereitung von Wurzelkanälen [McComb & Smith 1975]. Sie besteht aus anorganischen Substanzen in einer organischen Matrix und setzt sich im Einzelnen aus zermahlenem Dentinabrieb, Resten des Pulpagewebes, Prädentin und Odontoblastenfortsätzen zusammen. Bei einer zuvor infizierten Pulpa können zusätzlich Bakterien vorhanden sein. Untersuchungen zeigten, dass der Smear Layer während der

Wurzelkanalaufbereitung 5 bis 40 μm in die Dentintubuli hineingepresst wird [Tidmarsh 1978; Hülsmann 1993].

In der Vergangenheit wurden unterschiedliche Methoden entwickelt, um – unter Nutzung oder Entfernung dieser Schichten – einen Verbund zum Dentin herzustellen. Je nach Behandlung der Schmierschicht können Adhäsivsysteme in drei Arten unterteilt werden [Blunck & Haller 1999]:

- Adhäsivsysteme mit Imprägnierung der Schmierschicht,
- Adhäsivsysteme mit Entfernung der Schmierschicht durch Säuren,
- Adhäsivsysteme mit Modifikation der Schmierschicht.

Bei schmierschichtimprägnierenden Dentinadhäsiven kommt ein nicht konditionierender Primer zum Einsatz. Er soll einen chemischen Verbund mit der auf dem Dentin liegenden Schmierschicht herstellen [Hellwig *et al.* 2003]. Danach wird ein Adhäsiv aufgetragen, das als Bindeglied zwischen Primer und Komposit fungiert. Allerdings wird hierbei die Haftfestigkeit an der Dentinoberfläche durch die nicht wasserundurchlässige Schmierschicht limitiert [Haller 1994; Blunck & Haller 1999].

Adhäsivsysteme, bei denen die Schmierschicht entfernt wird, arbeiten klassischerweise in den Schritten Dentinkonditionierung, Priming und Bonding. Es gibt aber auch Systeme, bei denen die letzten beiden Schritte zu einem zusammengefasst sind. Zunächst wird bei der Konditionierung des Dentins die Schmierschicht durch die Anwendung von Säuren entfernt. Im Rahmen einer rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung konnte gezeigt werden, dass dabei das peritubuläre Dentin aufgrund seines höheren Mineralisationsgrades stärker demineralisiert und Tubulieingänge eröffnet werden [Van Meerbeek *et al.* 1992]. Durch das Herauslösen von Hydroxylapatitkristallen im inter- und peritubulären Dentin entstehen kleinste Hohlräume, in denen sich freigelegte Kollagenfasern befinden [Pashley *et al.* 1993]. Die Tiefe der Demineralisation im Dentin ist stark abhängig von der Art der verwendeten Säure, von ihrer Konzentration und der Ätzdauer [Pashley *et al.* 1994].

Bei der Konditionierung der Wurzelentin Oberfläche steht die Entfernung der Schmierschicht ebenfalls im Vordergrund. Eine der ersten Untersuchungen zu diesem Thema aus dem Jahr 1978 zeigte, dass die nach der Wurzelkanalaufbereitung entstandene Schmierschicht am effektivsten mit einer 50-%igen Zitronensäure entfernt werden kann. Darüber hinaus konnte die Penetration eines anschließend aufgetragenen, niedrig viskosen Komposits in die Dentintubuli mit einem Elektronenmikroskop nachgewiesen werden [Tidmarsh 1978]. Zu ähnlichen Ergebnissen kam auch eine Studie 11 Jahre später. Bei dieser wurden die Probenzähne vor der Entfernung des Smear Layer mit Natriumhypochlorit-Lösung (NaOCl-Lösung) gespült. Auch hier zeigte 50-%ige Zitronensäure bei der Entfernung der Schmierschicht die besten Ergebnisse. Die Autoren verweisen aber auf verbliebene Reste der Schicht im apikalen

Anteil des Wurzelkanals, welche die vollständige Penetration des Bondings in diesen Bereichen verhinderten [Rawlinson 1989].

In einer neueren Untersuchung aus dem Jahr 2000 erwies sich die Konditionierung der Dentinoberfläche mit 32-%iger Phosphorsäure nach einer NaOCl-Spülung als sehr effektiv. Neben der entfernten Schmierschicht ergab sich auch eine Oberflächenvergrößerung. Im zervikalen Anteil wurde dabei ein Zuwachs der benetzbaren Fläche von 202 % gemessen, im apikalen betrug dieser noch 113 % [Ferrari & Manocci 2000].

Nach der Dentinkonditionierung schließt sich im zweiten Schritt das Auftragen eines hydrophilen Primers an. Unter Primern versteht man amphiphile Moleküle (z. B. TEGDMA und HEMA) mit sowohl hydrophilen als auch hydrophoben Eigenschaften. Sie können in Aceton, Wasser oder Ethanol gelöst sein und sind dank ihrer hydrophilen Eigenschaften in der Lage, die Zwischenräume des feuchten Kollagennetzwerkes zu infiltrieren.

Das anschließend applizierte, stabilisierende Bonding dringt nach dem Auftragen in nanoskopische Zwischenräume des freigelegten Kollagens ein und kopolymerisiert mit dem hydrophoben Primeranteil [Haller 1994; Van Meerbeek *et al.* 1994]. Die so entstandene Mischzone aus Dentin und Kunststoff wird als Hybridschicht bezeichnet [Nakabayashi & Takarada 1992; Carvalho *et al.* 1996; Ferrari *et al.* 1997; Balooch *et al.* 1998] und auch heute noch als wichtiger Faktor für die Dentinhftung angesehen [Lopes *et al.* 2002]. Neben dieser Hybridschicht entstehen, durch die Penetration des Bondings in die Dentintubuli und deren Seitenkanälchen, Kunststoffzapfen, die so genannten Tags [Perdigao & Swift 1994]. Das Bonding stellt das Bindeglied zwischen dem hydrophoben Komposit und dem vorbehandelten Dentin dar. Es besteht aus einem niedrigviskösen Monomergemisch, in dem vor allem Bis-GMA, TEGDMA und HEMA enthalten sind [Erickson 1992].

Bei der letzten Gruppe der Adhäsivsysteme wird die Schmierschicht nicht entfernt, sondern modifiziert. Es gibt unterschiedliche Möglichkeiten, dies zu erreichen. So kann vor dem Bonding ein selbstkonditionierender Primer zum Einsatz kommen, der neben dem hydrophilen Monomer (z. B. HEMA) auch organische Säuren (z. B. 0,8 bis 4-%ige Maleinsäure) als Konditionierer enthält [Haller 1994; Blunck & Haller 1999]. Um die Anwendung der Adhäsivsysteme weiter zu vereinfachen, wurden selbstkonditionierende und selbstprimende Adhäsive entwickelt. Hierbei muss für den Verbund nur noch eine Lösung aufgetragen werden. Diese kann aus zwei Komponenten bestehen, die kurz vor der Applikation miteinander vermischt werden, oder aus einer gebrauchsfertigen Lösung [Blunck & Haller 1999].

Eine In-vitro-Studie aus dem Jahr 2001 vergleicht Dentinadhäsive der unterschiedlichen Gruppen miteinander. Untersucht wurden dabei Systeme mit selbstkon-

ditionierenden Primern, selbstkonditionierende und selbstprimende Adhäsive sowie klassische Drei-Schritt- und Zwei-Schritt-Systeme, die eine Dentinvorbehandlung mit Säure erfordern. Bei den durchgeführten Mikrozugversuchen erreichten die konventionellen Drei-Schritt-Adhäsivsysteme, verglichen mit den anderen Materialien, signifikant höhere Haftwerte. Die „All-in-One-Adhäsive“ hingegen wiesen die niedrigsten Werte auf [Inoue *et al.* 2001]. Eine neuere In-vitro-Untersuchung kam zu dem Ergebnis, dass selbstkonditionierende Adhäsive das Potenzial haben, sowohl im Schmelz als auch im Wurzelbereich eine Randschlussqualität zu erzielen, die konventionellen Adhäsiven gleicht [Ernst *et al.* 2005].

Die meisten der zum Thema Dentinhaftung durchgeführten Studien befassen sich mit der Haftung am koronalen Dentin. Diese Haftung basiert, nach heutiger Meinung, im Wesentlichen auf einer mechanischen Verzahnung eines Adhäsivs mit der demineralisierten Kollagenstruktur sowie auf einer mikromechanischen Verzahnung von Kunststoffzapfen und lateralen Anastomosen in den Dentinkanälchen und deren Seitenkanälchen [Ferrari & Mannocci 2000].

Die Übertragbarkeit dieser Erkenntnisse auf die Haftungsmechanismen im Wurzelkanal ist umstritten, und die Haftungsmechanismen innerhalb des Wurzelkanals sind daher Gegenstand kontroverser Diskussionen. Studien, die sich mit dem adhäsiven Verbund im Wurzelkanal beschäftigen, konnten zeigen, dass die gemessenen Haftwerte adhäsiv befestigter Wurzelkanalstifte von koronal nach apikal hin abnahm [Bouillaguet *et al.* 2003; de Durão Mauricio *et al.* 2007; Wang *et al.* 2008]. Andere Untersuchungen jedoch lassen keinen signifikanten Zusammenhang von Lokalisation innerhalb des Wurzelkanals und Haftwert erkennen [Goracci *et al.* 2004; Foxton *et al.* 2005; Zicari *et al.* 2008].

Neuere klinische Studien zeigen, dass die Stiftverankerung, die mit den gängigen Adhäsivsystemen und Techniken erreicht wird, ausreichend zu sein scheint, um den klinischen Erfolg eines adhäsiven Stiftaufbaus zu sichern [Ferrari *et al.* 2007a; Ferrari *et al.* 2007b; Cagidiaco *et al.* 2008]. In einer In-vitro-Untersuchung wurden sogar Haftwerte im Wurzelkollagen ermittelt, die nur geringfügig unter denen des koronalen Dentins lagen [Mannocci *et al.* 2001]. Bei den meisten anderen Studien auf diesem Gebiet liegen die ermittelten Werte für das Wurzelkollagen aber unter denen zum koronalen Dentin [Goracci *et al.* 2005b; Goracci *et al.* 2007; Zicari *et al.* 2008].

Neben diesen Forschungsergebnissen, die für die Bildung eines adhäsiven Verbundes sprechen, gibt es auch Hinweise darauf, dass – aufgrund des extremen C-Faktors im Kanal [Bouillaguet *et al.* 2003; Tay *et al.* 2005] – eine effektive Hybridisierung des Wurzelkanaldentins fraglich sein könnte. In einer In-vitro-Studie von Bouillaguet *et al.* aus dem Jahr 2003 wurden jeweils Glasfaserstifte in intakte und längs halbierte Wurzeln von Prämolaren und Eckzähnen eingeklebt. Die Probenzähne wurden zu Probenkörpern zersägt, deren Haftwerte in Mikrozugversuchen bestimmt

wurden. Bei allen getesteten Materialien waren die Haftwerte in halbierten Wurzeln mit einem reduzierten C-Faktor höher als in intakten Wurzeln, die während der Stiftklebung einen hohen C-Faktor besaßen [Bouillaguet *et al.* 2003]. In einer anderen Studie wurde der Einfluss der Kavitätengeometrie auf die Kontinuität des adhäsiven Verbundes mit einem mathematischen Modell und einem Raster-Elektronen-Mikroskop untersucht. Bei dieser Studie nahm der Schrumpfstress (S-Faktor) im Adhäsiv oder Sealer mit steigendem C-Faktor zu. Auch eine zunehmende Schichtdicke des verwendeten adhäsiven Materials wirkte sich erhöhend auf den S-Faktor aus. In Wurzelkanälen wirken aufgrund der tunnelartigen Kavitätengeometrie ein sehr hohe C- und S-Faktoren. Dies lässt den effektiven Adhäsiv-Verbund zum Dentin wesentlich schwerer erreichen als bei koronalen Kavitäten mit deutlich niedrigeren C- und S-Faktoren [Tay *et al.* 2005].

Weitere Autoren schlossen aus den Ergebnissen ihrer Untersuchungen, dass die Adhäsion im Wurzelkanal in erster Linie mittels Retention durch Friktion erreicht wird und dass dem adhäsiven Verbund zum Kanaldentin eine untergeordnete Rolle zukommt [Goracci *et al.* 2005a; Cury *et al.* 2006]. In der Studie von Cury *et al.* wurden dazu Glasfaserstifte mit verschiedenen Befestigungsmaterialien in einwurzelige Zähne eingeklebt. Es kamen sowohl Komposite mit Dentinhaftvermittlern als auch Glasinomerzemente zum Einsatz. Nach der Stiftsetzung wurden von allen Materialien jeweils ein Teil der Probenzähne in Wasser und ein Teil in Öl gelagert. Die durch Ausstoßversuche ermittelten Haftwerte konnten zeigen, dass Glasinomerzemente – anders als die Komposite – nach Wasserlagerung signifikant höhere Werte erzielten als nach der Lagerung in Öl. Gleichzeitig lagen bei der Mehrzahl der getesteten Befestigungsmaterialien auf Glasinomerbasis die Haftwerte nach Wasserlagerung höher als die der Kunststoffe. Die Autoren erklärten dies mit der hygroskopischen Expansion der Glasinomerzemente. Aufgrund der für einen adhäsiven Verbund ungünstigen Kavitätengeometrie und der intrinsischen Feuchtigkeit im Wurzelkanal vertreten sie die Ansicht, dass Befestigungsmaterialien auf Glasinomerbasis durch ihre hygroskopische Ausdehnung zur langfristigen Befestigung von faserverstärkten Stiften besser geeignet sind als Komposite und Dentinadhäsive [Cury *et al.* 2006].

Die ein Jahr zuvor veröffentlichte In-vitro-Studie von Goracci *et al.* hingegen ergab, dass bei der Verankerung von Faserstiften mit Befestigungskompositen die Verwendung des dazugehörigen Adhäsivsystems im Ausstoßversuch keinen signifikanten Einfluss auf die Haftung im Wurzelkanal hatte. Infolge dessen zweifeln die Autoren die Wirksamkeit des adhäsiven Verbundes zum Wurzelkanaldentin an [Goracci *et al.* 2005a].

Neben Studien zur Haftung am Wurzeldentin gibt es morphologische Untersuchungen, die sich mit der Darstellung der Verbundschicht beschäftigen. Diese Schicht setzt sich, je nach verwendetem Material, aus dem Dentin, dem Adhäsivsys-

tem, dem Komposit und dem Wurzelkanalstift zusammen. Mit der Visualisierung der Hybridschicht und der Penetration von Adhäsiv in die Dentintubuli soll in diesen Studien ein Nachweis für die Dentinhaftung erbracht werden.

2.4 Morphologische Untersuchungsmethoden der Verbundschicht

Die Verbundschicht zwischen Dentin und Komposit kann auf unterschiedliche Weise morphologisch untersucht werden. Dazu stehen Transmissions-Elektronen-Mikroskope (TEM), Konfokale Laser-Raster-Mikroskope (CLSM) oder Raster-Elektronen-Mikroskope (REM) zur Verfügung. Am häufigsten werden derzeit Raster-Elektronen-Mikroskope verwendet, sie gelten als Goldstandard [Van Meerbeek *et al.* 2000].

Die Visualisierung von Probenoberflächen mit dem REM basiert im Wesentlichen auf der Detektion der von einer Probe reflektierten Elektronen. Um eine Wechselwirkung mit Molekülen und Atomen der Luft zu vermeiden, ist es nötig, für diesen Vorgang im Mikroskop ein Vakuum zu erzeugen. Da bei einem Vakuum auch der Probe Wasser entzogen wird, ist eine zeitaufwändige Probenvorbereitung notwendig, um durch die Dehydratationsschrumpfung entstehende Artefakte zu vermeiden [Van Meerbeek *et al.* 2000]. Zu dieser Vorbereitung gehören das Fixieren, Trocknen und Beschichten der Proben mit einem elektronenleitenden Material. Bei dieser Methode wird das oberflächliche Dentin der Proben mit einer starken Säure teilweise oder vollständig entfernt [Nakabayashi & Takarada 1992; Perdigao *et al.* 1994; Pioch *et al.* 2004]. Von der Auflösung des Dentins ist auch jenes betroffen, welches einen Verbund mit dem Adhäsiv eingegangen ist. Daher halten einige Autoren die Beurteilung der vollständigen Verbundschicht mit dem REM nur für eingeschränkt möglich [Van Meerbeek *et al.* 2000].

Für die Untersuchung von Proben mit hohem Wassergehalt, die nicht beschichtet werden dürfen, kann ein geringeres Vakuum (Niedrigvakuum-Betrieb) verwendet werden. Dieses wurde unter anderem für die Analyse von Kariesläsionen auf polierten Schmelzproben benutzt [Pearce & Nelson 1989; Tjäderhane *et al.* 1995]. Das Auftreten von Schrumpfungartefakten kann aber auch mit dieser Technik nicht ausgeschlossen werden.

Im Rahmen verschiedener REM-Studien war es möglich, die Bildung von Hybrid-schichten [Hammond & Meyers 1992; Leonard *et al.* 1996; Kataoka *et al.* 2000; Macari *et al.* 2002] und die Entstehung von Kunststofftags im Wurzelkanaldentin zu beobachten [Hammond & Meyers 1992; Leonard *et al.* 1996; Macari *et al.* 2002]. Auch in anderen Studien, die sich speziell mit der adhäsiven Befestigung glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte beschäftigen, kamen Raster-Elektronen-Mikroskope zur Anwendung, um die Verbundschicht zwischen Komposit und Wurzelentin visuell

darzustellen und morphologisch zu untersuchen [Dietschi *et al.* 1997; Ferrari *et al.* 2001a; Bitter *et al.* 2006b; Bitter *et al.* 2009].

Bei einer anderen Studie wurden für die Befestigung von glasfaserverstärkten Wurzelkanalstiften drei verschiedene Adhäsivsysteme verwendet, von denen zwei die Konditionierung des Dentins mit Phosphorsäure erfordern (ein lichthärtendes System sowie ein dualhärtendes) und das dritte selbstkonditionierend war (und dualhärtende Befestigungskomposite enthielt). Die dabei entstandenen Verbundschichten wurden mit dem REM hinsichtlich ihrer Morphologie untersucht. Dabei zeigte das phosphorsäurekonditionierende, dualhärtende Adhäsivsystem in allen drei Wurzelregionen kontinuierlichere Hybridschichtausbildungen sowie größere und gleichmäßigere Mengen von Kunststofftags als die anderen untersuchten Materialien [Ferrari *et al.* 2001b].

Eine weitere REM-Studie untersuchte die Auswirkungen unterschiedlicher Polymerisationsmethoden von Adhäsivsystemen auf die Morphologie der Verbundschicht im Wurzelkanal. Zur Befestigung der Glasfaserstifte kamen dabei dualhärtende Befestigungskomposite, ein Adhäsivsystem mit Phosphorsäurekonditionierung sowie ein selbstkonditionierendes System zum Einsatz. Die Ergebnisse der Studie zeigen, dass eine vor der Stiftsetzung erfolgende, zusätzliche Polymerisation des Adhäsivsystems keine Auswirkungen auf die Dicke der Hybridschicht hat. Außerdem wurden bei allen Proben immer wieder Spalträume innerhalb der Verbundschicht entdeckt, die dem hohen C-Faktor und den erschwerten Bedingungen bei der Wurzelstiftsetzung zugeschrieben wurde [Pirani *et al.* 2005].

Die konfokale Mikroskopie wird seit mehreren Jahren für die morphologische Analyse der Verbundschicht zwischen Dentin und Komposit verwendet [Watson 1989]. Mit dem konfokalen Verfahren ist es möglich, Proben zu untersuchen, ohne sie einem Vakuum aussetzen zu müssen [Watson 1991; Griffiths & Watson 1995]. Die Untersuchung kann mit einer [Piocch *et al.* 1997; Piocch *et al.* 1998; Piocch *et al.* 1999; Bitter *et al.* 2004] oder gleichzeitig mit mehreren Fluoreszenzfarben [Watson 1989; Watson & Wilmot 1992; Griffiths & Watson 1995; Arrais *et al.* 2009; Bitter *et al.* 2009] erfolgen.

Piocch *et al.* dokumentierten im Jahr 1997, im Rahmen einer In-vitro-Studie mit dem CLSM, Hybridschichtformationen und Tags des adhäsiven Verbundes von sieben Adhäsivsystemen am koronalen Dentin. Die Primer der verwendeten Adhäsivsysteme wurden dazu mit der Fluoreszenzfarbe Rhodamin B vermengt. Die Dicke der gemessenen Hybridschicht war hier vom verwendeten Adhäsivsystem abhängig [Piocch *et al.* 1997]. Eine andere CLSM-Untersuchung, die sich mit dem adhäsiven Verbund zum Wurzelkanaldentin beschäftigt, konnte ebenfalls zeigen, dass die Hybridschichtdicke abhängig vom verwendeten Adhäsivsystem ist. Systeme, bei denen die Schmierschicht mit Säure entfernt wurde, bildeten – im Vergleich zu selbstätzen-

den Adhäsiven – eine dickere und homogene Hybridschicht. Auch bei diesen Versuchen wurde zum Anfärben des Primers allen fünf untersuchten Befestigungssystemen der Farbstoff RITC hinzugefügt [Bitter *et al.* 2004]. Bei der Verwendung mehrerer Farbstoffe kann die Verteilung der einzelnen Komponenten der Verbundschicht sichtbar gemacht werden [Watson 1989; Griffiths & Watson 1995; Arrais *et al.* 2009; Bitter *et al.* 2009]. Die Technik erlaubt es, dank des so genannten Doppel-Fluoreszenz-Modus' fluoreszierende Farbstoffe getrennt voneinander zu analysieren. Dazu müssen bei den gemeinsam verwendeten Farben die Hauptbereiche von Anregungs- und Emissionsspektren deutlich voneinander getrennt liegen und zusätzlich entsprechende Filter verwendet werden, die eine Überlagerung der Farben beim Visualisieren der Probe, dem so genannten Crosstalk, reduzieren [So *et al.* 2000; Masters und So 2004].

Eine der ersten CLSM-Untersuchung im Doppel-Fluoreszenz-Modus aus dem Jahr 1995 widmet sich dem Aufbau der adhäsiven Verbundschicht am koronalen Dentin dritter Molaren. Dabei wurde der verwendete Primer mit Fluoreszein und das Bonding mit dem Farbstoff Rhodamin B angefärbt. Nur so war es möglich, die Verteilung beider Komponenten innerhalb der Adhäsivschicht darzustellen [Griffiths & Watson 1995]. In einer neueren Studie, die sich ebenfalls mit dem Verbund zum koronalen Dentin befasst, wurde neben dem Adhäsivsystem das dazugehörige Befestigungskomposit separat angefärbt. So war es möglich, die genaue Verteilung innerhalb der Verbundschicht zu bestimmen. Im Vergleich zu den zusätzlich hergestellten Proben, die mit dem REM untersucht wurden, stellte sich die gemessene Hybridschicht mit dem CLSM als tendenziell dicker dar [Arrais *et al.* 2009].

Obwohl REM und CLSM in der Vergangenheit – zum Teil sogar innerhalb der gleichen Studie – zur Untersuchung des adhäsiven Verbundes verwendet wurden, gibt es wenig Informationen über die Vergleichbarkeit der Ergebnisse beider Untersuchungsmethoden [D'Souza *et al.* 1999]. Eine neue, im Jahr 2009 erschienene Studie, die auf den Vorversuchen der hier vorliegenden Untersuchung basiert, widmet sich dieser Problematik und vergleicht die Ergebnisse von CLSM- und REM-Untersuchungsmethoden miteinander [Bitter *et al.* 2009]. Dazu wurde die Hybridschicht an fünf identischen Stellen derselben Proben mit beiden Mikroskopen erfasst und ausgewertet. Beide Methoden zeigen vergleichbare Hybridschichtausprägungen und eine ähnliche Penetration von Komposit in die Dentintubuli. Erst mit dem Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop war es jedoch möglich, weitergehende Detailinformationen über die Verteilung von Komposit und Bonding innerhalb der Verbundschicht und deren Penetration in die Dentintubuli zu erhalten [Bitter *et al.* 2009].

3 Ziel der Arbeit und Arbeitshypothese

Die Etablierung eines adhäsiven Verbundes zum Wurzelkanalentin bei der Befestigung von Wurzelkanalstiften wird kontrovers diskutiert. Der hohe C-Faktor und die starken Schrumpfkraften des Komposits im Wurzelkanal [Feilzer *et al.* 1987] geben manchen Autoren Anlass, die Bildung eines adhäsiven Verbundes in diesem Bereich zu bezweifeln [Tay *et al.* 2005]. Weitere In-vitro-Studien bekräftigen diese Zweifel und vermuten Friktion als Hauptursache für den Halt der befestigten Stifte [Pirani *et al.* 2005; Cury *et al.* 2006]. An anderer Stelle wurde hingegen gezeigt, dass es zu einer mechanischen Verzahnung von Adhäsiv und demineralisierter Kollagenstruktur des intraradikulären Dentins kommt und dies einen entscheidenden Faktor für die Haftung darstellt [Ferrari *et al.* 2000a]. Studien weisen darauf hin, dass die Haftwerte am koronalen Dentin höher sind als die im Wurzelkanal [Goracci *et al.* 2005b; Goracci *et al.* 2007; Zicari *et al.* 2008]. Die Gründe hierfür könnten, neben den oben beschriebenen hohen Schrumpfkraften, auch im Aufbau des Wurzelkanalentin liegen. In einer histologischen Studie wurde eine irreguläre Struktur gefunden, die unterschiedlich starke Auflagerungen von Sekundärdentin und zementartigem Gewebe enthielt. Zusätzlich konnten tubulifreie Gebiete nachgewiesen werden [Mjör *et al.* 2001]. Verschiedene Untersuchungen zeigen außerdem, dass die Anzahl der Dentintubuli im Kanal in apikaler Richtung abnimmt [Schroeder & Scherle 1988; Schellenberg *et al.* 1992; Mjör & Nordahl 1996; Ferrari & Mannocci 2000]. Zudem wurde in einer anderen Studie im zervikalen Kanalanteil eine signifikant dickere Hybridschicht als im mittleren oder apikalen nachgewiesen [Ferrari & Mannocci 2000]. Letzteres Ergebnis lässt einen geringeren Verbund in apikaler Richtung vermuten.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die verschiedenen Komponenten des adhäsiven Verbundes zum Wurzelkanalentin von fünf unterschiedlichen, auf dem Markt befindlichen Befestigungssystemen mit dem Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop getrennt zu visualisieren und bei denselben Proben Haftwertuntersuchungen durchzuführen. Zum einen sollte der adhäsive Verbund jedes Systems analysiert und zum anderen sollten Rückschlüsse auf die Bestandteile des Verbundes gezogen werden, die einen Beitrag zur Haftung im Kanal leisten. Die zugrunde liegende Arbeitshypothese war, dass die Morphologie der Verbundschicht vom verwendeten Material abhängig ist und dass die Haftkraft vom jeweiligen Befestigungssystem, von der Lokalisation im Wurzelkanal sowie von den morphologischen Faktoren beeinflusst wird. Daraus generieren sich folgende Nullhypothesen:

1. Das verwendete Befestigungsmaterial hat keinen Einfluss auf die Morphologie der Verbundschicht.
2. Die Haftkraft ist unabhängig von der Lokalisation im Wurzelkanal und dem verwendeten Befestigungssystem.

4 Material und Methoden

4.1 Herstellung der Proben

Für diese Untersuchung wurden 50 extrahierte menschliche obere, mittlere, bleibende Frontzähne verwendet, die vorsichtig gesäubert und in 0,9-%iger Kochsalzlösung (NaCl 0,9 %; Delta Select, Pfullingen, Deutschland) bei Zimmertemperatur bis zur Weiterverwendung gelagert wurden. Während dieser Lagerung wurde die Kochsalzlösung wöchentlich gewechselt.

Die Kronen der Zähne wurden 1 mm oberhalb der Schmelz-Zement-Grenze unter ständiger Wasserkühlung abgetrennt (Präzisionsdiamantbandsäge Exakt 300, Exakt Vertrieb, Norderstedt, Deutschland). Durch Resorptionen oder Karies geschädigte Wurzeln wurden nicht verwendet. Auch die Zähne mit einem obliterierten Wurzelkanal wurden aussortiert. Die ausgewählten Zahnwurzeln hatten eine Länge von 16 bis 20 mm.

Die Aufbereitung der Wurzelkanäle erfolgte maschinell mit dem FlexMaster-System (VDW, München, Deutschland) in der Step-Down-Technik bis zu einer Arbeitslänge von 1 mm vor dem anatomischen Apex und einer apikalen Aufbereitungsgröße von 02/50. Die genaue Arbeitslänge wurde festgelegt, indem ein Reamer der ISO-Größe 10 bis zum Sichtbarwerden am Foramen apicale in den Wurzelkanal eingeführt wurde. Diese Instrumentenlänge konnte koronal mit einem Gummistopp markiert werden, und dann wurde die mit einer Messlehre (Minifix Meßlehre, VDW) ermittelte Gesamtlänge um 1 mm reduziert. Nach Nutzung jedes Aufbereitungsinstrumentes wurden die Kanäle mit 1-%iger Natriumhypochlorit-Lösung (Natriumhypochlorit 1 %; Aug. Hedinger, Stuttgart, Deutschland) gespült. Die abschließenden Spülungen erfolgten mit 5 ml einer Kochsalzlösung (NaCl 0,9 %; Delta Select) und mit der gleichen Menge einer 0,2-%igen Chlorhexidin-Lösung (CHX-Lösung; Krankenhausapotheke der Charité - Universitätsmedizin Berlin).

Nach dem Trocknen mit Papierspitzen (Weiße Papierspitzen ISO 50; Alfred Brecht, Offenburg, Deutschland) wurden die Wurzelkanäle mit Guttapercha und AH Plus (AH Plus Sealer; Dentsply DeTrey, Konstanz, Deutschland) unter Anwendung der Technik der lateralen Kondensation gefüllt. Für den Masterpoint wurden Guttaperchastifte der ISO-Größe 50 (VDW) verwendet. Mit Hilfe eines Spreaders der Größe Fine (VDW) wurden dann die akzessorischen Guttaperchastifte der Größe F und XF (VDW) gesetzt und mit einem heißen Exkavator (Endodontischer Exkavator; Jakobi Dental Instruments, Leimen, Deutschland) abgetrennt. Der Kanaleingang wurde temporär mit Cavit (3M ESPE, Seefeld, Deutschland) abgedeckt, und die Wurzeln wurden für weitere 24 h in Wasser gelagert.

