

Aus dem Institut für Zahnerhaltung und Präventivzahnmedizin  
der Medizinischen Fakultät Charité-Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

Die Auswirkung der Applikationszeit und Applikationsart eines  
selbst-ätzenden Adhäsivsystems auf die Randständigkeit von  
Klasse-V-Füllungen im Schmelz und Dentin

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

vorgelegt der Medizinischen Fakultät  
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Zahnarzt Fabian Alexander Lübke

aus Berlin

Gutachter:       1. Prof. Dr. J.-F. Roulet  
                      2. Priv.-Doz. Dr. R. Haak  
                      3. Priv.-Doz. Dr. H. Meyer-Lückel

Datum der Promotion: 20.11.2009

Meinen Eltern



**INHALTSVERZEICHNIS**

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>Literaturübersicht</b>	<b>8</b>
2.1	Komposite	8
2.1.1	Aufbau	8
2.1.1.1	Organische Phase	8
2.1.1.2	Disperse Phase	9
2.1.1.3	Verbundphase	10
2.1.2	Kompositklassifikation	11
2.2	Anatomie und Strukturmerkmale Schmelz	13
2.2.1	Zusammensetzung und chemische Struktur	14
2.2.1.1	Histologische Struktur	14
2.2.2	Haftung am Schmelz	15
2.2.3	Die Schmelz-Ätz-Technik (SÄT)	15
2.2.3.1	Effekt und Einfluss der Schmelzkonditionierung	16
2.2.3.2	Abhängigkeit der Säurekonzentration	17
2.2.3.3	Schmelzkonditionierung mit sauren Primern	17
2.3	Anatomie und Strukturmerkmale Dentin	18
2.3.1	Zusammensetzung und chemische Struktur	18
2.3.1.1	Histologische Struktur	19
2.3.2	Oberflächeneigenschaften	20
2.3.3	Haftung am Dentin	20
2.3.4	Strukturbesonderheiten des präparierten Dentins	20
2.3.4.1	Schmierschicht	20
2.3.4.2	Problematik für die Dentinadhäsion	21
2.3.5	Dentinhaftmechanismen	22
2.3.6	Dentinkonditionierung	22
2.3.7	Primerapplikation	24
2.4	Adhäsivtechniken	25
2.4.1	Etch&Rinse-Systeme	27
2.4.1.1	Separate Applikation von Primer und Adhäsiv	27

2.4.1.2	Primer-Adhäsive	27
2.4.2	Selbstkonditionierende Systeme	28
2.4.2.1	Mehr-Schritt-Applikation	28
2.4.2.2	Selbstkonditionierende Primer-Adhäsive	29
2.4.2.2.1	Vorteile der Ein-Flaschen-Systeme	30
2.4.2.2.2	Nachteile der Ein-Flaschen-Systeme	31
2.5	Beachtung allgemeiner Hinweise	32
<b>3</b>	<b>Fragestellung</b>	<b>33</b>
<b>4</b>	<b>Material und Methode</b>	<b>34</b>
4.1	Übersicht der Methodik	34
4.2	Probenherstellung	34
4.2.1	Auswahl und Vorbereitung der Zähne	34
4.2.2	Kavitätenpräparation	36
4.2.3	Applikation des Adhäsivsystems	36
4.2.4	Applikation des Füllungsmaterials	38
4.2.5	Ausarbeitung der Füllungen	39
4.3	Weiterverarbeitungen der Proben	39
4.3.1	Wasserlagerung	39
4.3.2	Replikaherstellung nach Wasserlagerung	39
4.3.3	Temperaturwechselbadbelastung	40
4.3.4	Replikaherstellung nach Temperaturwechselbadbelastung	41
4.3.5	Kausimulation	41
4.3.6	Replikaherstellung nach Kausimulationsbelastung	42
4.4	Quantitative Randanalyse im Rasterelektronenmikroskop	43
4.4.1	Statistische Auswertung	48
<b>5</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>49</b>
5.1	Auswertung der Statistik	50
5.1.1	Einfluss von TWB und MK auf die Randqualität im Schmelz und Dentin	50
5.1.2	Nachtestung mit Bonferroni	50

5.1.3	Einfluss von MK zusätzlich zu TWB auf die Randqualität im Schmelz und Dentin	51
5.1.4	Vergleich der unterschiedlichen Applikationsmodi im Schmelz und Dentin	53
5.1.5	Einzeltestung von <i>OptiBond FL</i> und <i>Clearfil Tri-S Bond</i> , appliziert nach Herstellerangaben	60
5.2	Zusammenfassung der Ergebnisse	61
<b>6</b>	<b>Diskussion</b>	<b>62</b>
6.1	Material und Methode	62
6.1.1	Auswahl und Lagerung der Zähne	62
6.1.2	Lage der Kavität und Kavitätendesign	63
6.1.3	Auswahl und Verarbeitung der Materialien	64
6.1.4	Ausarbeitung und Politur	65
6.1.5	Wasserlagerung	66
6.1.6	Thermische Wechselbelastung	66
6.1.7	Mechanische Belastung im Kausimulator	67
6.1.8	Replikatechnik und quantitative Randanalyse	67
6.2	Diskussion der Ergebnisse	69
6.2.1	Einfluss der Anwendung	69
6.2.1.1	Einfluss der Applikationszeit	69
6.2.1.2	Einfluss der Applikationsart	70
6.2.1.3	Einfluss der Randlage	71
6.2.2	Einfluss des Adhäsivsystems	72
6.2.2.1	<i>Clearfil Tri-S Bond</i>	72
6.2.2.2	<i>OptiBond FL</i>	73
<b>7</b>	<b>Schlussfolgerungen</b>	<b>75</b>
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>76</b>
<b>9</b>	<b>Summary</b>	<b>78</b>
<b>10</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>80</b>

<b>11</b>	<b>Anhang</b>	<b>103</b>
11.1	Daten der quantitativen Randalalyse	103
11.1.1	Deskriptive Statistik	103
11.1.2	Kruskal-Wallis-Test	104
11.1.3	Bonferroni-Nachtestung	104
11.1.4	Wilcoxon-Test	105
11.1.5	Mann-Whitney-Testung	105
11.2	Materialliste	107
11.3	Erläuterungen im Text erwähnter chemischer Abkürzungen	110
11.4	Erklärung an Eides statt	111
11.5	Danksagung	112
11.6	Curriculum Vitae	113



## 1 EINLEITUNG

Nicht nur der Wunsch vieler Patienten nach einer ästhetisch anspruchsvollen, zahnfarbenen Versorgung, sondern auch die Ansprüche des Behandlers an eine substanzschonende Präparation, randdichte Füllungen und eine weniger zeitintensive Verarbeitung führten zu einer stetigen Weiterentwicklung von neuen Adhäsivtechniken auf dem Dentalmarkt.

Die chemische Zusammensetzung der Komposite bedingt einige Schwierigkeiten beim Verbund dieser eher hydrophoben Füllungsmaterialien mit der hydrophilen Zahnhartsubstanz Dentin [Eick et al. 1991, Krejci et al. 1993]. Komposite bestehen zum größten Teil aus anorganischen Füllstoffen, die durch Silane fixiert werden und aus einer organischen Matrix auf Acrylatbasis. Durch die Aushärtung der Komposite im Sinne einer radikalischen Polymerisation der Methacrylatgruppen entsteht immer eine werkstoffbedingte Polymerisationsschrumpfung von durchschnittlich 1 bis 3 Vol.-% [Krejci et al. 1992, Soltész 1998], was sich negativ auf das Randverhalten von Füllungen auswirkt. Die Randspaltbildung im Bereich des Kavitätenrandes führt zu der Gefahr, dass es zur Penetration von Mikroorganismen und ihren Stoffwechselprodukten, von Flüssigkeiten und Pigmenten, aber auch zur Plaqueretention kommen kann.

Folgen eines Randspaltes können sich deshalb als postoperative Sensibilitäten, Füllungsrandverfärbungen, Sekundärkaries und sogar als Füllungsverlust mit der nachhaltigen Schädigung des pulpalen Gewebes etablieren und manifestieren [Brännström and Nordenvall 1978, Bergenholtz et al. 1982, Pashley 1991c, Cox 1994, Sasafuchi et al. 1999].

Erst durch die Verwendung von speziellen Haftvermittlern auf der Basis von amphiphilen Monomeren ist es möglich, die polymerisationsbedingten Schrumpfkraften als auch Spannungen, die durch thermische oder okklusale Belastung und Wasseraufnahme auftreten, adäquat aufzufangen [van

Meerbeek et al. 1993]. Das Adhäsivsystem ist somit das ausschlaggebende Agens, das über die Qualität des Randverhaltens entscheidet.

Anfänglich galt die Indikation von zahnfarbenen Füllungsmaterialien nur für schmelzbegrenzte Areale. Ursache dafür war die Annahme, dass die Adhäsivtechnik den schwierigeren Anforderungen im Dentin für eine erfolgreiche Füllungstherapie nicht gerecht werden könnte. Wegen dieser Einschränkung waren die Einsatzgebiete sehr begrenzt.

Erst die Möglichkeit auch auf dem hydrophilen Dentin eine sichere Haftung zu etablieren, führte zu dem Durchbruch der plastischen Kompositfüllungsmaterialien auf dem Dentalmarkt durch ihren inzwischen fast universellen Indikationsbereich [Nakabayashi et al. 1982, Gwinnett und Kanca 1992, Tay et al 1995].

So kann durch ihren Einsatz eine substanzschonende Präparation ohne retentive Unterschnitte in der Zahnhartsubstanz, die adhäsive Befestigung von keramischen Restaurationen, sowie Goldrestaurationen, Stiftsystemen und die Dentinversiegelung und vor allem die Verbesserung des Füllungsrandschlusses realisiert werden [Nakabayashi et al. 1992, Walshaw und McComb 1994, Tay et al. 1995].

Im Zuge der breiten Anwendungsmöglichkeiten wird der Dentalmarkt durch immer mehr und immer neue Adhäsivsysteme für den Anwender jedoch zunehmend unübersichtlicher [Blunck und Haller 1999].

Seit wenigen Jahren erfreuen sich vor allem die selbstkonditionierenden Adhäsivsysteme wachsender Nachfrage, so dass heute jeder Anbieter ein solches Produkt in seinem Sortiment führt. Vor allem die verbesserte Praktikabilität und der Zeitfaktor bei der jeweiligen Anwendung werden von den Firmen neben den Materialeigenschaften als Verkaufsargumente angeführt.

Bei diesen Primer-Adhäsiven wird durch den sauer eingestellten pH-Wert und die Mischung aus hydrophilen und hydrophoben Monomeren die Funktion eines Konditionierers, eines Primers und die des Adhäsivs in nur einem Arbeitsschritt vereinigt und so für den Behandler die Anwendung einfacher [Blunck und Haller 1999]. Trotz des breiten Anwendungsbereiches der selbst-ätzenden Primer-

Adhäsive können diese die klassische, auf Buonocore zurückgehende Schmelz-Ätz-Technik nicht ersetzen [Reinhardt 2002].

In zahlreichen wissenschaftlichen Studien konnte zwar gezeigt werden, dass diese Produkte zu einem belastungsfähigen Randschluss führen, aber andererseits nicht die qualitativen Resultate bezüglich Haftkraft und Randverhalten der Etch&Rinse-Systeme aufweisen [Perdigão 2005].

Gerade die von den Firmen deklarierte Zeitersparnis macht die hohe Fehleranfälligkeit der Ein-Flaschen-Systeme aus, da die Komplexität der jeweiligen Aufgaben (Konditionierung, Primern, Bonden, Lagerfähigkeit) sehr groß ist [Blunck und Haller 1999].

Vor diesem Hintergrund war das Ziel dieser Arbeit, eine quantitative Aussage über das Randverhalten eines selbst-ätzenden Adhäsivsystems im Schmelz und Dentin in Bezug auf von den Herstellerangaben abweichenden Anwendungsanleitungen zu machen.

## **2 LITERATURÜBERSICHT**

### **2.1 Komposite**

#### **2.1.1 Aufbau**

Komposite sind als Werkstoffe definiert, die aus mindestens zwei unterschiedlichen Komponenten und einer abgrenzbaren Verbundschicht zusammengesetzt sind [Phillips 1981]. Durch die Entwicklung durch Bowen [Bowen 1958] wurden diese erstmals 1958 in der modernen Zahnheilkunde eingeführt. Im Allgemeinen bestehen Kompositmaterialien aus einer organischen Phase (Matrix), einer dispersen Phase mit Füllstoffen und einer Verbundphase aus Silanen, die dem Zusammenhalt der organischen Phase und der anorganischen Füllstoffe dient [Bowen 1958, Lutz et al 1983a, Roulet 1987, Ruyter 1988].

##### **2.1.1.1 Organische Phase**

Die Kunststoffmatrix setzt sich aus hochmolekularen Monomeren und Comonomeren, die am häufigsten chemisch modifizierte bifunktionelle Acrylsäuremonoester auf Epoxidmethacrylatbasis (Bowen-Harz) darstellen, sowie Additiva, wie Initiatoren, Akzeleratoren, Inhibitoren und Fotostabilisatoren zusammen. Zu den heute noch relevantesten Monomeren gehören die Dimethacrylate, wie das von Bowen 1962 entwickelte Bis-GMA sowie das Urethandimethacrylat (UEDMA). Diese Methacrylsäureester weisen eine relativ hohe Reaktivität auch bei niedrigen Temperaturen, gute physikalische Eigenschaften sowie eine relative Farbstabilität bei einer geringen toxischen Wirkung auf. Die im monomeren Zustand vorliegenden Methacrylatgruppen mit ihren reaktiven Doppelbindungen sind im Wesentlichen für die Reaktivität, d.h. die Polymerisationsreaktion verantwortlich. Unter Aufspaltung der endständigen Gruppen erfolgt eine Vernetzung der Monomere zu einem dreidimensionalen stabilen Polymergerüst. Das Zwischenglied der beiden Methacrylatgruppen ist für die mechanischen Parameter, wie Wasseraufnahme, Polymerisations-

schrumpfung, Viskosität, Polymerisationsgrad und toxikologische Eigenschaften verantwortlich und somit ausschlaggebend für die Praktikabilität des Werkstoffes. Da sich nur eine relativ geringe Menge an anorganischen Füllstoffen in die sehr viskösen, höher molekularen Matrixharze einmischen lässt, müssen niedermolekulare Verdünnermoleküle, so genannte Comonomere, beigegeben werden, um die Eigenschaften des Komposits entsprechend zu beeinflussen [Roulet 1987].

Die Aushärtung eines gefüllten Kunststoffes wird durch ein Redox-Initiator/Coinitiator-System initiiert und unterhalten. Initiatoren sind Matrixbestandteile, die durch chemische oder physikalische Aktivierung in energiereiche Moleküle (Radikale) zerfallen und durch Kettenreaktionen mit den Doppelbindungen der Monomere neue Polymerketten bilden.

Ein Abbruch der Kettenpolymerisation erfolgt entweder bei der Kompensation zweier wachsender Ketten mit Radikalfunktion oder wenn kein polymerisierbares Monomer mehr vorhanden ist.

Auch Luftsauerstoff wirkt inhibierend, da Sauerstoff als Biradikal mit den Monomer- und Initiatorradikalen rekombinieren kann [Roulet 1987]. Hierbei kommt es zur Ausbildung einer Sauerstoffinhibitionsschicht als nicht ausgehärtete Materialschicht an der dem Sauerstoff zugewendeten Kompositoberfläche.

Zudem sind noch Inhibitoren (Stabilisatoren) zumeist als sterische Phenole zur Verhinderung von einer vorzeitigen Polymerisation und somit einer erhöhten Lagerbeständigkeit sowie organische und anorganische Pigmente und Eisenoxide zur Farbgebung, Additiva und optische Aufheller enthalten [Janda 1988].

#### **2.1.1.2 Disperse Phase**

Zur Verbesserung der physikalisch-mechanischen Eigenschaften und Verminderung der Polymerisationsschrumpfung, der Wasseraufnahme und des linearen thermischen Expansionskoeffizienten werden Füllstoffe zur Kunststoffmatrix hinzugefügt [Bowen 1956, Bowen 1979, Ehrnford 1983]. Der

Anteil der dispersen Phase beträgt heute durchweg über 50 Gew.-% und besteht aus anorganischen Partikeln in silanisierter Form oder organischen Füllstoffen, die mit Aerosil angefüllt sind (Splitterpolymerisat).

Entsprechend der durchschnittlichen Partikelgröße und der chemischen Zusammensetzung unterscheidet man Makrofüller, Mikrofüller [Roulet 1982, Lutz et al. 1983a] und neuerdings auch Nanofüller [Ernst und Willershausen 2003]:

Die konventionellen Makrofüller bestehen aus rein anorganischen splitterförmigen Partikeln, die durch Mahlen und Brechen von Quarz, Glas (z.B. Ba-/ Sr-Glas) oder Keramik (Li-Al-Silikat) im Größenbereich von 0,1 bis 100  $\mu\text{m}$  gewonnen werden [Lutz et al. 1983a, Van Dijken 1989, Ferracane 1995]. Aufgrund des erheblichen Härteunterschieds zwischen Füllkörper und der organischen Matrix kommt es zu unbefriedigenden Materialeigenschaften hinsichtlich des Verschleißverhaltens und der Polierfähigkeit und somit zu einer erhöhten Abrasion des Komposits [Lutz et al. 1983b, Roulet 1987].

Mikrofüller bestehen aus hochdispersen pyrogenem Siliziumdioxid mit einer kugelförmigen Form. Die Einzelpartikel werden durch Hydrolyse von Siliziumtetrachlorid in einer Knallgasflamme gewonnen und weisen eine mittlere Korngröße zwischen 0,06 und 0,1  $\mu\text{m}$  auf [Roulet 1987].

Da die Partikel aufgrund ihrer Größe gleichmäßiger verteilt sind, zeigen diese Komposite in Bezug auf die Polierbarkeit und das Abrasionsverhalten bessere Resultate als die Makrofüller, besitzen aber eine höhere Wasseraufnahme und schlechtere physikalische Eigenschaften als die makrogefüllten Komposite.

### **2.1.1.3 Verbundphase**

Für den Verbund zwischen der organischen und der dispersen Phase ist die Silanisierung der entscheidende Faktor, wobei meistens das 3-Methacryloyloxypropyl-Trimethoxysilan als Kopplungsagens verwendet wird [Roulet 1987, Janda 1988]. Dabei kommt es zur Hydrophobierung des Füllstoffes mit anschließender Polymerisation über die Methacrylsäurereste des

Silans. Durch die Einbindung des Füllstoffes in die Matrix werden einerseits die physikalischen Werte erhöht [Söderholm 1988], andererseits kommt es aber durch die Anfälligkeit des Verbundes von Matrix und Füllstoffen gegenüber der sauren Hydrolyse zur Verschlechterung der mechanischen Werkstoffeigenschaften nach Wasserlagerung [Bowen 1979, Roulet 1987, Söderholm 1988].

### **2.1.2 Kompositklassifikation**

Die Art und Größe der Füllstoffpartikel ist ausschlaggebend für die mechanischen und physikalischen Eigenschaften der verschiedenen Kompositmaterialien [Janda 1988a, Willems et al 1993]. Deshalb ist es sinnvoll, die Komposite nach dem verwendeten Füllkörper voneinander abzugrenzen [Roulet 1982, Lutz et al. 1983a, Ernst und Willershausen 2003]. Zu den klassischen Kompositmaterialien gehören folgende Untergruppen:

Die Makrofüllerkomposite enthalten Füllkörper mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von  $>10 \mu\text{m}$ . Die vorhandenen Härteunterschiede zwischen Füllkörper und Matrix führen zu einer mangelhaften Abrasionsbeständigkeit und Polierbarkeit, so dass diese konventionellen Komposite kaum noch Verwendung finden [Roulet 1987, Ernst und Willershausen 2003].

Die mittlere Füllkörpergröße liegt bei den homogenen Mikrofüllerkompositen zwischen  $0,01\text{-}0,04 \mu\text{m}$  und ist damit wesentlich kleiner als die Makrofüller [Leinfelder 1985, Willems et al.1993]. Die geringe Größe der Partikel sorgt für eine große spezifische Oberfläche. Als Vorteile ergeben sich dadurch eine gute Polierbarkeit und ein geringer Verschleiß.

Durch die Zugabe der Mikrofüller in die Matrix erhöht sich jedoch die Viskosität des Werkstoffes, was den Füllstoffgehalt limitiert und sich nachteilig auf den thermischen Ausdehnungskoeffizienten sowie die Polymerisationsstabilität auswirkt [Ernst und Willershausen 2003, Lendemann 2004].

Um die positiven Eigenschaften der homogenen Mikrofüllerkomposite bei einem akzeptablen Füllstoffgehalt zu erreichen, wurden durch die Zugabe von kugel-

oder splitterförmigen Mikrofüllervorpolymerisaten mit einer Partikelgröße von 3 bis 10  $\mu\text{m}$  die inhomogenen Mikrofüllerkomposite entwickelt. Trotz eines durchschnittlichen Füllstoffgehalts von nur 50 Gew.-% konnte die Polymerisationsschrumpfung jedoch verbessert werden, da das Ausmaß der Volumenverkleinerung mit der Konzentration und dem Typ des Matrix- und des Co-Monomers, dem Polymerisationsgrad und der Menge des in das Material eingemischten Sauerstoffs korreliert und somit einem zunehmenden Füllergehalt geringer ausfällt [Goldman 1983].

Bei den seit 1980 auf dem Markt befindlichen Hybridkompositen wurden durch die Kombination beider Füllstoffklassen deren positive Materialeigenschaften vereint. Wegen der guten Werkstoffeigenschaften macht heute das Hybridkomposit einen Großteil der Kompositprodukte auf dem Markt aus.

Eine Sonderstellung zwischen den Mikrofüller- und Hybridkompositen nehmen die Nanofüller-Hybridkomposite ein. In technischer Hinsicht sind zwei prinzipielle Strategien zu deren Herstellung möglich. Bei der „top-down“ Strategie werden größere Partikel durch Mahlen und Sichten verkleinert und bei der „bottom-up“ Strategie werden die Nanopartikel, ausgehend von Atomen oder Molekülen, durch Sol-Gel-Kristallisation oder Flammenpyrolyse gebildet [VOCO 2006]. Damit die so gebildeten Nanomoleküle nicht aufgrund ihrer hohen Oberflächenenergie sofort agglomerieren und damit ihre physikalischen Eigenschaften verlieren, müssen diese isoliert werden. Durch die Erhöhung des Füllstoffgehalts auf über 80% mittels Einlagerung von so genannten freien Nanomeren (20 bis 75 nm) und agglomerierten Nanoclustern (0,6-1,4  $\mu\text{m}$  bei einer Einzelpartikelgröße von 5 bis 75 nm) in die Matrix führen diese Materialien zu einer guten Polierbarkeit bei günstigen physikalischen und mechanischen Eigenschaften und einer guten Volumenkonstanz [Ernst et al. 2003, Ernst und Willershausen 2003].

Das grundsätzliche Problem bei der Verwendung von Kompositmaterialien besteht darin, dass diese keinen eigenständigen adäquaten chemischen Verbund mit der Zahnhartsubstanz eingehen können. Neben den allgemeinen



Materialeigenschaften, wie der aushärtungsbedingten Polymerisations-schrumpfung, führen auch unterschiedliche physikalische Eigenschaften von Zahnhartsubstanz und Komposit, wie der Wärmeausdehnungskoeffizient, zur Bildung eines Randspaltes.

Durch diese Randspaltbildung können Mikroorganismen mit dem Speichel penetrieren und es besteht die Gefahr von marginalen Verfärbungen und Sekundärkaries [Brännström and Nordenvall 1978]. Für die Randadaptation bleibt die Verwendung von Adhäsiven auf Kunststoffbasis für einen mikromechanischen Verbund und als elastische Pufferzone für die Schrumpfungskompensation unerlässlich, da diese ansonsten durch einen alleinigen makromechanischen Verbund nicht realisierbar sind [Nakabayashi et al. 1982, Feilzer et al. 1987].

Für das Zustandekommen dieses Verbundes ist die Haftung (Adhäsion) an der Zahnhartsubstanz verantwortlich.

Adhäsion wird allgemein als die Haftung zweier unterschiedlicher Substanzen durch mikromechanische und oder chemische Kräfte, die bei enger Berührung der Kontaktflächen wirksam werden, definiert [Buonocore 1963, Phillips 1988]. Hierzu ist es unerlässlich, dass das Adhäsiv das Substrat optimal benetzen kann. Dies ist gegeben, wenn das Substrat eine möglichst hohe Oberflächenenergie aufweist und das Adhäsiv niedrigvisköse Eigenschaften hat [Baier 1992, Ruyter 1995].

Als Voraussetzung für eine gute Benetzbarkeit des Substrates, eine geringe Viskosität des Bondings und eine raue Substratoberfläche ist deshalb eine optimale Haftung an der Zahnhartsubstanz.

## **2.2 Anatomie und Strukturmerkmale Schmelz**

Die Kenntnis über die Anatomie der Hartsubstanz des Zahnes und damit seiner Strukturmerkmale sind Voraussetzung für das Verständnis der Haftung am Schmelz und Dentin.

### **2.2.1 Zusammensetzung und chemische Struktur**

Der Schmelz gilt als die am stärksten mineralisierte und somit härteste Substanz des menschlichen Organismus. Die Schmelzkristallite werden während der Zahnentwicklung von den Ameloblasten ausgeschieden und anschließend als Kalzium-Phosphat-Verbindungen kristallisiert und mineralisiert. Nach der regulären Amelogenese findet keine Neubildung oder sonstiger zellulärer Reparaturmechanismus mehr statt. Der Hauptbestandteil des Schmelzes besteht aus anorganischen Kristalliten (95 Vol.-%) sowie Wasser (4 Vol.-%) und ist in einer organischen Grundsubstanz, die weniger als 1 Vol.-% ausmacht, eingebettet [Eastoe 1963]. Die anorganische Matrix liegt in Form von Hydroxylapatitkristallen vor, die durch Substitutionsreaktionen mit Fluorid und Chlorid reagieren können [Schroeder 1987].

Das im Schmelz enthaltene Wasser ist überwiegend extrinsischer Natur und kommt in zwei verschiedenen Formen vor. Davon überwiegt der kristalline Anteil als Hydratationshülle der Kristallite. Der geringere Anteil liegt frei in der organischen Substanz vor [Schroeder 1987].

Die organische Matrix ist im inneren Drittel des Schmelzmantels als Schmelzbüschel lokalisiert, setzt sich im ausgereiften Schmelz aus Proteinen und Lipiden zusammen und weist Spuren von Kohlenhydraten, Citrat und Laktat auf.

#### **2.2.1.1 Histologische Struktur**

Die Apatitkristalle mit hexagonalem Querschnitt vereinigen sich dreidimensional zu so genannten Schmelzprismen mit sowohl vertikalem als auch horizontalem wellenförmigen Verlauf um ihre Längsachse und erstrecken sich von der Schmelz-Dentin-Grenze bis nahe zu der Schmelzoberfläche [Radlanski 1988]. Hierbei weisen die Kristallite im Prismenzentrum eher eine vertikale, an den Prismengrenzen eher eine horizontale Verlaufsrichtung auf, wobei an den quer verlaufenden Prismen vermehrt organische Anteile zu finden sind. Aus der unterschiedlichen Orientierung der Schmelzkristallite bei quer angeschnittenen Prismen resultiert eine unterschiedliche Säurelöslichkeit der verschiedenen

Prismenarreale, wodurch das retentive Ätzmuster bei der Schmelzkonditionierung entsteht [Radlanski 1997].

Diese unterschiedlichen Verlaufsrichtungen der Prismen sind somit für das Entstehen des charakteristischen retentiven Ätzmusters bei der Schmelzkonditionierung verantwortlich. Eine Differenzierung von Prismen erfolgt nach der Form ihrer Anordnung in Prismenverbände. So unterscheidet man eine schlüssellochförmige, hufeisenförmige und zylindrische Konfiguration der Prismen [Meckel et al 1965, Radlanski et al. 1988].

Die in der Amelogenese zuletzt gebildeten äußersten Schmelzschichten weisen diese typische Prismenstruktur nicht auf, sondern liegen parallel zueinander und senkrecht zu der Zahnoberfläche [Gwinnet 1966a, Gwinnet 1967]. Diese 20-30 µm dicke atypische Prismenanordnung entspricht dem prismenfreien Schmelz aller Milchzähne sowie den schmelzbedeckten Arealen in den okklusalen Fissuren und zervikalen Bereichen der permanenten Zähne [Gwinnet 1966b].

### **2.2.2 Haftung am Schmelz**

Unbehandelt geht der Zahnschmelz aufgrund seiner geringen Porosität und schlechten Benetzbarkeit keinen Verbund mit Kompositen ein.

### **2.2.3 Die Schmelz-Ätz-Technik (SÄT)**

Die Schmelz-Ätz-Technik geht auf BUONOCORE zurück, wobei es durch das Konditionieren mit 85-%iger Phosphorsäure zu einem selektiven Herauslösen von Schmelzprismen und interprismatischem Schmelz kommt und ein opakes Ätzmuster entsteht [Buonocore 1955].

Diese Methode führt zu einer verbesserten Benetzbarkeit, einer höheren Oberflächenenergie und –reaktivität und einer Oberflächenvergrößerung durch die Erzeugung eines Mikroretentionsreliefs der Schmelzoberfläche [Gwinnet 1971, Retief 1973, Castagnola et al. 1975, Jendresen et al. 1981, Legler et al. 1990, Baier 1992].

### 2.2.3.1 Effekt und Einfluss der Schmelzkonditionierung

Zur Konditionierung werden phosphorsäurehaltige Produkte in Konzentrationen von 15 - 40 % für 20 bis 60 Sekunden verwendet. Die Wirkung beruht auf dem selektiven Herauslösen von Kalzium- und Phosphatanteilen des Hydroxylapatits [Buonocore 1955]. Hierbei kommt es zu einem irreversiblen Abtrag des Schmelzes von bis zu 10 µm sowie der Entstehung einer 5 bis 10 µm tiefen rauhen porösen Oberfläche mit spezifischen Gruben und Spalten, die als Ätzmuster bezeichnet wird [Swift et al. 1995, Castagnola et al. 1975].

Die Dicke der abgetragenen Schmelzschicht und die Rauigkeit des Ätzmusters sind von der Säurekonzentration, der Einwirkzeit und der chemischen Zusammensetzung des Schmelzes abhängig. Es werden nach der Phosphorsäureapplikation drei verschiedene Ätzmustertypen unterschieden [Silverstone et al. 1975]:

- Typ 1: Herauslösung vornehmlich aus dem Prismenzentrum, bei weitestgehendem Erhalt der Prismenperipherie.
- Typ 2: Herauslösung vornehmlich aus der Prismenperipherie, bei weitestgehender Erhaltung der Prismenzentren.
- Typ 3: Generalisierte Herauslösung von Schmelzprismen und interprismatischer Substanz, als Mischtyp mit geringerer Retentionswirkung für Komposit.

Die verschiedenen Ätztypen sind abhängig von der selektiven Löslichkeit und der Anordnung der Hydroxylapatitkristalle im Zahnschmelz, wobei das Ätzmuster vom Typ 1 das häufigste darstellt.

Der für die Komposithaftung am minderwertigsten einzustufende Typ 3 wird meist nur in Bereichen von prismenfreiem Schmelz beobachtet [Gwinnet 1973a, Diederich 1979].

Durch die Konditionierung des Schmelzes wird die Oberflächenenergie erhöht. So kann das niedrigvisköse Adhäsiv bzw. Bonding in die schwamm- und lakunenartigen Strukturen penetrieren, durch polymerisationsbedingte rheologische und geometrische Effekte fixiert werden und einen festen mikromechanischen Verbund zwischen Zahnhartsubstanz und Komposit garantieren [Buonocore et al. 1986, Retief 1973, Nakabayashi et al. 1982].

### **2.2.3.2 Abhängigkeit der Säurekonzentration**

Wegen der konstanten Ätzwirkung und der Erzeugung eines ausgeprägten Ätzmusters hat sich die Verwendung von Orthophosphorsäure mit einer Konzentration zwischen 30 und 40 % für 30 bis 60 Sekunden bewährt [Retief 1975, Barkmeier 1986, Diedrich 1990].

Höhere Konzentrationen über 40 % führen zu einem schwächer ausgeprägten Ätzmuster. Es entsteht Monokalziumphosphatmonohydrat, wohingegen Konzentrationen unter 30 % das schwerlösliche Präzipitat Dikalziumphosphatdihydrat bilden [Manson-Rahemtulla et al 1984, Chow und Brown 1973].

Deshalb steigt die Adhäsionskraft von Kompositen mit zunehmender Konzentration der Phosphorsäure bei gleichzeitig vermehrter Kalziumlösung. Übersteigt die Säurekonzentration 40 %, nimmt das Adhäsionsvermögen hingegen wieder ab. Aus diesem Grund haben sich heute Phosphorsäurekonzentrationen von etwa 37 % etabliert. Da aber auch hier Kalziumphosphatpräzipitate entstehen, die den Verbund von Zahnhartsubstanz und Bonding beeinträchtigen, ist ein genügend langes Absprühen (15 – 20 s) der Säure mit Wasser für einen optimalen Verbund zwingend [Van Meerbeek 1992].

### **2.2.3.3 Schmelzkonditionierung mit sauren Primern**

Mit der Einführung von selbstkonditionierenden, sauer eingestellten Monomermischungen ist auch ein Ätzen des Schmelzes ohne die vorherige Anwendung von Säuren möglich.

Die Anwendung von selbstätzenden Monomeren bzw. Primer-Adhäsiven vereinfacht den Vorgang der Schmelzkonditionierung. Hierbei kommt es durch die sauren Monomere in einem Schritt zur Auflösung der Schmierschicht, zur Demineralisation der Schmelzoberfläche und zur Penetration in das Ätzmuster. Dabei entsteht eine bis zu 6 µm dicke Hybridschicht, die auch, adäquat zu der Phosphorsäureanwendung, abhängig von der Konzentration bzw. vom eingestellten pH-Wert des selbstkonditionierenden Präparates ist [Hannig 2000; Pashley 2001]. Die Ätzwirkung dieser Produkte beruht auf dem Einbau von Säuregruppen in Form von Carboxylsäure-, Phosphorsäure- oder Phosphonsäure-Resten in die Monomermolekülstruktur. Die Qualität des Komposit-Schmelz-Verbundes durch die selbstätzenden Bondingsysteme wird kritisch beurteilt, da es in zahlreichen In-vitro-Studien zu weit gestreuten Ergebnissen kam [Yoshiyama et al. 1998, Hannig et al. 1999, Miyazaki et al. 2000, Kubo et al. 2001, Inoue et al. 2003, Wang et al. 2004].

### **2.3 Anatomie und Strukturmerkmale Dentin**

Anders als beim relativ homogen strukturierten Schmelz ist es aufgrund der strukturellen Eigenschaften und der Hydrophilie des Dentins wesentlich schwieriger, eine Haftung aufzubauen [Eick et al. 1991]. Dentin macht den größten Teil des humanen Zahnes aus und bestimmt so dessen Morphologie. Da es pulpaumfassend ist, hat es die Fähigkeit zur Reaktion und funktionellen Anpassung auf pathologische und physiologische Reize und bildet so mit der Pulpa ein funktionelles System, das so genannte Pulpa-Dentin-System [Schroeder 1987, Samandiril 1995]. Das koronale Dentin wird vom Schmelz, das Wurzel dentin vom Zahnzement bedeckt.

#### **2.3.1 Zusammensetzung und chemische Struktur**

Das vitale Gewebe mesenchymaler Herkunft weist einen heterogenen Aufbau auf. So setzt sich der Großteil aus anorganischen (etwa 45 Vol.-%), aber auch organischen Bestandteilen (etwa 33 Vol.-%), Spurenelementen und Dentin-

liquor (etwa 22 Vol.-%) zusammen [Schroeder 1987, Pashley et al. 1994]. Die Hauptmasse des anorganischen Anteils wird von kleinen plättchenförmigen Hydroxylapatitkristallen gebildet, die in eine organische Matrix gebettet sind. Diese Matrix besteht überwiegend aus Kollagen Typ 1 und anderen kollagenartigen Verbindungen. Somit weist das Dentin wie der Schmelz auch mineralische Anteile in Form von Phosphat- und Kalziumverbindungen auf, jedoch in einem stark reduzierten Ausmaß [Schroeder 1987].

### **2.3.1.1 Histologische Struktur**

Das gesamte Dentin wird von s-förmigen Dentintubuli bis hin zur Schmelz-Dentin-Grenze durchzogen, wobei Anzahl und Durchmesser mit zunehmender Entfernung von der Pulpa abnehmen [Garberoglio und Brånstrøm 1976]. So fallen 80 % des Gesamtquerschnittes auf das pulpanahe und nur 4 % auf das periphere Lumen der Tubuli [Schroeder 1987]. In diesen Dentinkanälchen liegen u.a. auch die Odontoblastenfortsätze, die so die physiologische Unterhaltung des Dentins auch nach der Dentogenese sichern. Die Odontoblasten kommunizieren untereinander über 0,35-0,6 µm dicke Mikrovilli, die weit in das intertubuläre Dentin reichen [Schroeder 1987].

Der odontoblastische Raum im Tubulus ist mit Dentinliquor, einer in der Pulpa gebildeten Flüssigkeit, die sich äquivalent zum extrazellulären Exsudat verhält, gefüllt. Der Dentinliquor ist für die Hydrophilie des Dentins verantwortlich und unterliegt einem ständigen pulpalen Druck, der bei Eröffnung der Tubuli zum Austritt dieses Plasmaexsudates führt. [Marshall 1993]. Die Dentintubuli sind mit peritubulärem Dentin ausgekleidet, welches von allen Dentinstrukturen den höchsten Mineralgehalt aufweist. Den größten Anteil macht das wenig mineralisierte intertubuläre Dentin aus, das zwischen den Tubuli liegt und aus einem bis zu 50-%igem kollagenen Flechtwerk mit integriertem anorganischem kristallinem Material besteht [Schroeder 1987, Pashley 1991a].

Im Dentin lassen sich von der Pulpa ausgehend verschiedene Zonen abgrenzen. An der Pulpagrenze erstreckt sich altes oder junges Prädentin mit

Odontoblastenfortsätzen, gefolgt vom Zwischendentin als Mineralisationszone, zirkumpulpaalem Dentin und peripher zur Schmelz-Dentin-Grenze das etwa 30 µm dicke Manteldentin [Schroeder 1997].

### **2.3.2 Oberflächeneigenschaften**

Dentin weist aufgrund seines geringeren Mineralisationsgrades und hohen Anteils an kollagenartiger Verbindung elastische und verformbare Materialeigenschaften auf. Durch seine tubuläre Struktur ist es im Vergleich zum Schmelz permeabler und somit durchlässiger für Flüssigkeiten, Moleküle und auch Bakterien. Der in der Pulpa gebildete proteinhaltige Dentinliquor im periodontoblastischen Raum ist für die intrinsische Feuchtigkeit und somit maßgebend für die hydrophilen Eigenschaften des Dentins verantwortlich [Schroeder 1987].