Die Bohrung für die faserverstärkten Kompositstifte (FRC Postec Plus, Größe 3; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) erfolgte, unter ständiger Wasserkühlung, mit einem grünen Winkelstück und dem vom Hersteller mitgelieferten Vorbohrer (FRC Postec Plus Kanalbohrer Größe 3; Ivoclar Vivadent) bis auf eine Tiefe von 12 mm. Dabei verblieb ein apikaler Anteil der Wurzelkanalfüllung von mindestens 4 mm Länge im Kanal. Abschließend wurden alle Kanäle zur Reinigung mit einer 0,2-%igen CHX-Lösung gespült.

Die Zähne wurden nach Nummerierung mit Hilfe einer computergenerierten Randomisierungsliste auf fünf Gruppen (n = 10) verteilt. Innerhalb dieser Gruppen kam jeweils eines der folgenden Befestigungssysteme (Tabelle I) zur Anwendung:

- Panavia F 2.0/Panavia Ed-Primer A/B,
- Variolink II/Excite DSC,
- PermaFlo DC/PermaFlo Primer A/B,
- RelyX Unicem und
- Clearfil Core/Clearfil New Bond.

Vor dem Setzen wurden die Wurzelkanalstifte entsprechend den Herstellerangaben 60 s mit 37 % Phosphorsäuregel (Total Etch, Ivoclar Vivadent) vorbehandelt, für 60 s gründlich mit einem Luft-Wasser-Gemisch abgespült, und der Stift mit Luft vorsichtig getrocknet. Adhäsiv und Komposit der verwendeten Materialien wurden mit zwei unterschiedlichen Fluoreszenzfarbstoffen (Rhodamin B Isothiocyanat/RITC und Natrium Fluoreszein/FNA; Sigma-Aldrich Chemie, Steinheim, Deutschland) vermischt.

Um zu gewährleisten, dass immer die gleichen Mengen von Farbstoff zum Anfärben verwendet werden konnten, wurden zwei Färbelösungen hergestellt, in denen je 50 mg Farbstoff in 5 ml 96-%igem Alkohol (Krankenhausapotheke der Charité - Universitätsmedizin Berlin) gelöst wurden. Diese Mengen wurden mit einer Messpipette (10 ml, Teilung 0,15, orange; Brand, Wertheim, Deutschland) und einer Präzisionswaage (Sartorius 2004 MP6; Sartorius, Göttingen, Deutschland) bestimmt. Mit einer Eppendorf-Pipette (Reference 4900 Fix-Volumen 10 µl; Eppendorf, Hamburg, Deutschland) wurden dann jeweils 20 µl der 1-%igen Farblösung abgemessen und auf eine Glasplatte bzw. auf ein vom Komposithersteller mitgeliefertes Anmischschälchen gegeben. Nach Verflüchtigung des Lösungsmittels blieb eine Farbstoffmenge von 0,2 mg übrig, die dem Anfärben diente.

Tabelle I Übersicht über die untersuchten Materialien

| Proben- gruppe | Konditi- onierungs- methode | Adhäsiv- system | Komposit | Hersteller | Zusammensetzung des Adhäsivsystems | Zusammensetzung des Komposits | Polymeri- sationsart | Lot No.: |
|-------------------|---|------------------------------|-------------------|---|--|--|-------------------------|--|
| 1 | selbstkondi- tionierender Primer | Panavia ED Primer A/B | Panavia F 2.0 | Kuraray, Osaka, Japan | 10-Methacrylat-oxydecyl Dehydrogenphosphat (10- MDP), Hydroxyethyl- methacrylat (HEMA), N- Methacryl 5-Aminosalicylat, Natriumbenzensulfinat, N,N'-diethanol-p-toluidin, Wasser | Bariumglaspulver, Natrium- fluorid, Dimethacrylat, MDP, Silizium, Benzoyl- peroxid, Amine, Natrium, aromatische Sulfinat | dual | 41151 |
| 2 | H ₃ PO ₄ (37 %) 15 s | Excite DSC | Variolink II | Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechten- stein | HEMA, Bis-GMA, Glycerin- dimethacrylat, Phosphor- säureacrylat, hochdisper- ses Silizium, Ethanol | Bis-GMA, Urethan- dimethacrylat, Triethylen- Glycol-Dimeth-acrylat, Yt- terbium-Trifluorid, Barium- glas, Silizium | dual | Variolink Base: H34760, Catalyst: H33170, Excite: H09851 |
| 3 | H ₃ PO ₄ (37 %) 15 s | PermaFlo DC Primer A/B | PermaFlo DC | Ultradent, Salt Lake City, Utah, USA | keine Herstellerangaben | Bis-GMA, Benzoylper- oxid, tertiäre Amine | dual | BOHJS |
| 4 | selbst- ätzendes und -bondendes Komposit | – | RelyX Un- icem | 3M ESPE, Seefeld, Deutsch- land | kein Primer | Silizium, Glas, Kalzium- hydroxid, Methacrylat- Phosphor-Ester, Dime- thacrylat, Acetat | dual | 256844 |
| 5 | H ₃ PO ₄ (37 %) 15 s | Clearfil New Bond | Clearfil Core | Kuraray, Osaka, Japan | 10-MDP, Bis-GMA, HEMA, hydrophobe Dimethacryla- te, Benzoylperoxide, N,N'- diethanol-p-toluidin, Nat- riumbenzensulfinat, Ethy- lalkohol | Bis-GMA, TEGDMA, Silizium, silanisieretes Glaspulver, Benzoyl- peroxid, Amine | chemisch | Univer- salpaste: 2590, Catalyst- paste: 2420, New Bond: 41179 |

Probengruppe 1 (Panavia F 2.0/Panavia ED-Primer A/B)

In der ersten Gruppe wurden die Wurzelkanalstifte mit Panavia F/Panavia ED-Primer A/B im Wurzelkanal den Herstellerangaben entsprechend befestigt. Zunächst wurden je 10 µl der Flüssigkeiten A und B des ED-Primer mit einer Eppendorf-Pipette (Reference 4900 Fix-Volumen 10 µl; Eppendorf) abgemessen und unter Aufnahme von 0,2 mg FNA vermischt. Mit einer Mikrobürste (Microbrush international; Grafton, Wisconsin, USA) wurde der Primer dann auf die Dentinoberfläche des gereinigten und mit Papierspitzen getrockneten Wurzelkanals aufgetragen. Nach einer Einwirkzeit von 30 s wurden Überschüsse mit einer Papierspitze entfernt und der Kanal mit einem leichten Luftstrom getrocknet.

Auf einer Glasplatte mit 0,2 mg RITC wurden je 100 mg der Panavia F 2.0-Pasten A und B mit einer Präzisionswaage (Sartorius 2004 MP6, Sartorius) abgewogen und unter Aufnahme des Farbstoffes vermischt. Der Stift wurde dann mit dem Komposit gleichmäßig beschichtet, unter leicht rüttelnden Bewegungen in den Wurzelkanal eingebracht und die Überschüsse entfernt. Entlang der Zementfuge wurde Oxyguard II (Kuraray, Osaka, Japan) aufgetragen. Anschließend erfolgte mit einer Halogenlampe (Astralis 10, Wellenlänge 400 bis 500 nm, 1200 mW/cm²; Ivoclar Vivadent), die direkt auf das Stiftende aufgesetzt wurde, die Lichthärtung des dualhärtenden Zementes für 20 s. Das Oxyguard wurde nach drei Minuten mit einem Luft-Wasser-Gemisch abgespült.

Proben-Gruppe 2 (Variolink II/Excite DSC)

Für die zweite Gruppe wurde Variolink II mit dem Adhäsivsystem Excite DSC verwendet. Die gereinigten Kanäle der Probenzähne wurden mit Papierspitzen getrocknet. Zum Konditionieren des Wurzelkanaldentins wurde 37-%iges Phosphorsäuregel (Total Etch) durch eine Endo-Kanüle (VMK-EndoNeedle, 28Gx1; Vedefar, Dilbeek, Belgien) in den Kanal eingebracht. Nach einer Einwirkzeit von 15 s wurde das Gel sorgfältig durch eine Spülung mit Wasser entfernt. Das anschließende Trocknen des Kanals erfolgte mit einer Papierspitze.

Mit einer Pipette (Reference 4900 Fix-Volumen 10 µl; Eppendorf) wurden nach Aktivieren des Single-Dose-Behälters 20 µl des Bondings Excite DSC entnommen und auf eine mit 0,2 mg FNA beschichtete Glasplatte gegeben. Nach Aufnahme des Farbstoffes wurde das Excite DSC mit der Applikationsbürste für 10 s in das Wurzelkanaldentin einmassiert und auf die Stiftoberfläche aufgetragen. Überschüsse konnten mit einer Papierspitze vorsichtig abgesaugt werden. Jeweils 100 mg der Variolink-II-Basis- und -Katalysatorpasten wurden 1:1 auf der mit 0,2 mg RITC benetzten Glasplatte unter Aufnahme des Farbstoffes für 10 s angemischt. Danach wurde das Komposit gleichmäßig auf den Stift aufgetragen. Dieser wurde anschließend mit leicht rüttelnden Bewegungen in den Wurzelkanal eingebracht und das Komposit für 40 s lichtgehärtet.

Probengruppe 3 (PermaFlo DC/PermaFlo Primer A/B)

Die Wurzelkanalstifte der dritten Probengruppe wurden mit PermaFlo DC und dem dazugehörigen PermaFlo Primer A/B in den Wurzelkanälen befestigt. Wie bei Gruppe 2 wurde auch hier das Dentin durch Ätzen mit 37-%iger Phosphorsäure vorbehandelt, abgespült und anschließend mit Papierspitzen getrocknet.

10 µl des Primer A und 0,1 mg FNA wurden miteinander vermischt und mit einer Mikrobürste (Microbrush Plus Applikatoren; Microbrush international) auf das Kanal-dentin 10 s lang aufgetragen. Danach wurde mit dem Primer B auf gleiche Art verfahren. Überschüsse wurden auch hier vor Anmischen des Komposits entfernt. Von beiden PermaFlo-Komponenten wurden je 100 mg entnommen und unter Aufnahme von insgesamt 0,2 mg RITC auf einer Glasplatte miteinander vermischt. Nachdem das Komposit auf den Stift aufgetragen war, wurde dieser in den Kanal eingesetzt und – nach Entfernung der Überschüsse entsprechend der Herstellerangaben – zur Fixierung 4 s lichtgehärtet. Die Endaushärtung erfolgte innerhalb von 24 h chemisch.

Probengruppe 4 (RelyX Unicem)

Bei der Probengruppe 4 wurde als Befestigungskomposit RelyX Unicem verwendet. Bei diesem selbstadhäsiven System entfällt eine separate Vorbehandlung des Wurzel-dentins. Daher wurde hier auch nur ein Farbstoff (0,2 mg RITC) verwendet. Anders als bei den übrigen Kompositen wurde dieser Farbstoff direkt in die Aplicap-Kapsel eingefüllt. Da sich in einer Kapsel, laut Herstellerangaben, eine Kompositmenge von 295 mg befindet, wurde die zugegebene Farbstoffmenge auf 0,3 mg erhöht. Die Abmessung des Farbstoffes erfolgte mit der Präzisionswaage (Sartorius 2004 MP6). Um eine gute Durchmischung des Farbpulvers mit dem ebenfalls pulverförmigen Komposit-Polymer zu erreichen, wurde die Kapsel für 40 s ohne vorherige Aktivierung in ein Hochfrequenzmischgerät (Ultrammat 2; SDI, Bayswater, Victoria, Australien) gegeben. Dann wurde die Kapsel den Herstellerangaben entsprechend in den Aplicap-Aktivator eingelegt und dieser 4 s aktiviert. Anschließend wurde die Kapsel 15 s lang im Hochfrequenzmischgerät gemischt. Mit Hilfe des Aplicap-Appliers (3M ESPE, Seefeld, Deutschland) wurde dann der Zement auf den Wurzelkanalstift aufgetragen und unter leicht rüttelnden Bewegungen in den gereinigten und getrockneten Wurzelkanal eingebracht. Nach dem Entfernen der Überschüsse wurde abschließend das Komposit für 40 s lichtgehärtet.

Probengruppe 5 (Clearfil Core/Clearfil New Bond)

Das chemisch härtende Komposit Clearfil Core und das auf gleiche Art abbin-dende Adhäsiv Clearfil New Bond wurden in der Probengruppe 5 zur Befestigung des Wurzelkanalstiftes im Kanal eingesetzt. Wie auch bei der Probengruppe 2 wurde das gereinigte und getrocknete Kanaldentin 15 s lang angeätzt und das Gel danach gründlich mit Wasser entfernt. Anschließend wurden je 10 µl Universal Liquid und

10 µl des Katalysator-Liquids mit insgesamt 0,2 mg FNA vermischt und mit einer Mikrobürste (Microbrush international) im Wurzelkanal verteilt. Die Überschüsse konnten mit einer Papierspitze entfernt werden. Clearfil Core besteht aus einer Universal- und einer Katalysator-Paste. Auf einer Glasplatte wurden je 100 mg von beiden Pasten und 0,2 mg RITC miteinander vermischt und auf den glasfaserverstärkten Stift aufgetragen. Dieser wurde mit kleinen rüttelnden Bewegungen in den Wurzelkanal eingebracht und überschüssiges Material entfernt.

4.2 Probenvorbereitung für die konfokalmikroskopische Untersuchung

Alle Proben wurden nach ihrer Herstellung für 24 h bei 100 % Luftfeuchtigkeit und 37 °C gelagert. Danach wurden sie mit Clearfil Core auf einem speziellen Probenhalter (Abb. 1) befestigt.

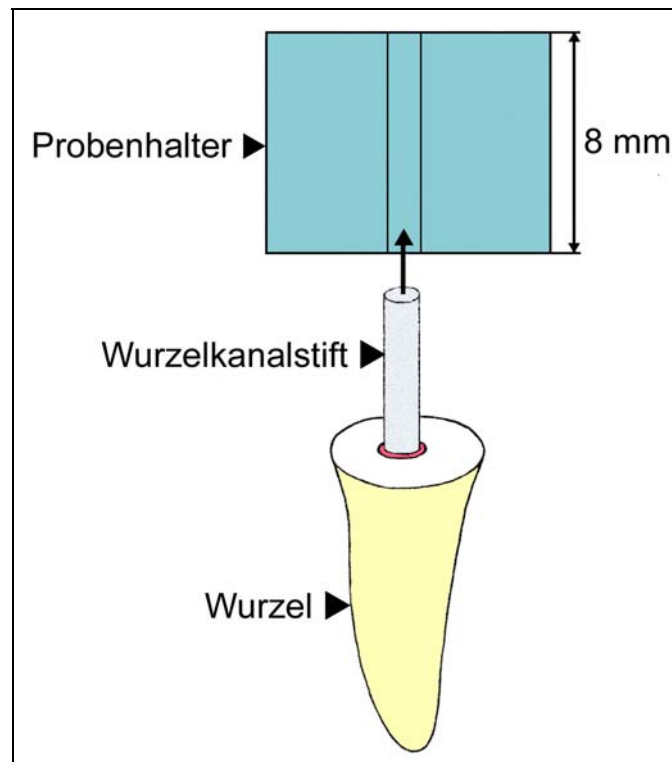


Abb. 1 Positionierung der Probenwurzel mit inseriertem Wurzelkanalstift in der Bohrung des Probenhalters im 90°-Winkel zur Probenhalteroberfläche.

Dabei wurde der Stiftkopf über eine Länge von 8 mm im Halter fixiert, so dass nach dem Einspannen des Probenhalters in die Präzisionsdiamantbandsäge (Exakt 300; Exakt Vertriebs) die Stiftachse senkrecht zum Sägeblatt ausgerichtet war (Abb 2).

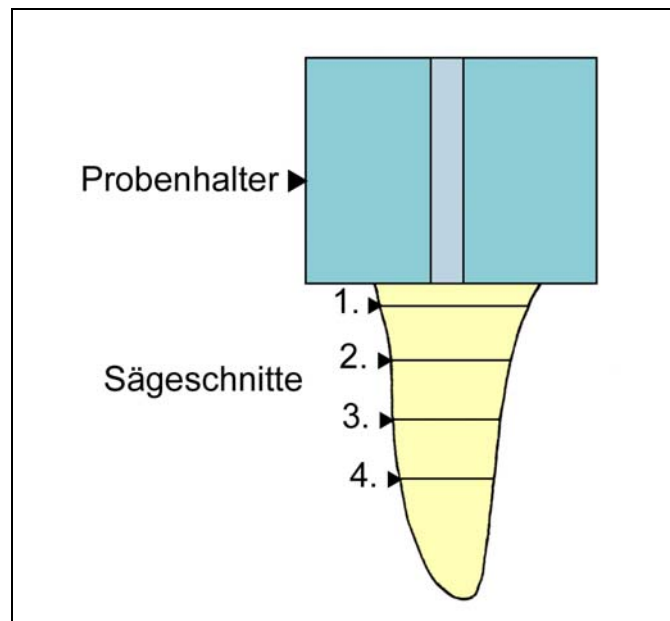


Abb. 2 Parallele Ausrichtung der Sägeschnitte zur Probenhalteroberfläche bei der Probenscheibengewinnung.

Aus jeder Wurzel wurden drei Scheiben von je 2 mm Dicke gewonnen. Der erste Schnitt wurde 1 mm unterhalb der Schmelz-Zement-Grenze angesetzt (Abb. 2). Die so entstandene Fläche verlief senkrecht zur Längsachse des Wurzelkanalstiftes. Die Schnittfläche der Wurzel wurde mit Sekundenkleber (Henkel, Düsseldorf, Deutschland) auf einen Objektträger (Plexiglas-Objektträger Diaplust, Oststeinbek, Deutschland) aufgeklebt und 2 mm über der Objektträgeroberfläche abgesägt. Auf dem Objektträger verblieb so die 2 mm starke Probenscheibe des koronalen Wurzelanteils (Abb. 3).

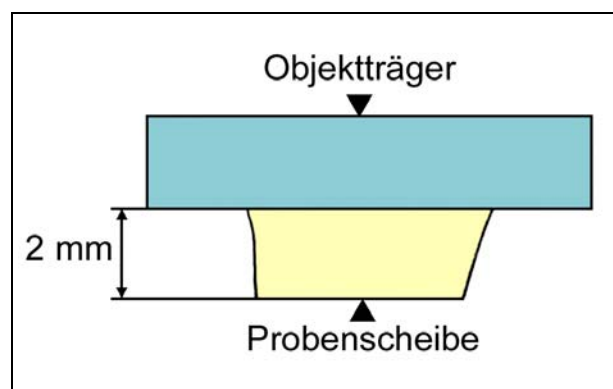


Abb. 3 Positionierung einer Probenscheibe auf dem Objektträger.

Mit dem abgetrennten Wurzelende wurde dieser Vorgang zweimal wiederholt, um auch eine mittlere und apikale Probenscheibe zu erhalten (Abb. 4).

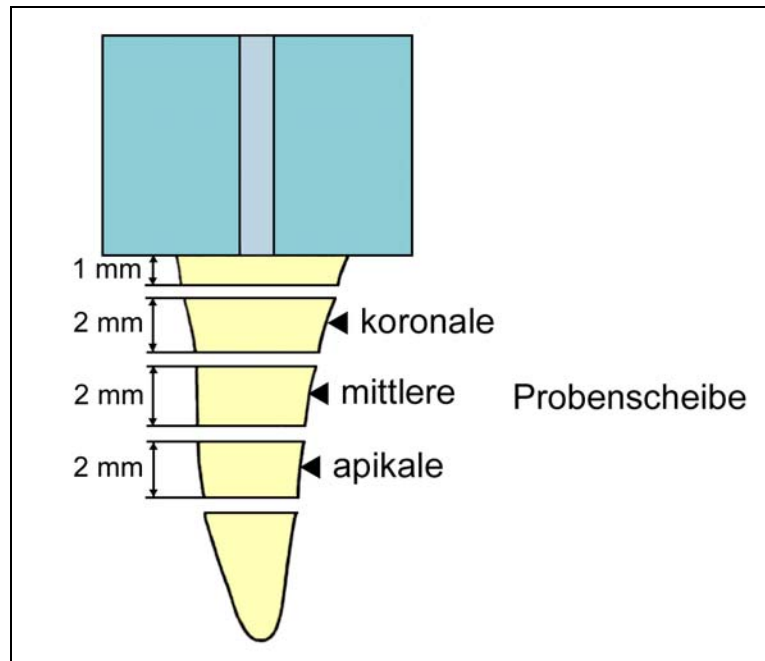


Abb. 4 Lokalisation der gewonnenen Probenscheiben innerhalb der Zahnwurzel.

Die Objektträger wurden beschriftet, um die drei Scheiben weiterhin dem ursprünglichen Zahn sowie dem Wurzelbereich zuordnen zu können. Nach dem Sägen wurden die Proben unter Wasserkühlung in einer Schleifmaschine (Exakt 400 CS; Exakt Vertrieb) mit Schleifpapier aufsteigender Körnung (Schleifpapier Körnung 2500 und 4000; Exakt Vertrieb) poliert. Die anschließend mit einer Mikrometerschraube (Digimatic Bügelmessschraube; Mitutoyo, Kawasaki, Japan) vermessenen Proben hatten alle eine Stärke von 1,99 bis 2,01 mm. An der polierten Probenoberfläche wurde mit einem Skalpell (Einmalskalpell BA215; Aesculap, Tuttlingen, Deutschland) eine Markierung in Form eines Fadenkreuzes (Abb. 5) angebracht, um den Bereich der mit dem CLSM zu untersuchenden Probenausschnitte festzulegen.



Abb. 5 Lokalisation der Bildausschnitte auf einer Probenscheibe.

4.3 Konfokalmikroskopische Untersuchung

4.3.1 Konfokale Bildgebung

Bei dieser Art der Mikroskopie wird ein kollimierter und polarisierter Laserstrahl verwendet, der von einem Strahlenteiler, dem so genannten dichroitischen Spiegel, in den hinteren Teil einer Objektivlinse reflektiert und auf einen einzelnen Punkt der Probe fokussiert wird. Das von diesem, auch Fokalpunkt genannten Punkt emittierte und reflektierte Licht wird durch dieselbe Linse zurückgeleitet und gelangt – fokussiert durch Mikroskop und optisches System – zu einem zweiten Punkt, dem Konfokalpunkt. Hier befindet sich eine winzige Öffnung, das Pinhole. Durch dieses kann das Licht vom Fokalpunkt in den Detektor gelangen. Dabei werden die Lichtstrahlen nochmals fokussiert, um diejenigen Anteile zu unterdrücken, die aus Bereichen unter- oder oberhalb der gewählten Fokalebene stammen. So erhält man eine Information über einen einzigen Punkt innerhalb einer bestimmten Ebene einer Probe. Um Strukturen erkennbar werden zu lassen, muss der Laser die Probe auf der Fokalebene Punkt für Punkt abtasten. Auf diese Weise erzeugt er das gesamte Bild des gescannten Bereiches [Leica 2003].

Bei der vorliegenden Untersuchung wurden die Farbstoffe FNA und RITC verwendet. Diese Farbstoffe sind in der Lage, bei Lichteinwirkung einer bestimmten Wellenlänge Photonen in einem für den Farbstoff typischen Wellenlängenspektrum zu emittieren (Abb. 6). Für den Farbstoff FNA beträgt die optimale Anregungswellenlänge 488 nm, die in dieser Studie mit einem Argon-Laser erzeugt wurde. Der Farbstoff emittierte nach Anregung durch Licht vorwiegend in einem Bereich von 500 bis 538 nm und wurde durch Grün visualisiert (Abb. 6). Der andere Farbstoff RITC wurde mit einem Helium-Neon-Laser bei einer Wellenlänge von 543 nm angeregt. Sein Hauptemissionsspektrum liegt bei 580 bis 650 nm und wurde auf dem Bildschirm als Rot sichtbar (Abb. 6). Werden die Farbstoffe gleichzeitig mit beiden Lasern angeregt, so reagieren beide Stoffe in einem kleinen, sich überlappenden Bereich (Abb. 6) auf die Anregungswellenlänge des jeweils anderen Farbstoffes mit. Dieses Phänomen wird auch als Crosstalk bezeichnet und stellt eine Ungenauigkeit bei der exakten Wiedergabe der angefärbten Areale dar.

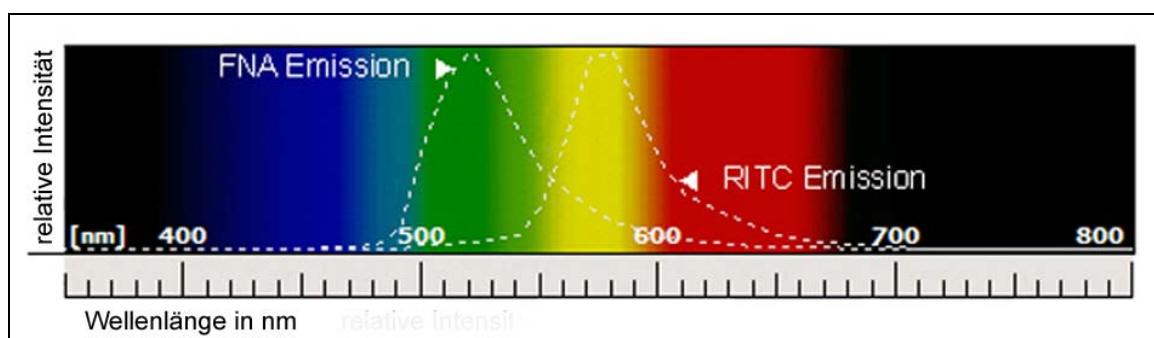


Abb. 6 Emissionsspektrum der Fluoreszenzfarbstoffe [Leica 2003].

Um diese Ungenauigkeit zu minimieren, können bei der Detektion Parameter für die jeweiligen Emissionsspektren der unterschiedlichen Fluoreszenzfarbstoffe festgelegt werden, die als Filter dienen. Die festgelegten Bereiche der Farbstoffe sollten so gewählt werden, dass sie im Gesamtspektrum der Emission möglichst weit voneinander getrennt liegen. Bei modernen Konfokalmikroskopen werden im Benutzerprogramm Einstellungen (Modi) für unterschiedliche Farbstoffe angeboten. Bei Bedarf können diese individuell angepasst werden, um eine noch genauere bildliche Wiedergabe zu erreichen.

4.3.2 *Probenuntersuchung am Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop*

Die mikroskopische Untersuchung der Proben erfolgte mit einem Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop (Leica TCS SL; Leica Microsystems, Wetzlar, Deutschland). Das Mikroskop besitzt drei unterschiedliche Laserarten. Für die vorliegende Studie wurden der Argon- und der Helium-Neon-Laser genutzt.

Von jeder Probenscheibe wurden Bilder an vier vorher festgelegten Stellen mit 40-fach-Objektiv, Ölimmersion (Immersion; Zeiss, Jena, Deutschland) und 2-fach-Zoom elektronisch aufgenommen. Die untersuchten Areale befanden sich jeweils im Uhrzeigersinn rechts neben den angebrachten Markierungen (Abb. 5) und zeigten die Verbundschicht sowie die an sie angrenzenden Dentin- und Wurzelkanalstiftanteile etwa 10 µm unter der polierten Probenoberfläche. Für die Aufnahmen wurde die Größe des Pinholes auf 1,0 Airy festgesetzt, was einer Größe von 90,9 µm entspricht. Um ein möglichst hohes Signal-Rausch-Verhältnis zu erhalten, wurden alle Bilder über einen dynamischen Mittelwert von acht Einzelaufnahmen (Average-Funktion) gewonnen. Die Auflösung betrug jeweils 1024 x 1024 Pixel. Dabei wurde ein Areal der Größe von 187 µm x 187 µm wiedergegeben (Abb. 37, siehe Anhang).

Von jedem der vier Areale auf einer Probenscheibe wurden nacheinander zwei Bilder aufgenommen, eines im FNA- (Abb. 7) und eines im RITC-Modus (Abb. 8). Dabei wurde die Energie des jeweils nicht benötigten Lasers ganz heruntergefahren. Durch dieses sequentielle Aufnahmeverfahren konnte der Crosstalk zusätzlich verringert werden. Die so entstandenen zwei Bilder eines Probenausschnittes konnten jeweils als Tiff-Dateien gespeichert und durch das Programm LCS Lite (Leica Confocal Software Lite Version) in einem Gesamtbild (Overlay-Bild) überlagert werden (Abb. 9). Dieses zeigt nun die durch RITC rot und die durch FNA grün gefärbten Areale wieder in einem Bild.

Alle Proben wurden bis zur weiteren Bearbeitung bei 100 % Luftfeuchtigkeit und 37 °C für maximal 12 h gelagert.

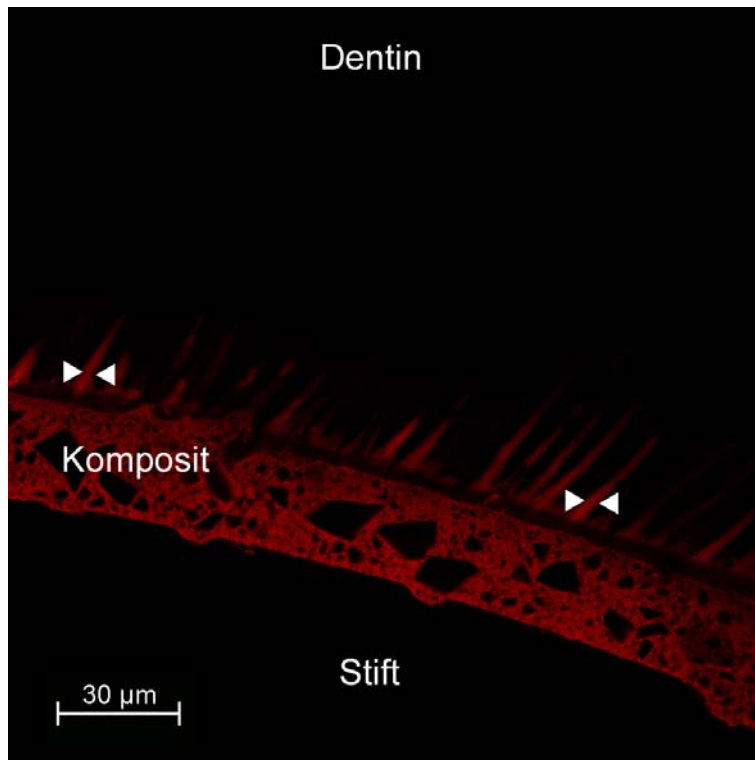


Abb. 7 Aufnahme der Verbundschicht von Clearfil Core/Clearfil New Bond im RITC-Modus, mit durch Pfeile gekennzeichneten Tags.