### **2.3.3 Haftung am Dentin**

Die Intensität der Adhäsion wird von den chemischen und geometrischen Strukturen des Dentins bestimmt [Nakabayashi 1992]. Anders als bei rein schmelzbegrenzten Kavitäten gestaltet sich der mikromechanische Verbund von Adhäsivsystem und Substrat in dentinbegrenzten Randbereichen erheblich schwieriger und techniksensibler.

### **2.3.4 Strukturbesonderheiten des präparierten Dentin**

#### **2.3.4.1 Schmierschicht**

Wohl die manuelle als auch die maschinelle Bearbeitung des Dentins mit zahnärztlichen Instrumenten hinterlässt eine Schmierschicht (Smear layer) auf der Zahnoberfläche [Eick et al. 1979, Tagami et al. 1991]. Die Dicke der Schicht entspricht durchschnittlich 1-7 µm und ist von der Körnung, dem Anpressdruck und der Schärfe des Instrumentes abhängig.



Diese Schmierschicht setzt sich aus einer festen Phase aus anorganischen Anteilen, wie Dentin- und Schmelzpartikeln, und aus organischen Komponenten, bestehend aus denaturierten Kollagen- und Hydroxylapatittrümmern sowie Blut- und Speicherrückständen zusammen [Eick 1991]. Durch so genannte Smear plugs, also in die Dentinkanälchen eingepresstes Schmierschichtmaterial, können diese verschlossen werden.

Diese gelegentliche Verstopfung führt zu einer erheblichen Permeabilitätsminderung des Dentins, wodurch einerseits eine Besiedlung der Tubuli mit Bakterien erschwert, andererseits die Konvektion von Flüssigkeiten in die Dentintubuli reduziert wird [Vojinovic et al. 1973]. Trotz dieser Funktion ist ein absoluter Diffusionsschutz vor bakteriellen Toxinen und anderen pulpa-schädigenden Substanzen nicht gegeben, da die in der Schmierschicht enthaltenen Mikroorganismen weiter fähig sind, sich zu vermehren und den Smear layer abzubauen [Bergenholtz und Reit 1980, Brännström 1984].

#### **2.3.4.2 Problematik für die Dentinadhäsion**

Die chemische und strukturelle Zusammensetzung des Dentins lässt eine mikromechanische Haftung eines hydrophoben Restaurationsmaterials nicht ohne weiteres zu. Die durch die Bearbeitung sich ergebenden strukturellen und physikalischen Veränderungen, wie eine verminderte Reaktivität und Benetzbarkeit des Dentins durch die Schmierschicht, verschlechtern zusätzlich noch die Möglichkeit der Adaptation von Füllungsmaterialien an der Kavitätenwand, so dass kein Kontakt des Komposits zur kompakten Dentinoberfläche möglich ist [Pashley et al. 1981, Mitchem et al. 1988]. Eine adäquate Vorbehandlung und Auflösung der Schmierschicht ist deshalb für die Dentinadhäsion von entscheidender Bedeutung [Pashley 1990, Pashley 1992, Haller 1992].

Trotz der bemerkenswerten Weiterentwicklung der Dentinadhäsive in den letzten Jahren ist der Verbund von Komposit zu konditioniertem Schmelz nach wie vor einfacher und in der Anwendung zuverlässiger, als der der Dentinadhäsion.

### 2.3.5 Dentinhaftmechanismen

Die Dentinhaftvermittler haben neben der Etablierung einer sicheren Verbindung zwischen dem hydrophoben polymeren Füllungsmaterial und dem hydrophilen Dentin, auch die Aufgaben eines Puffers für die Polymerisations-schrumpfung zu erfüllen [Feilzer et al. 1984, 1987, Asmussen und Munksgaard 1988].

Die frühen Dentinhaftvermittler bestanden im Allgemeinen aus einer Methacrylatgruppe, einem Distanzhalter und einer funktionellen mit dem Dentin interagierenden Gruppe [Asmussen und Munksgaard 1988, Van Meerbeek et al. 1994]. Hierbei wurde die Schmierschicht von den hydrophilen Monomeren infiltriert und verstärkt (Entanglement). Die ersten Produkte dieser Art (z.B. *Prisma Universalbond 3*) wiesen durch die Anwesenheit der Schmierschicht und deren Interaktion mit dem Dentin unbefriedigende Resultate auf [Retief et al. 1988, Pashley 1991b].

Moderne Produkte modifizieren die Schmierschicht, indem sie die Schmierschicht auflösen bzw. umsetzen und gleichzeitig das Dentin demineralisieren [Van Meerbeek 1997]. Es entsteht so eine Hybridschicht aus einem Monomerfilm mit darin enthaltenen Bestandteilen des Smear layers auf dem Prinzip einer mikromechanischen Verankerung zwischen Adhäsiv und kompakten Dentin [Watanabe et al. 1994, Van Meerbeek et al. 2003].

Diese Adhäsivsysteme bestehen aus Säuren oder Komplexbildnern, hydrophilen Monomeren in Lösungsmitteln als Primer und verschiedenen Monomeren mit adhäsiven Eigenschaften. Zur Demineralisation der Dentinoberfläche und der Tubulieingänge finden analog zur Schmelz-Ätz-Technik [Buonocore et al. 1956] Phosphorsäure oder entsprechend saure selbst-konditionierende Primer Verwendung.

### 2.3.6 Dentinkonditionierung

Die Dentinkonditionierung und damit verbundene Auflösung bzw. Entfernung der präparationsbedingten Schmierschicht gehört zum Standard der heutigen Bondingsysteme. Aufgrund der Annahme, dass die Vorbehandlung mit

Phosphorsäure die Pulpa schädigen würde, kamen zunächst nur mildere Substanzen wie EDTA zum Einsatz, die eine selektive Konditionierung von Schmelz und Dentin veranlassten. Da die unterschiedliche Vorbehandlung klinisch nur schwer zu realisieren war, wurde mit der Etch&Rinse-Technik mittels Phosphorsäureätzung die gleichzeitige Ätzung von Schmelz und Dentin eingeführt [Nakabayashi et al. 1982, Fusayama 1992, Haller et al. 1995].

Bei einer zu langen Verweildauer der Säure auf dem Dentin kommt es zu einem erhöhten Dentinverlust. Da der Primer dann nicht mehr adäquat in die Tiefe penetrieren kann, entsteht eine unfiltrierte demineralisierte Zone unter der Hybridschicht, die nicht nur schlechte Haftwerte, sondern auch eine Nische für Mikroorganismen und Bakterien (Nanoleakage) darstellt [Nakabayashi 1985, Nakabayashi et al. 1992, Holderegger et al. 1997, Pashley 1999]. Um die Gefahr einer Dentinüberätzung zu umgehen, wird deshalb zuerst Schmelz und dann Dentin behandelt.

Hierzu wird 20- bis 40-%ige Phosphorsäure oder auch 2- bis 4-%ige Maleinsäure verwendet. Die Konditionierung entfernt die Schmierschicht und führt zu einem irreversiblen Dentinverlust von etwa 10 µm, wobei im Kollagenetzwerk kleinste Zwischenräume von bis zu 30 nm entstehen [Pashley et al. 1994, Uno und Finger 1995].

Aufgrund des höheren Mineralgehalts des peritubulären Dentins führt die Demineralisation zu einer trichterförmigen Erweiterung der Dentintubuli. Durch das gründliche Absprühen mit Wasser werden Präzipitate entfernt und der Ätzvorgang wird beendet.

Um einen Kollaps des freigelegten Kollagenetzwerkes und eine damit verbundene Inhibierung der Primerpenetration in die tiefsten Bereiche zu verhindern, soll das Dentin lediglich mit kurzen Luftstößen oder mittels Wattepellet von dem Wasserüberschuß entfernt werden [Paulo et al. 1998, Ernst 2004]. Durch dieses „wet-“ oder „moist-bonding“ ist die Diffusion der Primermonomere in die interfibrillären Mikroporen des Kollagenfasergeflechts gewährleistet [Kanca 1992a].

Zusammen mit dem Adhäsiv kann so eine Dentin-Kunststoff-Hybridschicht etabliert werden, die nach anschließender Copolymerisation mit dem Komposit

eine chemische Verbindung eingeht [Nakabayashi 1985, Haller 1992, Fröhlich et al. 1996].

Die gemeinsame, nicht-selektive Konditionierung von Schmelz und Dentin mit einer Säure wurde bisher als Total-Ätz-Technik bezeichnet. In Bezug auf die historische Entwicklung ist die Nomenklatur der Total-Ätz-Technik nachvollziehbar, ist aber jetzt nicht mehr korrekt und überholt [Blunck 2006]. Da die Säure nach der Einwirkzeit wieder abgesprüht wird, spricht man sinnvollerweise von der Etch&Rinse-Technik.

Um die mit der Etch&Rinse-Technik verbundenen Anwendungsfehler und die Bondingsysteme zu vereinfachen, wurden schließlich saure selbstkonditionierende und selbstprimende Monomere entwickelt. Hierbei kommt es zur Konditionierung beider Zahnhartsubstanzen bei gleichzeitiger Penetration in die freigelegten Oberflächen [Nakabayashi 1982, Fusayama 1992]. Die sauer eingestellten Monomere lösen die Schmierschicht auf, demineralisieren das Dentin und legen Kollagenfasern frei [Nakabayashi 1982, 1992]. Gleichzeitig dringen hydrophile Monomere in das Kollagennetzwerk ein, so dass im Gegensatz zu der Etch&Rinse-Technik der Primer genauso tief penetriert wie geätzt worden ist. So liegt nie ein ungeschütztes Kollagennetzwerk vor, das kollabieren könnte [Moodley et al. 2000, Haller und Blunck 2003]. Durch das Herauslösen des Apatits, die Verdunstung des Lösungsmittels und die spätere Polymerisation des Adhäsivsystems wird die Ätzwirkung inhibiert. Diese selbstkonditionierenden und selbstprimenden Bondingsysteme bestehen also entweder aus einem sauren Primer und einem separaten Adhäsiv oder vereinen die drei Arbeitsschritte Konditionierung, Priming und Bonding in nur einem Produkt.

### **2.3.7 Primerapplikation**

Die Aufgabe des Primers besteht im Wesentlichen aus der Verdrängung des Wassers und der Durchdringung und Aufrichtung des freigelegten Kollagennetzwerkes, um dadurch letztendlich das hydrophile Dentin für das hydrophobe Adhäsiv besser penetrierbar und benetzbar zu machen [Haller

1992]. In der Regel bestehen Primer aus amphiphilen Monomeren und z.T. auch Photoinitiatoren, die in organischen Lösungsmitteln vorliegen. Die Monomergemische liegen deshalb in gelöster Form vor, damit die niedrigviskösen Eigenschaften erhalten bleiben und so eine optimale Diffusion in die konditionierte Zahnhartsubstanz sichergestellt ist. Nach der Verdunstung des Lösungsmittels entsteht ein haftender oberflächlicher dünner Monomerfilm. Abhängig vom jeweiligen Adhäsivsystem finden verschiedene Lösungsmittel, wie Wasser, Ethanol und Aceton Verwendung [Eick et al. 1997].

Die amphiphilen Monomere enthalten sowohl hydrophile als auch hydrophobe Anteile und lassen sich anhand ihrer funktionellen Gruppen einteilen. Zu den am häufigsten verwendeten funktionellen Primer-Monomeren zählt das hydrophile Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), das sich durch gute Penetrationseigenschaften und eine positive Expansionsunterstützung für das Kollagen auszeichnet [Nakabayashi und Takaranda 1992, Haller 1994, Pashley et al. 1994].

Auch selbststützende Haftmonomere, wie das 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat (MDP), werden aufgrund der Demineralisations- und Penetrationseigenschaften im Zuge der Ein-Flaschen-Adhäsivsysteme (z.B. *Clearfil Tri-S-Bond*) verwendet.

Die auf einer Erniedrigung der Oberflächenspannung basierenden wasserverdrängenden Eigenschaften der Lösungsmittel unterstützen bei den Etch&Rinse-Systemen die Penetration der Monomere in die Tiefe, indem das Wasser im konditionierten Dentin verdrängt und die freigelegten Kollagenlakunen vollständig ausgefüllt werden. Durch zu exzessives Austrocknen der Dentinoberfläche kommt es nachweislich zum Kollaps der Dentinfibrillen und dadurch zur verminderten Primerpenetration [Kanca 1992b]. Dieser Vorgang kann durch die Technik des Wiederanfeuchtens, dem so genannten „re-wetting“ oder der Verwendung von wasserbasierenden Systemen rückgängig gemacht bzw. vermieden werden [Sugizaki 1991, Moll et al. 2002].

Im Zusammenhang mit adhäsiven oder polymerisierbaren Monomeren bilden sich in den Mikrohohlräumen der Tubuli des freigelegten Dentins so genannte „Kunststofftags“ [Pashley 1992b], die der Tiefenverankerung der Hybridschicht aus demineralisiertem Dentin und Kunststoff dienen [Van Meerbeek et al. 1992].

## 2.4 Adhäsivtechniken

Während Konditionierer und Primer eher der Vorbehandlung von Schmelz und Dentin dienen, stellt das Adhäsiv den eigentlichen Haftvermittler dar.

Es enthält vornehmlich hydrophobe Monomere (z.B. Bis-GMA, UEDMA) und kurze Verdünnermonomere (z.B. HEMA), um die Benetzbarkeit des Dentins zu erhöhen, sowie Photoinitiatoren für die Lichthärtung [Erickson 1992]. Die Penetration des Adhäsivs in die vom Primer benetzten Tubuli führt zur Entstehung von Kunststofftags und sorgt für die Stabilisierung der Hybridschicht und gleichzeitigen Versiegelung der Dentinoberfläche [Perdigão 1995]. Aufgrund des niedrigen Elastizitätsmoduls wirkt das Adhäsiv mit ausreichender Schichtdicke als eine Art Puffer, der sowohl polymerisationsbedingte Schrumpfkraften als auch Spannungen, die durch thermische oder okklusale Belastung und Wasseraufnahme auftreten, teilweise kompensieren kann [Van Meerbeek et al. 1993]. Durch die Beimengung von anorganischen Füllstoffen oder elastifizierenden Monomeren können die Werkstoffeigenschaften hinsichtlich der Flexibilität und Eigenfestigkeit noch weiter modifiziert werden.

Diese adhäsiven Haftvermittler realisieren somit die Verankerung von Keramikrestorationen bei entsprechender Vorbehandlung der Keramikoberfläche und machen den Einsatz von minimalinvasiven, plastischen Füllungsmaterialien im Front- und Seitenzahnggebiet nach dem Prinzip der Adhäsion möglich. Sowohl aufgrund des umfangreichen und schnell wachsenden Marktes als auch unter praktischen Aspekten hat sich die Klassifikation von Bondingsystemen nach Art der Konditionierung und Anzahl der jeweiligen Arbeitsschritte bewährt [Haller und Blunck 2003].

### **2.4.1 Etch&Rinse-Systeme**

Unter Etch&Rinse-Systemen versteht man Bondingsysteme, bei denen es zur gemeinsamen Konditionierung von Schmelz und Dentin mit anschließender Spülung der gelösten anorganischen Substanzen mit Wasser kommt [Van Meerbeek et al. 2003]. Bei dem Ätzzvorgang muss im Schmelz ein deutliches Ätzmuster erzielt werden, ohne dass es zur Überkonditionierung des Kollagenetzwerkes im Dentin kommen darf. Deshalb wird in den Produkten dieser Gruppe 15- bis 40-%ige Phosphorsäure eingesetzt. Zur Schonung der kollagenen Strukturen werden diese nur kurzzeitig für 15 bis maximal 20 s auf dem Dentin angewendet [Rathke 2002, Haller und Blunck 2003].

Innerhalb der Etch&Rinse-Systeme lassen sich weitere Untergruppen unterteilen.

#### **2.4.1.1 Separate Applikation von Primer und Adhäsiv**

Vertreter dieser Adhäsivsysteme, wie z.B. *OptiBond FL*, gehören zu den Zwei-Flaschen-Systemen, bestehend aus einem dünnfließenden Primer und einem viskösen, gefüllten Adhäsiv. Vorteil dieser Systeme ist die separate Applikation von Primer und Adhäsiv, so dass deren Anwendung weniger techniksensitiv ist. Der Zeitbedarf für die gesamte Anwendung der Zwei-Flaschen-Systeme beträgt etwa 120 s. Bei sorgfältiger Verarbeitung gelten die Mehrflaschen-Adhäsive heute als Gold-Standard, da für sie gute Langzeitergebnisse beschrieben worden sind [Ernst 2001, Frankenberger 2002, Rathke 2002].

#### **2.4.1.2 Primer-Adhäsive**

Mit der damaligen Einführung der Kompomere auf dem Markt sollte die Füllungstherapie für den Anwender weniger aufwendig und zeitintensiv werden. Da Kompomere als modifizierte Kompositmaterialien keine eigenständige Haftung an der Zahnhartsubstanz aufweisen, ist auch hier die Anwesenheit eines Adhäsivsystems für den Verbund zwingend. Bei diesen so genannten Ein-Flaschen-Systemen werden die Funktionen von Primer und Adhäsiv in

einer Lösung zusammengefasst (z.B. *Prime & Bond NT*). Langzeitversuche haben ergeben, dass die separate Applikation von Primer und Adhäsiv eine bessere Verbundbeständigkeit aufweist als die der Primer-Adhäsive [De Munck et al. 2003, Frankenberger 2002]. Auch die durch die vereinfachte Anwendung bedingte Zeitersparnis im Vergleich zu den Drei-Schritt-Systemen fällt mit 10 bis 30 Sekunden eher bescheiden aus.

## **2.4.2 Selbstkonditionierende Systeme**

Die selbst-ätzenden Systeme wurden entwickelt, um die techniksensible Anwendung bei der Dentinkonditionierung und das damit verbundene Risiko eines Kollagenkollaps zu umgehen. Hierbei kommen saure Primer zur Anwendung, die aufgrund des eingestellten pH-Wertes in der Lage sind, Schmelz und Dentin zu konditionieren und gleichzeitig in die konditionierten Oberflächen zu penetrieren. Dadurch ist die Penetrationstiefe mit der Demineralisationsfront identisch. Als Lösungsmittel wird Wasser verwendet, da nur so die Monomere in dissoziierter Form vorliegen und ihre sauren Wirkmechanismen erfüllen können.

Der Wirkmechanismus wird bei dieser Technik durch das Verdunsten des Lösungsmittels, dem Herauslösen des Hydroxylapatits und die Aushärtung des Adhäsivs inhibiert [Haller und Blunck 2003].

### **2.4.2.1 Mehr-Schritt-Applikation**

Die ersten selbst-ätzenden Adhäsivsysteme mussten aufgrund der geringen Hydrolysestabilität ihrer Monomere im sauren Milieu aus zwei Komponenten zusammengemischt werden und waren so nur als Zwei-Schritt-Systeme erhältlich (z.B. *Clearfil Liner Bond 2V*). Hierbei wird der selbstkonditionierende Primer auf Schmelz und Dentin appliziert und im Luftstrom getrocknet, bevor im zweiten Schritt das Adhäsiv aufgetragen und lichtgehärtet wird. Erst die Entwicklung kurzkettiger, selbstkonditionierender Monomere ermöglichte die Darbietung gebrauchsfertiger Primer in nur einer Flasche [Lendemann 2002]. In



zahlreichen Studien konnte gezeigt werden, dass selbstkonditionierende Bondingsysteme zwar für eine randdichte Applikation von Kompositfüllungsmaterialien an Schmelz und Dentin sorgen, aber im Vergleich zu den Etch&Rinse-Systemen in Bezug auf die Schmelz- und Dentinhaftung unterlegen sind [Hannig et al. 1999, Inoue et al. 2001, De Munck 2004].