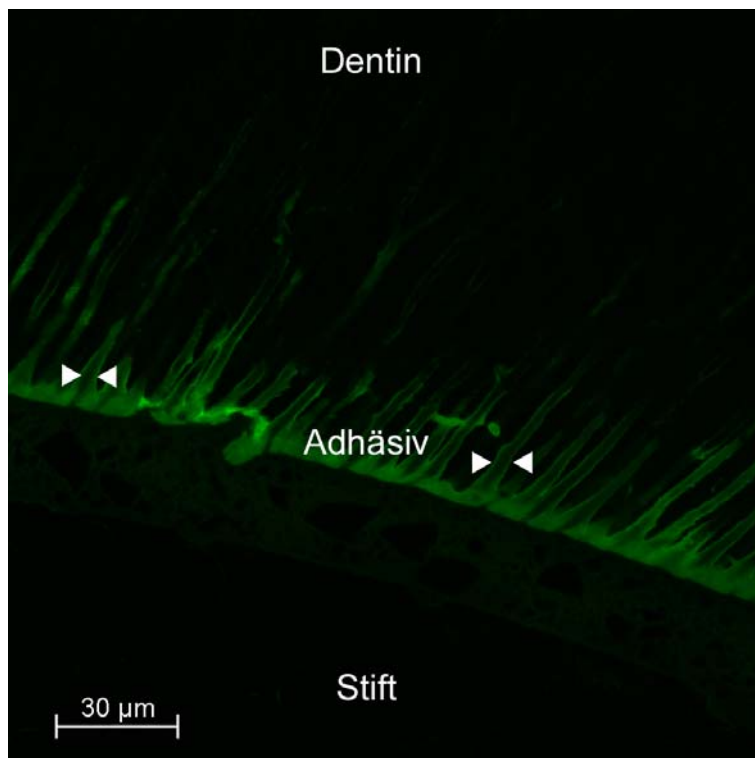


Abb. 8 Aufnahme der Verbundschicht von Clearfil Core/Clearfil New Bond im FNA-Modus, mit durch Pfeile gekennzeichneten Tags.

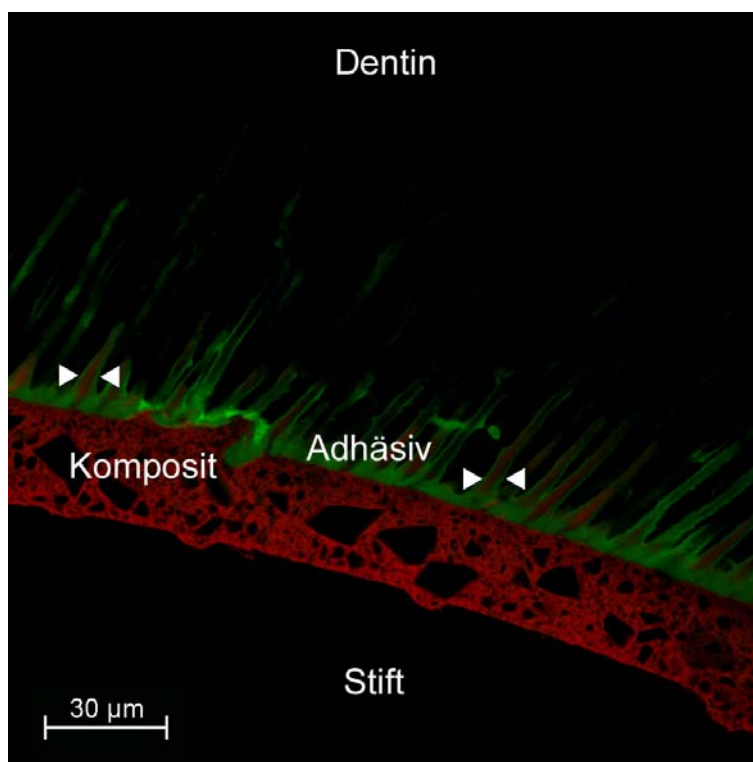


Abb. 9 Overlay-Bild der Verbundschicht von Clearfil Core/Clearfil New Bond. Tags durch Pfeile gekennzeichnet.

4.4 Vorbereitung der Proben für den Ausstoßversuch

Für den Ausstoßversuch wurde zunächst der Durchmesser des Wurzelkanalstifts auf der polierten, apikalen Seite jeder Probe mit einem Messmikroskop (Wild Mikroskop M420; Leica, Wetzlar, Deutschland) bei 25-facher Vergrößerung visuell ermittelt. Anschließend wurde – unter ständiger Wasserkühlung – mit einer Präzisionsäge (Exakt 300; Exakt Vertrieb) von den 2 mm starken Proben jeweils eine 1 mm dicke Scheibe parallel zum Objektträger abgetrennt (Abb. 10). Jede Probenscheibendicke wurde abschließend mit einer Mikrometerschraube (Digimatic Bügelmessschraube; Mitutoyo) ausgemessen. Sie lag immer in einem Bereich von 0,90 bis 1,10 mm. Zwischen allen Arbeitsgängen wurde wieder auf eine Probenlagerung bei 100 % Luftfeuchtigkeit und 37 °C geachtet.

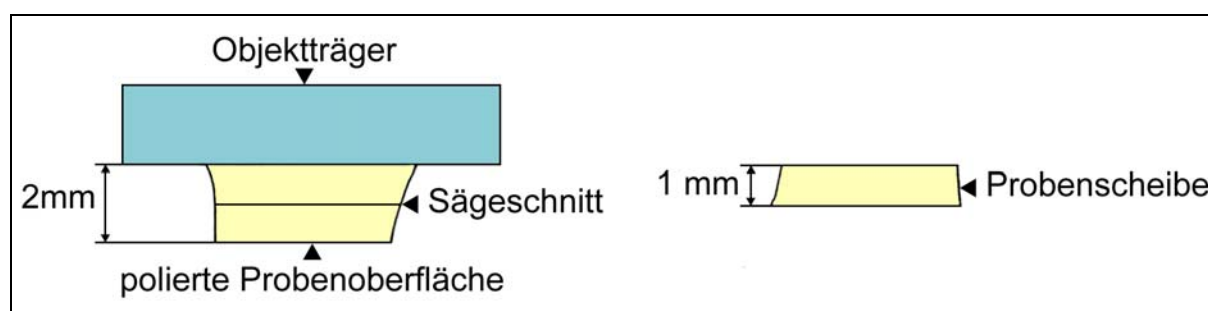


Abb. 10 Gewinnung der Probenscheiben für den Ausstoßversuch.

4.5 Ausstoßversuch

Dieser Versuch wurde mit einer Universalprüfmaschine mit 2,5-kN-Messdose (Zwick Roell, Ulm, Deutschland) durchgeführt. Aufgrund der konischen Form der Wurzelkanalstifte ergaben sich für die drei untersuchten Wurzelabschnitte unterschiedliche Stiftdurchmesser. Deshalb wurden sowohl die Ausstoßstempel als auch die Bohrungen der Auflageplatte auf diese Stiftdurchmesser abgestimmt. Um beim Ausstoß die Verbundschicht nicht zu verletzen, wurde darauf geachtet, dass der verwendete Stempel immer minimal kleiner war als der Stiftdurchmesser auf der polierten, nach apikal hin gerichteten Fläche der Probenscheibe (Abb. 11).

Die Auflageplatte diente bei der Versuchsdurchführung der gleichmäßigen Unterstützung des Dentinanteils der Probe. Aus diesem Grund wurde für die Bohrungen der Auflageplatte ein größerer Durchmesser gewählt als für die Stiftbohrung auf der unpolierten Probenseite. So ergaben sich für die koronalen Probenscheiben ein Stempeldurchmesser von 1,2 mm und ein Lochdurchmesser der Auflageplatte von 2,5 mm, für die mittleren Proben 1,0 mm und 2,0 mm und für die apikalen 0,8 mm und 1,5 mm. Für den eigentlichen Versuch wurden die Proben so unter dem passenden Stempel positioniert, dass dieser bei einer Vorschubgeschwindigkeit von 0,5 mm/min zentral auf den Wurzelkanalstift traf (Abb. 11). Dabei wurde der maximale Newton-Wert (N) bei einem Kraftabfall von mindestens 10 %, welcher mit dem Bruch der Probe gleichgesetzt wurde, für die jeweilige Probe als Wert der Ausstoßkraft dokumentiert.

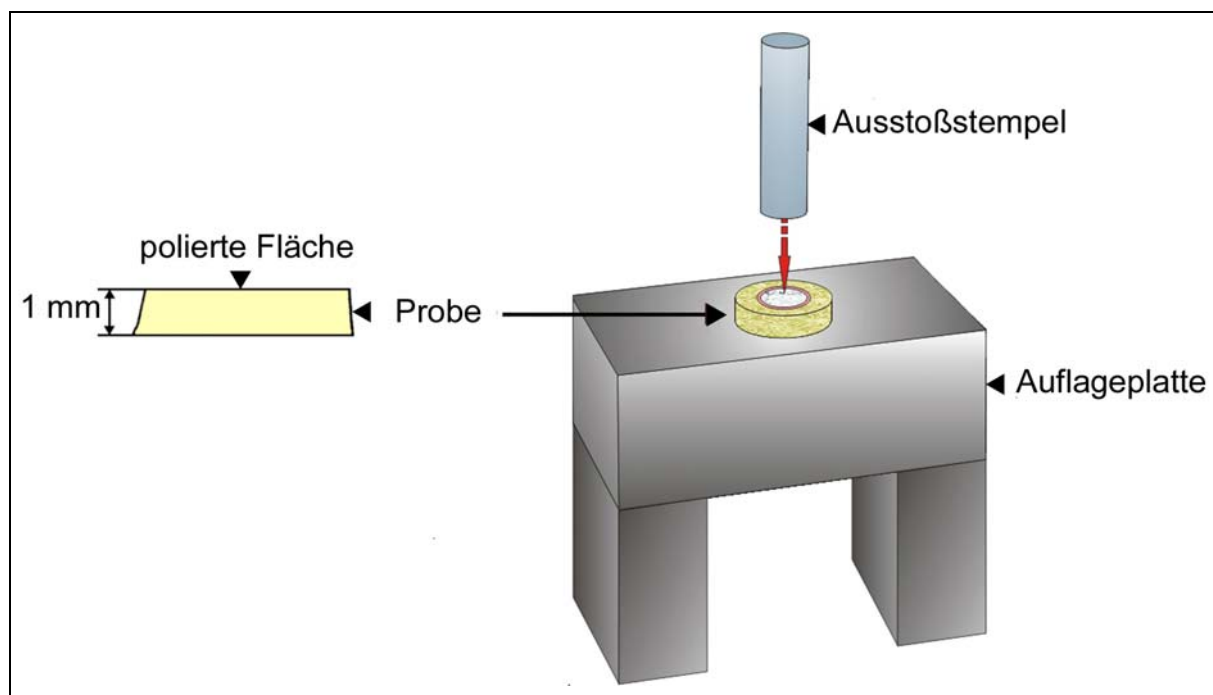


Abb. 11 Positionierung einer der gewonnenen Probenscheiben auf der Auflageplatte für den Ausstoßversuch.

4.6 Berechnung und Auswertung der quantitativen Parameter

4.6.1 Berechnung der Haftkraft

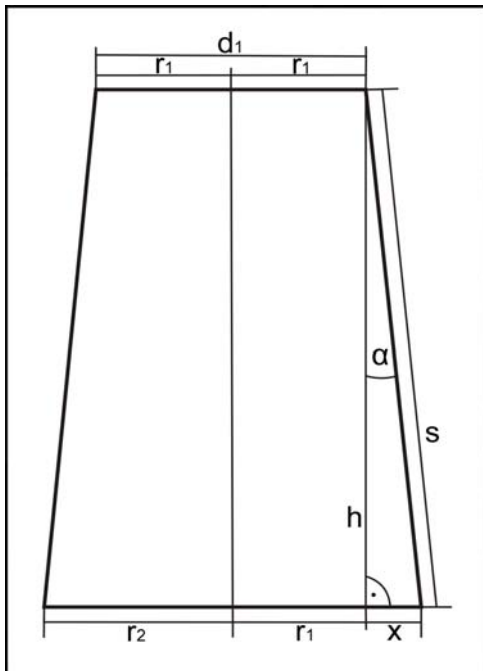
Diese Berechnung vereint die Scheibendicke (h in mm), den auf der polierten, also apikalen Seite der Probe gemessenen Stiftdurchmesser (d_1 in mm), den vom Hersteller angegebenen Gesamtkonuswinkel des Wurzelkanalstiftes ($\beta = 5,3^\circ$, Abb. 38) und die gemessene Ausstoßkraft (F in N) in unten stehender Formel. Die Haftkraft errechnet sich aus der gemessenen Ausstoßkraft dividiert durch die Mantelfläche des Stiftes der jeweiligen Probenscheibe.

$$\text{Haftkraft} = F_h = F / M \quad [1 \text{ Mpa} = 1 \text{ N} / \text{mm}^2 = 1 \text{ kN} / \text{m}^2]$$

Die Mantelfläche des konusförmigen Stiftes entspricht der Berechnung eines Kegelstumpfes (Abb. 12).

$$\text{Kegelmantelfläche} = M = \pi \cdot s \cdot (r_1 + r_2)$$

Dabei wurden die Werte für s und r_2 über den Einheitskreis berechnet.



$$\begin{aligned} d_1 &= \text{Stiftdurchmesser apikale Probenseite} \\ h &= \text{Ankathete} = \text{Probenscheibendicke} \\ s &= \text{Hypothense} = \text{Ankathete} / \cos \alpha \\ x &= \text{Gegenkathete} = \text{Ankathete} / \cot \alpha \\ \alpha &= \beta / 2 \\ r_1 &= d_1 / 2 \\ r_2 &= r_1 + x \end{aligned}$$

Damit ergibt sich für die Kegelmantelfläche folgende Gleichung:

$$M = \pi \cdot h / \cos \alpha \cdot (d_1 + h / \cot \alpha)$$

Abb. 12 Geometrische Darstellung des Wurzelkanalstiftes in Form eines Kegelstumpfes.

Durch das Einsetzen der erhaltenen Gleichung in die Formel für die Haftkraft entsteht letztlich die unten stehende Gleichung, mit der in dieser Arbeit die Haftkraftberechnung erfolgte.

$$F_h = \frac{F}{\pi \cdot h / \cos \alpha \cdot (d_1 + h / \cot \alpha)}$$

4.6.2 Visuelle Auswertung der Bruchstellen

Nach dem Ausstoßen der Stifte wurden die Bruchstellen mit Hilfe eines Stereomikroskops (DV 4; Zeiss, Jena, Deutschland) bei 40-facher Vergrößerung hinsichtlich ihres Versagensmodus beurteilt. Die Brüche der Proben wurden in vier Frakturarten unterteilt. Zur Bruchart 1 zählten alle Proben, deren Frakturen sich zu mehr als 75 % zwischen Stift und Komposit befanden. Dieses Bruchverhalten wurde als adhäsives Versagen zwischen Wurzelkanalstift und Komposit gewertet. Alle Probenscheiben, deren Brüche zu mehr als 75 % zwischen Komposit und Dentin lagen wurden der Frakturart 2 zugeordnet. Sie zeigten damit einen adhäsiven Bruch, der zwischen Dentin und Komposit lag. War eine eindeutige Zuteilung zu einer der genannten Gruppen nicht möglich, da die Bruchverteilung nicht 75 % erreichte, wurden diese Fälle als gemischter Bruch der Bruchart 3 zugewiesen. Die Fälle, in denen der Bruch hauptsächlich durch den Wurzelkanalstift verlief, wurden der Frakturart 4, dem kohäsiven Stiftbruch, zugeteilt.

Exemplarisch wurden die Probenscheiben von jeweils zwei Zähnen jeder Materialgruppe nochmals mit dem Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop bei 40-fachem Objektiv und 2-fach-Zoom untersucht. Hierbei war es wichtig, genau die Ebene aufzufinden, in der auch die Aufnahmen vor dem Ausstoßversuch gemacht worden waren. Dazu kam ein zweiter Bildschirm zum Einsatz, um das Vorher- mit dem Nachherbild vergleichen und die richtige Ebene einstellen zu können. Wieder wurden die Bilder – um den Crosstalk zu minimieren – jeweils im FNA- und anschließend im RITC-Modus aufgenommen und im Nachhinein digital zu einem Overlay-Bild zusammengefügt.

4.7 Auswertung der morphologischen Parameter

Anhand der erhaltenen Overlay-Bilder wurden sowohl die Tags (Pfeile in Abb. 9, Seite 30) als auch die Hybridschicht (Pfeile in Abb. 13) bewertet.

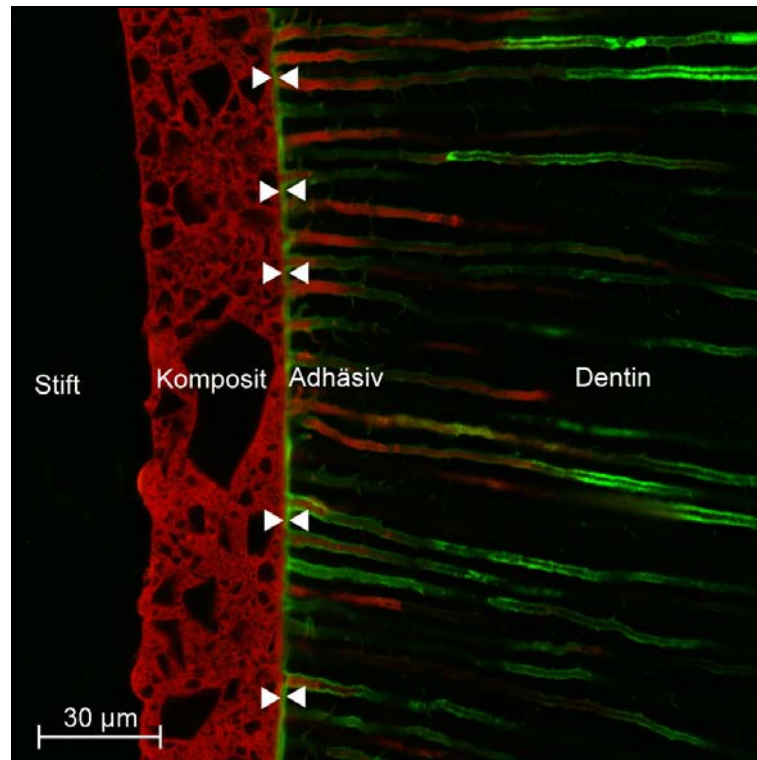


Abb. 13 Overlay-Bild der Verbundschicht von Clearfil Core/Clearfil New Bond. Durch Pfeile gekennzeichnete Hybridschicht.

Dafür wurden zunächst die in der Aufnahme der untersuchten Stelle ersichtlichen Tags gezählt, die an der Grenze vom Befestigungskunststoff zum Dentin in der dargestellten Probenebene lagen. Dieser Wert wurde dann in einen Score überführt (Tabelle II).

Tabelle II Zuordnung von Score und Anzahl der Tags

| Score | Anzahl Tags |
|-------|-------------|
| 1 | 0 - 5 |
| 2 | 6 - 15 |
| 3 | 16 - 25 |
| 4 | > 25 |

Im Anschluss daran wurden nur die Dentintubuli ausgezählt, die mit Komposit gefüllt waren. Ein Probenausschnitt, der das Auftreten unterschiedlicher Tags zeigt, ist in der Abbildung 14 zu sehen. Hier markieren die weiß ausgefüllten Pfeile beispielhaft mit Komposit gefüllte Tubuli, und die dunkel ausgefüllten Pfeile weisen auf ausschließlich durch Adhäsiv gebildete Tags hin.

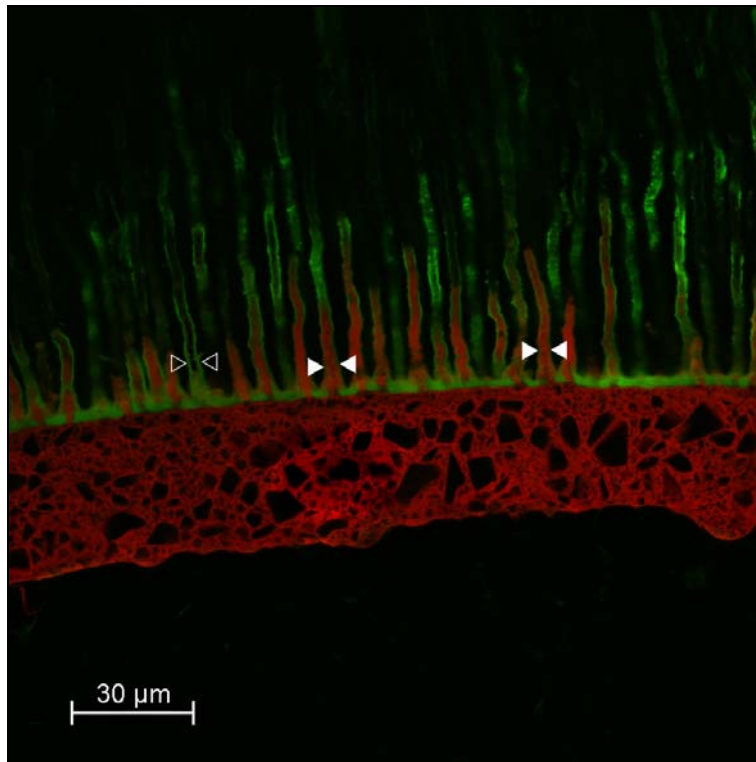


Abb. 14 Ausschnitt einer Probe mit dem Material Clearfil Core/Clearfil New Bond.

Ein Beleg für das Vorkommen von Komposit-Füllkörpern in Dentintubuli ist in der Abbildung 15 zu sehen, die einen mit stärkerer Vergrößerung aufgenommenen Bildausschnitt einer Probenscheibe enthält. Des Weiteren erfolgte die Zählung der Tags, welche in sich gebrochen waren. Ein repräsentatives Beispiel für das Auftreten von Brüchen innerhalb der Tags zeigt die Abbildung 16.

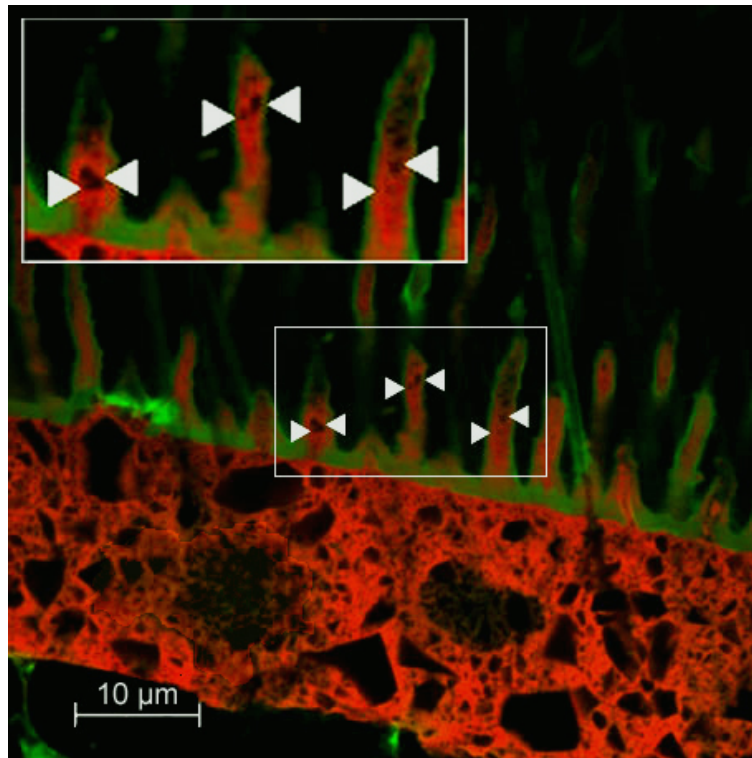


Abb. 15 Ausschnitt einer Probe mit dem Material Clearfil Core/Clearfil New Bond. Füllkörper in den Tags sind durch Pfeile gekennzeichnet (63-fach-Objektiv und 4-fach-Zoom).

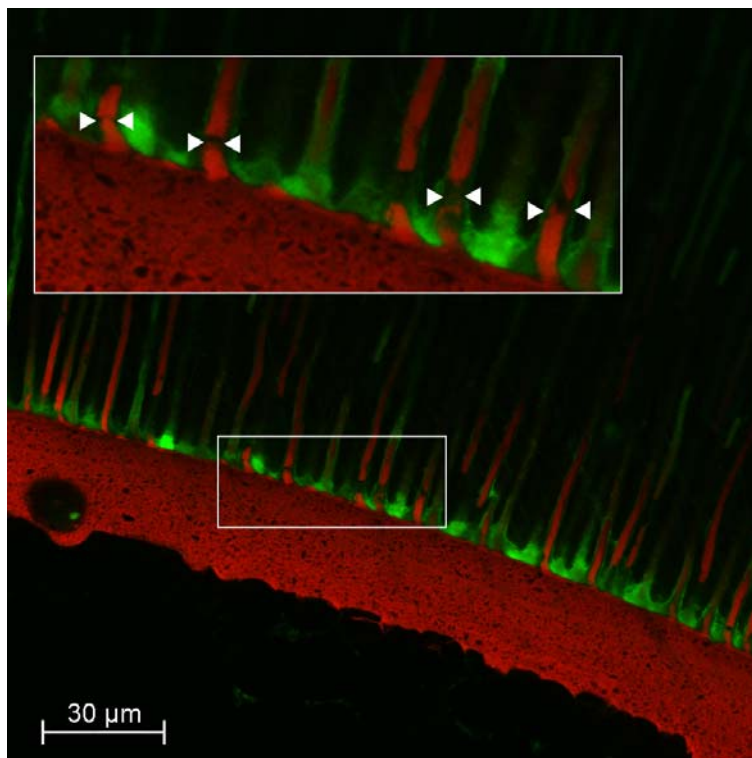


Abb. 16 Darstellung gebrochener Tags bei einer Probe des Materials Variolink II/Excite DSC. In der Vergrößerung sind die Stellen mit Pfeilen gekennzeichnet, an denen die Tags gebrochen sind.

Mit Hilfe des Programms ImageJ (Version 1.35s, NIH, Bethesda, Maryland, USA) wurde die Penetrationstiefe des Komposits in die Dentintubuli ausgemessen, der Durchschnittswert ermittelt und in einen Score überführt (Tabelle III).

Tabelle III Übersicht Zuordnung von Score und Penetrationstiefe des Komposits

| Score | Penetrationstiefe des Komposits |
|-------|---------------------------------|
| 1 | < 2,9 μm |
| 2 | 3 - 5,9 μm |
| 3 | 6 - 10 μm |
| 4 | >10 μm |

Darüber hinaus wurde mit ImageJ die durchschnittliche Hybridschichtdicke bestimmt. Dazu wurde die Breite dieser Schicht an fünf unterschiedlichen Stellen des Probenbildes gemessen (Abb. 13) und deren Mittelwert errechnet. Zusätzlich zu diesen Untersuchungen wurden die nach dem Ausstoßversuch aufgenommenen Bilder der fünf Probengruppen hinsichtlich ihrer Frakturarten mit dem CLSM exemplarisch analysiert.

4.8 Statistische Auswertung

Die gesamte statistische Auswertung wurde mit dem Programm SPSS, Version 14.0 (SPSS; Chicago, Illinois, USA) erstellt. Der Einfluss von Material und Lokalisation im Wurzelkanal auf die Haftkraft des jeweiligen Komposits wurde mit Hilfe der zweifaktoriellen Varianzanalyse (Zwei-Wege-ANOVA) ausgewertet. Mit dieser konnte untersucht werden, welchen Einfluss zwei unabhängige Variablen (Faktoren) in verschiedenen Ausprägungen auf eine abhängige Variable, die die Messwerte enthält, haben. Dabei galten die Haftkraft als die abhängige, Lokalisation und Material als die unabhängigen Variablen. Grundlegend für den Einsatz einer Varianzanalyse ist hierbei eine Normalverteilung der Daten. Die nachfolgenden Post-hoc-Analysen zur Haftkraft wurden mit einem Tukey-B-Test durchgeführt. Dieser Test verwendet die Student-Verteilung für paarweise Vergleiche zwischen den Probengruppen.

Da bei den Daten der morphologischen Analysen (Hybridschichtdicke, Anzahl der mit Bonding oder Komposit gefüllten Dentintubuli und das Vorkommen gebrochener Tags) keine Normalverteilung gegeben war, wurden die Unterschiede der Materialien mit Hilfe eines parameterfreien statistischen Tests, dem Kruskal-Wallis-Test, ausgewertet. Mit diesem kann verglichen werden, ob sich mehrere unterschiedliche, unabhängige Gruppen hinsichtlich einer ordinalskalierten Variable unterscheiden. In Fällen einer Signifikanz wurden paarweise Vergleiche anhand eines parameterfreien Homogenitätstests, des Mann-Whitney-U-Tests, vorgenommen. Mit diesem war es möglich,

die Übereinstimmung zweier Verteilungen zu überprüfen. Die Bonferroni-Korrektur (Faktor 10) wurde schließlich genutzt, um die Alpha-Fehler-Kumulierung bei den multiplen Paarvergleichen der fünf unterschiedlichen Gruppen untereinander zu neutralisieren. Bei dieser Korrektur wird davon ausgegangen, dass das multiple Gesamtrisiko bei multiplen Paarvergleichen nach oben begrenzt ist. Dazu wurden diese Vergleiche auf ihr Signifikanzniveau geprüft, wobei zwischen dem Risiko der Einzeltests und dem multiplen Gesamtrisiko jeweils eine Ungleichung besteht, die Bonferroni-Ungleichung. Um das multiple Gesamtrisiko einzuhalten, wurde in jedem Einzeltest der Signifikanzgrad p entsprechend angepasst. Dieser betrug beidseitig $p \leq 0,05$. Ein allgemeines lineares Modell, mit dem jeweiligen Befestigungskomposit als Faktor und der auftretenden Zahl gebrochener Tags als Kovariate, wurde verwendet, um einen eventuell signifikanten Einfluss auf die Haftkraft des entsprechenden Komposits zu bestimmen [Zöfel 2002].

5 Ergebnisse

5.1 Ergebnisse zur Haftkraft

Die Haftkraft wurde signifikant vom Befestigungskomposit ($p = 0,001$), nicht jedoch von der Lokalisation im Wurzelkanal beeinflusst ($p = 0,435$; Zwei-Wege-ANOVA). So zeigte RelyX Unicem [20,4 (6,1) MPa] [MW (SD)] signifikant höhere Haftwerte gegenüber Clearfil Core [14,9 (3,9) MPa] und Panavia F 2.0 [13,3 (5,3) MPa] ($p < 0,05$; Tukey-B Test). Die Komposite PermaFlo DC [9,9 (4,2) MPa] und Variolink II [9,5 (5,0) MPa] erzielten signifikant niedrigere Haftwerte als alle anderen getesteten Materialien ($p < 0,05$; Tukey-B-Test). Die Tabelle IV zeigt die errechnete Haftkraft aller untersuchten Befestigungsmaterialien in Bezug auf die Lokalisation (koronal, mittig, apikal) im Wurzelkanal.

Tabelle IV Übersicht über die durchschnittliche Haftkraft der untersuchten Befestigungsmaterialien hinsichtlich der Lokalisation im Wurzelkanal.

| Material | Haftkraft | | | | | |
|---------------|------------------|------------|------------|------------|-------------------------|-------------------------|
| | Anzahl der Zähne | koronal | mittig | Apikal | Gesamtanzahl der Proben | gesamt |
| | | MPa (SD) | MPa (SD) | MPa (SD) | | MPa (SD) |
| Panavia F 2.0 | 10 | 11,3 (6,1) | 12,5 (3,9) | 16,0 (5,0) | 30 | 13,3 (5,3) ^B |
| PermaFlo DC | 10 | 10,6 (4,9) | 10,5 (3,5) | 8,6 (4,4) | 30 | 9,9 (4,3) ^C |
| Variolink II | 10 | 7,2 (4,3) | 11,5 (4,9) | 9,8 (5,2) | 30 | 9,5 (5,0) ^C |
| RelyX Unicem | 10 | 21,1 (6,1) | 18,8 (7,0) | 21,1 (5,4) | 30 | 20,4 (6,1) ^A |
| Clearfil Core | 10 | 14,1 (4,1) | 16,9 (3,9) | 13,8 (3,4) | 30 | 14,9 (3,9) ^B |

Dargestellt sind der Mittelwert und die Standardabweichung. Die hochgestellten Buchstaben innerhalb der letzten Spalte zeigen statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Materialien an ($p < 0,05$; Tukey-B-Test).

5.2 Ergebnisse zur Hybridschicht

Die Dicke der ausgebildeten Hybridschicht wurde signifikant von den verwendeten Befestigungssystemen bestimmt ($p < 0,001$; Kruskal-Wallis-Test). Die Hybridschichtdicke von PermaFlo DC [Med. 4,0 (2,7; 4,3) μm] war signifikant höher als die der anderen getesteten Materialien ($p < 0,05$; Mann-Whitney-U-Test). Das selbstadhäsive Komposit RelyX Unicem zeigte dagegen, im Vergleich zu allen anderen getesteten Materialien, die geringste Hybridschichtausprägung [Med. 0,1 (0,0; 0,0) μm] ($p > 0,05$; Mann-Whitney-U-Test) (Tabelle V, Abb. 21).

Repräsentative Beispiele für die Ausbildung der Hybridschicht von unterschiedlichen Materialien zeigen die Abbildungen 17 bis 21.

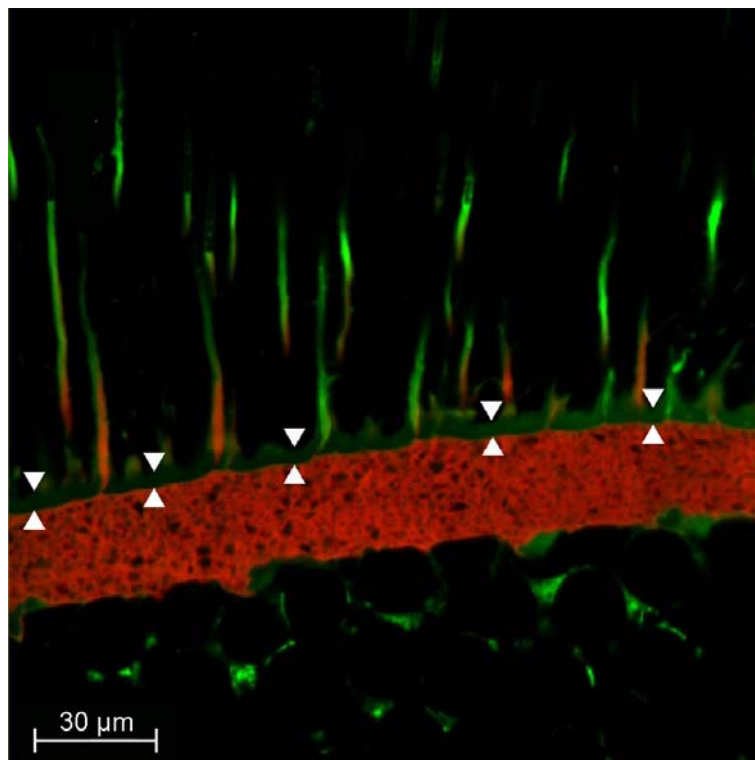


Abb. 17 Hinweis auf eine Hybridschichtausbildung bei einer Probe des Materials PermaFlo DC/PermaFlo Primer A/B. Die gemessenen Hybridschichtdicken sind mit Pfeilen markiert.

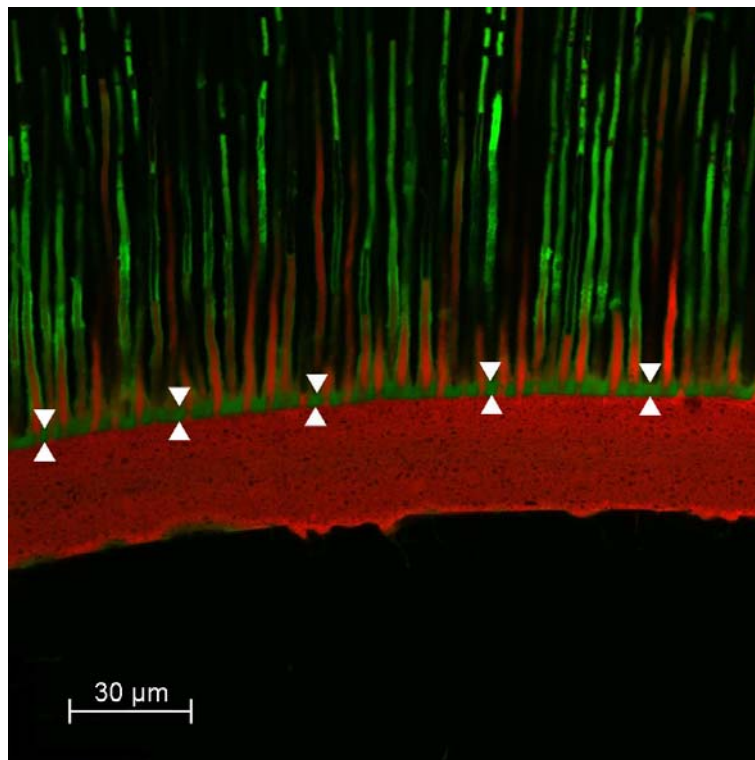


Abb. 18 Anzeichen einer Hybridschicht bei einer Probe mit dem Material Variolink II/Excite DSC. Die Pfeile zeigen die für die Bestimmung der Hybridschichtdicke vermessenen Stellen.

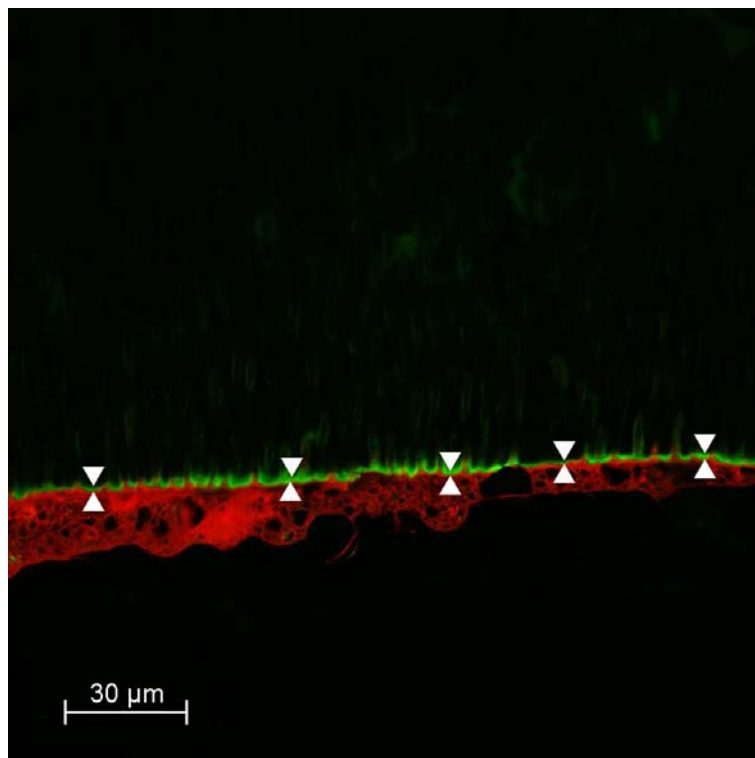


Abb. 19 Anzeichen einer Hybridschichtbildung bei einer Probe mit dem Material Panavia F 2.0/Panavia Ed-Primer A/B. Die gemessenen Stellen sind mit Pfeilen gekennzeichnet.

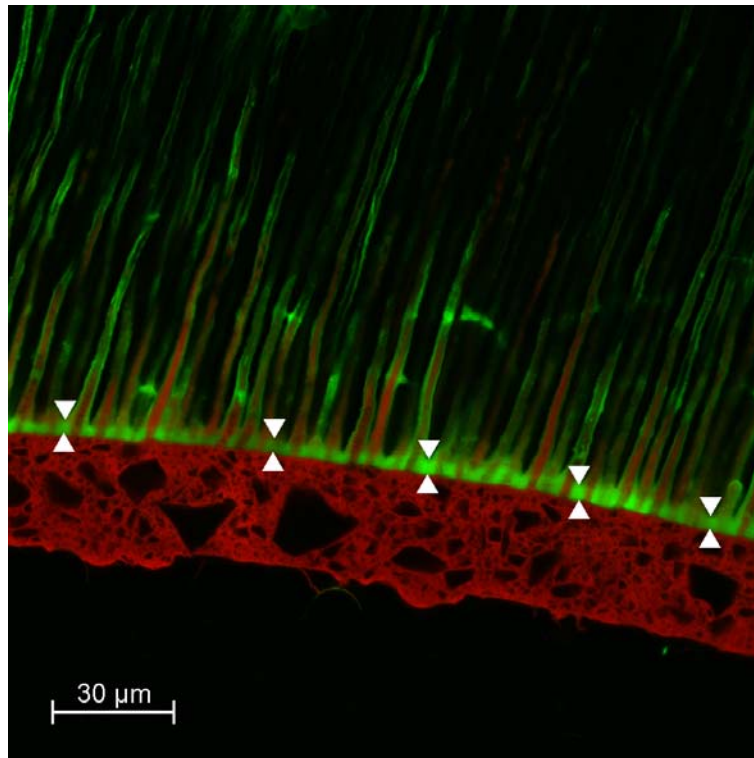


Abb. 20 Hinweise auf Ausbildung einer Hybridschicht bei einer Probe mit dem Material Clearfil Core/Clearfil New Bond. Wieder deuten die Pfeile auf die Vermessungsstellen dieser Schicht.

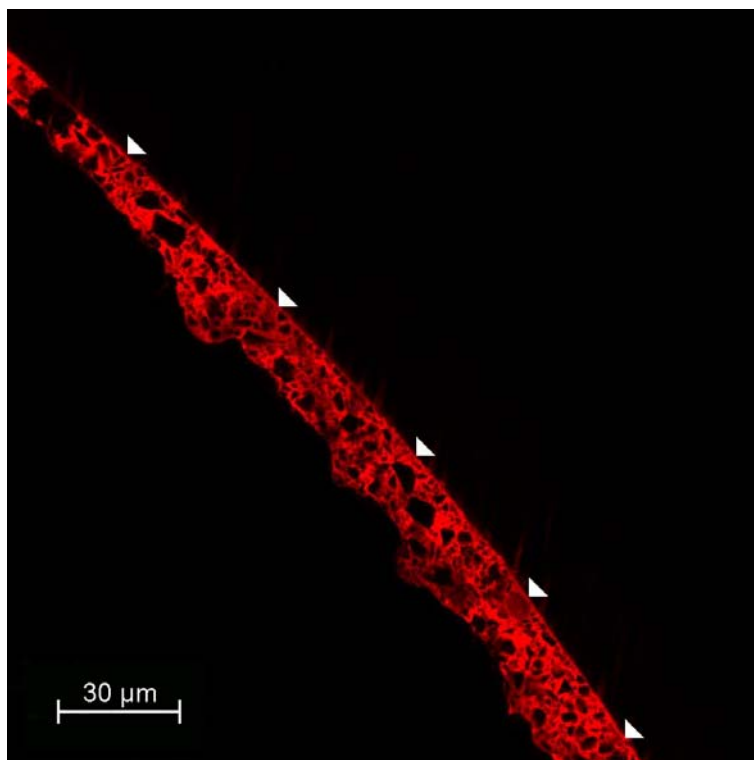


Abb. 21 Keine Hinweise auf eine Hybridschichtausbildung bei dem Material RelyX Unicem. Die Pfeile zeigen die vermessenen Stellen.

5.3 Ergebnisse zu den gebildeten Tags

Die Gesamtzahl der Dentintubuli, die mit Adhäsiv oder Komposit gefüllt waren, wurde signifikant von den verwendeten Befestigungsmaterialien beeinflusst ($p < 0,001$; Kruskal-Wallis-Test). Bei Variolink und Clearfil zeigten sich signifikant mehr dieser Tags als bei Panavia F 2.0 und PermaFlo DC ($p < 0,05$; Mann-Whitney-U-Test). RelyX Unicem wies signifikant weniger gefüllte Dentintubuli auf als alle anderen Materialien ($p < 0,05$; Mann-Whitney-U-Test) (Tabelle VI).

Die Zahl der bereits vor dem Ausstoßversuch frakturierten Tags war ebenfalls abhängig von den verwendeten Materialien ($p < 0,001$; Kruskal-Wallis-Test). Wie in Tabelle V ersichtlich, konnten bei den Befestigungssystemen PermaFlo DC und Variolink signifikant mehr gebrochene Tags beobachtet werden als bei Clearfil Core. Bei den Materialien RelyX Unicem und Panavia F 2.0 hingegen konnten keine gebrochenen Tags gefunden werden ($p < 0,05$; Mann-Whitney-U-Test).

Tabelle V Analyse der morphologischen Charakteristika der Verbundschicht entsprechend der Parameter: Hybridschichtdicke, Anzahl der penetrierten Dentintubuli (Tags) und Anzahl der gebrochenen Tags

| Material | Hybridschichtdicke in μm | Gesamtanzahl der Tags | Anzahl der frakturierten Tags |
|---------------|--|--------------------------------|----------------------------------|
| | Med (Q 25; Q 75) | Med (Q 25; Q 75) | Med (Q 25; Q 75) |
| Panavia F 2.0 | 1,4 (1,0; 1,6) ^B | 16,0 (12,7; 20,9) ^B | 0,0 (0,0; 0,0) ^A |
| PermaFlo DC | 4,0 (2,7; 4,3) ^D | 16,6 (13,8; 18,6) ^B | 0,6 (0,0; 1,8) ^C |
| Variolink II | 2,7 (1,8; 3,3) ^C | 27,8 (23,9; 30,0) ^C | 2,0 (0,7; 4,9) ^C |
| RelyX Unicem | 0,1 (0,0; 0,0) ^A | 1,0 (0,0; 2,3) ^A | 0,0 (0,0; 0,0) ^A |
| Clearfil Core | 2,7 (1,9; 3,1) ^C | 24,0 (22,1; 27,3) ^C | 0,0 (0,0; 0,5) ^B |

Dargestellt sind der Medianwert und die Quartile, einschließlich 25 % (Q 25) und 75 % (Q 75). Die hochgestellten Buchstaben innerhalb einer Spalte zeigen statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Materialien ($p > 0,05$; Mann-Whitney-U-Test, Bonferroni-Korrektur 10).

Die Anwendung eines allgemeinen linearen Modells, mit dem jeweiligen Befestigungskomposit als Faktor und der hier auftretenden Zahl gebrochener Tags als Kovariate, ergab keinen signifikanten Einfluss auf die Haftkraft des entsprechenden Komposits ($p < 0,001$). Es zeigte sich zwar eine Abnahme der Haftkraftwerte von

0,72 MPa für die Proben, bei denen frakturierte Tags gefunden wurden. Allerdings war diese Auswirkung nicht signifikant ($p = 0,051$; CI (95 %) = -0,03; 1,44 MPa).

Der prozentuale Anteil der mit Komposit gefüllten Dentintubuli und die Eindringtiefe waren signifikant vom verwendeten Material abhängig ($p < 0,001$; Kruskal-Wallis-Test). Der paarweise Vergleich dieser Variablen (Mann-Whitney-U-Test) kann der Tabelle VI entnommen werden. Nachweise für die Penetration von Komposit in die Dentinkanälchen konnten anhand repräsentativer Bilder (Abb. 22 bis 25) mit einer geeigneten Vergrößerung (63-fach-Objektiv und 4-fach-Zoom) erbracht werden.

Tabelle VI Übersicht über den prozentualen Anteil der mit Komposit gefüllten Tags und die Penetrationstiefe des Komposits innerhalb dieser Tags bei den untersuchten Materialien

| Material | Prozentualer Anteil der mit Komposit gefüllten Tags | Penetrationstiefe des Komposits (Score) |
|---------------|---|---|
| Panavia F 2.0 | 61,0 % ^A | 3 - 8,9 μm (2) ^B |
| PermaFlo DC | 74,8 % ^B | > 15 μm (4) ^C |
| Variolink II | 84,5 % ^C | 9 - 15 μm (3) ^{BC} |
| RelyX Unicem | 100 % ^D | < 3 μm (1) ^A |
| Clearfil Core | 78,0 % ^{BC} | 9 - 15 μm (3) ^{BC} |

Die hochgestellten Buchstaben in einer Spalte zeigen statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Materialien an ($p < 0,05$; Mann-Whitney-U-Test, Bonferroni-Korrektur 10).

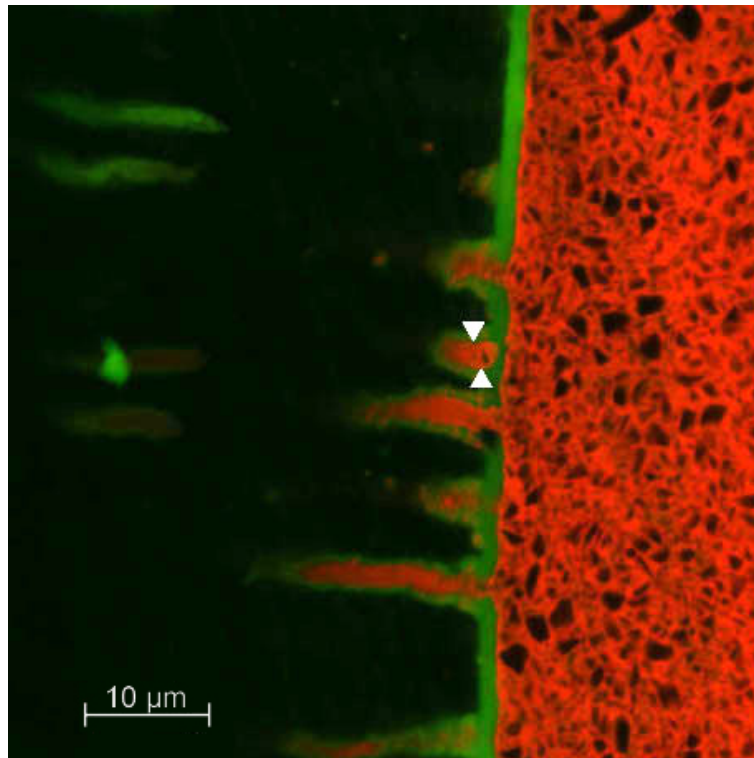


Abb. 22 Füllkörper in den Tags beim Material PermaFlo DC/PermaFlo Primer A/B durch Pfeile gekennzeichnet (63-fach-Objektiv und 4-fach-Zoom).

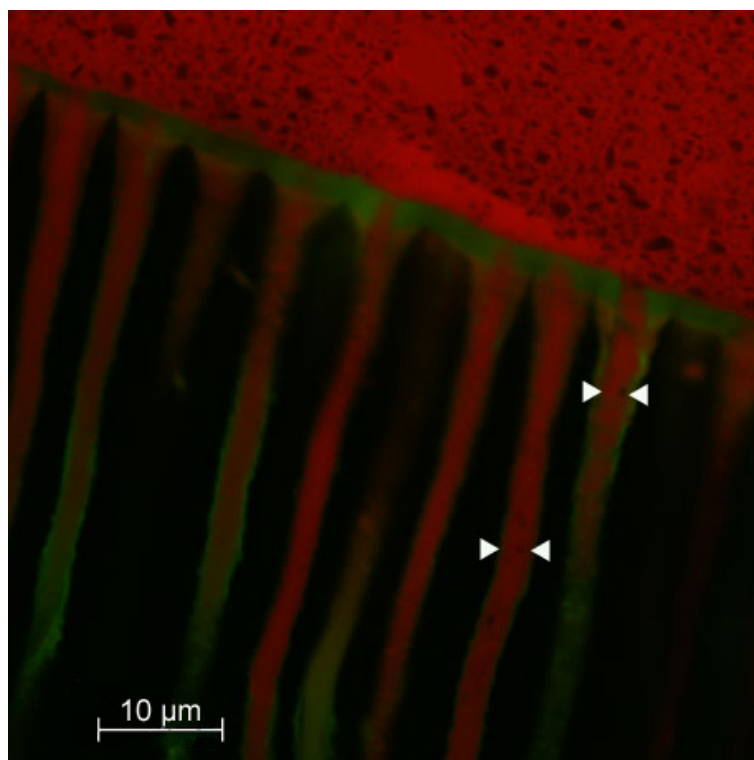


Abb. 23 Vorhandensein von Füllkörpern in den Tags bei dem Material Variolink II/Excite DSC durch Pfeile gekennzeichnet (63-fach-Objektiv und 4-fach-Zoom).

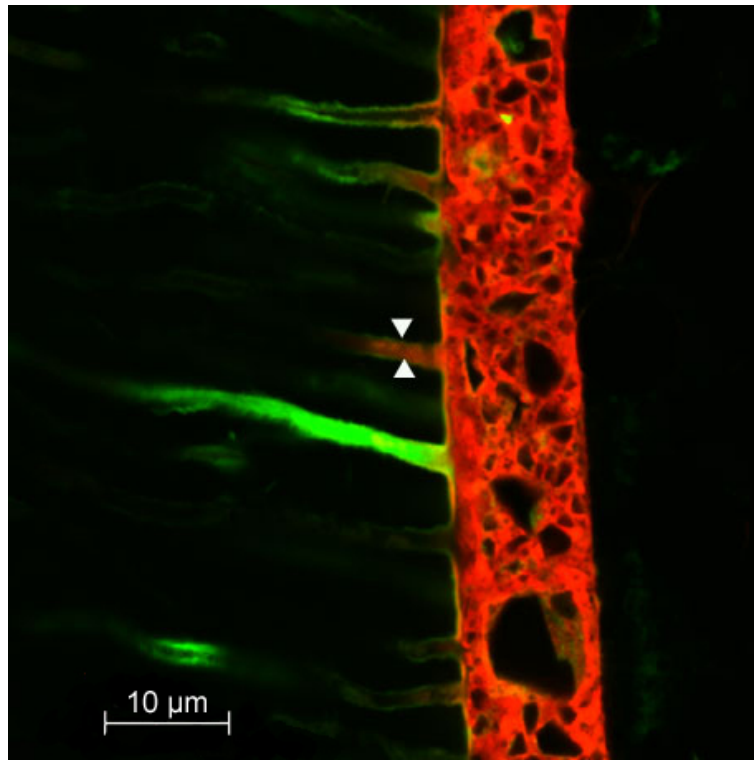


Abb. 24 Füllkörper in einem Dentintubulus beim Material Panavia F 2.0/Panavia Ed-Primer A/B durch Pfeile gekennzeichnet (63-fach-Objektiv und 4-fach-Zoom).

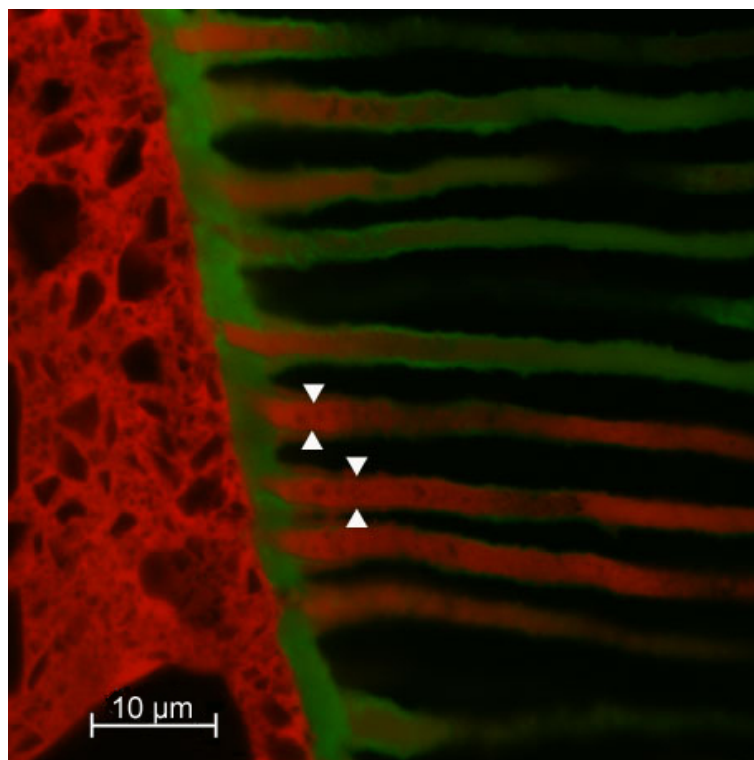


Abb. 25 Füllkörper in Tags beim Material Clearfil Core/Clearfil New Bond (63-fach-Objektiv und 4-fach-Zoom).

5.4 Ergebnisse zu den Versagensmodi

Die Analyse der Bruchmodi ist in der Tabelle VIII dargestellt. Die Art des Bruchmodus' wurde vom eingesetzten Material beeinflusst. Die Darstellung erfolgte deskriptiv in Kreuztabellen.

Tabelle VII Übersicht über die Frakturmodi der untersuchten Befestigungsmaterialien.

| Material | Bruchmodus in % | | | |
|---------------|----------------------------|-----------------------------|---------------------|---------------|
| | adhäsiv Stift/ Komposit | adhäsiv Dentin/ Komposit | gemischter Bruch | kohäsiv Stift |
| Panavia F 2.0 | 36,7 | 46,7 | 16,6 | 0,0 |
| PermaFlo DC | 30,0 | 40,0 | 30,0 | 0,0 |
| Variolink II | 6,7 | 80,0 | 13,3 | 0,0 |
| RelyX Unicem | 43,3 | 10,0 | 33,3 | 13,4 |
| Clearfil Core | 0,0 | 90,0 | 10,0 | 0,0 |

Repräsentative Beispiele für adhäsives Versagen zwischen Dentin und Komposit sind auf den Abbildungen 26 bis 33 zu sehen. Die Bilder wurden mit dem CLSM aufgenommen und zeigen jeweils die gleichen Probenausschnitte der Materialien Clearfil, PermaFlo, Variolink und Panavia vor und nach dem Ausstoßversuch. Der Abriss befindet sich hier zwischen Hybridschicht und Komposit. Bei der Untersuchung mit dem Stereomikroskop war die eigentliche Hybridschicht nicht zu erkennen. Es zeigte sich nur eine Fraktur, die sich zwischen Dentin und Komposit befand.

Die CLSM-Analyse der Versagensmodi beim Befestigungsmaterial RelyX Unicem stellte sich, im Vergleich zu den anderen Materialien, als ungleich schwerer dar. Hier konnten die Bildausschnitte aufgrund der seltener auftretenden Tags nur durch am Dentin verbliebene Kompositreste wiedergefunden werden. Auf der Abbildung 34 ist ein Beispiel für einen gemischten Bruch innerhalb der Verbundschicht dieses Materials zu erkennen. Die Abbildung 33 zeigt denselben Probenausschnitt vor dem Ausstoß des Wurzelkanalstiftes.

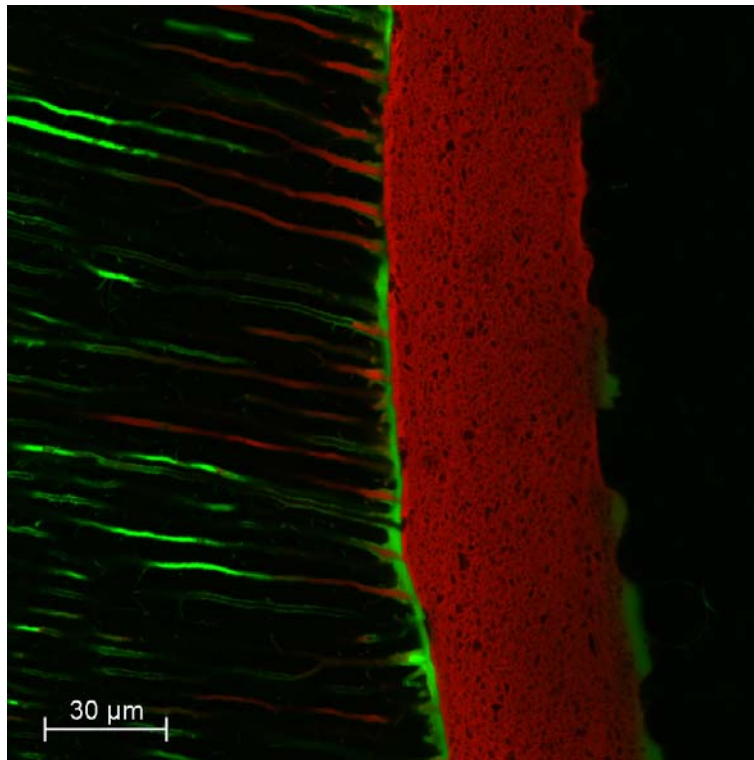


Abb. 26 Ausschnitt der Verbundschicht einer Probe mit dem Material PermaFlo DC/PermaFlo Primer A/B.