#### 2.4.2.2 Selbstkonditionierende Primer-Adhäsive

Bei den selbstkonditionierenden Primer-Adhäsiven, auch All-in-one-Adhäsive genannt, kommt es zur Applikation nur einer Lösung, die aus einer ausgewogenen Mischung von hydrophilen und hydrophoben Monomeren sowie aus Monomeren mit Säureestern besteht [Haller und Blunck 2003].

Diese Monomere sind vom pH-Wert her so sauer eingestellt, dass sie neben der Funktion des Adhäsivs auch die eines Ätzmittels und eines Primers erfüllen. Die erste Generation von All-in-one-Adhäsiven (z.B. *Futurabond*, *Prompt L-Pop*) wurde zunächst aus zwei Komponenten angemischt und musste in mehreren Schichten appliziert und ausgehärtet werden, da auch hier das Problem bezüglich der Stabilität der Monomergemische gegenüber der Hydrolyse bestand.

Bei den aktuellen selbstkonditionierenden Primer-Adhäsiven (z.B. *Clearfil Tri-S-Bond*) stehen gebrauchsfertige Lösungen mit ausreichenden hydrolysebeständigen Monomergemischen zur Verfügung, bei denen nur noch eine einzige Schicht appliziert werden muss. Die Einstellung des optimalen pH-Wertes ist aber nicht unproblematisch: Zum einen soll er möglichst gering sein, um eine gute Ätzwirkung und Hydrolysestabilität vorzuweisen [Pashley 2001], andererseits besteht dann die Gefahr einer zu starken Demineralisation. Damit würde das Risiko einer insuffizienten Haftung steigen, da der Verbund dann nur mechanisch aber nicht chemisch gegeben wäre. Aus diesem Grund unterscheiden sich die einzelnen All-in-one-Adhäsive relevant nur bezüglich des jeweiligen funktionellen Monomers. So findet bei dem Ein-Flaschen-Adhäsivsystem *iBond Gl* von Heareus das Monomer 4-Meta (4-Methacryloxyethyl-trimellit-at-anhydrid) (siehe Abb. 2.1) Verwendung, das mit einem

pH-Wert von etwa 2 ein eher mildes Ätzverhalten aufweist [Van Meerbeek et al. 2003]. Neben dem funktionellen Monomer sind auch hier im Wesentlichen Wasser, phosphoresterhaltige Monomere, Aceton, Füllstoffe, UDMA und Initiatoren für die Lichtpolymerisation enthalten.

Hingegen wird bei dem von Kuraray auf dem Markt befindlichen *Clearfil Tri-S-Bond* das selbstkonditionierende Haftmonomer 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat (MDP) (siehe Abb. 2.1) benutzt. Es weist mit einem pH-Wert von 1,9 einen etwas niedrigeren pH-Wert als *iBond Gl* auf. Dieses funktionelle Monomer geht einerseits über die COOH-Gruppe eine Verbindung zum Dentin und andererseits über die Phosphat- und Wasserstoffionen des Hydroxylapatits eine Verbindung zum Schmelz durch Phosphorsäureester ein [Yoshida et al. 2004, Fukegawa et al. 2006].

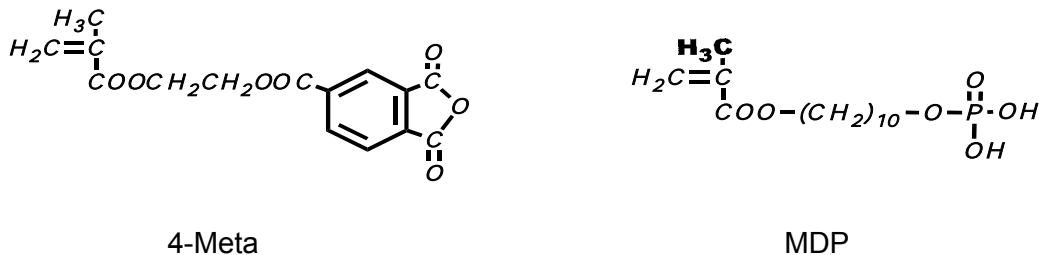


Abb. 2.1 Beispiele funktioneller Monomere

#### 2.4.2.2.1 Vorteile der Ein-Flaschen-Systeme

Die Vorteile der selbst-ätzenden Ein-Flaschen-Systeme sind vor allem durch die identischen Penetrationstiefe und Demineralisationsfront gegeben, so dass auf die Anwendung des „wet-“ oder „moist-bondings“ verzichtet werden kann. So kann das Phänomen der Nanoleakage zwar nicht ausgeschlossen, aber vermindert werden [Okuda et al. 2001, Yuan et al. 2005, Yuan et al. 2007]. Die

techniksensitiven Fehlermöglichkeiten der Etch&Rinse-Technik werden dadurch vermieden und der Zeitaufwand ist im Vergleich zu Etch&Rinse-Systemen, wie z.B. bei *OptiBond FL*, mit mehr als 50 % geringer. [Haller und Blunck 2003, Frankenberger et al. 2004]. Auch das Risiko einer Kontamination kann durch die kürzere Applikationszeit bei Verwendung nur einer Flasche im Vergleich zu den Mehrflaschensystemen reduziert werden.

#### **2.4.2.2 Nachteile der Ein-Flaschen-Systeme**

Die Vereinfachung der Anwendung durch die Kombination mehrerer Aufgabenbereiche in nur einem Präparat wirkt sich in Bezug auf die höhere Fehleranfälligkeit der Ein-Flaschen-Systeme im Vergleich zu den Mehrkomponentensystemen negativ aus. So weisen die All-in-one-Adhäsive von den jeweils im Vergleich getesteten Bondingsystemen die geringste Schmelz- und Dentinhaftung auf [De Munck 2004, Perdigão 2005].

Auch bei diesen Systemen kommt es, wenn auch in geringerer Ausprägung, zum Phänomen des Nanoleakage. Erklärt wird diese durch die unvollständige Wasserentfernung aus der Hybridschicht nach dem Einwirken der selbstkonditionierenden Monomerlösungen. Somit kommt es nicht zur vollständigen Polymerisation der Monomere und es resultieren daraus schlechtere Haftwerte [Tay und Pashley 2003]. Die Ein-Flaschen-Systeme stellen zudem eine semipermeable Membran dar, an der sehr schnell Wasser aus dem Dentinliquor an die Oberfläche tritt und so die Adaptation des hydrophoben Komposits negativ beeinträchtigen kann [Tay et al. 2001]. Auch die Fähigkeit der selbstkonditionierenden Primer-Adhäsive, an sklerosiertem Dentin eine sichere Haftung zu erzeugen, ist geringer als bei den Etch&Rinse-Systemen [Tay et al. 2000]. Als weiterer Nachteil ist die absolute Inkompatibilität vieler All-in-one-Adhäsive mit chemisch initiiert aushärtenden und dualhärtenden Kompositen zu nennen [Cheong et al. 2001]. Diese enthalten meistens saure Bestandteile, die das relativ basische tertiäre Amin, das für die chemisch initiierte Härtung autopolymerisierender Komposite benötigt wird, neutralisiert.

## 2.5 Beachtung allgemeiner Verarbeitungshinweise

Neben den biologischen Parametern, wie die chemischen und physikalischen Eigenschaften der jeweiligen Zahnstruktur, ist die korrekte Handhabung durch den Anwender für die Qualität und den Erfolg des adhäsiven Verbundes ausschlaggebend [Ciucci et al. 1997].

So sollte die Verwendung des jeweiligen Bondingsystems streng nach Herstellerangaben und Dosierungsvorgaben verwendet werden. Um bei den selbstkonditionierenden Primer-Adhäsiven ein ausreichendes Ätzen zu gewährleisten, muss die applizierte Lösung lange genug auf die Zahnhartsubstanz einwirken können. Hierbei ist darauf zu achten, dass die Primer-Lösung durch leichtes Einreiben in Bewegung gehalten wird und so immer „frischer“ saurer Primer auf Schmelz und Dentin einwirken kann, um eine etwaige Neutralisation des sauren Primers durch austretenden Dentinliquor und die Pufferung durch herausgelöstes Hydroxylapatit bei dem Ätzvorgang zu verhindern.

Dabei ist auf die Bedeckung der gesamten Kavität mit dem Adhäsiv zu achten, die durch einen glänzenden adhärenen Film erkennbar ist. Bei tieferen Kavitätenabschnitten ist eine zweite Applikation einer Adhäsivschicht ratsam. Bei der Anwendung von Systemen mit getrennter Applikation von Primer und Adhäsiv sollte der Adhäsivfilm eine ausreichende Schichtdicke haben, um eine adäquate Pufferwirkung zwischen Primer und Kompositmaterial zu gewährleisten. Zuletzt ist auf eine vollständige Auspolymerisation der adhäsiven Komponente in Abhängigkeit von der Lichtleistung des jeweiligen Lichtgerätes zu achten.

### 3 FRAGESTELLUNG

Wie in der Einleitung dargestellt, bestehen bei der Anwendung der Ein-Flaschen-all-in-one-Adhäsiven Probleme bezüglich der Haftung an Schmelz und Dentin im Vergleich zu Mehrschritt-Adhäsivsystemen, die in der erhöhten Fehleranfälligkeit und damit verminderten Qualität von belastungsfähigen Randschlüssen adhäsiver Restaurationen zu finden sind.

Deshalb ist das Ziel dieser Arbeit, die Auswirkungen der Applikationszeit und Applikationsart eines selbst-ätzenden Adhäsivsystems auf die Randständigkeit von Klasse-V-Kavitäten im Schmelz und Dentin zu ermitteln. Um herauszufinden, ob durch Modifikationen bei der Anwendung des Adhäsivsystems die oben genannten Probleme zu umgehen sind, fanden dabei folgende Fragestellungen besondere Beachtung:

- Führen verschiedene Applikationszeiten des selbst-ätzenden Adhäsivs *Clearfil Tri-S Bond* zu qualitativ unterschiedlichen Ergebnissen in Bezug auf das Randverhalten?
- Kann die Randqualität der Klasse-V-Kavitäten durch eine wiederholte Behandlung mit dem Adhäsiv verbessert werden?
- Wird durch verschiedene Applikationsarten, wie z.B. aktives Einreiben des selbst-ätzenden Adhäsivsystems die Verbundqualität zwischen Zahnhartsubstanz und Füllungsmaterial optimiert?
- Gibt es in Bezug auf die vorherigen Fragen signifikante Unterschiede im Schmelz und Dentin?

## 4 MATERIAL UND METHODE

### 4.1 Übersicht der Methodik

Zur Klärung der Fragestellung wurden 136 menschliche extrahierte Frontzähne mit Klasse-V-Kompositfüllungen versorgt. Hierbei wurde bei 16 Versuchsgruppen das selbst-ätzende Adhäsivsystem *Clearfil Tri-S Bond* mit dem Hybrid-Komposit *Filtek Z250* kombiniert. In einer zusätzlichen Kontrollgruppe wurde das Adhäsivsystem *OptiBond FL* mit dem gleichem Kompositsystem wie bei den Versuchsgruppen verwendet.

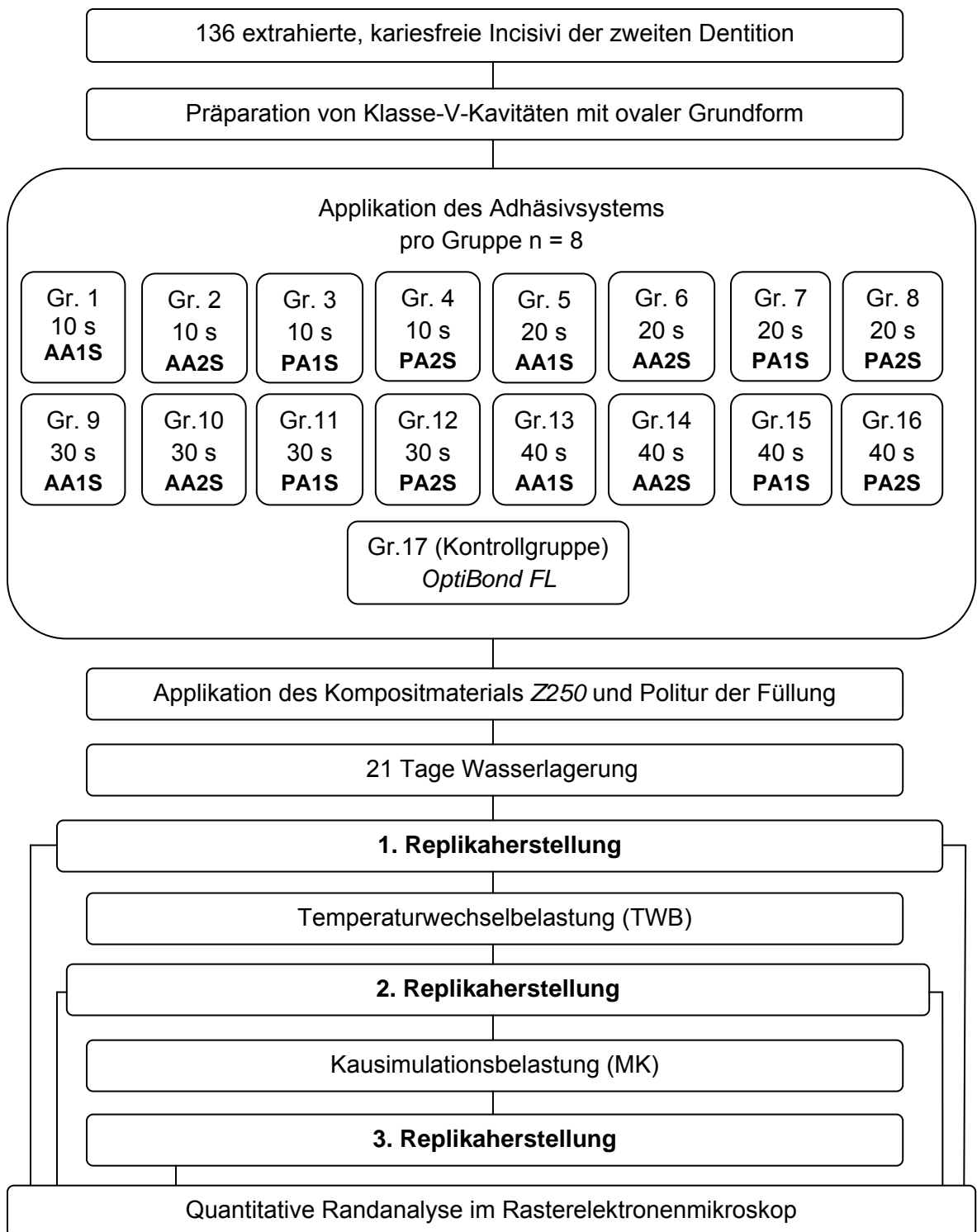
Die Proben wurden einer dreiwöchigen Wasserlagerung bei Zimmertemperatur, einer thermischen Temperaturwechselbadbelastung sowie einer mechanischen Belastung im Kausimulator unterzogen, wobei jeweils Replikas angefertigt wurden. Nach deren Herstellung folgte eine quantitative Auswertung der Füllungsrandqualitäten.

Eine Übersicht des Versuchsaufbaus ist in Abb. 4.1 dargestellt.

### 4.2 Probenherstellung

#### 4.2.1 Auswahl und Vorbereitung der Zähne

Die Versuche fanden an 136 extrahierten und in 0,5-%iger Chloraminlösung gelagerten, kariesfreien, menschlichen oberen mittleren Schneidezähnen der zweiten Dentition statt. Kleinere kariöse Läsionen wurden nur akzeptiert, wenn diese durch die nachfolgende Kavitätenpräparation vollständig entfernt werden konnten. Die Zähne sind zunächst mit Scalern<sup>1</sup> und Küretten<sup>2</sup> von Zahnstein und Geweberesten befreit worden. Danach wurden die Zähne an der labialen Wurzelfläche mit einem zylindrischen Diamanten<sup>3</sup> plangeschliffen und mittels spitzen Diamantschleifers<sup>4</sup> fortlaufend durchnummeriert. Die Zähne wurden danach randomisiert in 17 Gruppen aufgeteilt (n = 8). Nach jedem Arbeitsschritt wurden die Zähne in Wasser gelagert, um eine Dehydratation zu verhindern.



**AA**= aktive Applikation; **PA** = passive Applikation; **1S** = einschichtig; **2S** = zweischichtig  
 Die o.g. Angaben der Sekunden bezieht sich auf die jeweilige angewendete Applikationszeit des Adhäsivsystems

Abb. 4.1: Übersicht des Versuchsaufbaus

#### 4.2.2 Kavitätenpräparation

In jeden Zahn wurde labial mit einem planen zylindrischen Diamanten<sup>4</sup> eine Klasse-V-Kavität mit ovaler Grundform präpariert. Um eine standardisierte Kavitätengröße zu gewährleisten, haben alle Kavitäten eine koronal-apikale Ausdehnung von 4 mm, wovon 2 mm unterhalb der Schmelz-Dentin-Grenze liegen, sowie eine mesio-distale Ausdehnung von 3 mm mit einer Kavitätentiefe von 1,5 mm. Die Maße wurden ständig mittels Parodontalsonde<sup>5</sup> und Lineal überprüft. Die Bearbeitung erfolgte höchsttourig im Schnellläufer bei circa 80.000 U/min und maximaler Wasserkühlung. Die schmelzbegrenzenden Kavitätenränder wurden mit einem flammenförmigen Finierdiamanten angeschrägt.

Nach vorsichtiger, schonender Trocknung im Luftstrom sind alle Kavitäten mittels Lupenbrille<sup>6</sup> mit 4,3-facher Vergrößerung kontrolliert worden.

#### 4.2.3 Applikation des Adhäsivsystems

Die 16 Versuchsgruppen mit *Clearfil Tri-S Bond*<sup>7</sup> unterscheiden sich grundsätzlich durch zwei verschiedene Verarbeitungsmodi und Schicht-techniken:

Einmal wurde das selbstätzende Adhäsiv nach Herstellerangaben, also in einer Schicht auf Schmelz und Dentin appliziert und für unterschiedliche Applikationszeiten (10 s, 20 s, 30 s, und 40 s) in der Kavität einfach belassen (passive Applikation = PA). Nach der Einwirkzeit wurde das Adhäsiv für mehr als 5 s mit einem starkem Luftstrom gleichmäßig verteilt und getrocknet. Anschließend wurde das Adhäsiv für 10 s mit einer Polymerisationslampe<sup>8</sup> ausgehärtet.

Bei anderen Gruppen wurde das selbstätzende Adhäsiv in aktiver Applikation (AA) aufgetragen, wobei das Adhäsiv mit einem Applikator<sup>9</sup> gleichmäßig für die unterschiedlichen Applikationszeiten (10 s, 20 s, 30 s, und 40 s) in die Kavität eingerieben und anschließend mit dem Luftstrom getrocknet und für 10 s mit einer Polymerisationslampe<sup>8</sup> ausgehärtet wurde.



Eine weitere Variation bestand in der Anzahl der Schichten: eine Schicht (1S), wie vom Hersteller vorgesehen, und zwei Schichten (2S), wobei jeweils jede Schicht für 10 s polymerisiert<sup>8</sup> wurde.