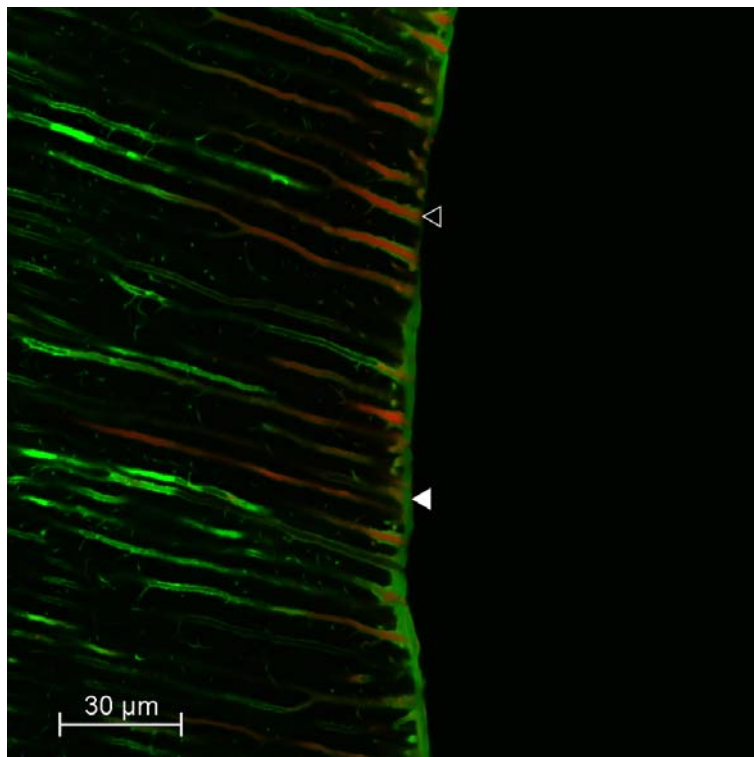


Abb. 27 Ausschnitt der Verbundschicht derselben Probe, die auf Abb. 26 zu sehen ist, nach dem Ausstoß des Stiftes. Im Gegensatz zur grünen Hybridschicht (mit weißem Pfeil markiert) ist die rot angefärbte Kompositenschicht hier nicht mehr vorhanden. Das Komposit jedoch ist in den Dentintubuli erhalten geblieben (durchsichtiger Pfeil).

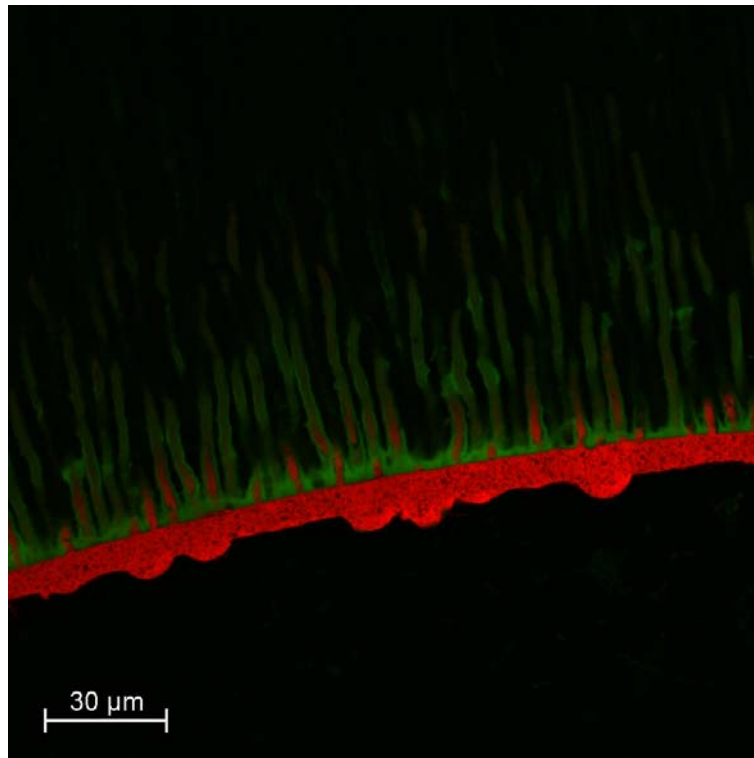


Abb. 28 Ausschnitt der Verbundschicht einer Probe mit dem Befestigungssystem Variolink II/Excite DSC.

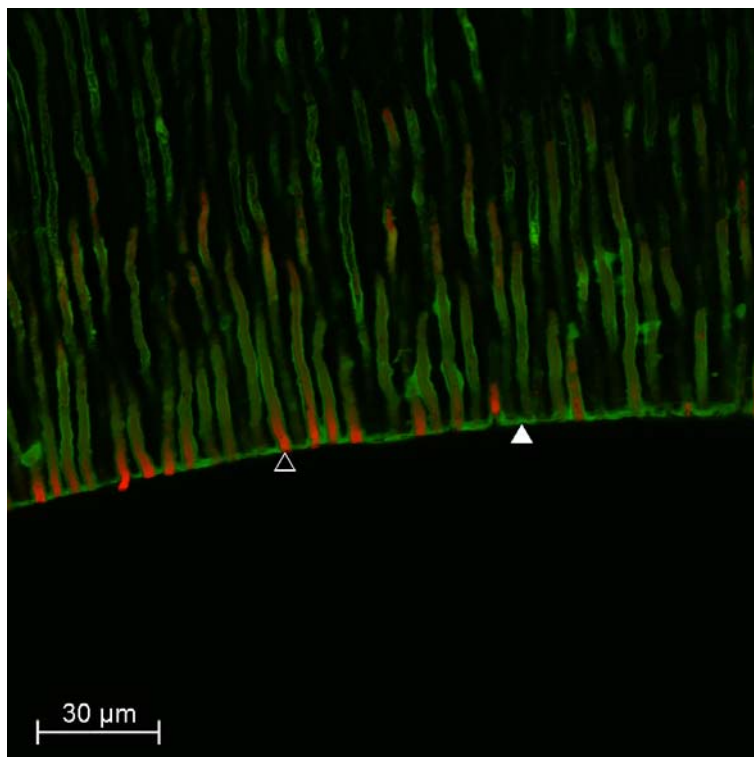


Abb. 29 Ausschnitt der Verbundschicht derselben Probe, die auf Abb. 28 zu sehen ist, nach dem Ausstoß des Wurzelkanalstiftes. Hier zeigt sich, neben dem vollständigen Verlust des Komposits, auch ein Abriss innerhalb der Hybridschicht. Diese stellt sich deutlich dünner dar als in Abb. 28 (gekennzeichnet mit weißem Pfeil). Die Komposit-Tags blieben dabei erhalten (unausgefüllter Pfeil).

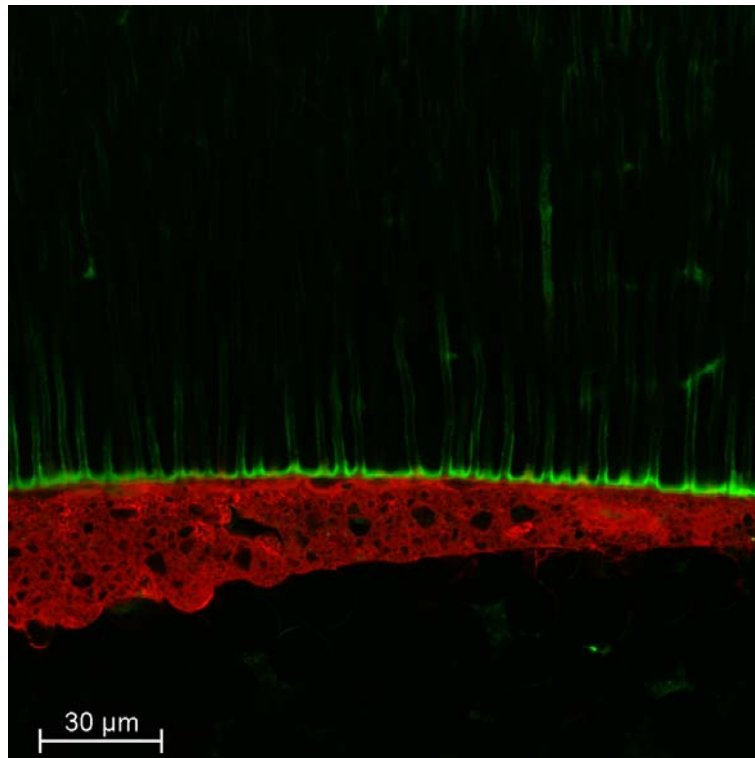


Abb. 30 Ausschnitt der Verbundschicht einer Probe mit dem Befestigungssystem Panavia F 2.0/Panavia Ed-Primer A/B.

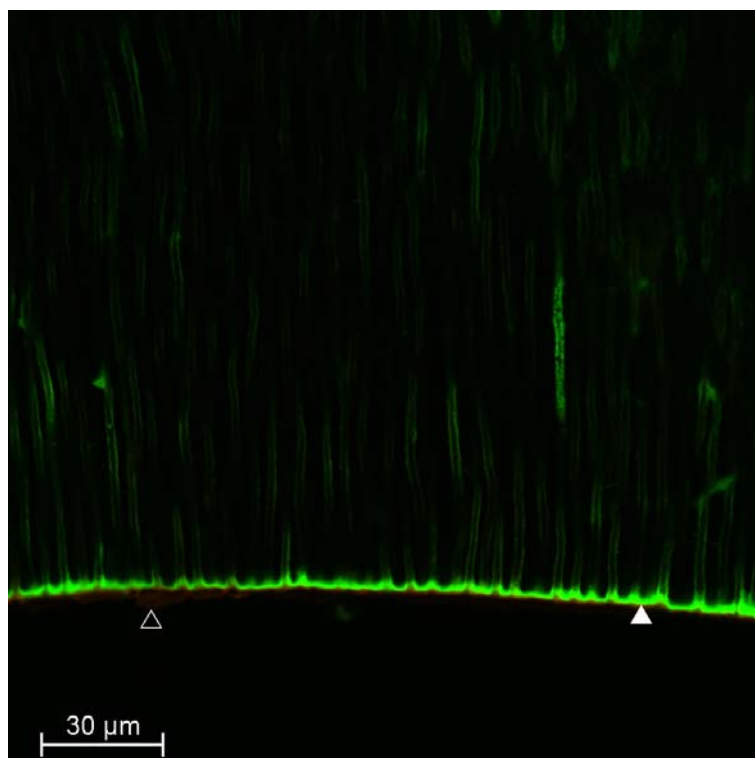


Abb. 31 Ausschnitt der Verbundschicht derselben Probe, die auf Abb. 30 sichtbar ist, nach Stiftausstoß. Hier ist die intakte Hybridschicht (weißer Pfeil) zusehen. Der Hauptteil der rot angefärbten Kompositschicht fehlt. Von ihr ist nur noch ein unterhalb der Scannebene verbliebener Anteil zu erkennen (unausgefüllter Pfeil).

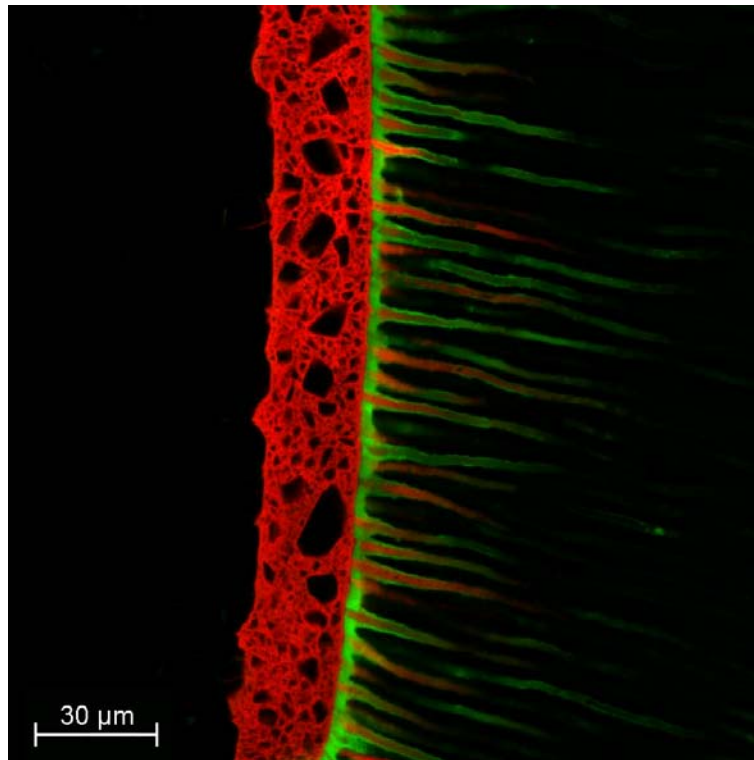


Abb. 32 Ausschnitt der Verbundschicht einer Probe mit dem Material Clearfil Core/Clearfil New Bond.

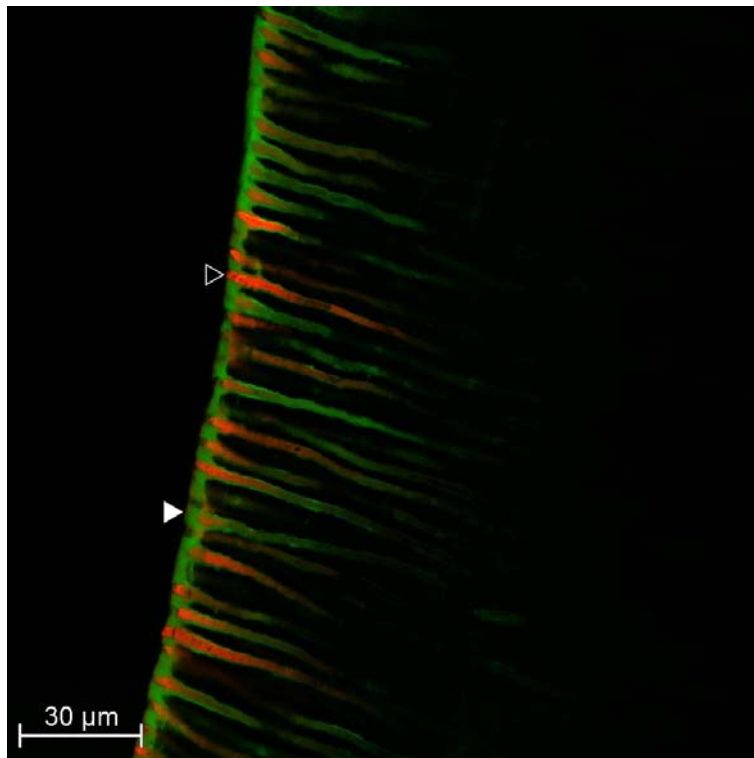


Abb. 33 Gleicher Verbundschichtausschnitt der Probe wie auf Abb. 32, nun nach dem Stiftausstoß. Während die Hybridschicht (markiert mit weißem Pfeil) und die Komposit-Tags (gekennzeichnet mit unausgefülltem Pfeil) erhalten geblieben sind, wurde beim Ausstoß des Wurzelkanalstiftes die restliche Kompositenschicht vollständig entfernt.

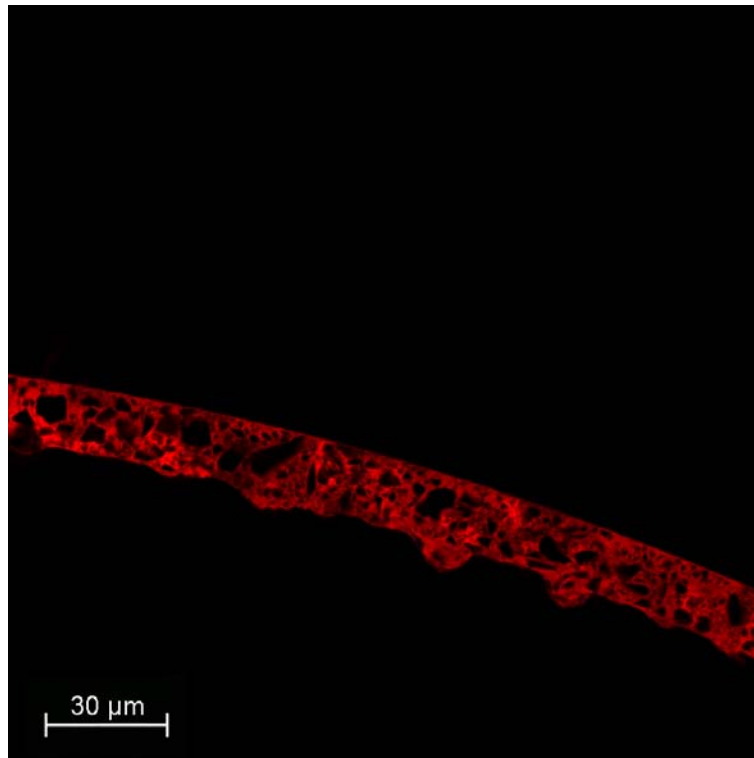


Abb. 34 Ausschnitt der Verbundschicht einer Probe mit dem Befestigungskomposit RelyX Unicem.

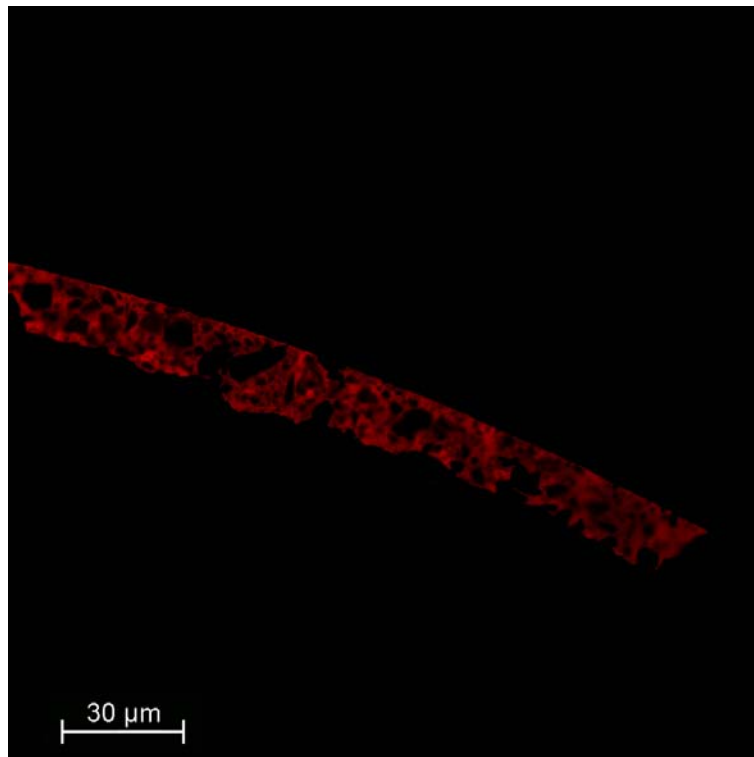


Abb. 35 Gleicher Ausschnitt der Probe wie auf Abb. 34 nach dem Siftausstoß. Rechts unten im Bild ist eine Bruchkante innerhalb der Kompositschicht zu erkennen. Auch sind Anteile des zum Wurzelstift weisenden Komposits nicht mehr vorhanden. Dies weist auf einen überwiegend adhäsiven Bruch zwischen Komposit und Dentin sowie auf kohäsive Brüche innerhalb des Komposit hin.

6 Diskussion

6.1 Diskussion der Methodik

6.1.1 Probenzähne

Für die vorliegende Arbeit wurden ausschließlich menschliche obere mittlere Frontzähne der zweiten Dentition verwendet, die nach zuvor festgelegten Ausschlusskriterien ausgesucht wurden. So wiesen alle Zähne ausschließlich gerade Wurzeln und ein rundliches, nicht obliteriertes Wurzelkanallumen auf. Trotz dieser Vorauswahl sind individuelle Unterschiede bei den so ausgewählten Probenzähnen nicht auszuschließen. Zum einen kommt es während des Alterungsprozesses fortwährend zu einer Anlagerung von Sekundärdentin an die Wände des Wurzelkanals, so dass sich dessen Durchmesser kontinuierlich verringert [Schroeder & Scherle 1988]. Darüber hinaus zeigte sich, dass die Anzahl und die Tubulilumina in der Regel mit zunehmendem Alter abnehmen [Schroeder & Scherle 1988]. Auch Verteilung und Häufigkeit von Dentinkanälchen innerhalb eines Wurzelkanals können individuell variieren [Hellwig *et al.* 2003].

Nach ihrer Extraktion und Reinigung wurden die Zähne einheitlich bis zur Verwendung in 0,9-%iger Kochsalzlösung (NaCl 0,9 %; Delta Select) bei Zimmertemperatur aufbewahrt. Das wöchentliche Wechseln dieser Lösung sollte einer bakteriellen Kontamination entgegenwirken. Die Lagerung der einzelnen Probenzähne bis zu ihrer Weiterverwendung wurde in der vorliegenden Studie auf max. 30 Tage begrenzt. Diese Bedingungen sollten eine Beeinflussung des späteren Haftverbundes infolge der Probenlagerung minimieren. Gestützt wird ein solches Vorgehen durch eine neuere Studie, in der die Lagerung von Rinderzähnen in physiologischer Kochsalzlösung über einen Zeitraum von 60 Tagen keinen Einfluss auf die spätere Haftung des Befestigungskomposits am Dentin dieser Zähne zeigte [Lee *et al.* 2007].

6.1.2 Endodontische Aufbereitung

Alle für die vorliegende Studie verwendeten Zähne wurden endodontisch aufbereitet und anschließend mit einer Wurzelkanalfüllung versorgt. Einige Untersuchungen konnten zeigen, dass die endodontische Vorbehandlung mit eugenolhaltigen Sealern einen negativen Einfluss auf den adhäsiven Haftverbund haben kann [Mayhew *et al.* 2000; Hagge *et al.* 2002b; Baldissara *et al.* 2006]. Um eine solche Beeinflussung der Haftwerte zu vermeiden, wurde in der vorliegenden Untersuchung der eugenolfreie, kunststoffhaltige Sealer AH Plus für die Wurzelfüllungen verwendet. Die Verarbeitung von solchen kunststoffhaltigen Sealern wird von einigen Autoren empfohlen, wenn eine adhäsive Wurzelkanalstiftbefestigung folgen soll [Hagge *et al.* 2002a; Baldissara *et al.* 2006].

Nach Entfernung der Wurzelfüllung mit einem vom Hersteller mitgelieferten Vorbohrer wurden die Stiftauerschachtungen im Kanal mit einer 0,2-%igen CHX-Lösung gespült. Eine 2006 erschienene Studie konnte belegen, dass diese Art der Vorbehandlung keinen signifikanten Einfluss auf die Haftkraft hat [Santos *et al.* 2006]. In einer In-vitro-Studie führten Sealer- und Guttapercha-Reste, die innerhalb der Stiftbohrung verblieben, zu einer unvollständigen Benetzung der Kanalwände mit dem Adhäsiv und damit zu Fehlstellen in der adhäsiven Verbundschicht [Perdigao *et al.* 2007]. Um dies in der vorliegenden Untersuchung zu vermeiden, wurden alle Stiftbohrungen mit einer Lupenbrille auf Überreste hin kontrolliert. Verbliebene Wurzelfüllungsreste wurden mit Hilfe einer Endo-Feile (Hedstroem ISO 30, VDW) entfernt.

6.1.3 Einfluss der Probenherstellung auf die Untersuchungsergebnisse

Beim Sägen und Polieren der Probenscheiben kann es zu einer Beschädigung der (weichen) Oberflächenstruktur von Dentin und Verbundschicht kommen. Auch ist es möglich, dass sich eine Schmierschicht des Polierstaubes auf Teile der so bearbeiteten Fläche legt. Beides könnte die tatsächliche Morphologie der Verbundschicht auf der Probenoberfläche verfälschen. An dieser Stelle hat das CLSM aufgrund des konfokalen Prinzips den großen Vorteil, dass man mit ihm Strukturen einige μm unter der Oberfläche beobachten kann [Doerfer *et al.* 2000]. In der vorliegenden Studie befand sich die Scannebene ca. 10 μm unterhalb der polierten Probenoberfläche, was die Wirkung oberflächlich liegender Artefakte auf die Visualisierung der Verbundschicht verringerte.

Der sonst bei Ausstoßversuchen nicht übliche Arbeitsschritt der Politur könnte ebenfalls eine Auswirkung auf die Haftung haben. Jedoch wurden in der vorliegenden Studie, trotz der zusätzlichen mechanischen Einwirkungen, ähnliche Haftwerte erzielt wie in früheren Studien [Bitter *et al.* 2006b; Bitter *et al.* 2008]. Der Effekt der Politur auf die Haftung scheint daher gering zu sein.

6.1.4 Untersuchungsmethode mit dem Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop

Im Vergleich zu Raster-Elektronen-Mikroskopen haben Konfokale Laser-Raster-Mikroskope den großen Vorteil, dass die Dentinproben zur Untersuchung weder einem Vakuum [Watson 1989; Watson 1991; Griffiths & Watson 1995] noch einer Dekalzifizierung oder Deproteinisierung ausgesetzt werden müssen. Dabei sind die gemessenen Werte für Hybridschichtausprägungen bei beiden Methoden vergleichbar [Bitter *et al.* 2009]. Anders als bei einer REM-Untersuchung besteht hier aber die Möglichkeit, die Proben nach der visuellen Analyse noch weiteren Untersuchungsmethoden zu unterziehen, beispielsweise einer Messung der Haftung. Es ist jedoch nicht auszuschließen, dass es während des Mikroskopiervorganges, in dem die Probe dem Laserlicht ausgesetzt und nicht bei 100 % Luftfeuchtigkeit gelagert wird, zu einer Beeinflussung hinsichtlich der Haftwerte kommt. Jedoch zeigten frühere Stu-

dien, in denen keine CLSM-Untersuchung erfolgte, ähnliche Ergebnisse im Bereich der Haftung wie die hier vorliegende Arbeit [Bitter *et al.* 2006b; Bitter *et al.* 2008].

Bei der morphologischen Analyse der Verbundschicht unter dem CLSM werden schon seit längerem unterschiedliche Farbstoffe gleichzeitig verwendet, um die Verteilung der unterschiedlichen Verbundschichtkomponenten sichtbar zu machen [Watson 1989; Griffiths & Watson 1995; Arrais *et al.* 2009]. Für die vorliegende Untersuchung wurden die Fluoreszenzfarbstoffe RITC und FNA verwendet, deren Hauptanregungs- und Emissionsspektren gut voneinander getrennt liegen. Zusätzlich kamen passende Filter für diese Farben zum Einsatz, um bei der sequentiellen Aufnahme beider Farbstoffe deutlich getrennte Emissionssignale zu garantieren. Durch dieses Vorgehen kann das Auftreten des Crosstalk-Phänomens minimiert werden [So *et al.* 2000; Masters & So 2004].

Um möglichst aussagekräftige Ergebnisse erzielen zu können, wurde durch bereits publizierte Vorversuche entschieden, welcher der beiden Fluoreszenzfarbstoffe in den jeweiligen Befestigungskomponenten zur Anwendung kommen sollte [Bitter *et al.* 2009]. Dafür wurden die zwei möglichen Kombinationen getestet. Bei der Variante Befestigungskomposit plus FNA und Adhäsivsystem plus RITC stellte sich heraus, dass die Komposit-Tags im Doppel-Fluoreszenz-Modus des CLSM zwar sichtbar sind, aber – aufgrund der Diffusion von RITC innerhalb des Komposits – nicht eindeutig von den reinen Bonding-Tags unterschieden werden können (Abb. 36).

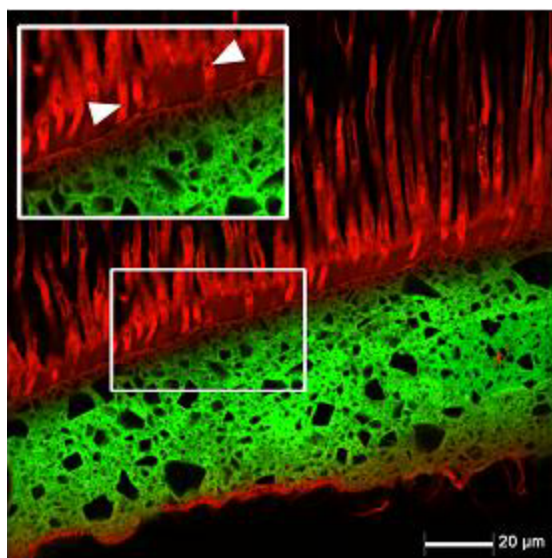


Abb. 36 Probe des Materials Clearfil Core, angefärbt mit FNA, und Clearfil new Bond, angefärbt mit RITC. (Entnommen aus Bitter *et al.* 2009.)

Bei der umgekehrten Verteilung der Farbstoffe, bei der das Komposit mit RITC und das Adhäsivsystem mit FNA gefärbt wurden, konnte ein solches Phänomen nicht beobachtet werden. Hier lassen sich die Komposit-Tags durch ihre rote Fluoreszenzfarbe gut von der grünen Hybridschicht und den ebenfalls grünen adhäsiven Tags trennen (Abb. 37).

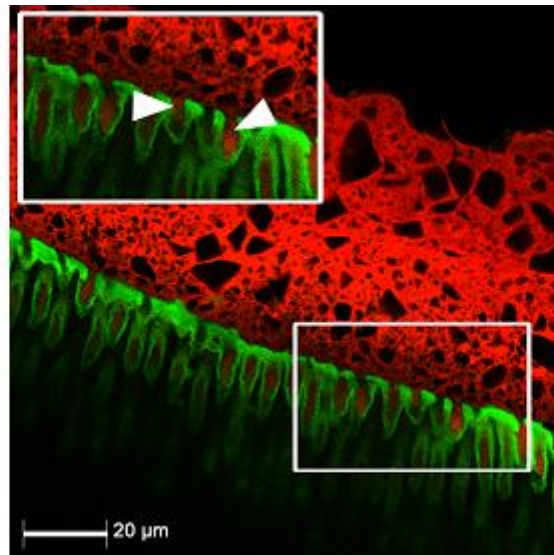


Abb. 37 Probe des Materials Clearfil Core, angefärbt mit RITC, und Clearfil new Bond, angefärbt mit FNA. (Entnommen aus Bitter et al. 2009.)

Eine andere Studie verwendete – im Rahmen einer Untersuchung des adhäsiven Verbundes zum koronalen Dentin mit dem CLSM – zum Anfärben des Komposits den Farbstoff Rhodamin B und für das Adhäsivsystem Fluoreszein. Auch hier gelang es, die Verteilung der einzelnen Komponenten innerhalb der adhäsiven Verbundschicht und in den penetrierten Dentintubuli deutlich darzustellen [Arrais *et al.* 2009].

6.1.5 Auswirkung der Fluoreszenzfarben auf die Befestigungsmaterialien

Die in Adhäsivsysteme und Befestigungskomposite beigemischten Fluoreszenzfarben können eine Auswirkung auf die Polymerisation und damit auf die Eigenschaften und das Verhalten dieser Kunststoffe haben [D'Alpino *et al.* 2006]. Je nach Farbstoffkonzentration kann die Umsetzung von Bonding-Monomeren sowie die Haftkräfte vom Material zu seinem Substrat verringert werden. Eine im Jahr 2006 veröffentlichte Studie, bei der Rhodamin B einem Adhäsivsystem in unterschiedlichen Mengen beigemischt wurde, zeigte eine signifikante Reduktion der Haftkraftwerte und Umsatzraten bei steigender Konzentration des Farbstoffes. Dabei kamen Farbstoffkonzentrationen bis zu 1,33 mg/ml Bonding zum Einsatz [D'Alpino *et al.* 2006].

Anders als in der beschriebenen Studie wurde der Farbstoff RITC in der vorliegenden Untersuchungsreihe ausschließlich für die Anfärbung der unterschiedlichen

Komposite benutzt. Den getesteten Adhäsivsystemen wurde der Farbstoff Natrium-Fluoreszein zugegeben. Auch wenn eine Auswirkung der Fluoreszenzfarben auf die gemessenen Haftwerte nicht auszuschließen ist, wurden in der vorliegenden Untersuchung doch ähnliche Haftwerte gemessen wie in früheren Studien, in denen keine Farbstoffe verwendet wurden [Bitter *et al.* 2006b; Bitter *et al.* 2008].

6.1.6 Ermittlung der Haftwerte

In der vorliegenden Studie wurden für die Haftkraftermittlung Ausstoßversuche eingesetzt. Sie gelten als bewährtes Verfahren zur Bestimmung der Komposit-Dentin-Haftung [Frankenberger *et al.* 1996], vor allem auch im Wurzelbereich zur Beurteilung der unterschiedlichen Lokalisationen von koronal bis apikal [Boschian Pest *et al.* 2002; Kurtz *et al.* 2003; Perdigao *et al.* 2004; Bitter *et al.* 2006c].

Manche Autoren bemängeln, dass bei dieser Verfahrensart auftretende Friktionskräfte zu den gemessenen Haftkräften beitragen können und favorisieren deshalb Mikrozugfestigkeitsversuche [Bouillaguet *et al.* 2003]. Diese Methode der Haftkraftbestimmung führe zudem zu einer einheitlicheren Belastungssteuerung entlang der Verbundschicht [Pashley *et al.* 1999]. Bei einer anderen Untersuchung allerdings zeigte der Vergleich beider Methoden, dass die Mikrozugfestigkeitsversuche (μ TBS) am Wurzelkanaldentin hohe Ausfallraten aufwiesen. Bei der Ausstoßmethode hingegen traten solche Ausfälle nicht auf. Darüber hinaus erwiesen sich die Schwankungen in der Messwerteverteilung bei den Ausstoßversuchen als akzeptabel. Die Ausstoßmethode wurde deshalb als zuverlässiger eingestuft [Goracci *et al.* 2004; Soares *et al.* 2008]. In einer anderen Studie aus dem Jahr 2005 wird die Vermutung geäußert, dass der Halt des adhäsiv befestigten Stiftes im Wurzelkanal größtenteils auf Friktion in Kombination mit chemischer Adhäsion und mikromechanischer Retention beruht [Goracci *et al.* 2005b]. Demzufolge scheint das Ausstoß-Design für Untersuchungen des Reibungswiderstandes von faserverstärkten Stiften im Wurzelkanal geeignet zu sein [Cury *et al.* 2006].

Im axialen Ausstoßversuch wirkt die Kraft durch den Stempel gleichmäßig auf die Verbundfläche ein. Kommt es zu nicht-axialen Kräften, entsteht ein ungleichmäßiges Belastungsmuster in der Verbundzone [Habenicht 1990]. Durch den für diese Studie entwickelten Probenhalter konnten die Sägeschnitte genau im 90°-Winkel zur axialen Stiftausrichtung durchgeführt werden. Dies ermöglichte eine rein axiale Belastung der Stifte in den Proben während des Ausstoßversuches.

Zusätzlich wurden in der vorliegenden Untersuchung die Stärken der Proben-scheiben auf 1 mm reduziert, da in der Vergangenheit im Rahmen solcher Haftwertbestimmungen bei sehr dicken Probestücken hohe und ungleichmäßige Spannungen an der Verbundfläche auftraten [Patierno *et al.* 1996; Sudsangiam & van Noort 1999; Ngoh *et al.* 2001].

6.2 Diskussion der Ergebnisse

6.2.1 Haftkraft

Die in Kapitel 3 (Ziel der Arbeit und Arbeitshypothese) aufgestellte zweite Nullhypothese, derzufolge die Haftkraft sowohl vom jeweiligen Befestigungsmaterial als auch von der Lokalisation im Wurzelkanal unabhängig ist, konnte nur im Hinblick auf den Einfluss des Befestigungsmaterials widerlegt werden. Wie die Ergebnisse deutlich zeigen, beeinflusste das verwendete Material nicht nur die Haftkraft zum Wurzelkanaldentin (Tabelle IV) sondern auch die mikromorphologischen Charakteristika der Verbundschicht zwischen Befestigungsmaterial und Dentin (Tabelle V). Die Lokalisation im Wurzelkanal hingegen zeigte keinen Einfluss auf die Haftwerte. Mit diesem Ergebnis schließt sich diese Studie hinsichtlich der Haftkraft den Aussagen früherer Forschungsreihen an [Bouillaguet *et al.* 2003; Kececi *et al.* 2008].

Für die Versuche der vorliegenden Studie wurden opake Wurzelkanalstifte (FRC Postec Plus) verwendet. Dies wirft die Frage auf, ob eine vollständige Polymerisierung im apikalen Teil der Stiftbohrung erreicht wurde. Eine Untersuchung aus dem Jahr 2006 belegt, dass Licht durch transluzente Glasfaserstifte bis in die Tiefe von 10 mm übertragen werden kann [Teixeira *et al.* 2006]. Dies konnte ebenfalls in einer neueren Studie gezeigt werden, obwohl die Transmission der untersuchten Faserstifte von koronal nach apikal hin stark abnahm und signifikant zwischen den getesteten Stifttypen differierte. Von den 14 hierbei getesteten Wurzelkanalstiften erzielte der FRC Postec Plus (Größe 1) – zusammen mit zwei anderen Stiften – die höchsten Werte bei der Lichttransmission im koronalen, mittleren und apikalen Bereich [Goracci *et al.* 2008]. Andere Autoren konnten zeigen, dass die Härte der Komposite 6 mm vom Stiftkopf entfernt wesentlich geringer ist als bei 2 mm Entfernung, auch wenn ein transluzenter Stift verwendet wird [Roberts *et al.* 2004].

Dieses Ergebnis bestätigte eine weitere Studie, die eine konstante Abnahme der Komposit-Konversion bei zunehmender Tiefe des simulierten Wurzelkanals zeigte [Lassila *et al.* 2004]. In der vorliegenden Untersuchung wurde die Haftkraft jedoch nicht von der Lokalisation innerhalb der Stiftbohrung beeinflusst, was mit anderen Studien übereinstimmt [Goracci *et al.* 2004; Foxton *et al.* 2005; Zicari *et al.* 2008]. Es soll jedoch hervorgehoben werden, dass unter den bestehenden Bedingungen der apikale Anteil der Stiftbohrung nicht dem wirklich apikalen Teil des Wurzelkanals entspricht, da mindestens 4 mm vom apikalen Anteil der Wurzelfüllung im Kanal belassen wurden. Andere Untersuchungen zu diesem Thema zeigten, anders als die vorliegende Arbeit, eine Abhängigkeit der Haftung von der Lokalisation im Wurzelkanal. Hier nahmen die Haftkräfte von koronal nach apikal hin ab [Bouillaguet *et al.* 2003; de Durão Mauricio *et al.* 2007; Wang *et al.* 2008]. Dies führt zu der Vermutung, dass

die Anwendung der Komposite im engen und tiefen Wurzelkanal nur schwer zu kontrollieren ist [Zicari *et al.* 2008].

Andere Studien weisen – im Vergleich zu den vorliegenden Ergebnissen – niedrigere Haftwerte für das selbstkonditionierende Befestigungskomposit RelyX Unicem nach [Goracci *et al.* 2004; Goracci *et al.* 2005b; de Durão Mauricio *et al.* 2007; Radovic *et al.* 2008; Wang *et al.* 2008]. Eine im Jahr 2004 veröffentlichte Studie fand wiederum keinen signifikanten Unterschied in μ TBS zwischen RelyX Unicem und Panavia F 2.0 an koronalem Dentin [De Munck *et al.* 2004]. Die dichte Anpassung des Komposits an die Kavitätenwände wurde hier jedoch nur durch zusätzlichen Druck während der Applikation gewährleistet [De Munck *et al.* 2004]. Da beim Setzen eines Glasfaserstiftes ohnehin Druck aufgewendet wird, um seinen korrekten Sitz in der Stiftbohrung zu gewährleisten, stützt die erwähnte Studie das erzielte Untersuchungsergebnis. Auch in einer anderen Studie wurden bei der adhäsiven Befestigung von Glasfaserstiften im Wurzelkanal für RelyX Unicem im Rahmen eines Ausstoßversuches höhere Haftwerte gemessen [12,4 (3,3) MPa] als für Panavia F 2.0 [8,8 (3,6) MPa] [Huber *et al.* 2007].

Das in der vorliegenden Studie vergleichsweise gute Abschneiden des selbstadhäsiven Befestigungszementes RelyX Unicem bezüglich der gemessenen Haftwerte könnte auf die überwiegend chemische Interaktion des Materials mit dem Hydroxylapatit des Dentins hindeuten. Eine andere Untersuchung aus dem Jahr 2006 konnte diese vom Hersteller angegebene Reaktion (3M ESPE RelyX Unicem Produktprofil) bestätigen. Sie wies während des Abbindevorgangs von RelyX Unicem im Hydroxylapatit die Bildung von Ca-Atomen mit verringerter Bindungsenergie nach. Ca. 86 % der enthaltenen Ca-Atome zeigten diese Reaktion. Die in ihrer Bindungsenergie herabgesetzten Ca-Atome agieren als Elektronenakzeptor und reagieren damit sowohl mit dem RelyX als auch wieder mit dem Hydroxylapatit [Gerth *et al.* 2006]. Die sehr unterschiedlichen Ergebnisse zu den Hafteigenschaften jenes selbstadhäsiven Befestigungskomposits verstärken indes die Forderung nach weiteren Untersuchungen auf diesem Gebiet, besonders nach Langzeitstudien zu diesem Material.

Im Hinblick auf die Haftwerte der anderen Befestigungskomposite, die in der vorliegenden Studie untersucht wurden, zeigte sich, dass die Systeme mit separater Phosphorsäurekonditionierung – PermaFlo DC [9,9 (4,2) MPa] und Variolink II [9,5 (5,0) MPa] – im Ausstoßversuch signifikant niedrigere Haftwerte erreichten als Clearfil Core mit Phosphorsäurekonditionierung [14,9 (3,9) MPa] und Panavia F 2.0 mit selbstkonditionierendem Primer [13,3 (5,3) MPa]. Die Konditionierungsart der Befestigungssysteme hat hier demnach keinen ersichtlichen Einfluss auf die Höhe der erreichten Haftwerte. Dies steht in Übereinstimmung mit einer früheren Studie, derzufolge die Art der Dentinkonditionierung bei der Inserierung glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte keinen Einfluss auf die im Ausstoßversuch ermittelten Haftwerte

der untersuchten Befestigungssysteme bei der Inserierung glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte hatte [Bitter *et al.* 2006b].

Eine weitere Untersuchung, welche die gleichen Materialien wie die vorliegende Studie zur Befestigung glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte mit Ausstoßversuchen testete, kommt bezüglich der Haftwerte zu ähnlichen Ergebnissen. Hier wiesen ebenfalls Variolink II und PermaFlo DC signifikant geringere Werte auf als Panavia F 2.0 und Clearfil Core. Zudem erreichte Clearfil Core signifikant höhere Haftwerte als Panavia F 2.0 [Bitter *et al.* 2006a], was in der hier vorliegenden Arbeit nicht der Fall war. Außerdem zeigte eine neuere Studie aus dem Jahr 2008 bei Ausstoßversuchen von adhäsiv befestigten glasfaserverstärkten Wurzelkanalstiften höhere Werte für den selbstkonditionierenden ED-Primer mit Panavia 21 verglichen mit Variolink/Excite DSC und RelyX Unicem, die sich nicht signifikant voneinander unterscheiden [Zicari *et al.* 2008].

Generell kann allerdings eine mögliche Beeinflussung der Ergebnisse durch die Verwendung unterschiedlicher Glasfaserstifte in den jeweiligen Studien nicht ausgeschlossen werden, da die Lichttransmission von glasfaserverstärkten Stiften signifikante Unterschiede zeigte [Goracci *et al.* 2008] und dies Auswirkungen auf die Konversionsrate der einzelnen Systeme haben kann [Roberts *et al.* 2004].

6.2.2 Ausprägung der Hybridschicht

In der hier vorliegenden Studie zeigten die Befestigungssysteme, die einer Konditionierung der Dentinoberfläche mit Phosphorsäure bedürfen, die ausgeprägteste Hybridschichtformation. Dieses Ergebnis korrespondiert mit Beobachtungen in anderen Untersuchungen, die sich mit dem adhäsiven Verbund zum Wurzelkanalentin beschäftigen [Bitter *et al.* 2004; Goracci *et al.* 2005b]. So wurden im Rahmen der In-vitro-Studie von Bitter *et al.* aus dem Jahr 2004 Glasfaserstifte unter Verwendung von fünf unterschiedlichen adhäsiven Befestigungssystemen in menschliche Wurzeln inseriert und deren Verbundschichten anschließend mit dem Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop untersucht. Dabei zeigten die Materialien mit selbstätzenden Adhäsivsystemen geringere Hybridschichtdicken als jene, bei denen die Schmierschichten mittels Phosphorsäure entfernt wurden [Bitter *et al.* 2004]. Zu einem ähnlichen Ergebnis kamen Goracci *et al.* in einer Untersuchung ein Jahr später. Hier wurden ebenfalls glasfaserverstärkte Wurzelkanalstifte adhäsiv in humanen Zähnen befestigt. Die Verbundschichten der drei verwendeten Systeme wurden unter Anwendung der Transmissionselektronenmikroskopie miteinander verglichen. Auch dabei zeigte das Befestigungssystem mit Dentinkonditionierung durch Phosphorsäure, verglichen mit dem selbstätzenden, eine größere Ausprägung der Hybridschichtdicke. Bei dem ebenfalls getesteten selbstadhäsiven Befestigungskomposit RelyX Unicem hingegen konnte keine Hybridschichtbildung nachgewiesen werden [Goracci *et al.* 2005b].

Die gemessenen Hybridschichtdicken lagen in der vorliegenden Untersuchung zwischen 1,2 und 3,5 μm . Das Material PermaFlo DC wies dabei die stärksten Schichtdicken auf (Tabelle VI). Eine Studie, welche sich mit dem koronalen Dentin befasste, maß für andere Adhäsivsysteme nach einer Vorbehandlung mit Phosphorsäure für 15 s Hybridschichtstärken im Bereich von 1,80 bis 2,39 μm . Dabei wurden Phosphorsäurekonzentrationen von 20 und 35 % verwendet [Pióch *et al.* 1998]. In der vorliegenden Untersuchung wirkte das 37-%ige und damit etwas höher konzentrierte Phosphorsäuregel ebenfalls 15 s auf die Dentinoberfläche ein. Jedoch fielen die Hybridschichtdicken der untersuchten Materialien hier etwas stärker aus, was durch die Auswahl anderer Adhäsivsysteme sowie durch die höhere Konzentration der Säure während der Vorbehandlung verursacht worden sein könnte.

Die Bildung einer Hybridschicht konnte für das Material RelyX Unicem nur in seltenen Fällen nachgewiesen werden. Die adhäsiven Eigenschaften des Materials basieren auf sauren Monomeren, welche das Dentin demineralisieren und infiltrieren und daraus folgend eine mikromorphologische Retention sowie eine chemische Adhäsion zum Hydroxylapatit schaffen (3M ESPE RelyX Unicem Produktprofil). Im Gegensatz dazu konnte eine morphologische Interaktion zwischen dem Dentin und RelyX Unicem kaum beobachtet werden [Van Meerbeek *et al.* 2003; Goracci *et al.* 2005b]. Dennoch zeigte dieses Material in den Ausstoßversuchen der vorliegenden Studie bei sporadischer Hybridschichtbildung gute Ergebnisse. In einer anderen Publikation aus dem Jahr 2006 wurde die These aufgestellt, dass hauptsächlich die Friktion zum klinischen Erfolg und zur Stabilität von Glasfaserstiften beiträgt, weshalb sie den Gebrauch von Glasinomorzementen vorschlägt. Grund dieser Aussagen war eine Untersuchung über die Haftung glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte, die mit Glasinomorzementen befestigt wurden. Sie wiesen nach Wasserlagerung höhere Haftkräfte auf als Stifte, die adhäsiv mit Befestigungskompositen eingesetzt worden waren [Cury *et al.* 2006]. Mit Blick auf die guten Haftwerte von RelyX Unicem in der vorliegenden Studie scheint es ebenfalls vorstellbar zu sein, dass die Haftung in diesem Fall hauptsächlich auf der Friktion sowie auf der chemischen Interaktion mit Hydroxylapatit basiert.

6.2.3 Ausprägung der Tags

Die Zahl der Dentintubuli, in die das Bonding oder auch das Komposit hineinpenetrierte, sollte Informationen über die Fließfähigkeit der unterschiedlichen getesteten Systeme liefern. Die Ergebnisse sollten unter Berücksichtigung der Tatsache beurteilt werden, dass es Unterschiede sowohl in der Kalzifikation der Dentinkanälchen als auch in der Morphologie unterschiedlicher menschlicher Zähne gibt, was die Werte zusätzlich beeinflusst haben könnte [Hilton 2002].

In der vorliegenden Studie konnten bei allen Probengruppen mit Komposit gefüllte Dentintubuli beobachtet werden. Ihre Häufigkeit war dabei abhängig vom verwendeten Befestigungssystem (Tabelle VII). Auch in anderen Studien wurde Komposit innerhalb der Bonding-Tags nachgewiesen, wenn das aufgetragene Adhäsivsystem vor dem Einsetzen nicht gehärtet wurde [Pirani *et al.* 2005; Arrais *et al.* 2009].

Die Penetrationstiefen der adhäsiven Systeme, bei denen Phosphorsäure zur Anwendung kam, wichen nicht signifikant voneinander ab. Im Vergleich zum selbstätzenden System Panavia F 2.0 zeigten sie alle lediglich die Tendenz zu einer größeren Penetrationstiefe. Einzig das Material PermaFlo DC wies eine signifikant größere Penetrationstiefe als das Befestigungsmaterial Panavia F 2.0 auf (Tabelle VII). Daraus lässt sich schließen, dass PermaFlo DC den anderen Systemen, die eine Anwendung von Phosphorsäure erfordern, in Bezug auf die Penetrationsfähigkeit überlegen zu sein scheint. Weiter ist zu vermuten, dass der Druck während der Stiftsetzung die Penetrationstiefe des Zementes in die Tubuli stark beeinflusst. Dies würde erklären, weshalb keine signifikanten Unterschiede zwischen dem selbstätzenden Material Panavia F 2.0 und den Systemen mit separater Phosphorsäurekonditionierung gezeigt werden konnten.

Das selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem zeigte darüber hinaus von allen getesteten Materialien die geringste Anzahl von Tags (Tabelle VI). Diese wenigen waren ausschließlich mit Komposit gefüllt (vgl. Tabelle VII), weil das Befestigungssystem RelyX Unicem auf ein zusätzliches Adhäsivsystem verzichtet, das sonst an der Bildung dieser Tags beteiligt sein kann. Daraus kann gefolgert werden, dass die Auflösung der Schmierschicht nur ausnahmsweise auftrat.

Durch den hohen C-Faktor im langen und schmalen Wurzelkanal kann zusammen mit der Polymerisationsschrumpfung des Befestigungskomposits die Integrität des Haftverbundes negativ beeinflusst werden [Tay *et al.* 2005]. Auch wenn in der hier vorliegenden Studie keine Fehlstellen innerhalb des Komposit-Dentin-Verbundes nachgewiesen werden konnten, wurden in den Proben bei zwei der mit Phosphorsäure arbeitenden Befestigungssysteme Frakturen in den mit Komposit gefüllten Dentintubuli beobachtet (Tabelle VI). Ein Beispielbild, auf dem unvollständige bzw. gebrochene Tags zu sehen sind, zeigt die Abbildung 15 in Kapitel 4. Da dieses Phänomen bislang noch nicht beschrieben wurde, können zum jetzigen Zeitpunkt allerdings nur Vermutungen über mögliche Ursachen angestellt werden.

Wie bereits erwähnt, wiesen die Systeme mit separater Phosphorsäurekonditionierung eine höhere Penetrationstiefe von Komposit in die Dentintubuli auf als die anderen getesteten Materialien (Tabelle VII). Das Vorkommen von Frakturen innerhalb der Kunststoff-Tags könnte mit der Demineralisation zusammenhängen, die durch die Applikation von Phosphorsäure entsteht, welche aber wiederum die Penetration von Komposit in die Dentinkanälchen durch die vollständige Entfernung der

Schmierschicht erst ermöglicht [Ferrari & Mannocci 2000]. Die Spannungen, die anschließend infolge der Polymerisationsschrumpfung des Komposits auftreten, könnten den Abriss des Kunststoffes in den langen schmalen Tubuli herbeiführen. Für diese Hypothese spricht, dass bei den dualhärtenden Materialien PermaFlo DC und Variolink II – im Vergleich zu den selbstkonditionierenden Befestigungssystemen – ein häufigeres und tieferes Eindringen von Kompositanteilen in die Dentintubuli beobachtet werden konnte (Tab. VII). Bei ähnlicher Eindringtiefe traten im Gegensatz dazu bei dem chemisch härtenden Komposit Clearfil Core keine Brüche des Komposits auf. Hierfür könnten die besseren Fließeigenschaften chemisch härtender Komposite sowie deren im Vergleich zur Lichtinitiation langsamere Polymerisationsreaktion verantwortlich sein [Feilzer *et al.* 1993].

Allerdings ist einzuräumen, dass innerhalb der mit Komposit gefüllten Tubuli anstatt der vermuteten Frakturen auch Blasen aufgetreten sein könnten. Die visualisierte Struktur lässt eine solche Annahme zwar unwahrscheinlich werden, aber generell auszuschließen ist sie nicht. Ein signifikanter Einfluss der Kovariate „Zahl der gebrochenen Tags“ auf die Haftkraft konnte nicht festgestellt werden, gleichwohl aber die Tendenz zu einer Haftkraftverringerung an Proben mit einer hohen Anzahl dieser frakturierten Tags. Die klinische Relevanz dieser Reduktion scheint jedoch unbedeutend zu sein. Trotzdem wären weitere Untersuchungen in dieser Richtung angebracht.

6.2.4 Bruchstellenanalyse

Die Analyse der Bruchmodi sollte die Defizite im Haftverbund der untersuchten Materialien aufzeigen. Die Materialien Panavia F 2.0 und PermaFlo DC wiesen eine vergleichbare Aufteilung mehrerer Brucharten auf; adhäsiv zwischen Stift und Komposit, adhäsiv zwischen Dentin und Komposit sowie gemischte Brüche. Bei Variolink II und Clearfil Core gab es hauptsächlich adhäsive Brüche zwischen Dentin und Zement (Tabelle VIII). So scheint bei den letzteren Systemen der Verbund zum Dentin gegenüber den anderen intakten Bestandteilen der Verbundschicht herabgesetzt zu sein.

Nur das Material RelyX Unicem zeigte kohäsive Brüche innerhalb des Stiftes. Bei diesen Proben war die Haftkraft zum Dentin sowie zum Stift größer als die Eigenstabilität des Stiftes. Da nur 13,4 % der Proben diese Art von Versagensmodus aufwiesen, die meisten Proben aber einen adhäsiven Bruch zwischen Stift und Komposit zeigten, sollte dieser Befund nicht überschätzt werden. Generell ist die Haftung am Wurzelkanaldentin geringer als am koronalen Dentin. Zahlreiche In-vivo- und In-vitro-Studien berichten hauptsächlich von adhäsiven Brüchen zwischen Dentin und Komposit [Bouillaguet *et al.* 2003; Monticelli *et al.* 2003; Bitter *et al.* 2006b; Ferrari *et al.*

2007b; Zicari *et al.* 2008]. Diese Beobachtung wird auch von der hier vorliegenden Untersuchung gestützt.

Die CLSM-Analyse der repräsentativen Proben von adhäsiven Brüchen zwischen Dentin und Komposit zeigte überwiegend einen Abriss des Komposits an der unmittelbar darunter liegenden Hybridschicht. Dies legt die Vermutung nahe, dass die Verbindung zwischen Komposit und dem demineralisierten, infiltrierten Wurzelkanaldentin eine Schwachstelle des Verbundes darstellt. Deshalb können die beobachteten Brüche eher als kohäsive Brüche innerhalb der Komposit-Dentin-Interdiffusionszone beschrieben werden. Bei dem Material Variolink II/Excite DSC verlief eine Abrisskante zusätzlich kohäsiv durch die Hybridschicht, weshalb auch diese als Schwachstelle des adhäsiven Verbundes in Frage kommt. Einschränkend sei erwähnt, dass in der vorliegenden Studie nur eine begrenzte Zahl von Proben zusätzlich mit dem CLSM untersucht wurde, wohingegen die Frakturmodus-Analyse mit dem Stereomikroskop bei allen Proben durchgeführt wurde.

7 Schlussfolgerungen

Der adhäsive Verbund im Wurzelkanal ist aufgrund des hohen C-Faktors extremen Belastungen ausgesetzt und wird daher kontrovers diskutiert. Die bislang noch nicht publizierte Methode, den adhäsiven Verbund im Wurzelkanal mit dem CLSM unter Verwendung des Dualfluoreszenzmodus zu visualisieren, ermöglicht es, detaillierte Informationen darüber zu liefern, wie die einzelnen Komponenten der Befestigungssysteme im Wurzelkanal nach der Stiftinsertion verteilt sind.

So zeigte die Anwendung von Adhäsiv-Systemen mit vorheriger Phosphorsäurekonditionierung gleichmäßig ausgeprägte Hybridschichten sowie große Mengen an mit Adhäsiv und Komposit gefüllten Dentintubuli. Dabei wurden bei zwei dieser Systeme auch frakturierte Komposit-Tags sichtbar. Deren Auswirkung auf die Haftung bei diesen Proben war allerdings gering und statistisch nicht signifikant. Im Vergleich zu einem ebenfalls untersuchten selbstadhäsiven Befestigungszement erwiesen sich die ermittelten Haftkräfte für diese Systeme aber insgesamt als geringer. Der selbstadhäsive Befestigungszement dagegen zeigte bei nur vereinzelt messbaren Hybridschichtformationen sowie geringer Penetration in die Dentintubuli die höchsten Haftwerte.

Diese Ergebnisse deuten darauf hin, dass die Haftung von RelyX Unicem im Wurzelkanal, die mit Ausstoßversuchen gemessen wird, vorrangig auf chemischer Haftung und Retention durch Friktion beruht. Weiter zeigten Systeme mit vereinfachter Handhabung in dieser Untersuchung erhöhte Haftwerte. Daher scheint es möglich, dass sich – in Anbetracht der erschwerten Bedingungen im Kanal – in der Vermeidung von Anwendungsfehlern Vorteile liegen.

Im Rahmen dieser Studie war es noch nicht möglich, eindeutige Aussagen darüber zu treffen, welchen Anteil die unterschiedlichen morphologischen Parameter der Verbundschicht an der Haftung im Inneren des Wurzelkanals haben und wo hier die Schwachstellen zu finden sind. Es obliegt späteren Studien, diese Fragen zu beantworten. Solche weiterführenden Untersuchungen sollten sich vorrangig den in der vorliegenden Studie nur exemplarisch erstellten Versagensmodusanalysen mit dem CLSM widmen. Sie könnten über die Haftmechanismen am Wurzelkanalentin Aufschluss geben und mögliche Schwachstellen aufzeigen. Auch weiterführende In-vitro-Versuche – einschließlich thermo-mechanischer Proben-Belastung – sowie kontrollierte, randomisierte klinische Langzeitstudien dürften von Nutzen sein.