Die unterschiedlichen Verarbeitungsmodi der Gruppen 1 bis 16 mit dem selbst-ätzenden Adhäsiv *Clearfil Tri-S Bond* sind den Abbildungen 4.2 und 4.3 zu entnehmen.

	verschiedene Applikationsarten		Applikationszeit
Gruppe 1	<b>1 Schicht (1S)</b>	<b>Aktive Applikation (AA)</b>	10 s
Gruppe 5			20 s
Gruppe 9			30 s
Gruppe 13			40 s
Gruppe 3		<b>Passive Applikation (PA)</b>	10 s
Gruppe 7			20 s
Gruppe 11			30 s
Gruppe 15			40 s

Abb. 4.2: Applikation des Adhäsivsystems in einer Schicht

	verschiedene Applikationsarten		Applikationszeit
Gruppe 2	<b>2 Schichten (2S)</b>	<b>Aktive Applikation (AA)</b>	10 s
Gruppe 6			20 s
Gruppe 10			30 s
Gruppe 14			40 s
Gruppe 4		<b>Passive Applikation (PA)</b>	10 s
Gruppe 8			20 s
Gruppe 12			30 s
Gruppe 16			40 s

Abb. 4.3: Applikation des Adhäsivsystems in zwei Schichten

Die Gruppe 17 wurde als positive Kontrollgruppe mit dem Adhäsivsystem *OptiBond FL* verwendet, wobei auch hier die Herstellerangaben streng beachtet worden sind.

Hierzu wurde auch zunächst die gesamte Kavität mit Luft getrocknet und anschließend ein 37,5-%iges Phosphorsäureätzgel<sup>10</sup> verwendet. Hierbei erfolgte zunächst eine Applikation auf die Schmelzbereiche mit anschließender Einwirkzeit von 15 s, bevor auch die Dentinbereiche mit dem Ätzgel<sup>10</sup> in Kontakt kamen. Nach weiteren 15 s wurde die gesamte Kavität mittels Wasserspray für etwa 30 s zur Entfernung von Präzipitaten und Ätzgelrückständen gespült. Danach wurde die Kavität vorsichtig im Luftstrom getrocknet, so dass die Kavität noch einen feuchten Glanz auf der Oberfläche aufwies. Anschließend wurde mittels speziellem Applikatorpinzel<sup>9</sup> der Primer<sup>11</sup> für circa 30 s mit leicht bürstenden Bewegungen in die Oberfläche eingerieben.

Die erneute vorsichtige Trocknung der Kavität im Luftstrom gewährleistete die Verdunstung des Lösungsmittels.

Auch das Adhäsiv<sup>12</sup> wurde mit einem neuen Applikatorpinzel<sup>9</sup> auf die nun vorbehandelte Oberfläche appliziert und mittels Polymerisationslampe<sup>8</sup> für 40 s ausgehärtet.

#### 4.2.4 Applikation des Füllungsmaterials

Nach der jeweiligen Vorbehandlung der Kavitäten mit dem Adhäsivsystem, erfolgte die Füllung mit dem Hybridkomposit *Filtek Z250*<sup>13</sup>. Das Komposit wurde mit einem Spatel<sup>14</sup> und einer Kugel<sup>15</sup> in zwei Schichten in die Kavität eingebracht und modelliert, wobei jede Schicht für 40 s mit einer Polymerisationslampe<sup>8</sup> ausgehärtet worden ist.

Bei der Füllungsinsertion sind alle Kavitäten mittels Lupenbrille<sup>6</sup> bei 4,3-facher Vergrößerung kontrolliert worden.

#### **4.2.5 Ausarbeitung der Füllungen**

Die Füllungen wurden anschließend mit flexiblen, aluminiumoxid-beschichteten Polierscheiben<sup>16</sup> absteigender Körnung (mittel, fein und superfein) unter ständiger Wasserkühlung ausgearbeitet. Ziel der gesamten Ausarbeitung und Politur war es, einen kontinuierlichen Übergang zwischen Füllungsmaterial und Zahnhartsubstanz zu schaffen. Um etwaige Über- oder Unterschüsse des Komposits festzustellen, erfolgte auch nach der Politur eine Kontrolle aller Kavitäten mit der Lupenbrille<sup>6</sup> bei 4,3-facher Vergrößerung.

### **4.3 Weiterverarbeitungen der Proben**

#### **4.3.1 Wasserlagerung**

Um die hygroskopische Expansion von Füllungsmaterialien im feuchten Mundmilieu zu simulieren, wurden die Proben nach der Ausarbeitung für 21 Tage bei Raumtemperatur in Wasser gelagert.

#### **4.3.2 Replikaherstellung nach Wasserlagerung**

Um die Randqualität der Füllungen nach dreiwöchiger Wasserlagerung zu dokumentieren und eine anschließende Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop<sup>17</sup> (REM) möglich zu machen, sind Replikas der Proben mit folgender Technik hergestellt worden:

Zum Ausschluß etwaiger Verunreinigungen, bedingt durch die Wasserlagerung, sind die Füllungen mit Zellstoff<sup>18</sup> sorgfältig gereinigt, mit Wasser abgespült und anschließend vorsichtig getrocknet worden.

Anschließend wurden die Labialflächen der Zähne mit einer leichtfließenden, additionsvernetzenden Silikonmasse<sup>19</sup> abgeformt. Hierzu musste zunächst die erste Schicht der Abformmasse mit einem Luftbläser äußerst dünn verblasen werden, so dass die gesamte Füllungsfläche sowie die benachbarte

Zahnhartsubstanz vollständig von der Silikonabformmasse benetzt war. Um die erste Schicht zu stabilisieren, wurde direkt eine zweite etwas dickere Lage der Abformmasse appliziert. Die dadurch gewonnenen Abformungen wurden dann zur Weiterverarbeitung in eine kondensationsvernetzende Silikonabformmasse<sup>20</sup> eingebettet. Die Zähne wurden unmittelbar nach der Entfernung der additionsvernetzenden Silikonmasse wieder feucht gelagert, um eine mögliche Austrocknung zu verhindern.

Nach 24 Stunden erfolgte die Entfettung der Abformungen zuerst mit 70-%igem Alkohol und dann mit Chloroform, um sie dann nach ihrer Trocknung mit Epoxidharz<sup>21</sup> blasenfrei auszugießen und noch im flüssigen Zustand mit Objektträgern für das Rasterelektronenmikroskop zu versehen.

Nach weiteren 24 Stunden wurde das nun erhärtete Harz aus den Abformungen entnommen und in einer Sputteranlage<sup>22</sup> bei einer Stromstärke von 40 mA und in einem Abstand von etwa 45 mm zwischen Replika und Target für 2 min in einer Argon-Atmosphäre von  $0,5 \times 10^{-5}$  bar mit einer ca. 20 nm dicken Goldschicht beschichtet.

#### **4.3.3 Temperaturwechselbadbelastung**

Nach der dreiwöchigen Wasserlagerung der Zähne und der Sicherstellung der Qualität der Replikas hinsichtlich ihrer Auswertbarkeit im Rasterelektronenmikroskop wurden die Zähne einer thermischen Wechselbadbelastung (TWB) unterzogen. Dabei sind die Proben durch ein mikroprozessorgesteuertes Gerät<sup>23</sup> in 2000 Zyklen für je 30 s alternierend in ein Warmwasserbad von 55 °C und in ein Kaltwasserbad von 5 °C getaucht worden. Die Transferzeit zwischen den beiden Bädern betrug 12 s.

#### 4.3.4 Replikaherstellung nach Temperaturwechselbadbelastung

Auch nach der thermischen Belastung wurden erneut Replikas der gefüllten Zähne für die quantitative Randalanalyse im REM angefertigt.

Die Herstellung erfolgte abermals wie unter 4.3.2 ausführlich beschrieben. Auch hier wurden die so gewonnen Replikas in Hinblick auf ihre Auswertbarkeit kontrolliert.

#### 4.3.5 Kausimulationsbelastung

Um die Proben einer mechanischen Kausimulation (MK) und der damit verbundenen Ermüdung zu unterziehen, sind die Zähne apikal mit einer diamantierten Trennscheibe<sup>24</sup> gekürzt und mit einem zylindrischen Diamanten plangeschliffen worden. Zur besseren Retention wurden in die verbleibende Wurzelfläche Rillen gefräst. Die Probenhalter<sup>25</sup> wurden für einen besseren Verbund sandgestrahlt, mit einem Alloy-Primer<sup>26</sup> vorbehandelt und anschließend mit den Zähnen mittels *OptiBond FL* und Komposit adhäsiv verbunden.

Damit die spätere Position der antagonistischen Schrägfläche mit einer Neigung von 45° auf die Schneidekanten der Probenzähne schon vor der Montage in den Kausimulator festgelegt werden konnte, wurde eine in den medizinischen Werkstätten der Charité hergestellte Montagehilfe (Abb. 4.4) benutzt. In dieser konnten die Probenkörper so zu ihrem Antagonisten ausgerichtet werden, dass die Zähne achsengerecht zu den Antagonisten und somit inzisal flächig an die Schrägfläche adaptiert werden konnten.

Die so festgelegte Position konnte später exakt auf den Münchener Kausimulator<sup>27</sup> bei der nachfolgenden Installation und Fixierung der vorbereiteten Zähne samt adhäsiv befestigtem Probenhalter übertragen werden. Um eine gleichmäßige Übertragung der Kräfte auf die Zähne zu gewährleisten, wurden die jeweiligen Kontakte zwischen Proben und Antagonist nochmals mit Artikulationspapier<sup>28</sup> getestet und überprüft.

Anschließend wurden die Zähne einer mechanischen Belastung von 50 N/ Zahn bei einer Hubhöhe von 5 mm für 150.000 Zyklen ausgesetzt. Um auch hier eine mögliche Dehydratation der Proben auszuschließen, waren die Zähne während des gesamten Vorganges mit Wasser bedeckt.



Abb. 4.4: Montagehilfe

#### **4.3.6 Replikaherstellung nach Kausimulationsbelastung**

Nach der mechanischen Kaubelastung wurden wieder Replikas der Füllungs- oberflächen zur Auswertung im REM, wie unter 4.3.2 beschrieben, hergestellt. So entstanden pro Zahnprobe jeweils drei Replikas; eine nach dreiwöchiger Wasserlagerung, eine nach thermischer Belastung und eine weitere nach mechanischer Kausimulation.

#### 4.4 Quantitative Randanalyse im Rasterelektronenmikroskop

Um das Randverhalten der Kompositfüllungen anhand der Replikas im Rasterelektronenmikroskop<sup>17</sup> zu untersuchen, wurde die von ROULET et al. [1989] beschriebene Methode der computergestützten quantitativen Randanalyse verwendet. Bei 200-facher Vergrößerung erfolgte die Auswertung des gesamten Füllungsrandes segmentweise, wobei die absolute Füllungsrandlänge in die morphologisch unterschiedlichen Abschnitte Schmelz und Dentin unterteilt worden ist.

Die quantitative Auswertung der Randstrukturen basierte auf der in der Tabelle 4.1 bezeichneten Randkriterien nach BLUNCK [1987] und ROULET [1989]. In den Abbildungen 4.3 bis 4.11 sind jeweils Beispiele der verschiedenen Randqualitäten dargestellt.

Die einzelnen REM-Bilder der Randabschnitte wurden digitalisiert auf einen Personalcomputer transferiert. Durch die WinMes-Software<sup>29</sup> konnte jeder Füllungsabschnitt über eine definierte Strecke markiert und einer vorher bestimmten Randqualität zugeordnet werden. Anschließend addierte das Programm die Strecken gleicher Randqualität und errechnete den prozentualen Anteil jedes Bewertungskriteriums am gesamten Füllungsrand.

Die Replikas wurden nicht nach der Gruppeneinteilung, sondern in chronologischer Reihenfolge untersucht, um eine Beeinflussung während der Messungen zu verhindern.

Tab. 4.1: Kriterien der quantitativen Randanalyse im REM

Randqualität	Definition
Randqualität 1 „perfekter Rand“	Rand nicht oder kaum erkennbar keine Randunregelmäßigkeiten kein Randspalt
Randqualität 2	kein Randspalt Rand erkennbar geringe Randunregelmäßigkeiten
Randqualität 3	Kein Randspalt massive Randunregelmäßigkeiten
Randqualität 4 „Haarriss“	Randspalt erkennbar ( $< 2 \mu\text{m}$ ) keine Randunregelmäßigkeiten
Randqualität 5	Randspalt erkennbar ( $< 2 \mu\text{m}$ ) geringe Randunregelmäßigkeiten  <b>oder</b>  Randspalt deutlich erkennbar Randspalt $< 5 \mu\text{m}$ keine Randunregelmäßigkeiten
Randqualität 6	Randspalt $< 5 \mu\text{m}$ massive Randunregelmäßigkeiten Füllungsrandfraktur im Schmelz
Randqualität 7	Randspalt $> 5 \mu\text{m}$ mit und ohne Randunregelmäßigkeiten Schmelzrandfraktur
<p>Der Begriff Randunregelmäßigkeit beinhaltet:</p> <p>Porositäten, Füllungsmaterialfrakturen Aufwölbung bzw. Hervorquellen des Füllungsmaterials</p>	



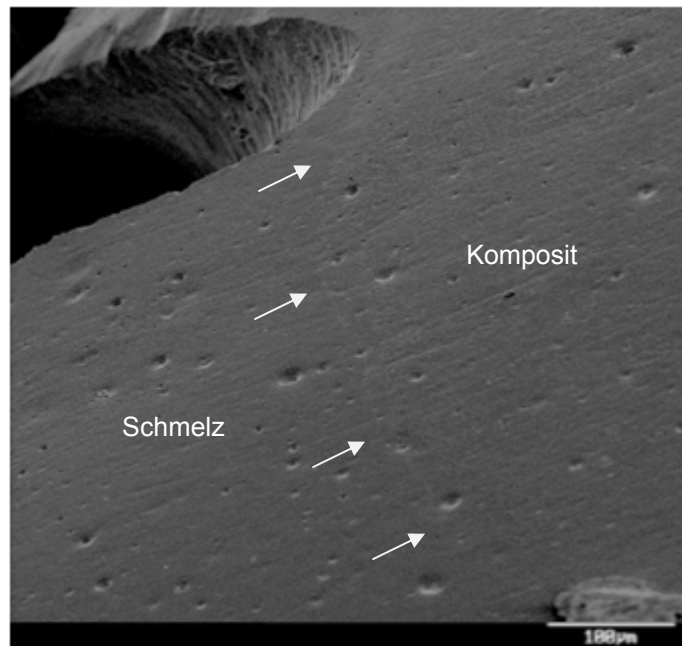


Abb. 4.2: Beispiel für die Randqualität 1, REM-Aufnahme (200x) eines Füllungsrandes, Pfeile stellen den Verlauf des Füllungsrandes dar

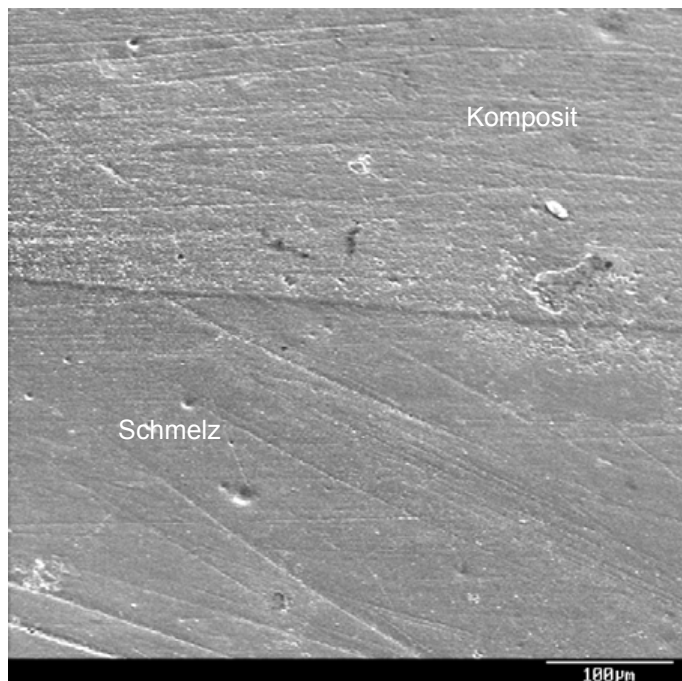


Abb. 4.3: Beispiel für die Randqualität 2, REM-Aufnahme (200x) eines Füllungsrandes

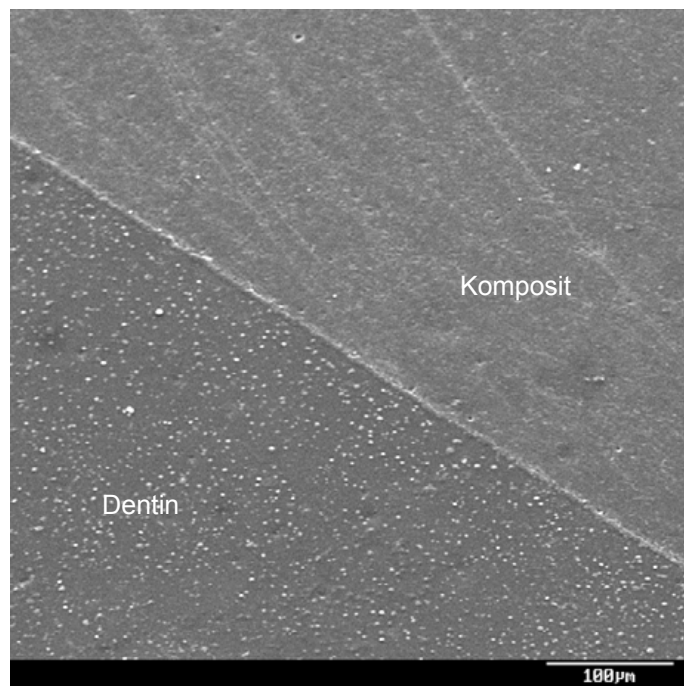


Abb. 4.4: Beispiel für die Randqualität 3, REM-Aufnahme (200x) eines Füllungsrandes

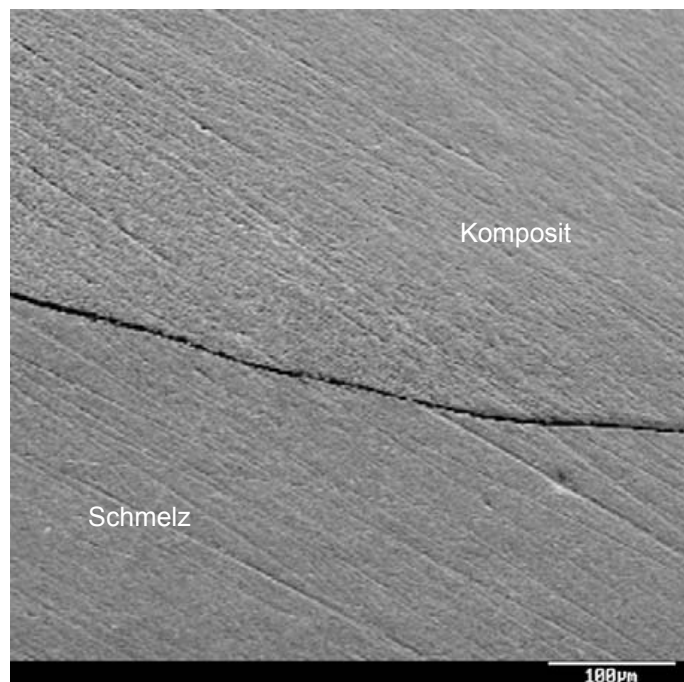


Abb. 4.5: Beispiel für die Randqualität 4, REM-Aufnahme (200x) eines Füllungsrandes