8 Zusammenfassung

Problemstellung: Die Etablierung des adhäsiven Verbundes zum Wurzelkanaldentin erweist sich als weitaus problematischer als der Verbund zum koronalen Dentin. Aus diesem Grund werden die Entstehung eines solchen Verbundes sowie die Mechanismen, die zu einer wirksamen adhäsiven Befestigung von Wurzelkanalstiften führen, kontrovers diskutiert. Bisher publizierte Studien zu dieser Thematik beschäftigen sich entweder nur mit Haftwertuntersuchungen oder nur mit mikroskopischen Analysen. **Zielsetzung:** Die vorliegende Studie untersuchte die morphologischen Charakteristika und die Haftung verschiedener Befestigungssysteme bei der adhäsiven Verankerung von glasfaserverstärkten Wurzelkanalstiften. Hierzu wurde die Doppelfluoreszenzmethodik des CLSM mit Ausstoßversuchen zur Haftwertbestimmung kombiniert, um die Komponenten des Verbundes zu analysieren, die zur Haftung im Wurzelkanal beitragen. **Material und Methoden:** Es wurden 50 Glasfaserstifte in die Wurzeln extrahierter, oberer, menschlicher Schneidezähne mit fünf Befestigungsmaterialien eingesetzt ($n = 10$): mit Panavia F 2.0, PermaFlo DC, Variolink II, RelyX Unicem und Clearfil Core. Vor der den Herstellerangaben entsprechenden Insertion der Wurzelkanalstifte wurden die Adhäsivsysteme und Befestigungskomposite mit den fluoreszierenden Farbstoffen FNA und RITC angefärbt. Die Wurzeln wurden in drei Scheiben (Dicke 2 mm) zersägt und mit einem Konfokalen Laser-Raster-Mikroskop im Doppelfluoreszenzmodus hinsichtlich folgender morphologischer Charakteristika analysiert: Hybridschichtdicke, Gesamtanzahl der Tags, Zahl der komposithaltigen und der gebrochenen Tags sowie Penetrationstiefe der Komposit-Tags. Von den Proben wurde anschließend eine 1 mm dünne Scheibe abgetrennt und die Haftung des Komposit-Dentin-Verbundes im Ausstoßversuch ermittelt. **Ergebnisse:** Die Haftung zum Wurzelkanaldentin (Zwei-Wege-ANOVA; $p = 0,001$) sowie die morphologischen Charakteristika ($p < 0,001$; Kruskal-Wallis-Test) wurden von den verwendeten Materialien signifikant beeinflusst. Es kam bei allen mit Phosphorsäure konditionierenden Befestigungssystemen zu einer deutlichen Hybridschichtausbildung und zu zahlreichen mit Komposit und/oder Adhäsiv penetrierten Dentintubuli. Die signifikant größten Hybridschichtdicken aller getesteten Materialien zeigten sich bei PermaFlo DC [Med. 4,0 (2,7; 4,3) μm] ($p < 0,05$; Mann-Whitney-U-Test). Bei der Gesamtzahl der Dentintubuli, die mit Adhäsiv oder Komposit gefüllt waren, wiesen Variolink und Clearfil signifikant mehr dieser Tags auf als Panavia F 2.0 und PermaFlo DC ($p < 0,05$; Mann-Whitney-U-Test). Im Bereich Haftkraft erreichte das selbstadhäsive Komposit RelyX Unicem [20,4 (6,1) MPa] [MW (SD)] die höchsten Werte aller untersuchten Materialien, bei einer sporadischen Hybridschichtbildung und kaum nachzuweisenden Tags. Die Komposite PermaFlo DC [9,9 (4,2) MPa] und Variolink II [9,5 (5,0) MPa] dagegen erzielten signifikant niedrigere Haftwerte als Clearfil Core [14,9 (3,9) MPa] und Panavia F 2.0 [13,3 (5,3) MPa] ($p < 0,05$; Tukey-B-Test).

Schlussfolgerungen: Die Resultate belegen, dass der selbstadhäsive Zement RelyX Unicem im Vergleich zu den anderen getesteten System die höchste Haftkraft entwickelt, und zwar trotz einer nur vereinzelt nachzuweisenden Hybridisierung des Dentins und nur sporadisch auftretender kompositgefüllter Dentintubuli. Dies deutet wiederum darauf hin, dass die chemische Interaktion zwischen jenem Material und dem Hydroxylapatit einen wirksamen Beitrag zur Haftung leistet. Versagensmodusanalysen mit dem CLSM könnten künftig weitere Erkenntnisse zum adhäsiven Verbund im Wurzelkanal ermöglichen, da sie allem Anschein nach einen detaillierteren Einblick auf Bruchstellen und damit auf die Schwachstellen des Verbundes einzelner Materialien zulassen.

Schlagwörter: Wurzelkanaldentin, Befestigungszement, Fluoreszenz, glasfaserverstärkte Wurzelkanalstifte, Konfokales Laser-Raster-Mikroskop.

Klinische Bedeutung: Für die Befestigung von Glasfaserstiften stellt RelyX Unicem eine einfache und gute Alternative zu Systemen mit separatem Adhäsiv dar. Dies sollte aber durch weitere klinische Studien untermauert werden.

9 Abstract

Statement of problem: The formation of adhesive bonds to root canal dentin turned out to be much more difficult than bonding to coronal dentin. For this reason, the formation process and the mechanisms of effective fiber post bonding are currently an issue of considerable scientific debate. Previous studies either analyze bond strengths or use microscopic analysis to investigate this issue. **Objectives:** This study correlated the morphological characteristics with the bond strengths of various resin cements used for bonding fiber posts to root canal dentin to analyze the components of the bond that lead to adhesion to the root dentin. **Materials and methods:** Fifty glass-fiber posts (FRC Postec Plus) were luted into the root canals of extracted human anterior teeth using five resin cements ($n = 10$): Panavia F 2.0, PermaFlo DC, Variolink II, RelyX Unicem, and Clearfil Core. Before insertion of the post, the adhesive systems were labeled with fluorescein, and the resin cement was labeled with rhodamine isothiocyanate. The roots were sectioned into three slices (of 2 mm thickness), and each slice was analyzed using confocal laser scanning microscopy in dual fluorescence mode to determine hybrid layer thickness, the number of resin tags, and the number of broken tags. Bond strengths were measured using a micro push-out test. **Results:** Bond strengths to root canal dentin ($p = 0.001$; 2-way-ANOVA), as well as the morphological characteristics ($p < 0.001$; Kruskal-Wallis test), were significantly affected by the materials. Adhesive systems that require the use of phosphoric acid demonstrated uniform hybrid layers and high amounts of penetrated dentinal tubules filled with adhesive and/or resin cement. The hybrid layer thickness of PermaFlo DC [4.0 (2.7; 4.3) μm] was significantly higher than the other resin cements ($p < 0.05$; Mann-Whitney-U test). Concerning the number of dentinal tubules penetrated with adhesive or resin cement, the materials Variolink II and Clearfil Core demonstrated significantly more penetrated tags than the materials Panavia F and PermaFlo DC ($p < 0.05$; Mann-Whitney-U test). Concerning bond strength, the self-adhesive material RelyX Unicem [20.4 (6.1) MPa] showed significantly higher bond strengths than the other tested materials, while forming a hybrid layer and considerable tags only sporadically. In contrast, PermaFlo DC [9.9 (4.2) MPa] and Variolink II [9.5 (5.0) MPa] revealed significantly lower bond strength than Clearfil Core [14.9 (3.9) MPa] and Panavia F 2.0 [13.3 (5.3) MPa] ($p < 0.05$; Tukey-B test). **Conclusions:** These results indicate for the self-adhesive resin cement RelyX Unicem that chemical interactions between the adhesive cement and hydroxyapatite may be more crucial for root dentin bonding than the ability of the same material to hybridize dentin. The analysis of failure modes using CLSM examinations can be of considerable use to further investigations of the adhesive bond to root canal dentin due to the capability of showing the places of fracture and therefore allowing the weak spots within the composite of bonding materials to be identified.

Keywords: Root canal dentin, luting cement, fluorescence, fiber posts, confocal laser scanning microscopy.

Clinical Significance: From the results of the present study, it can be concluded that the self-adhesive resin cement system RelyX Unicem seems to be a simple and effective alternative to etch-and-rinse and self-etch bonding systems for luting fiber posts to radicular dentin. In addition, randomized controlled clinical trials using these materials are clearly warranted.

10 Literaturverzeichnis

- Arrais CA, Miyake K, Rueggeberg FA, Pashley DH, Giannini M: Micromorphology of resin/dentin interfaces using 4th and 5th generation dual-curing adhesive/cement systems: a confocal laser scanning microscope analysis. *J Adhes Dent*, 2009; 11: 15-26
- Asmussen E, Peutzfeldt A, Heitmann T: Stiffness, elastic limit, and strength of newer types of endodontic posts. *J Dent*, 1999; 27: 275-278
- Asmussen E, Peutzfeldt A, Sahafi A: Finite element analysis of stresses in endodontically treated, dowel-restored teeth. *J Prosthet Dent*, 2005; 94: 321-329
- Bachicha WS, Diore PM, Miller DA, Lautenschlager EP, Pashley DH: Microleakage of endodontically treated teeth restored with posts. *J Endod*, 1998; 24: 703-708
- Balbosh A, Ludwig K, Kern M: Comparison of titanium dowel retention using four different luting agents. *J Prosthet Dent*, 2005; 94: 227-233
- Baldissara P, Zicari F, Valandro L, Scotti R: Effect of root canal treatments on quartz fiber posts bonding to root dentin. *J Endod*, 2006; 32: 985-988
- Balooch M, Wu-Magidi I, Balazs A, Lundqvist AS, Marshall SJ, Marshall GW, Siekaas WJ, Kinney JH: Viscoelastic properties of demineralized human dentin measured in water with atomic force microscope (AFM)-based indentation. *J Biomed Mater Res*, 1998; 40: 539-544
- Bateman G, Ricketts DN, Saunders WP: Fibre-based post systems: a review. *Br Dent J*, 2003; 195: 43-48
- Baumann MA: Die Wurzelkanalfüllung. München/Jena, 2001
- Bergman B, Lundquist P, Sjogren U, Sundquist G: Restorative and endodontic results after treatment with cast posts and cores. *J Prosthet Dent*, 1989; 61: 10-15
- Bitter K, Meyer-Lückel H, Priehn K, Martus P, Kielbassa AM: Bond strengths of resin cements to fiber-reinforced composite posts. *Am J Dent*, 2006a; 19: 138-142
- Bitter K, Meyer-Lueckel H, Priehn K, Kanjuparambil J, Neumann K, Kielbassa AM: Effects of luting agent and thermocycling on bond strengths to root canal dentine. *Int End J*, 2006b; 39: 809-818
- Bitter K, Noetzel J, Volk C, Neumann K, Kielbassa AM: Bond strength of fiber posts after the application of erbium:yttrium-aluminum-garnet laser treatment and gaseous ozone to the root canal. *J Endod*, 2008; 34: 306-309
- Bitter K, Paris S, Martus P, Schartner R, Kielbassa AM: A Confocal Laser Scanning Microscope investigation of different dental adhesives bonded to root canal dentine. *Int Endod J*, 2004; 37: 840-848
- Bitter K, Paris S, Mueller J, Neumann K, Kielbassa AM: Correlation of scanning electron and confocal laser scanning microscopic analyses for visualization of dentin-adhesive interfaces of the root canal. *J Adhes Dent*, 2009; 11: 7-14
- Bitter K, Priehn K, Martus P, Kielbassa AM: In vitro evaluation of push-out bond strengths of various luting agents to tooth-colored posts. *J Prosthet Dent*, 2006c; 95: 302-310

- Blunck U, Haller B: Klassifikation von Bondingsystemen. Quintessenz, 1999; 50: 1021-1033
- Boschian Pest L, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M: Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. Dent Mater, 2002; 18: 596-602
- Bouillaguet S, Troesch S, Wataha J, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH: Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. Dent Mater, 2003; 19: 199-205
- Brudevold F, Buonocore M, Wileman W: A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. J Dent Res, 1956; 35: 846-851
- Buonocore MG: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res, 1955; 34: 849-853
- Cagidiaco MC, García-Godoy F, Vichi A, Grandini S, Goracci C, Ferrari M: Placement of fiber prefabricated or custom made posts affects the 3-year survival of endodontically treated premolars. Am J Dent, 2008; 21: 179-184
- Carvalho RM, Yoshiyama M, Pasley EL, Pasley DH: In vitro study the dimensional changes of human dentine after demineralisation. Arch Oral Biol, 1996; 41: 369-377
- Creugers NH, Mentink AG, Käyser AF: An analysis of durability data on post and core restorations. J Dent, 1993; 21: 281-284
- Cury AH, Goracci C, Navarro MF, Carvalho RM, Sadek FT, Tay FR: Effect of hygroscopic expansion on the push-out resistance of glass ionomer-based cements used for the luting of fiber posts. J Endod, 2006; 32: 537-540
- D'Alpino PH, Pereira JC, Svizero NR, Rueggeberg FA, Carvalho R, Pashley DH: A new technique for assessing hybrid layer interfacial micromorphology and integrity: Two-photon laser microscopy. J Adhes Dent, 2006; 8: 279-284
- De Durão Mauricio PJ, González-López S, Aguilar-Mendoza JA, Félix S, González-Rodríguez MP: Comparison of regional bond strength in root thirds among fiber-reinforced posts luted with different cements. J Biomed Mater Res B Appl Biomater, 2007; 83: 364-372
- De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B: Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. Dent Mater, 2004; 20: 963-971
- De Rijk WG: Removal of fiber posts from endodontically treated teeth. Am J Dent, 2000; 13: 19B-21B
- Dietschi D, Romelli M, Goretti A: Adaptation of adhesive posts and cores to dentin after fatigue testing. Int J Prosthodont, 1997; 10: 498-507
- Doerfer C, Staehle H, Wurst M, Duschner H, Pioch T: The nanoleakage phenomenon: influence of different dentin bonding agents, thermocycling and etching time. Eur J Oral Sci, 2000; 108: 346-351

- D'Souza PD, Duschner H, Staehle HJ, Pioch T: Dentin bonding systems: a comparative study of SEM and CLSM used to visualize the resin-dentin interface. *Acta Med Dent Helv*, 1999; 4: 20-26
- Duncan JP, Pameijer CH: Retention of parallel-sided titanium posts cemented with six luting agents: an in vitro study. *J Prosthet Dent*, 1998; 80: 423-428
- Duret B, Reynaud M, Duret F: New concept of coronoradicular reconstruction: the Composipost (1). *Chir Dent Fr*, 1990; 60: 131-141
- Eastoe J: Chemical organization of the organic matrix of dentine. In: *Structure and Chemical Organization of teeth*. AEW Miles Academic Press, New York, 1967, 279-315
- Edelhoff D, Spiekermann H, Yildirim M: Klinische Erfahrungen mit konfektionierten Wurzelstiften und individuellen Stumpfaufbauten aus Keramik. *Dtsch Zahnärztl Z*, 2000; 55: 746-750
- Eichner K, Kappert HF: *Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung*. Band 1, Stuttgart, Thieme, 2000, 432
- Eick JD, Cobb CM, Chappell RP, Spencer P, Robinson SJ: The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part 1. *Quintessence Int*, 1991; 22: 967-977
- Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ: Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med*, 1997; 8: 306-335
- Eick JD, Robinson SJ, Chappell RP, Cobb CM, Spencer P: The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part 3. *Quintessence Int*, 1993; 24: 571-582
- Erickson RL: Surface interactions of dentin adhesive materials. *Oper Dent*, 1992; Suppl 5: 81-94
- Ernst CP, Fiedler T, Brandenbusch M, Willershausen B: In-vitro-Untersuchungen zum Randschluss selbstkonditionierender Adhäsive in Klasse-II-Kavitäten. *Dtsch Zahnärztl Z*, 2005; 60: 193-199
- Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL: Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res*, 1987; 66: 1636-1639
- Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL: Curing contraction of composites and glass-ionomer cements. *J Prosthet Dent*, 1988; 59: 297-300
- Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL: Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations. *Dent Mater*, 1990; 6: 167-171
- Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL: Setting stresses in composites for two different curing modes. *Dent Mater*, 1993; 9: 2-5
- Ferrari M, Cagidiaco MC, Goracci C, Vichi A, Mason PN, Radovic I, Tay F: Long-term retrospective study of the clinical performance of fiber posts. *Am J Dent*, 2007a; 20: 287-291
- Ferrari M, Cagidiaco MC, Grandini S, De Sanctis M, Goracci C: Post placement affects survival of endodontically treated premolars. *J Dent Res*, 2007b; 86: 729-734

- Ferrari M, Cagidiaco MC, Kugel C, Davidson CL: Dentin infiltration by three adhesive systems in clinical and laboratory conditions. *Am J Dent*, 1997; 9: 240-244
- Ferrari M, Mannocci F: A "one bottle" adhesive system for bonding a fibre post into a root canal: an SEM evaluation of the post-resin interface. *Int Endod J*, 2000; 33: 397-400
- Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjör IA: Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *Am J Dent*, 2000a; 13: 255-260
- Ferrari M, Vichi A, García-Godoy F: Clinical evaluation of fiber-reinforced epoxy resin posts and cast post and cores. *Am J Dent*, 2000b; 13: 15B-18B
- Ferrari M, Vichi A, Grandini S: Efficacy of different adhesive techniques on bonding to root canal walls: an SEM investigation. *Dent Mater*, 2001a; 17: 422-429
- Ferrari M, Vichi A, Grandini S, Goracci C: Efficacy of a self-curing adhesive-resin cement system on luting glass-fiber posts into root canals: an SEM investigation. *Int J Prosthodont*, 2001b; 14: 543-549
- Ferrari M, Vichi A, Mannocci F, Mason PN: Retrospective study of the clinical performance of fiber posts. *Am J Dent*, 2000c; 13: 9B-13B
- Foxton RM, Nakajima M, Tagami J: Adhesion to root canal dentine using one and two-step adhesives with dual-cure composite core materials. *J Oral Rehabil*, 2005; 32: 97-104
- Frankenberger R, Krämer N, Sindel J: Haftfestigkeit und Zuverlässigkeit der Verbindung Dentin-Komposit und Dentin-Kompomer. *Dtsch Zahnärztl Z*, 1996; 51: 556-560
- Galhano GA, Valandro LF, de Melo RM, Scotti R, Bottino MA: Evaluation of the flexural strength of carbon fiber-, quartz fiber-, and glass fiber-based posts. *J Endod*, 2005; 31: 209-211
- Gerth H, Dammaschke T, Züchner H, Schäfer E: Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites-a comparative study. *Dent Mater*, 2006; 22: 934-941
- Giachetti L, Scaminaci Russo D, Bertini F, Giuliani V: Translucent fiber post cementation using a light-curing adhesive/composite system: SEM analysis and pull-out test. *J Dent*, 2004; 32: 629-634
- Goracci C, Corciolani G, Vichi A, Ferrari M: Light-transmitting ability of marketed fiber posts. *J Dent Res*, 2008; 87: 1122-1126
- Goracci C, Fabianelli A, Sadek FT, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M: The contribution of friction to the dislocation resistance of bonded fiber posts. *J Endod*, 2005a; 31: 608-612
- Goracci C, Grandini S, Bossù M, Bertelli E, Ferrari M: Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: a review. *J Dent*, 2007; 35: 827-835
- Goracci C, Sadek FT, Fabianelli A, Tay FR, Ferrari M: Evaluation of the adhesion of fiber posts to intraradicular dentin. *Oper Dent*, 2005b; 30: 627-635

- Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC: The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci*, 2004; 112: 353-361
- Grandini S, Goracci C, Tay FR, Grandini R, Ferrari M: Clinical evaluation of the use of fiber posts and direct resin restorations for endodontically treated teeth. *Int J Prosthodont*, 2005; 18: 399-404
- Griffiths BM, Watson TF: Resin-dentin interface of Scotchbond Multi-Purpose dentin adhesive. *Am J Dent*, 1995; 8: 212-216
- Habenicht G: Kleben: Grundlagen, Technologie, Anwendungen. Berlin, 1990
- Hagge MS, Wong RD, Lindemuth JS: Effect of three root canal sealers on the retentive strength of endodontic posts luted with a resin cement. *Int Endod J*, 2002a; 35: 372-378
- Hagge MS, Wong RD, Lindemuth JS: Retention strengths of five luting cements on prefabricated dowels after root canal obturation with a zinc oxide/eugenol sealer: 1. Dowel space preparation/cementation at one week after obturation. *J Prosthodont*, 2002b; 11: 168-175
- Haller B: Mechanismus und Wirksamkeit von Dentinhaftvermittlern. *Dtsch Zahnärztl Z*, 1994; 49: 750-759
- Hammond RM, Meyers IA: A laboratory investigation of a composite resin/dentine bonding agent mixture used as a root canal sealer. *Aust Dent J*, 1992; 37: 178-184
- Hellwig E, Klimek J, Attin T: Einführung in die Zahnerhaltung. Urban & Fischer, München, 2003: 8-9, 129, 148-155, 162f,
- Heydecke G, Butz F, Hussein A, Strub JR: Fracture strength after dynamic loading of endodontically treated teeth restored with different post-and-core systems. *J Prosthet Dent*, 2002; 87: 438-445
- Heydecke G, Butz F, Strub JR: Einfluss des endodontischen Aufbaus auf die Frakturfestigkeit überkronter Frontzähne. *Dtsch Zahnärztl Z*, 1999; 54: 637-640
- Hilton TJ: Can modern restorative procedures and materials reliably seal cavities? In vitro investigations. Part 1. *Am J Dent*, 2002; 15: 198-210
- Hoffmann-Axthelm W: Lexikon der Zahnmedizin. Quintessenz, Berlin, 1995: 591
- Huber L, Cattani-Lorente M, Shaw L, Krejci I, Bouillaguet S: Push-out bond strengths of endodontic posts bonded with different resin-based luting cements. *Am J Dent*, 2007; 20: 167-172
- Hülsmann M: Endodontie. Thieme, Stuttgart, 1993: 48
- Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H, Van Meerbeek B: Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent*, 2001; 3: 237-245

- Janssen U, Hülsmann M: Das Bruchlastverhalten endodontisch verankerter Aufbauten mit den Wurzelstiftsystemen Luscent-Anchor und Perma-tex im In-vitro-Test. *Dtsch Zahnärztl Z*, 2003; 58: 331-336
- Jessen H: The ultrastructure of odontoblasts in perfusion fixed, demineralised incisors of adult rats. *Acta Odontol Scand*, 1967; 25: 491-523
- Junge T, Nicholls JI, Phillips KM, Libman WJ: Load fatigue of compromised teeth: a comparison of 3 luting cements. *Int J Prosthodont*, 1998; 11: 558-564
- Kataoka H, Yoshioka T, Suda H, Imai Y: Dentin bonding and sealing ability of a new root canal resin sealer. *J Endod*, 2000; 26: 230-235
- Kececi AD, Ureyen Kaya B, Adanir N: Micro push-out bond strengths of four fiber-reinforced composite post systems and 2 luting materials. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod*, 2008; 105: 121-128
- King PA, Setchell DJ: An in vitro evaluation of a prototype CFRC prefabricated post developed for the restoration of pulpless teeth. *J Oral Rehabil*, 1990; 17: 599-609
- Kockapan C: *Curriculum Endodontie*. Quintessenz, Berlin, 2003: 540
- Kurtz JS, Perdigao J, Geraldeli S, Hodges JS, Bowles WR: Bond strengths of tooth-colored posts, effect of sealer, dentin adhesive, and root region. *Am J Dent*, 2003; 16: 31A-36A
- Lambjerg-Hansen H, Asmussen E: Mechanical properties of endodontic posts. *J Oral Rehabil*, 1997; 24: 882-887
- Lassila LV, Tanner J, Le Bell AM, Narva K, Vallittu PK: Flexural properties of fiber reinforced root canal posts. *Dent Mater*, 2004; 20: 29-36
- Lauer HC, Ottl P, Haibach O: Die prothetische Versorgung des avitalen Zahnes. *Zahnarzt Magazin*, 1996; 11: 15-19
- Lee JJ, Netthey-Marbell A, Cook A, Pimenta LA, Leonard R, Ritter AV: Using extracted teeth for research: the effect of storage medium and sterilization on dentin bond strengths. *J Am Dent Assoc*, 2007; 138: 1599-1603
- Leica: *Benutzerhandbuch Leica TCS SP2 deutsch*. 2003: 8-9, 65, 147, 229
- Leonard JE, Gutmann JL, Guo IY: Apical and coronal seal of roots obturated with a dentine bonding agent and resin. *Int Endod J*, 1996; 29: 76-83
- Lopes GC, Baratieri LN, de Andrada MA, Vieira LC: Dental adhesion: present state of the art and future perspectives. *Quintessence Int*, 2002; 33: 213-224
- Lovell LG, Newman SM, Bowman CN: The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res*, 1999; 78: 1469-1476
- Lutz F, Phillips RW, Roulet JF, Imfeld T: *Komposits - Klassifikation und Wertung*. *Schweiz Monatschr Zahnmed*, 1983; 93: 914-929

- Macari S, Gonçalves M, Nonaka T, Santos JM: Scanning electron microscopy evaluation of the interface of three adhesive systems. *Braz Dent J*, 2002; 13: 33-38
- Magloire H, Bouvier M, Joffre A: Odontoblast response under carious lesions. *Proc Finn Dent*, 1992; 88: 257-274
- Malferrari S, Monaco C, Scotti R: Clinical evaluation of teeth restored with quartz fiber-reinforced epoxy resin posts. *Int J Prosthodont*, 2003; 16: 39-44
- Mannocci F, Ferrari M, Watson TF: Intermittent loading of teeth restored using quartz fiber, carbon-quartz fiber, and zirconium dioxide ceramic root canal posts. *J Adhes Dent*, 1999; 1: 153-158
- Mannocci F, Sherriff M, Ferrari M, Watson TF: Microtensile bond strength and confocal microscopy of dental adhesives bonded to root canal dentin. *Am J Dent*, 2001; 14: 200-204
- Marshall GW: Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int*, 1993; 24: 606-617
- Masters BR, So PT: Antecedents of two-photon excitation laser scanning microscopy. *Microsc Res Tech*, 2004; 63: 3-11
- Mayhew JT, Windchy AM, Goldsmith LJ, Gettleman L: Effect of root canal sealers and irrigation agents on retention of preformed posts luted with a resin cement. *J Endod*, 2000; 26: 341-344
- McComb D, Smith DC: A preliminary scanning electron microscopic study of root canals after endodontic procedures. *J Endod*, 1975; 1: 238-242
- Michalakis K, Hirayama H, Sfolkos J, Sfolkos K: Light transmission of posts and cores used for the anterior esthetic region. *Int J Periodontics Restorative Dent*, 2004; 24: 462-469
- Mjör IA, Nordahl I: The density and branching of dentinal tubules in human teeth. *Arch Oral Biol*, 1996; 41: 401-412
- Mjör IA, Smith MR, Ferrari M, Mannocci F: The structure of dentine in the apical region of human teeth. *Int Endod J*, 2001; 34: 346-353
- Monticelli F, Grandini S, Goracci C, Ferrari M: Clinical behavior of translucent-fiber posts: a 2-year prospective study. *Int J Prosthodont*, 2003; 16: 593-596
- Nakabayashi N, Takarada K: Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater*, 1992; 8: 125-130
- Naumann M: Vorgekürzte Wurzelstifte aus glasfaserverstärktem Komposit und Titan - eine effektive Alternative der postendodontischen Rekonstruktion. *Zahnarzt & Praxis*, 2003; 6: 398-402
- Naumann M, Reich S, Nothdurft FP, Beuer F, Schirrmeister JF, Dietrich T: Survival of glass fiber post restorations over 5 years. *Am J Dent*, 2008; 21: 267-272
- Nergiz I, Schmage P, Platzer U: Abzugskraftmessungen bei Wurzelstiften mit verschiedenen Oberflächen. *Dtsch Zahnärztl Z*, 1993; 48: 661-664

- Nergiz I, Schmage P, Platzer U, Ozcan M: Bond strengths of five tapered root posts regarding the post surface. *J Oral Rehabil*, 2002; 29: 330-335
- Ngoh EC, Pashley DH, Loushine RJ, Weller RN, Kimbrough WF: Effects of eugenol on resin bond strengths to root canal dentin. *J Endod*, 2001; 27: 411-414
- Nissan J, Dmitry Y, Assif D: The use of reinforced composite resin cement as compensation for reduced post length. *J Prosthet Dent*, 2001; 86: 304-308
- Pashley DH, Carvalho R, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y: The micro-tensile bond test: a review. *J Adhes Dent*, 1999; 1: 299-309
- Pashley DH, Ciucchi B, Sano H: Dentin as a bonding substrate. *Dtsch Zahnärztl Z*, 1994; 49: 760-763
- Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA: Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int*, 1993; 24: 618-631
- Patierno JM, Rueggeberg FA, Anderson RW, Weller RN, Pashley DH: Push-out strength and SEM evaluation of resin composite bonded to internal cervical dentin. *Endod Dent Traumatol*, 1996; 12: 227-236
- Pearce EI, Nelson DG: Microstructural features of carious human enamel imaged with back-scattered electrons. *J Dent Res*, 1989; 68: 113-118
- Perdigao J, Geraldeli S, Lee IK: Push-out bond strengths of tooth-colored posts bonded with different adhesive systems. *Am J Dent*, 2004; 17: 422-426
- Perdigao J, Gomes G, Augusto V: The effect of dowel space on the bond strengths of fiber posts. *J Prosthodont*, 2007; 16: 154-164
- Perdigao J, Lopes M: Dentin bonding - questions for the new millennium. *J Adhes Dent*, 1999; 1: 191 - 209
- Perdigao J, Swift EJ: Analysis of dental adhesive systems using scanning electron microscopy. *Int Dent J*, 1994; 44: 349-359
- Perdigao J, Swift EJ Jr., Denehy GE, Wefel JS, Donly KJ: In vitro bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. *J Dent Res*, 1994; 73: 44-55
- Pioch T, Kobaslija S, Schagen B, Gotz H: Interfacial micromorphology and bond strength of dentin bonding systems after NaOCl treatment. *J Adhes Dent*, 1999; 1: 135-142
- Pioch T, Sorg T, Stadler R, Hagge MS, Dorfer CE: Resin penetration through submicrometer hiatus structures: a SEM and CLSM study. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2004; 71: 238-243
- Pioch T, Stotz S, Buff E, Duschner H, Staehle HJ: Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength. *Am J Dent*, 1998; 11: 202-206
- Pioch T, Stotz S, Staehle HJ, Duschner H: Applications of confocal laser scanning microscopy to dental bonding. *Adv Dent Res*, 1997; 11: 453-461

- Pirani C, Chersoni S, Foschi F, Piana G, Loushine RJ, Tay FR, Prati C: Does hybridization of intraradicular dentin really improve fiber post retention in endodontically treated teeth? *J Endod*, 2005; 31: 891-894
- Qualtrough AJ, Chandler NP, Purton DG: A comparison of the retention of tooth-colored posts. *Quintessence Int*, 2003; 34: 199-201
- Qualtrough AJ, Mannocci F: Tooth-colored post systems: a review. *Oper Dent*, 2003; 28: 86-91
- Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M: Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent*, 2008; 10: 251-258
- Rawlinson A: Sealing root canals with low-viscosity resins in vitro: a scanning electron microscopy study of canal cleansing and resin adaption. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*, 1989; 68: 330-338
- Roberts HW, Leonard DL, Vandewalle KS, Cohen ME, Charlton DG: The effect of a translucent post on resin composite depth of cure. *Dent Mater*, 2004; 20: 617-622
- Rosentritt M, Fürer C, Behr M, Lang R, Handel G: Comparison of in vitro fracture strength of metallic and tooth-coloured posts and cores. *J Oral Rehabil*, 2000; 27: 595-601
- Roulet JF: A materials scientist's view: assessment of wear and marginal integrity. *Quintessence Int*, 1987; 18: 543-552
- Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E, Gotfredsen K: Retention and failure morphology of prefabricated posts. *Int J Prosthodont*, 2004; 17: 307-312
- Santos JN, Carrilho MR, De Goes MF, Zaia AA, Gomes BP, Souza-Filho FJ, Ferraz CC: Effect of chemical irrigants on the bond strength of a self-etching adhesive to pulp chamber dentin. *J Endod*, 2006; 32: 1088-1090
- Saunders WP, Saunders E: Coronal leakage as a cause of failure in root canal therapy: a review. *Endod Dent Traumatol*, 1994; 10: 105-108
- Schellenberg U, Krey G, Bosshardt D, Nair PN: Numerical density of dentinal tubules at the pulpal wall of human permanent premolars and molars. *J Endod*, 1992; 18: 104-109
- Schroeder HE: *Orale Strukturbiologie*. Thieme, Stuttgart, 2000: 102-108
- Schroeder HE, Scherle W: Strukturmerkmale der anorganischen Dentinwandung der Pulpa bei jungen und älteren Menschen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed*, 1988; 98: 357-366
- Schwartz RS, Robbins JW: Post placement and restoration of endodontically treated teeth: a literature review. *J Endod*, 2004; 30: 289-301
- Setz J, Geis-Gerstorfer J, Lin W: Zum Einfluss anorganischer Füller auf die Eigenschaft lichtpolymerisierender Komposite. *Dtsch Zahnärztl Z*, 1991; 46: 657-660
- Signore A, Kaitsas V, Barone M, Benedicenti S, Frazzington G: Adhäsive Zementierung faserverstärkter Wurzelstifte. *Interdisziplin J Proth Zahnheilkd*, 2003; 3: 256-269