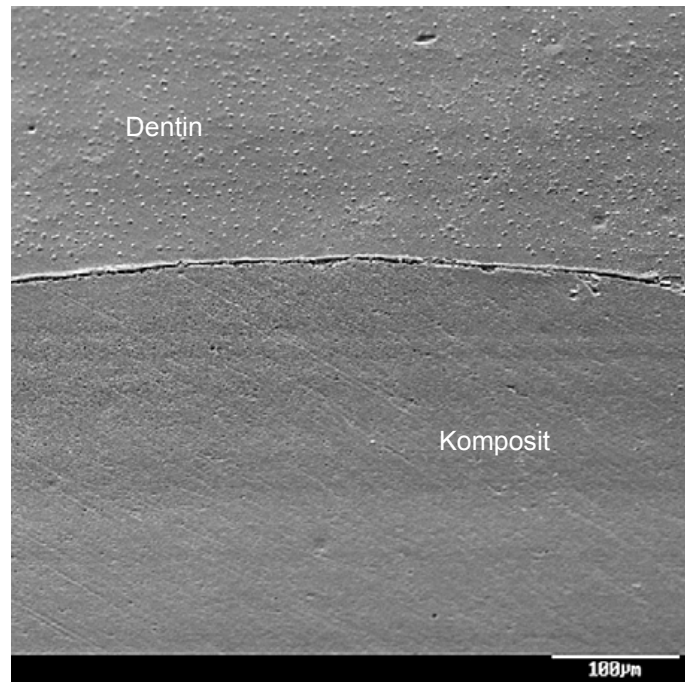


Abb. 4.6: Beispiel für die Randqualität 5, REM-Aufnahme (200x) eines Füllungsrandes

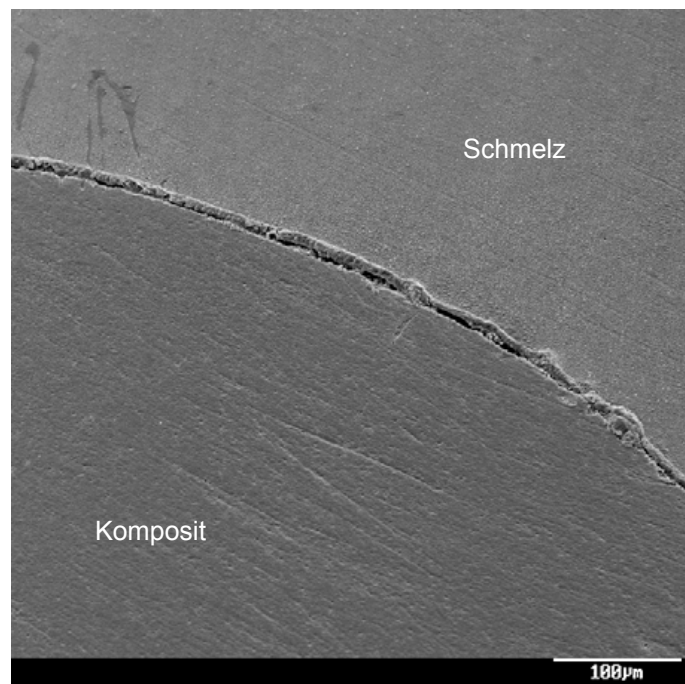


Abb. 4.7: Beispiel für die Randqualität 6, REM-Aufnahme (200x) eines Füllungsrandes

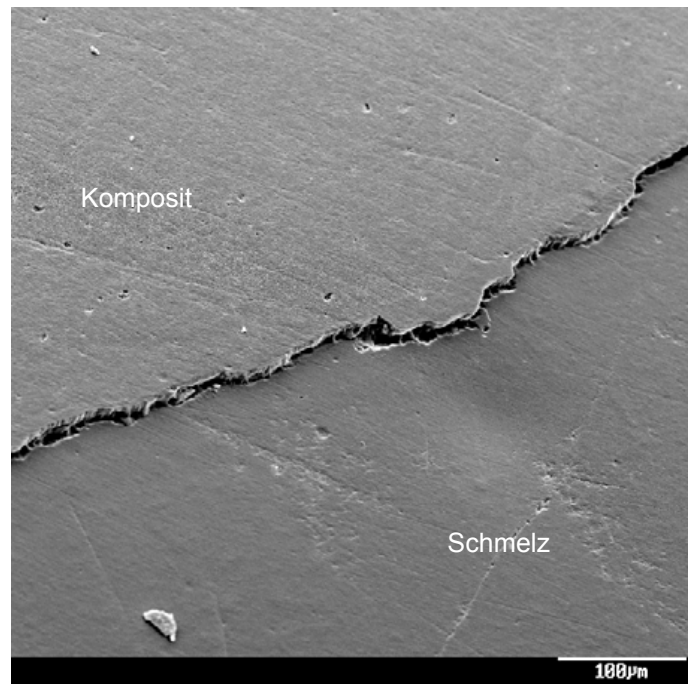


Abb. 4.8: Beispiel für die Randqualität 7, REM-Aufnahme (200x) eines Füllungsrandes

#### 4.4.1 Statistische Auswertung

Die oben genannten Bewertungskriterien (Tab. 4.1) wurden für die Auswertung der quantitativen Randanalyse teilweise zusammengefasst und nach dem Schulnotensystem bewertet. So werden unter der Note 1 die Randqualitäten 1 und 2, unter der Note 2 die Randqualität 3 und unter der Note 3 die Randqualität 4 zusammengefasst. Die Note 4 entspricht den Randqualitäten 5, 6 und 7. Der Wert „Spalt“ umfasst die Anteile der Randqualitäten 4, 5, 6 und 7.

Bei der Auswertung der Daten kam das SPSS-Programm<sup>30</sup> für Windows 6.0 unter der Anwendung non-parametrischer Tests zum Einsatz. Das Signifikanzniveau wurde auf 5 % ( $p < 0,05$ ) festgelegt. Zum Vergleich der Gruppen untereinander kam der KRUSKAL-WALLIS-Test mit BONFERRONI-Korrektur zur Anwendung. Zusätzlich erfolgte mit dem nicht-parametrischen Test nach WILCOXON für abhängige Daten ein Vergleich der Ergebnisse der Randanalyse nach Temperaturwechselbadbelastung und nach Kausimulation. Gruppenspezifische Unterschiede aller Gruppen im Vergleich wurden zusätzlich mit dem MANN-WHITNEY-Test dargestellt.

## 5 ERGEBNISSE

Die graphische Darstellung der Versuchsergebnisse aus der quantitativen Randanalyse erfolgte mittels Box-Plot-Diagrammen. Durch sie ist ein besserer Überblick über die Verteilung des Medians und somit auch bessere Vergleichsmöglichkeiten zwischen den einzelnen Gruppen möglich. In der Abbildung 5.1 ist der Aufbau eines Box-Plots näher erläutert.

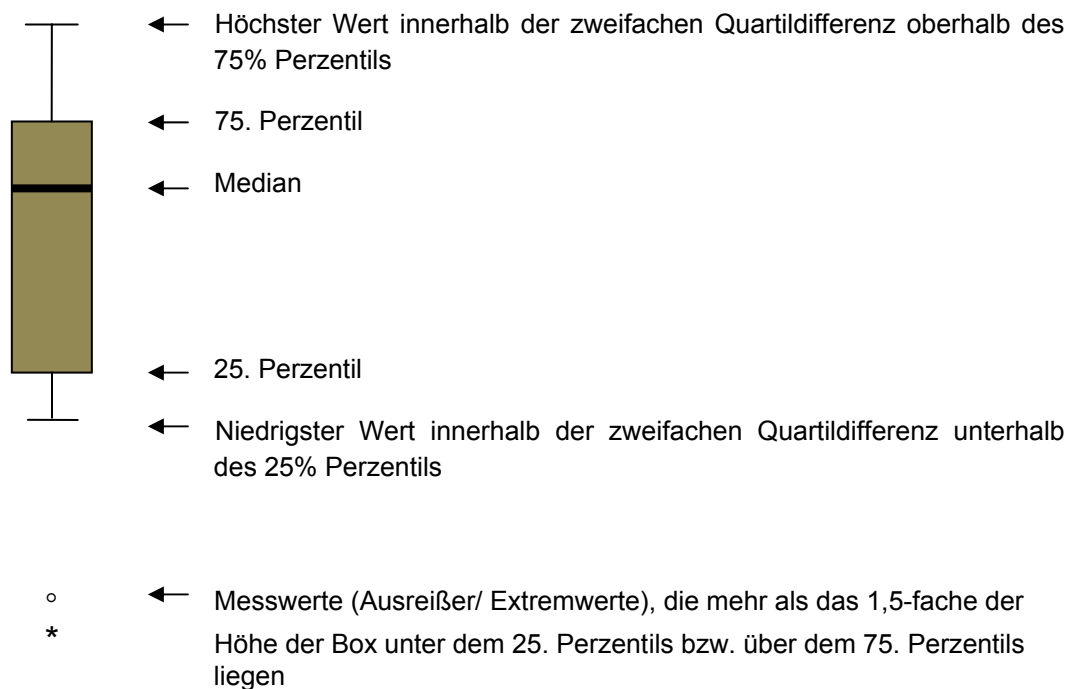


Abb. 5.1: Aufbau eines Box-Plots

## 5.1 Auswertung der Statistik

Es erfolgte zunächst eine Analyse der Randqualitäten (RQ) sowohl nach der Temperaturwechselbadbelastung (TWB,  $TM = 2$ ) als auch nach der mechanischen Belastung im Kausimulator (MK,  $TM = 3$ ) sowohl im Dentin als auch im Schmelz. Hierbei wurden die Randqualitäten der Kompositfüllungen bezüglich der prozentualen Anteile „kontinuierlicher Rand“ (Note 1) sowie der als „Spalt“ definierten Randqualitäten an der Gesamtrandlänge für die jeweiligen Randbereiche Schmelz und Dentin als auch für die verschiedenen Applikationsmodi verglichen.

### 5.1.1 Einfluss von TWB und MK auf die Randqualität im Schmelz und Dentin

Mit dem Kruskal-Wallis-Test wurden die Werte der positiven Kontrollgruppe (Gruppe 17; *OptiBond FL*) mit allen anderen Versuchsgruppen untereinander für den Anteil der „Note 1“, getrennt für die Auswertung im Dentin und im Schmelz, nach TWB und nach mechanischer Kausimulation verglichen.

Für die Auswertung im Dentin ergab dieser Test zunächst nach TWB keinen, jedoch nach mechanischer Belastung einen statistisch signifikanten Unterschied von  $p < 0,05$ . Im Schmelz konnte zu keinem Zeitpunkt ein signifikanter Unterschied in den Ergebnissen ermittelt werden.

### 5.1.2 Nachtestung mit Bonferroni

In der Bonferroni-Nachtestung wurde dann geprüft, welche Gruppen sich zum Zeitpunkt nach MK im Dentin voneinander statistisch signifikant unterscheiden. So zeigte die Gruppe 2 (10 s, AA2S) im Vergleich zu der Gruppe 17 einen signifikanten Unterschied. Dagegen verfehlte die Gruppe 1 (10 s, AA1S) im Vergleich zur Gruppe 2 mit einem Wert von  $p = 0,068$  nur knapp das Signifikanzniveau.

### 5.1.3 Einfluss von MK zusätzlich zu TWB im Schmelz und Dentin

Anschließend sollte nun mit dem Wilcoxon-Test der zusätzliche Einfluss der mechanischen Belastung (MK) innerhalb jeder einzelnen Gruppe in der jeweiligen Zahnhartsubstanz untersucht werden.

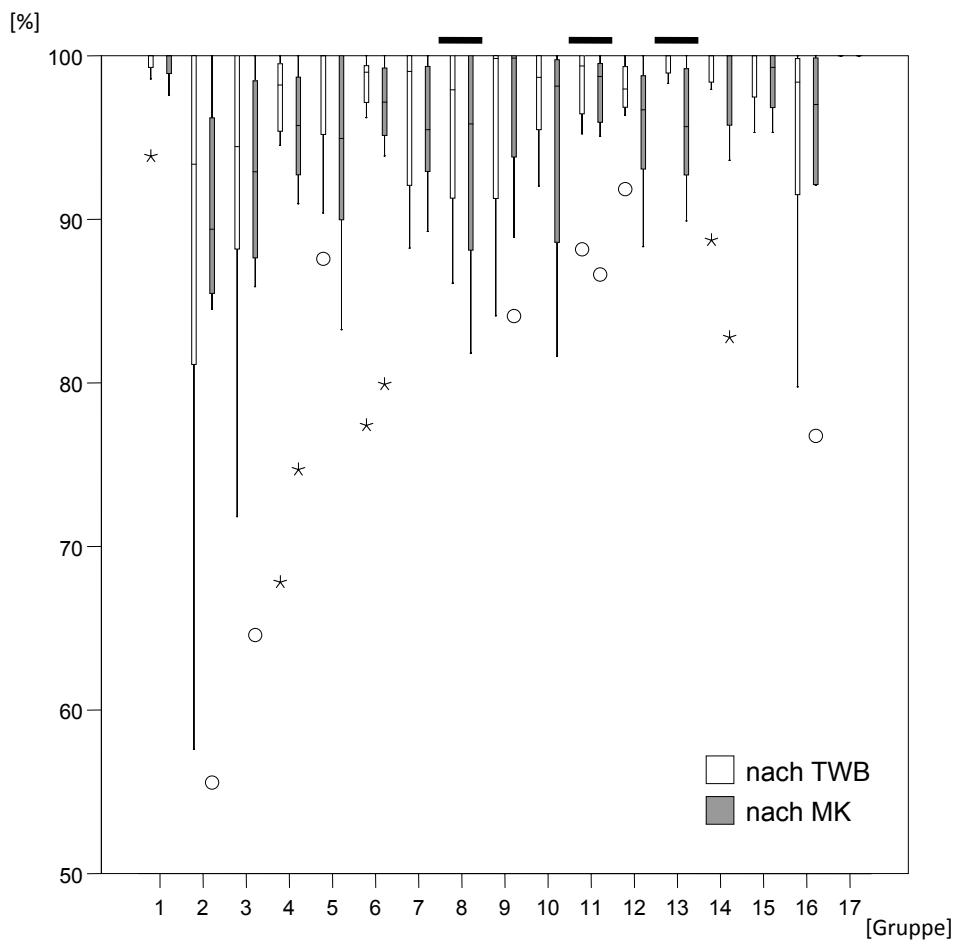


Abb. 5.2: Anteil der Note 1 in % des Füllungsrandes im Dentin nach TWB und nach mechanischer Belastung MK in den jeweiligen Gruppen; [o/\* = Ausreißer]; — p<0,05

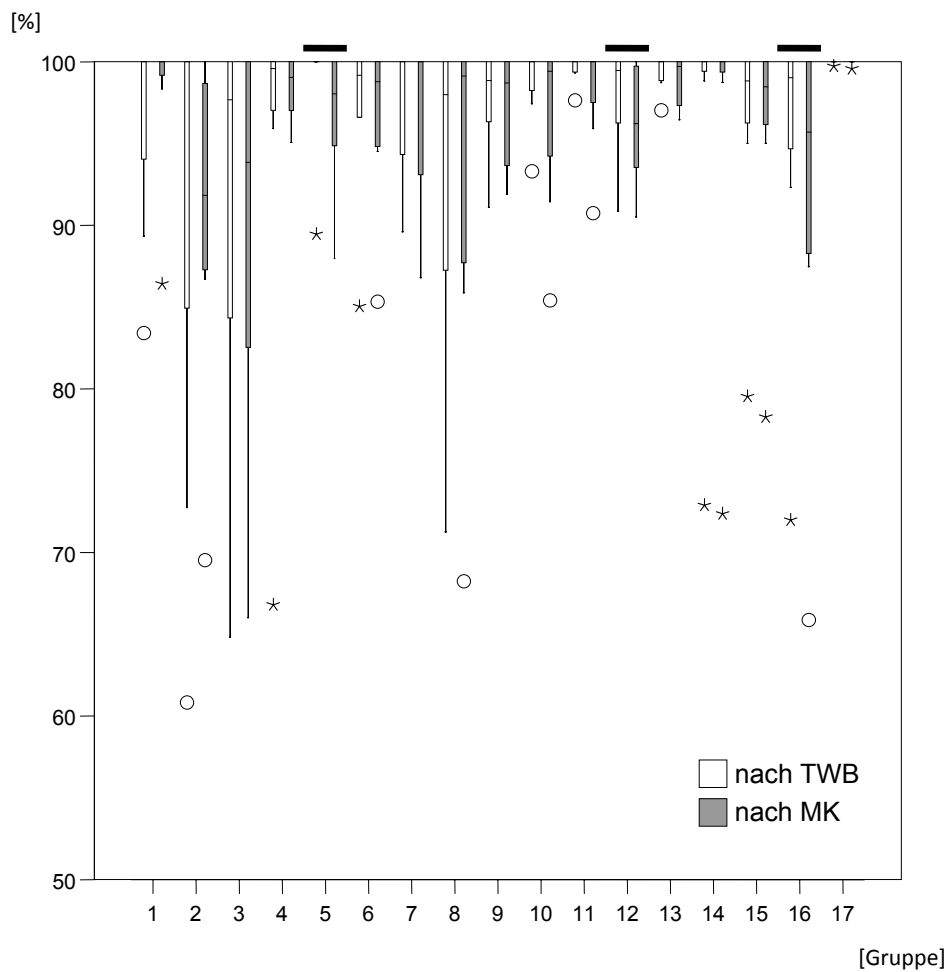


Abb.5.3: Anteil der Note 1 in % des Füllungsrandes im Schmelz nach TWB und nach mechanischer Belastung MK in den jeweiligen Gruppen. [o/\* = Ausreißer];  
 —  $p < 0,05$

Beim Vergleich der Ergebnisse des Wilcoxon-Tests in Abbildung 5.2 und 5.3 ist auch hier eine höhere Anzahl von statistisch signifikanten Unterschieden sowohl im Dentin als auch im Schmelz nach TWB und nach MK zu beobachten. Eine signifikante Verschlechterung ( $p < 0,05$ ) der Randqualität im Dentin (Abb. 5.2) nach der zusätzlichen mechanischen Belastung ergab sich für die Gruppen 11 (30 s, PA1S), 13 (40 s, AA1S), 3 (10 s, PA1S) und 8 (20 s, PA2S). Bei der Betrachtung der Ergebnisse im Schmelz (Abb. 5.3) fielen drei Gruppen auf, die unter dem Signifikanzniveau von 5 % ( $p < 0,05$ ) lagen: Die Versuchsgruppen 12 (30 s, PA2S), 5 (20 s, AA1S) und 16 (40 s, PA2S) zeigten ebenfalls mit jeweils  $p < 0,05$  Werte unterhalb des Signifikanzniveaus.



Des Weiteren haben die Gruppen 10 (30 s, AA2S) mit  $p = 0,068$ , 13 (40 s, AA1S) mit  $p = 0,066$  und 15 (40 s, PA1S) mit  $p = 0,068$  nur knapp das Signifikanzniveau verfehlt.

#### 5.1.4 Vergleich der unterschiedlichen Applikationsmodi im Schmelz und Dentin

Mit der Mann-Whitney-Testung erfolgte ein paarweiser Vergleich ausgesuchter Gruppen, um jeweils gezielt den Einfluss der Applikationsart, des Schichtmodus und der Zeit im Schmelz und Dentin der Füllungen auf die angestrebte Randqualität „kontinuierliche Rand“ zu beurteilen.

Wie in den Abbildungen 5.4 und 5.10 zu erkennen ist, gab es bei der nichtparametrischen Einzeltestung nur bei dem Vergleich der Gruppen 1 (10 s, AA1S) und 3 (PA1S) im Dentin statistisch signifikante Unterschiede. Nach TWB war bereits ein nah an dem Signifikanzlevel gelegener Wert von  $p = 0,064$  in Bezug auf die verschiedenen Applikationstechniken zwischen den Gruppen 1 und 3 und somit deren Auswirkung auf die Anteile an kontinuierlichen Rändern (Abb. 5.4) vorhanden. Nach der zusätzlichen mechanischen Belastung wurde ein statistisch signifikanter Unterschied von  $p < 0,05$  (Abb. 5.10) berechnet. Die gleichen Gruppen zeigten bei zweischichtiger Applikation keine statistisch signifikanten Differenzen.

Auch bei der Betrachtung der anderen Ergebnisse für die Randqualität RQ 1 ließen sich keine statistisch signifikanten Unterschiede feststellen. Somit scheint es bezüglich der Randqualität des Füllungsrandes keinen signifikanten Unterschied mehr zu machen, in welcher Art, in welcher Zeit und in wie vielen Schichten das Adhäsivsystem *Clearfil Tri-S Bond* in der jeweiligen Zahnhartsubstanz angewendet wird.

Der Einfluss der Applikationsmodi auf das Randverhalten ist in den Grafiken 5.4 bis 5.15 dargestellt:

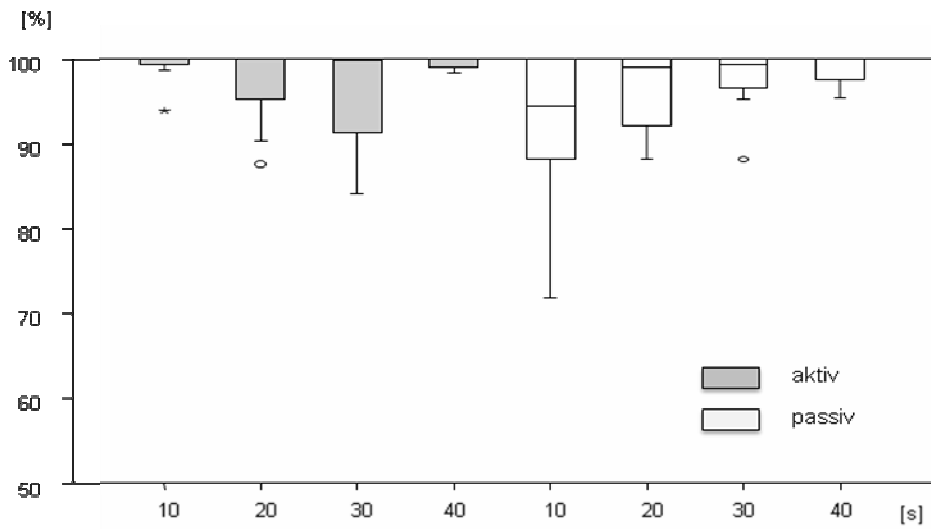


Abb. 5.4: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamttrandlänge im Dentin bei den Gruppen in aktiver / passiver Applikation in einer Schicht; Auswertung nach TWB; [°/\* = Ausreißer]

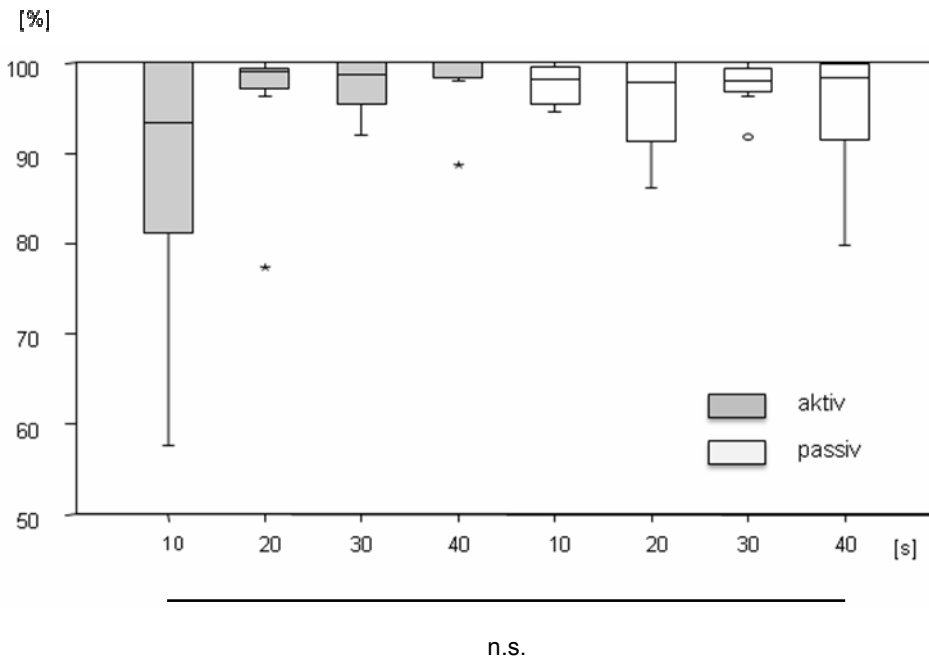


Abb. 5.5: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamttrandlänge im Dentin bei den Gruppen in aktiver / passiver Applikation in zwei Schichten; Auswertung nach TWB; [°/\* = Ausreißer]; n.s. = nicht signifikant ( $p > 0,05$ )

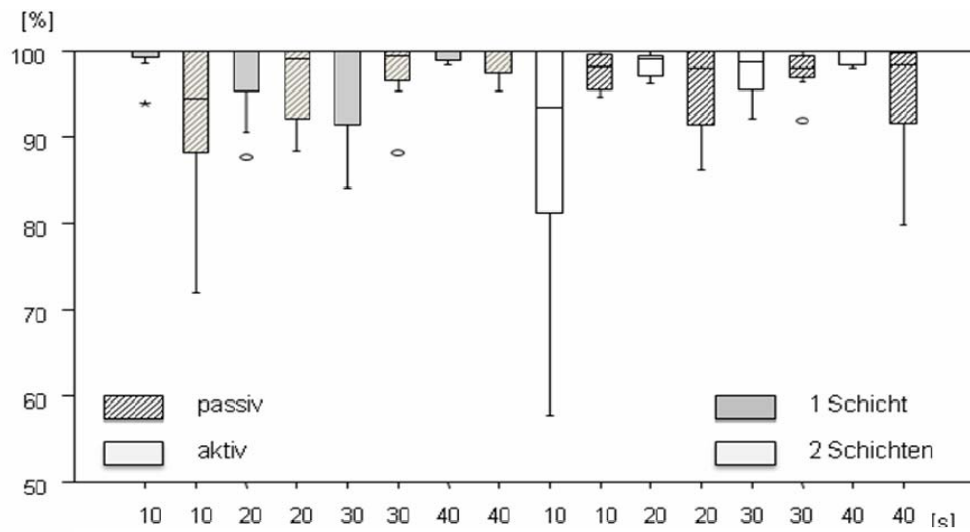
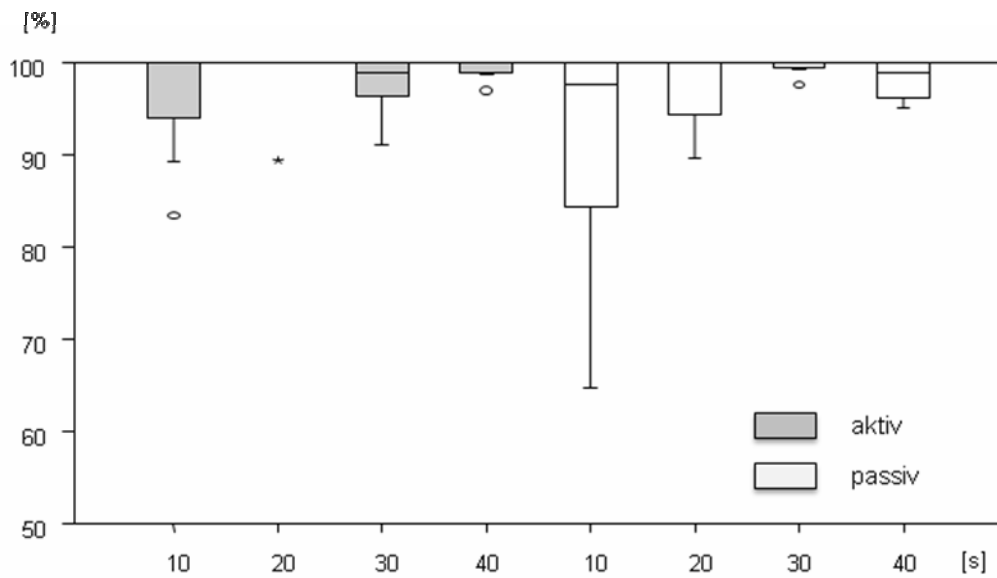


Abb. 5.6: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamtrandlänge im Dentin bei den Gruppen in aktiver / passiver, einschichtiger und zweischichtiger Applikation; Auswertung nach TWB; [°/\* = Ausreißer]



n.s.

Abb.5.7: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamtrandlänge im Schmelz bei den Gruppen in aktiver / passiver Applikation in einer Schicht; Auswertung nach TWB; [°/\* = Ausreißer]; n.s. = nicht signifikant ( $p > 0,05$ )

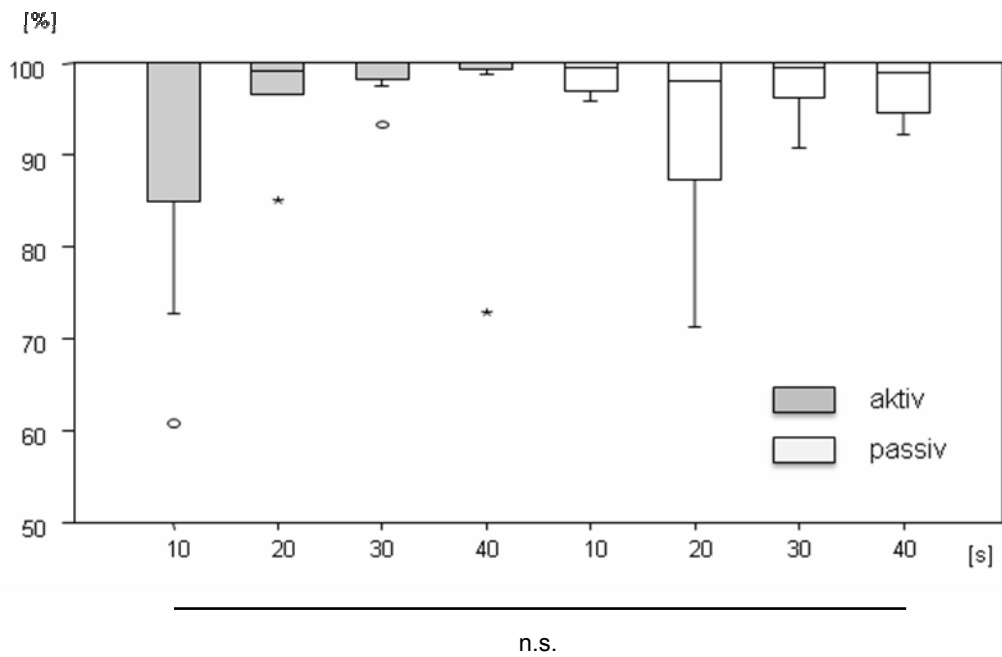


Abb. 5.8: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamttrandlänge im Schmelz bei den Gruppen in aktiver / passiver Applikation in zwei Schichten; Auswertung nach TWB; [\*/\* = Ausreißer]; n.s. = nicht signifikant ( $p > 0,05$ )

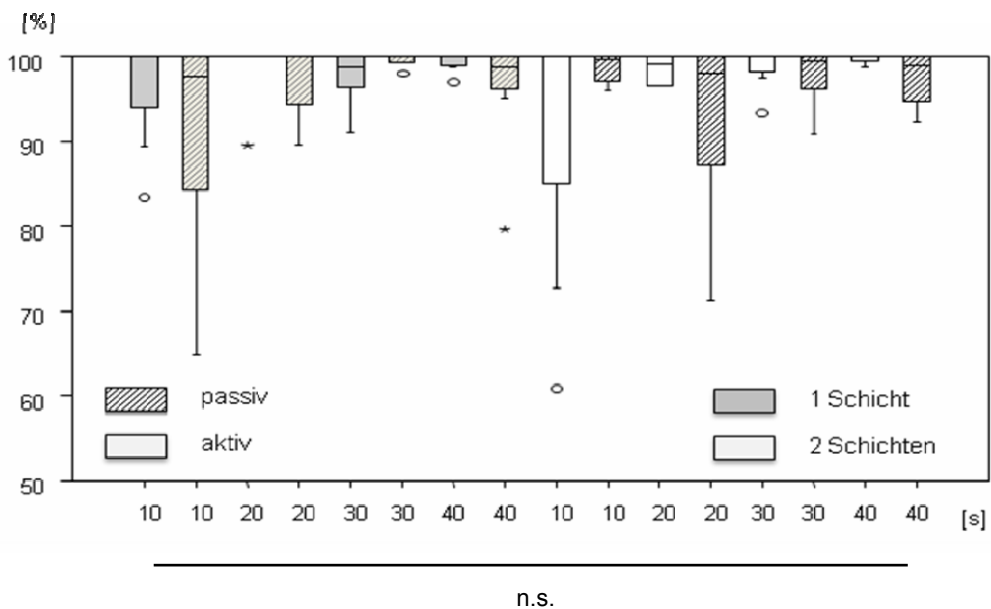


Abb. 5.9: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamttrandlänge im Schmelz bei den Gruppen in aktiver / passiver, einschichtiger und zweischichtiger Applikation; Auswertung nach TWB; [\*/\* = Ausreißer]; n.s. = nicht signifikant ( $p > 0,05$ )

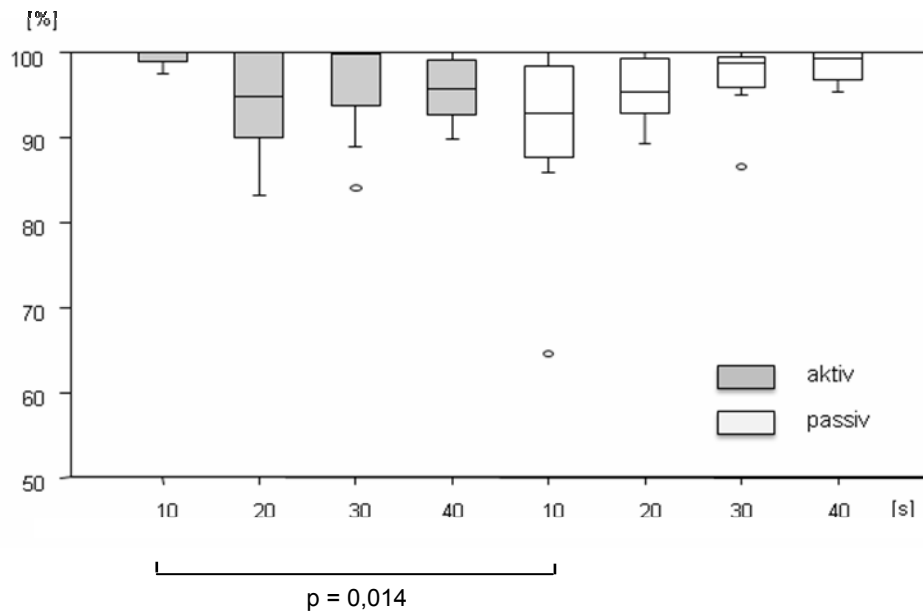


Abb. 5.10: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamttrandlänge im Dentin bei den Gruppen in aktiver / passiver Applikation in einer Schicht; Auswertung nach MK; [°/\* = Ausreißer]; ⊔ = p<0,05

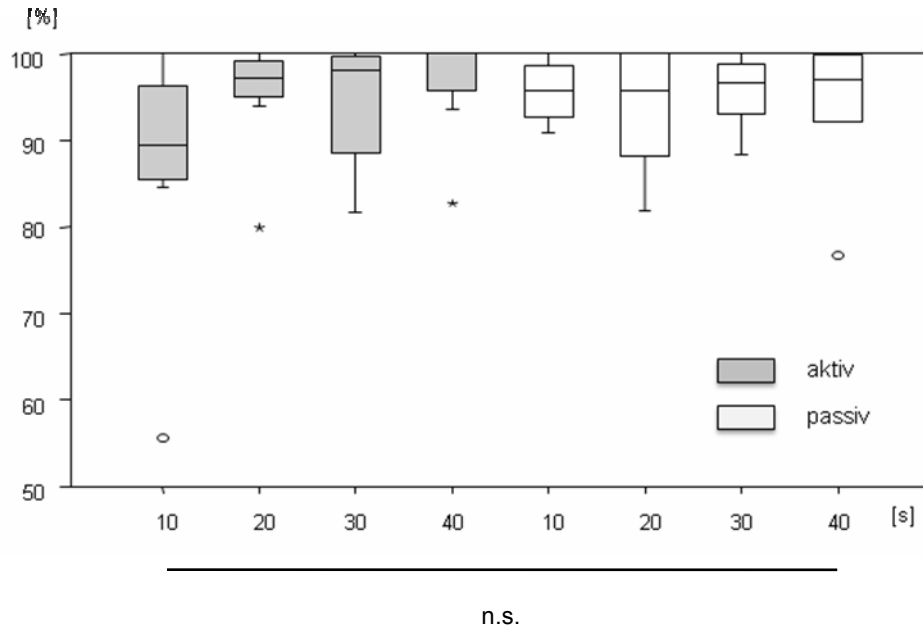


Abb. 5.11: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamttrandlänge im Dentin bei den Gruppen in aktiver / passiver Applikation in zwei Schichten; Auswertung nach MK; [°/\* = Ausreißer]; n.s. = nicht signifikant (p>0,05)

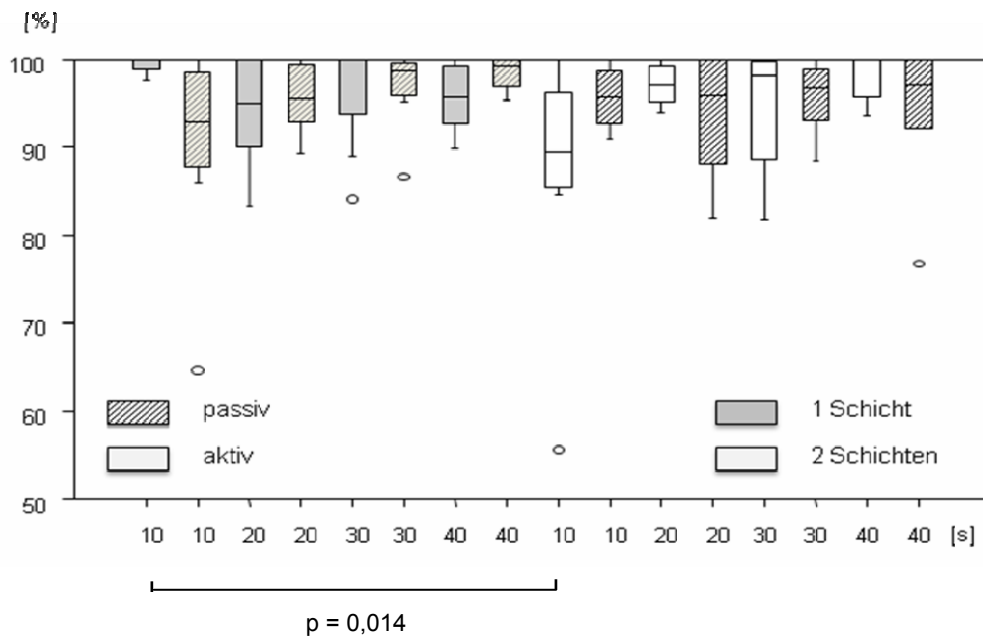


Abb. 5.12: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamttrandlänge im Dentin bei den Gruppen in aktiver / passiver, einschichtiger und zweischichtiger Applikation; Auswertung nach MK; [°/\* = Ausreißer];  $\text{—}$  =  $p < 0,05$