- Sirimai S, Riis DN, Morgano SM: An in vitro study of the fracture resistance and the incidence of vertical root fracture of pulpless teeth restored with six post-and-core systems. *J Prosthet Dent*, 1999; 81: 262-269
- So PT, Dong CY, Masters BR, Berland KM: Two-photon excitation fluorescence microscopy. *Annu Rev Biomed Eng*, 2000; 2: 399-429
- Soares CJ, Santana FR, Castro CG, Santos-Filho PC, Soares PV, Qian F, Armstrong SR: Finite element analysis and bond strength of a glass post to intraradicular dentin: comparison between microtensile and push-out tests. *Dent Mater*, 2008; 24: 1405-1411
- Söderholm KJ, Mariotti A: Bis-GMA-based resins in dentistry: are they safe? *J Am Dent Assoc*, 1999; 130: 201-209
- Solnit GS: The effect of methyl methacrylate reinforcement with silane-treated and untreated glass fibers. *J Prosthet Dent*, 1991; 66: 310-314
- Standlee JP, Caputo AA: Endodontic dowel retention with resinous cements. *J Prosthet Dent*, 1992a; 68: 913-917
- Standlee JP, Caputo AA: The retentive and stress distributing properties of split threaded endodontic dowels. *J Prosthet Dent*, 1992b; 68: 436-442
- Standlee JP, Caputo AA, Hanson EC: Retention of endodontic dowels: effects of cement, dowel length, diameter, and design. *J Prosthet Dent*, 1978; 39: 400-405
- Stiefenhofer A, Stark H, Hackhofer T: Biomechanische Untersuchungen von Stiftaufbauten mit Hilfe der Finiten-Elemente-Analyse. *Dtsch Zahnärztl Z*, 1994; 49: 711-715
- Stockton LW: Factors affecting retention of post systems: a literature review. *J Prosthet Dent*, 1999; 81: 380-385
- Sudsangiam S, van Noort R: Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhes Dent*, 1999; 1: 57-67
- Tay FR, Loushine RJ, Lambrechts P, Welle RN: Geometric factors affecting dentin bonding in root canals: a theoretical modeling approach. *J Endod*, 2005; 31: 584-589
- Teixeira EC, Teixeira FB, Piasick JR, Thompson JY: An in vitro assessment of prefabricated fiber post systems. *J Am Dent Assoc*, 2006; 137: 1006-1012
- Thorsteinsson TS, Yaman P, Craig RG: Stress analyses of four prefabricated posts. *J Prosthet Dent*, 1992; 67: 30-33
- Tidmarsh BG: Acid-cleansed and resin-sealed root canals. *J Endod*, 1978; 4: 117-121
- Tjäderhane L, Hietala EL, Larmas M: Mineral element analysis of carious and sound rat dentin by electron probe microanalyzer combined with back-scattered electron image. *J Dent Res*, 1995; 74: 1770-1774
- Tjan AH, Grant BE, Dunn JR: Microleakage of composite resin cores treated with various dentin bonding systems. *J Prosthet Dent*, 1991; 66: 24-29

- Torbjörner A, Karlsson S, Odman PA: Survival rate and failure characteristics for two post designs. *J Prosthet Dent*, 1995; 73: 439-444
- Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts G, Vanherle G: Dentinhaftung: Mechanismen und klinische Resultate. *Dtsch Zahnärztl Z*, 1994; 49: 977-984
- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G: Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*, 2003; 28: 215-235
- Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G: Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res*, 1992; 71: 1530-1540
- Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Perdigao J, Lambrechts P: Microscopy investigations. Techniques, results, limitations. *Am J Dent*, 2000; 13: 3D-18D
- Wang VJ, Chen YM, Yip KH, Smales RJ, Meng QF, Chen L: Effect of two fiber post types and two luting cement systems on regional post retention using the push-out test. *Dent Mater*, 2008; 24: 372-377
- Watson TF: A confocal optical microscope study of the morphology of the tooth/restoration interface using Scotchbond 2 dentin adhesive. *J Dent Res*, 1989; 68: 1124-1131
- Watson TF: Applications of confocal scanning optical microscopy to dentistry. *Br Dent J*, 1991; 171: 287-291
- Watson TF, Wilmot DM: A confocal microscopic evaluation of the interface between Syntac adhesive and tooth tissue. *J Dent*, 1992; 20: 302-310
- Wong B, Utter JD, Miller BH, Ford JP, Guo IY: Retention of prefabricated posts using three different cementing procedures. *J Dent Res*, 1995; 74: 181
- Wrbas KT, Kampe MT, Schirrmeister JF, Altenburger MJ, Hellwig E: Retention glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte in Abhängigkeit vom Befestigungskomposit. *Schweiz Monatsschr Zahnmed*, 2006; 116: 18-24
- Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B: Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater*, 2008; 24: 967-977
- Zöfel P, Statistik verstehen. Ein Begleitbuch zur computergestützten Anwendung. Addison-Wesley, München, 2002: 85-117, 152

11 Anhang

11.1 Abkürzungsverzeichnis

| | |
|-----------|---|
| μ TBS | (microtensile bond strength test) Mikrozugfestigkeitsversuche |
| Abb. | Abbildung |
| Bis-GMA | Bisphenol-A-Glycidyl-dimethacrylat |
| C-Faktor | (C = configuration) Relation gebundener zu freier Oberfläche |
| CHX | Chlorhexidin |
| CI | Confidence Interval |
| CLSM | Konfokale (confocal) Laser-Raster-Mikroskopie |
| d | Durchmesser |
| F | Ausstoßkraft |
| F_h | Haftkraft |
| FNA | Natrium Fluoreszein |
| Gew.% | Gewichtsprozent |
| H_3PO | Phosphorsäure |
| HEMA | Hydroxyethylmethacrylat |
| M | Kegelmantelfläche |
| MDP | Methacrylat-oxydecyl Dehydrogenphosphat |
| Med | Medianwert |
| MW | Mittelwert |
| n | Anzahl |
| NaOCl | Natriumhypochlorit |
| p | Signifikanzniveau |
| r | Radius |
| REM | Raster-Elektronen-Mikroskopie |

| | |
|----------|------------------------------------|
| RITC | Rhodamin B Isothiocyanat |
| SD | Standardabweichungen |
| S-Faktor | Schrumpfungsfaktor |
| TEGDMA | Triethylenglykol-dimethacrylat |
| TEM | Transmissions-Elektronen-Mikroskop |
| Tiff | Tagged Image File Format |
| UMDA | Urethan-dimethacrylat |
| Vol.-% | Volumenprozent |

11.2 Liste der verwendeten Materialien

| | |
|-------------------|--|
| AH Plus | AH Plus Sealer; Dentsply DeTrey, Konstanz, Deutschland |
| Alkohol, 96 %ig | Krankenhausapotheke der Charité - Universitätsmedizin Berlin, Deutschland |
| Cavit | 3M ESPE, Seefeld, Deutschland |
| CHX-Lösung | Krankenhausapotheke der Charité - Universitätsmedizin Berlin, Deutschland |
| Clearfil Core | Kuraray, Osaka, Japan |
| Clearfil New Bond | Kuraray, Osaka, Japan |
| Endo-Feile | Hedstroemfeile ISO 30; VDW, München, Deutschland |
| Endo-Kanüle | VMK-EndoNeedle, 28Gx1; Vedefar NV Dilbeek, Belgien |
| Exkavator | Endodontischer Exkavator; Jakobi Dental Instruments, Leimen, Deutschland |
| Excite DSC | Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein |
| FlexMaster-Taper | ISO 02/20 - 50; VDW GmbH, München, Deutschland |
| Glasplatte | Technische Abteilung der Charité - Universitätsmedizin Berlin, Deutschland |

| | |
|---------------------------|---|
| Guttaperchastifte | Größe F und XF; VDW GmbH, München, Deutschland |
| Guttaperchastifte | ISO 50; VDW GmbH, München, Deutschland |
| Kochsalzlösung | NaCl 0,9 %; Delta Select, Pfullingen, Deutschland |
| Kompositstifte | FRC Postec Plus, Größe 3; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein |
| Mikrobürste | Microbrush international; Grafton, Wisconsin, USA |
| Natrium Fluoreszein | Sigma-Aldrich Chemie GmbH, Steinheim, Deutschland |
| Natriumhypochlorit-Lösung | Natriumhypochlorit 1 %; Aug. Hedinger, Stuttgart, Deutschland |
| Objektträger | Plexiglas-Objektträger 25x75x2mm Diaplus, Oststeinbek, Deutschland |
| Ölimmersion | Immersol; Zeiss, Jena, Deutschland |
| Oxyguard II | Kuraray, Osaka, Japan |
| Panavia Ed-Primer A/B | Kuraray, Osaka, Japan |
| Panavia F 2.0 | Kuraray, Osaka, Japan |
| Papierspitzen | Weißer Papierspitzen ISO 50; Alfred Brecht GmbH, Offenburg, Deutschland |
| PermaFlo DC | Ultradent, Salt Lake City, Utah, USA |
| PermaFlo Primer A/B | Ultradent, Salt Lake City, Utah, USA |
| Phosphorsäuregel | Total Etch; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein |
| RelyX Unicem | 3M ESPE, Seefeld, Deutschland |
| Rhodamin B Isothiocyanat | Sigma-Aldrich Chemie GmbH, Steinheim, Deutschland |
| Schleifpapier | Körnung 2500 und 4000; Exakt Vertriebs GmbH |
| Sekundenkleber | Henkel, Düsseldorf, Deutschland |

| | |
|-------------------|---|
| Skalpell | Einmalskalpell BA215; Aesculap AG, Tuttlingen, Deutschland |
| Spreader | Größe Fine; VDW GmbH, München, Deutschland |
| Variolink II | Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein |
| Vorbohrer | FRC Postec Plus Reamer Größe 3; Ivoclar Vivadent , Schaan, Liechtenstein |
| Wurzelkanalstifte | FRC Postec Plus Größe 3; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liech- tenstein |

11.3 Geräteliste

| | |
|-------------------------------------|---|
| Aplicap Applier | 3M ESPE, Seefeld, Deutschland |
| Auflageplatte | Technische Abteilung der Universitätsmedizin Berlin, Deutschland |
| Eppendorf-Pipette | Reference 4900 Fix-Volumen 10 µl; Eppendorf AG, Hamburg, Deutschland |
| FlexMaster-System | VDW GmbH, München, Deutschland |
| Halogenlampe | Astralis 10, Wellenlänge 400 bis 500 nm, 1200 mW/cm ² Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein |
| Hochfrequenzmischgerät | Ultramat 2, SDI Limited; Bayswater, Victoria, Australien |
| Konfokal Laser-Raster- Mikroskop | Leica TCS SL; Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, Deutschland |
| Messdose 2,5 kN | Zwick Roell, Ulm, Deutschland |
| Messlehre | Minifix Meßlehre, VDW GmbH, München, Deutschland |
| Messmikroskop | Wild Mikroskop M420; Leica, Bensheim, Deutschland |
| Messpipette | 10 ml, Teilung 0,15, orange; Brand, Wertheim, Deutsch- land |
| Mikrometerschraube | Digimatic Bügelmessschraube; Mitutoyo, Kawasaki, Japan |

| | |
|--------------------------------|---|
| Präzisions- diamantbandsäge | Exakt 300; Exakt Vertriebs GmbH, Norderstedt, Deutschland |
| Präzisionswaage | Sartorius 2004 MP6; Satorius GmbH, Göttingen, Deutschland |
| Probenhalter | Technische Abteilung der Charité - Universitätsmedizin Berlin, Deutschland |
| Schleifmaschine | Exakt 400 CS; Exakt Vertriebs GmbH, Norderstedt, Deutschland |
| Stereomikroskop | DV 4; Zeiss, Jena, Deutschland |
| Universalprüfmaschine | Zwick Roell, Ulm, Deutschland |

11.4 Bearbeitungsprogramme

| | |
|-------------|---|
| Corel Draw; | Version 12, Corel Corporation; Unterschleißheim, Deutschland |
| ImageJ | Version 1.35s ; NIH, Bethesda, Maryland, USA |
| LCS Lite | Leica Confocal Software Lite Version 2.61; Leica Micro- systems GmbH, Wetzlar, Deutschland |
| SPSS | Version 14.0; SPSS Inc., Chicago, Illinois, USA |

11.5 Zusätzliche Abbildungen

Leica Microsystems Heidelberg GmbH

LCS Softwarefunktionen:
Beschreibung der Einzelfunktionen

Objektiv bestimmten Scanfeldgröße und eines gewählten Scanformats - das Präparat ohne Informationsverlust abgetastet wird:

| Objektiv | | | Scanformat | Zoomfaktor | Scanfeldgröße (µm) | Abtastfrequenz (nm) | Auflösung/ Abtastfrequenz |
|--------------|--------------------|------------------------|-------------|------------|--------------------|---------------------|---------------------------|
| Vergrößerung | Numerische Apertur | Auflösung bei λ 488 nm | | | | | |
| 20 | 0,6 | 325 | 1024 x 1024 | 1 | 750 | 732 | 0,4 |
| | | | | 2 | 375 | 366 | 0,8 |
| | | | | 4 | 187 | 183 | 1,8 |
| | | | | 6 | 125 | 122 | 2,7 |
| | | | 512 x 512 | 1 | 750 | 1465 | 0,2 |
| | | | | 2 | 375 | 732 | 0,4 |
| | | | | 4 | 187 | 365 | 0,9 |
| | | | | 8 | 94 | 183 | 1,8 |
| | | | | 10 | 75 | 146 | 2,2 |
| | | | 200 x 200 | 1 | 750 | 3750 | 0,1 |
| | | | | 2 | 375 | 1875 | 0,2 |
| | | | | 4 | 187 | 935 | 0,3 |
| | | | | 8 | 94 | 470 | 0,7 |
| | | | | 16 | 47 | 235 | 1,4 |
| | | | | 32 | 23 | 115 | 2,8 |
| 40 | 1,25 | 156 | 1024 x 1024 | 1 | 375 | 366 | 0,4 |
| | | | | 2 | 187 | 183 | 0,8 |
| | | | | 4 | 94 | 92 | 1,7 |
| | | | | 6 | 62 | 60 | 2,6 |
| | | | 512 x 512 | 1 | 375 | 732 | 0,2 |
| | | | | 2 | 187 | 365 | 0,4 |
| | | | | 4 | 94 | 183 | 0,8 |
| | | | | 8 | 47 | 92 | 1,7 |
| | | | | 10 | 37 | 72 | 2,2 |
| | | | 200 x 200 | 1 | 375 | 1875 | 0,1 |
| | | | | 2 | 187 | 935 | 0,2 |
| | | | | 4 | 94 | 470 | 0,3 |
| | | | | 8 | 47 | 235 | 0,7 |
| | | | | 16 | 23 | 115 | 1,3 |
| | | | | 32 | 12 | 60 | 2,6 |
| 100 | 1,4 | 139 | 1024 x 1024 | 1 | 150 | 146 | 0,9 |
| | | | | 2 | 75 | 73 | 1,9 |
| | | | | 3 | 50 | 49 | 2,8 |
| | | | 512 x 512 | 1 | 150 | 293 | 0,5 |
| | | | | 2 | 75 | 146 | 0,9 |
| | | | | 4 | 37 | 72 | 1,9 |
| | | | | 6 | 25 | 49 | 2,8 |
| | | | 200 x 200 | 1 | 150 | 750 | 0,2 |
| | | | | 2 | 75 | 375 | 0,4 |
| | | | | 4 | 37 | 185 | 0,7 |
| | | | | 8 | 18 | 90 | 1,5 |
| | | | | 12 | 12 | 60 | 2,3 |

Abb. 38 Übersicht über das Verhältnis von Objektiv und Zoomfaktor zu der Scanfeldgröße in Pixel und µm [Leica 2003].

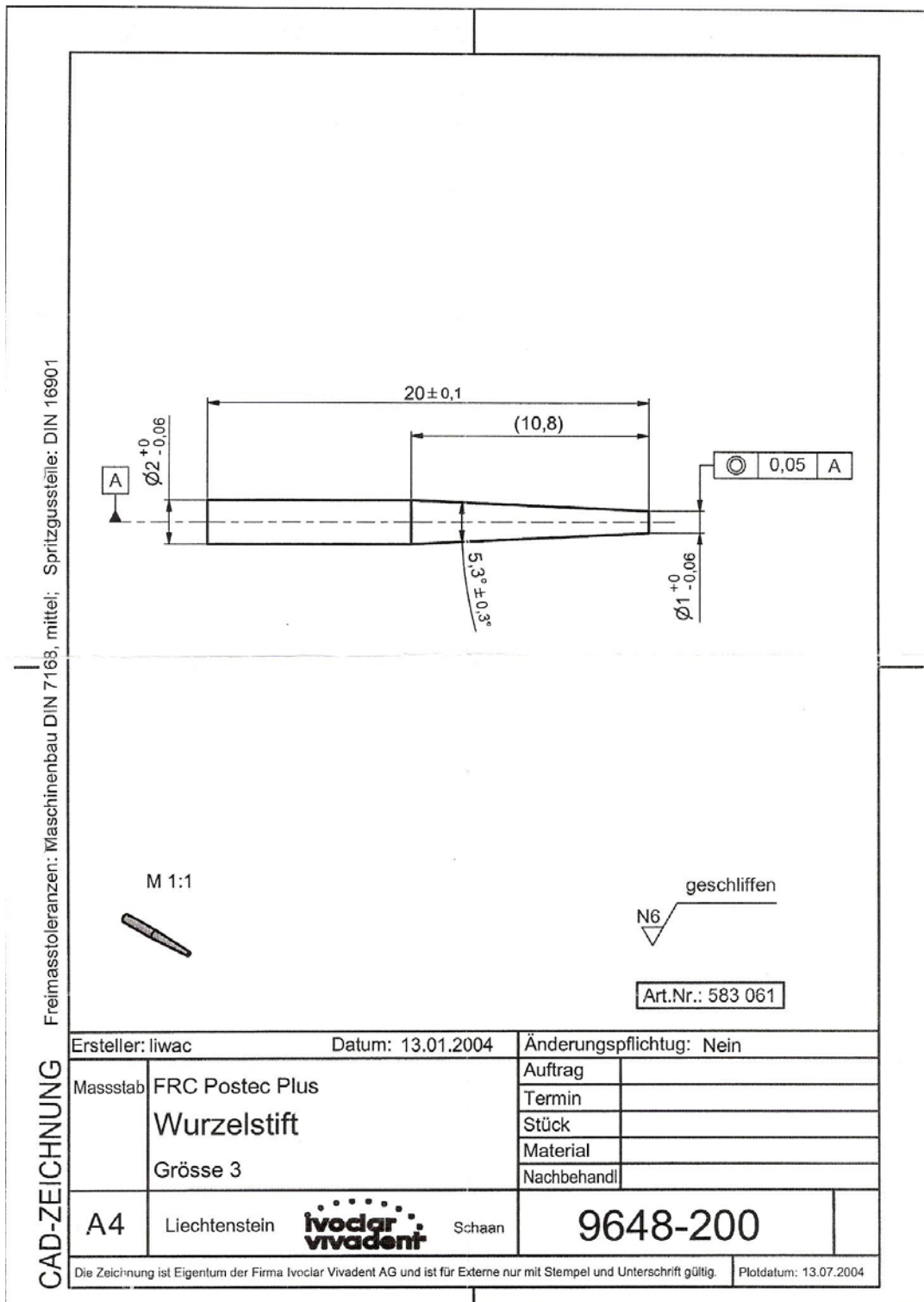


Abb. 39 Herstellerskizze des verwendeten Wurzelkanalstiftes FRC Postec Plus Grösse 3.

11.6 Abbildungsverzeichnis

| | | |
|----------------|--|----|
| Abb. 1 | Positionierung der Probenwurzel mit inseriertem Wurzelkanalstift in der Bohrung des Probenhalters im 90°-Winkel zur Probenhalteroberfläche. | 24 |
| Abb. 2 | Parallele Ausrichtung der Sägeschnitte zur Probenhalteroberfläche bei der Probenscheibengewinnung. | 25 |
| Abb. 3 | Positionierung einer Probenscheibe auf dem Objektträger. | 25 |
| Abb. 4 | Lokalisation der gewonnenen Probenscheiben innerhalb der Zahnwurzel. | 26 |
| Abb. 5 | Lokalisation der Bildausschnitte auf einer Probenscheibe. | 26 |
| Abb. 6 | Emissionsspektrum der Fluoreszenzfarbstoffe [Leica 2003]. | 27 |
| Abb. 7 | Aufnahme der Verbundschicht, Clearfil Core/Clearfil New Bond im RITC-Modus. | 29 |
| Abb. 8 | Aufnahme der Verbundschicht, Clearfil Core/Clearfil New Bond im FNA-Modus. | 29 |
| Abb. 9 | Overlay-Bild der Verbundschicht von Clearfil Core/Clearfil New Bond. | 30 |
| Abb. 10 | Gewinnung der Probenscheiben für den Ausstoßversuch. | 30 |
| Abb. 11 | Positionierung einer der gewonnenen Probenscheiben auf der Auflageplatte für den Ausstoßversuch. | 31 |
| Abb. 12 | Geometrische Darstellung des Wurzelkanalstiftes in Form eines Kegelstumpfes. | 32 |
| Abb. 13 | Overlay-Bild, der Verbundschicht von Clearfil Core/Clearfil New Bond. | 34 |
| Abb. 14 | Ausschnitt einer Probe mit dem Material Clearfil Core/Clearfil New Bond. | 35 |
| Abb. 15 | Ausschnitt einer Probe mit dem Material Clearfil Core/Clearfil New Bond. | 36 |
| Abb. 16 | Darstellung gebrochener Tags bei einer Probe des Materials Variolink II/Excite DSC. | 36 |
| Abb. 17 | Hinweis auf eine Hybridschichtausbildung bei einer Probe des Materials PermaFlo DC/PermaFlo Primer A/B. | 40 |
| Abb. 18 | Anzeichen einer Hybridschicht bei einer Probe mit dem Material Variolink II/Excite DSC. | 41 |
| Abb. 19 | Anzeichen einer Hybridschichtbildung bei einer Probe mit dem Material Panavia F 2.0 / Panavia Ed-Primer A/B. | 41 |
| Abb. 20 | Hinweise auf Ausbildung einer Hybridschicht bei einer Probe mit dem Material Clearfil Core/Clearfil New Bond. | 42 |
| Abb. 21 | Keine Hinweise auf eine Hybridschichtausbildung bei dem Material RelyX Unicem. | 42 |
| Abb. 22 | Füllkörper in den Tags, Material PermaFlo DC/PermaFlo Primer A/B. | 45 |
| Abb. 23 | Vorhandensein von Füllkörpern in den Tags, Material Variolink II/Excite DSC. | 45 |
| Abb. 24 | Füllkörper in einem Dentintubulus, Material Panavia F 2.0/Panavia Ed-Primer A/B. | 46 |
| Abb. 25 | Füllkörper in Tags beim Material Clearfil Core/Clearfil New Bond. | 46 |
| Abb. 26 | Ausschnitt der Verbundschicht mit dem Material PermaFlo DC/PermaFlo Primer A/B. | 48 |
| Abb. 27 | Ausschnitt der Verbundschicht derselben Probe, die auf Abb. 26 zu sehen ist, nach dem Ausstoß des Stiftes. | 48 |
| Abb. 28 | Ausschnitt der Verbundschicht einer Probe mit dem Befestigungssystem Variolink II / Excite DSC. | 49 |
| Abb. 29 | Ausschnitt der Verbundschicht derselben Probe, die auf Abb. 28 zu sehen ist, nach dem Ausstoß des Wurzelkanalstiftes. | 49 |
| Abb. 30 | Ausschnitt der Verbundschicht einer Probe mit dem Befestigungssystem Panavia F 2.0/Panavia Ed-Primer A/B. | 50 |

| | | |
|----------------|---|----|
| Abb. 31 | Ausschnitt der Verbundschicht derselben Probe, die auf Abb. 30 sichtbar ist, nach Stiftausstoß..... | 50 |
| Abb. 32 | Ausschnitt der Verbundschicht einer Probe mit dem Befestigungsmaterial Clearfil Core/Clearfil New Bond..... | 51 |
| Abb. 33 | Gleicher Verbundschichtausschnitt der Probe, auf Abb. 32, nach dem Stiftausstoß..... | 51 |
| Abb. 34 | Ausschnitt der Verbundschicht einer Probe mit dem Material RelyX Unicem..... | 52 |
| Abb. 35 | Gleicher Ausschnitt der Probe auf Abb. 34, nach dem Ausstoß des Stiftes..... | 52 |
| Abb. 36 | Probe des Materials Clearfil Core angefärbt mit FNA und Clearfil new Bond angefärbt mit RITC. (Entnommen aus: Bitter et al. 2009.)..... | 55 |
| Abb. 37 | Probe des Materials Clearfil Core angefärbt mit RITC und Clearfil new Bond angefärbt mit FNA. (Entnommen aus: Bitter et al. 2009.)..... | 56 |
| Abb. 38 | Übersicht über das Verhältnis von Objektiv und Zoomfaktor zu der Scannfeldgröße in Pixel und μm [Leica 2003]..... | 86 |
| Abb. 39 | Herstellerskizze des verwendeten Wurzelkanalstiftes FRC Postec Plus Größe 3..... | 87 |

11.7 Tabellenverzeichnis

| | | |
|--------------------|---|----|
| Tabelle I | Übersicht über die untersuchten Materialien..... | 21 |
| Tabelle II | Zuordnung von Score und Anzahl der Tags..... | 34 |
| Tabelle III | Übersicht Zuordnung von Score und Penetrationstiefe des Komposits..... | 37 |
| Tabelle IV | Übersicht über die durchschnittliche Haftkraft der untersuchten Befestigungsmaterialien hinsichtlich der Lokalisation im Wurzelkanal..... | 39 |
| Tabelle V | Analyse der morphologischen Charakteristika der Verbundschicht entsprechend der Parameter: Hybridschichtdicke, Anzahl der penetrierten Dentintubuli (Tags) und Anzahl der gebrochenen Tags..... | 43 |
| Tabelle VI | Übersicht über den prozentualen Anteil der mit Komposit gefüllten Tags und die Penetrationstiefe des Komposits innerhalb dieser Tags bei den untersuchten Materialien..... | 44 |
| Tabelle VII | Übersicht über die Frakturmodi der untersuchten Befestigungsmaterialien..... | 47 |

11.8 Danksagung

Herrn Prof. Dr. Andrej M. Kielbassa (Abteilung für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie des CharitéCentrums 3 für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde der Medizinischen Fakultät Charité - Universitätsmedizin Berlin) danke ich für die freundliche Überlassung des interessanten Themas, die wissenschaftliche Betreuung und die Erstellung des Erstgutachtens.

Besonders möchte ich mich bei meiner Ansprechpartnerin, Frau OÄ Dr. Kerstin Bitter (Abteilung für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie des CharitéCentrums 3 für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde der Medizinischen Fakultät Charité - Universitätsmedizin Berlin), bedanken, die mir bei der Erstellung meiner Doktorarbeit und bei der Veröffentlichung der Ergebnisse stets mit Rat und Tat, mit viel Geduld und aufmunternden Worten zur Seite stand.

Auch den Mitarbeitern der Abteilung für Orale Struktur- und Entwicklungsbiologie der Charité - Universitätsmedizin Berlin, allen voran und stellvertretend Herrn Dipl.-Biol. Dr. Herbert Renz, gilt mein Dank für die nette Zusammenarbeit. Ebenfalls danken möchte ich Herrn Rainer Toll (Abteilung für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie des CharitéCentrums 3 für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde der Medizinischen Fakultät Charité - Universitätsmedizin Berlin) und Frau Gabriele Bölling (Zahnärztliche Prothetik, Alterszahnmedizin und Funktionslehre der Charité - Universitätsmedizin Berlin), die, wenn etwas fehlte, immer zur Stelle waren.

Des Weiteren danke ich Dr. Konrad Neumann (Institut für Biometrie und Klinische Epidemiologie der Charité - Universitätsmedizin Berlin) für die Beratung bei der statistischen Auswertung.

Nicht versäumen will ich, mich bei Prof. Dr. Victor Tarabykin und Jun.-Prof. Dr. Anja U. Bräuer der Leitung des Instituts für Zellbiologie und Neurobiologie der Charité - Universitätsmedizin Berlin, für die Erlaubnis zur Nutzung ihres Konfokalen Laser-Raster-Mikroskops zu bedanken. Besonders möchte ich hierbei Jutta Schüler erwähnen, die mir mit ihrem fachlichen Wissen bei der Bedienung des Mikroskops stets zur Seite stand.

Ein sehr herzlicher Dank gilt schließlich meiner Familie und meinem Mann. Ohne sie, wäre ein Studium sowie eine Doktorarbeit niemals möglich geworden.

11.9 Lebenslauf

"Mein Lebenslauf wird aus datenschutzrechtlichen Gründen in der elektronischen Version meiner Arbeit nicht veröffentlicht."

11.10 Eidesstattliche Erklärung

„Ich, Cindy Pfürtner, erkläre, dass ich die vorgelegte Dissertationsschrift mit dem Thema: `Morphologische Analyse und Haftung unterschiedlicher Befestigungskompositen zur Verankerung glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte` selbst verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt, ohne die (unzulässige) Hilfe Dritter verfasst und auch in Teilen keine Kopien anderer Arbeiten dargestellt habe.“

Datum: 30. September 2010

Unterschrift