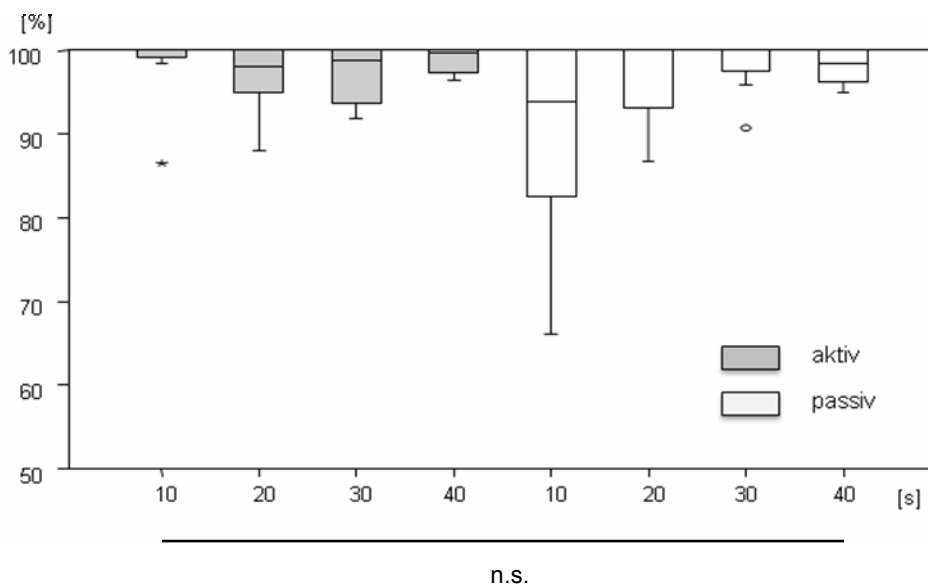


Abb. 5.13: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamttrandlänge im Schmelz bei den Gruppen in aktiver / passiver Applikation in einer Schicht; Auswertung nach MK; [°/\* = Ausreißer]; n.s. = nicht signifikant ( $p > 0,05$ )

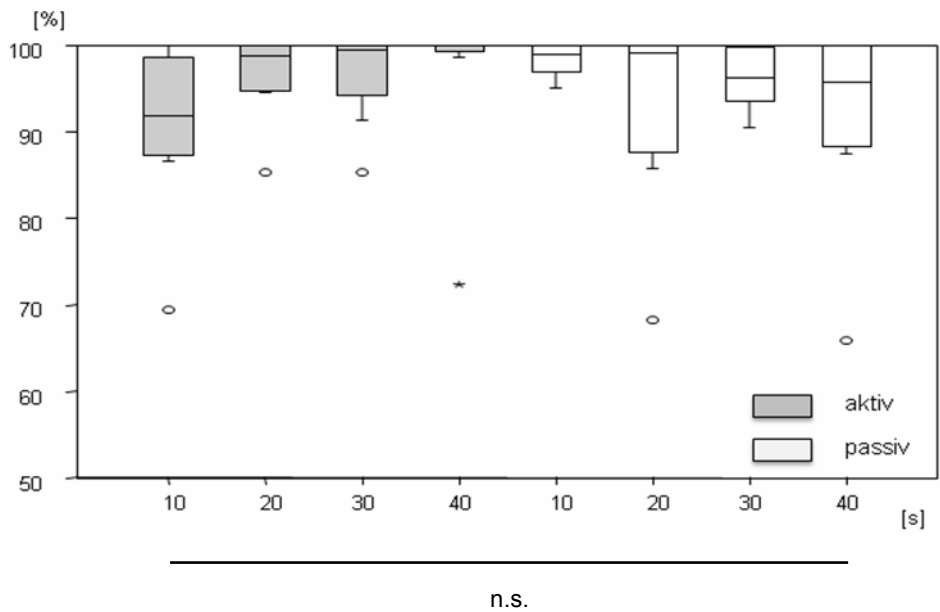


Abb.5.14: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamtrandlänge im Schmelz bei den Gruppen in aktiver / passiver Applikation in zwei Schichten; Auswertung nach MK; [°/\* = Ausreißer]; n.s. = nicht signifikant ( $p > 0,05$ )

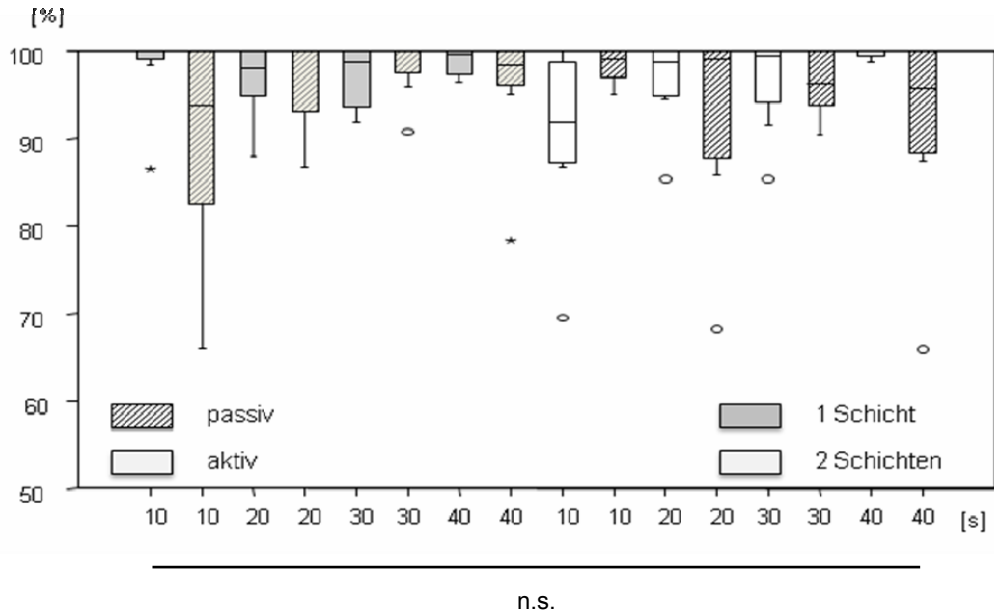


Abb. 5.15: Anteile der Randqualität RQ 1 in % der Gesamtrandlänge im Schmelz bei den Gruppen in aktiver / passiver, einschichtiger und zweischichtiger Applikation; Auswertung nach MK; [°/\* = Ausreißer]; n.s. = nicht signifikant ( $p > 0,05$ )

#### 5.1.5 Einzeltestung von *OptiBond FL* und *Clearfil Tri-S Bond*, appliziert nach Herstellerangaben

Da sich bei der Durchführung von multivariaten Varianzanalysen, bedingt durch die große Gruppenzahl, größere Unschärfen bezüglich der statistischen Ergebnisse ergeben, wurde hier mittels Mann-Whitney-Testung die Kontrollgruppe (Gruppe 17) mit der Gruppe 7 (20 s, PA1S) verglichen, die streng nach Herstellerangaben verwendet worden ist. Hierbei sollten Unterschiede der Randqualitäten der Kompositfüllungen bezüglich der prozentualen Anteile der Randqualität „kontinuierlicher Rand“ (Note 1) der beiden Adhäsivsysteme im Dentin zum Zeitpunkt nach TWB und MK direkt miteinander verglichen werden, um so eine vergleichende Aussage über die Wirksamkeit beider Bondingsysteme machen zu können. Die Analyse ergab sowohl nach TWB als auch nach mechanischer Belastung einen signifikanten Unterschied von  $p < 0,05$ . Im Schmelz konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen den Ergebnissen der beiden Gruppen ermittelt werden. Anhand der statistischen Ergebnisse ist die Gruppe 17 unter Verwendung des Etch&Rinse-Systems OptiBond FL als das suffizientere Adhäsivsystem hervorgegangen.



## 5.2 Zusammenfassung der Ergebnisse

- Die Applikationsart des Adhäsivsystems *Clearfil Tri-S Bond* zeigte nur einen geringen Einfluss auf die Randqualität. Bei einschichtiger Anwendung im Dentin und bei einer Anwendungszeit von 10 s zeigen sich im Vergleich zu der Anwendung nach Herstellerangaben statistisch signifikant geringere Anteile der Randqualität „kontinuierlicher Rand“. Hier scheint die aktive Applikation gegenüber der passiven in Bezug auf einen perfekten Rand überlegen zu sein.
- Bei längeren Applikationszeiten von *Clearfil Tri-S Bond* für 30 und 40 s und damit über die vom Hersteller in der Bedienungsanleitung empfohlenen 20 s hinaus zeigten sich keine weiteren Vorteile bezüglich der Effektivität des getesteten Adhäsivsystems auf die Randqualität im Schmelz und Dentin gezeigt.
- Das getestete selbst-ätzende Ein-Flaschen-Adhäsivsystem weist durchweg gute Ergebnisse auf, ist aber der Kontrollgruppe mit *OptiBond FL* mit Phosphorsäure-Ätzung von Schmelz und Dentin sowie separater Applikation von Primer und Adhäsiv in Bezug auf die Häufigkeit an perfekten Ränder im Dentin klar unterlegen.

## **6 DISKUSSION**

### **6.1 Material und Methode**

Da von der Abdichtung des Pulpa-Dentin-Komplexes gegen Bakterien und deren Toxine der Erfolg einer Füllungsrestauration bestimmt wird, gehört die Überprüfung der Randqualität zu den standardisierten Verfahren bei In-vitro-Untersuchungen [Brännström und Nyborg 1971, Bergenholtz 1982, Cheung 1990b, Ciucchi et al. 1990, Blunck und Roulet 1997, Dietrich et al. 1999, Lösche 1999, Szep et al. 2001, Blunck und Roulet 2002, Ernst et al. 2004].

Es stehen prinzipiell zwei standardisierte Verfahren zur Verfügung, um die Randqualität von Restaurationen beurteilen zu können: Die Beurteilung nach funktionellen oder morphologischen Kriterien [Roulet 1987, Roulet 1988].

Zu den funktionellen Methoden gehören u.a. Farbstoffpenetrationstests und bakteriologische und elektrochemische Testverfahren sowie die Erzeugung von artifizieller Karies. Die visuelle und taktile klinische Beurteilung und quantitative Randanalyse mittels REM hingegen gehört zu den morphologischen Verfahren. Obwohl alle diese Verfahren methodische Defizite aufweisen [Roulet 1994], hat sich jedoch die quantitative Randanalyse in Verbindung mit der Replikatechnik als bewährte Methode zur Untersuchung von adhäsiven Restaurationen bewährt und manifestiert [Roulet 1978, Lutz et al. 1984, Roulet 1987, Noack 1988a, Noack 1988b, Blunck 1989, Krejci und Lutz 1991].

Vorteile und Grund ihrer verbreiteten Anwendung sind die gut reproduzierbare und präzise Bestimmung der Randqualitäten ohne Zerstörung oder Veränderung der Proben, so dass sie sowohl für Verlaufsstudien als auch für In-vitro- und In-vivo-Studien geeignet sind.

#### **6.1.1 Auswahl und Lagerung der Zähne**

Als Proben wurden menschliche extrahierte mittlere obere Incisivi der zweiten Dentition verwendet. Bei der Auswahl der Zähne war die Kariesfreiheit der Labialfläche ausschlaggebend. Sie wurden randomisiert auf die 17 Gruppen

verteilt und zur Verteilung eines Übungseffektes auf alle Gruppen bei der Präparation und dem Legen der Füllung in numerischer Reihenfolge bearbeitet. Der genaue Extraktionszeitpunkt sowie das Alter der Zähne waren nicht bekannt. Untersuchungen haben gezeigt, dass weder bei verschiedenen Lagerungszeiten [Williams und Svare 1985, Mitchem und Gronas 1986, Pashley et al. 1988b, Crim 1989, Goodis et al. 1993] noch bei unterschiedlich alten Proben [Mixson et al. 1993] signifikante Auswirkungen in Bezug auf das Randverhalten von Füllungen und auf die Haftfestigkeit festzustellen sind. Aufgrund der Tatsache, dass unterschiedliche Lagerbedingungen der Probenzähne die jeweiligen Ergebnisse beeinflussen können, wurden alle in dieser Studie benutzten Probenzähne während der gesamten Dauer der Versuche in einer 0,5-%igen Chloraminlösung aufbewahrt.

### **6.1.2 Lage der Kavität und Kavitätendesign**

Um eine optimale Vergleichsmöglichkeit zwischen aber auch innerhalb der einzelnen Gruppen im Schmelz und Dentin zu ermöglichen, wurden Klasse-V-Kavitäten für diese Studie verwendet. Die Ausdehnung und das Design der Kavitäten orientierten sich an der zu erwartenden Größe klinischer Zahnhalskavitäten sowie an schon in anderen Studien verwendeten und bewährten Ausmaßen [Blunck 1988, Blunck 1989, Blunck und Roulet 1989, Krejci und Lutz 1991, Krejci et al. 1993, Haller et al. 1995, Blunck 1997].

Die schmelzbegrenzenden Ränder wurden zur verbesserten marginalen Adaptation angeschrägt. Im Dentin hingegen erfolgte eine rechtwinklige Präparation, da eine Optimierung der Randqualität durch eine mögliche Anschrägung nicht zu erwarten ist [Seichter 1986, Blunck 1988, Blunck und Roulet 1996]. Da die Kontraktionsspannungen im Komposit entscheidend von dem Verhältnis der gebundenen zur ungebundenen Oberfläche (C-Faktor) abhängig sind [Davidson 1986, Feilzer et al. 1987], wurde auf eine exakte Einhaltung der Kavitätenmaße besonderen Wert gelegt.

### 6.1.3 Auswahl und Verarbeitung der Materialien

Das für die Untersuchung ausgewählte Adhäsivsystem *Clearfil Tri-S-Bond* der Firma Kuraray ermöglicht die gleichzeitige Vorbehandlung von Dentin und Schmelz in nur einem Arbeitsschritt, weil es die Aufgaben des Konditionierers, des Primers und des Adhäsivs in nur einem Produkt vereinigt. Das Adhäsivsystem wurde in Kombination mit einem Hybridkomposit eines anderen Herstellers verarbeitet. LUTZ et al. [1993] empfehlen zwar für die Sicherstellung und Abstimmung der Einzelkomponenten die Kombination von einem Adhäsivsystem mit einem Hybridkomposit desselben Herstellers, KLEBER et al. [2002] konnten aber dagegen belegen, dass bei der vollständigen Anwendung eines Adhäsivsystems nach Herstellerangaben eine komplikationslose freie Kombinationsmöglichkeit mit etwaigen lichthärtenden Kompositmaterialien besteht.

Die Verarbeitung und Insertion der Füllungen erfolgte streng nach den Herstellerangaben. So wurde das Komposit in einer mehrschichtigen Applikationstechnik in die Kavität gebracht, um das Phänomen der polymerisationsbedingten marginalen Randspaltbildung zu kompensieren [Lutz et al. 1986, Davidson 1986, Hassan et al. 1987, Cheung 1990a, Eakle und Ito 1990] und eine gleichmäßige Durchstrahlung und somit Auspolymerisation des Kompositmaterials zu gewährleisten [Hassan et al. 1987, Blunck 1988].

Ein-Flaschen-Adhäsivsysteme weisen aufgrund der Komplexität der jeweiligen Aufgaben (Konditionierung, Primern, Bonden, Lagerfähigkeit) und Ausführung durch den Anwender eine erhöhte Fehleranfälligkeit auf [Perdigão 2005]. Deshalb wurde das selbstkonditionierende Primer-Adhäsiv unter Einbeziehung entsprechend klinischer Verarbeitungsfehler, wie eine Unterschreitung bzw. Überschreitung der vom Hersteller empfohlenen Applikationszeit, angewendet. Dabei kamen bewusst auch als fahrlässig zu bezeichnende Abweichungen von den Herstellerangaben zur Anwendung, um diese sowohl mit weniger schwerwiegenden Fehlern als auch mit der Kompensationsmöglichkeit des Produktes vergleichen zu können. Im Zuge der Ermittlung der Fehleranfälligkeit des Adhäsivs wurde untersucht, ob durch eine mehrmalige und oder längere Applikation des Produktes eine Steigerung der Randadaptation möglich ist.

Die jeweiligen Auswirkungen dieser verschiedenen Vorgehensweisen sollten miteinander verglichen werden.

Um Unstimmigkeiten in Bezug auf das Kompositmaterial sowie die einzelnen Belastungen und Lagerung der Zähne auf die Randständigkeit der Füllungen zu widerlegen, wurde eine positive Kontrollgruppe mituntersucht. Hierbei kam das als Goldstandard geltende Adhäsivsystem *Optibond FL* zum Einsatz [Ernst 2001, Frankenberger 2002, Rathke 2002], das genau nach Herstellerangaben angewendet worden ist.

#### **6.1.4 Ausarbeitung und Politur**

Die materialgerechte Politur ist für den Erfolg einer Restauration zwingende Voraussetzung. Raue, unpolierte Füllungsoberflächen oder Überschüsse sind zu vermeiden, da durch die erhöhte Plaqueakkumulation wegen der Gefahr der Etablierung von Sekundärkaries und der Irritation des parodontalen Halteapparates der Erfolg der Füllungstherapie gefährdet ist [Weitman und Eames 1975].

So kamen bei der Ausarbeitung und Politur der Kompositfüllungen flexible aluminiumoxid-beschichtete Scheiben mit dem Ziel, einen kontinuierlichen Übergang zwischen Komposit und Zahnhartsubstanz zu schaffen, zum Einsatz. Die Politur mit den *Soflex®*-Scheiben ermöglicht einen gleichmäßigen Abtrag von organischer Matrix und anorganischen Füllkörpern, so dass eine effektive Glättung des Füllungsmaterials unter gleichzeitiger Schonung der Zahnhartsubstanz möglich ist [Lutz et al. 1983, Serio et al. 1988, Wilson et al. 1990, Schmid et al. 1991, Stoddard und Johnson 1991]. Der Entfernung von marginalen Überschüssen wurde dabei besondere Beachtung geschenkt, um eine adäquate und eindeutige Beurteilung des Füllungsrandes unter dem Rasterelektronenmikroskop und die anschließende Auswertung gewährleisten zu können.

### **6.1.5 Wasserlagerung**

Die durch die Aufnahme von Wasser in der organischen Phase von Kompositen bedingte hygroskopische Expansion kann die polymerisationsbedingte Schrumpfung zum Teil kompensieren [Hansen und Asmussen 1989, Feilzer et al. 1990a, Koike et al. 1990].

Um eine Verfälschung oder Überlagerungsphänomene mit der nachfolgenden thermischen Wechselbelastung zu vermeiden, wurden die Zähne nach Ausarbeitung und Politur für einen Zeitraum von 21 Tagen in Wasser gelagert. Es ist davon auszugehen, dass die hygroskopische Expansion des Komposits nach diesem Zeitraum weitestgehend abgeschlossen ist [Hansen 1982, Hansen und Asmussen 1989, Feilzer et al. 1990b].

### **6.1.6 Thermische Wechselbelastung**

In der Mundhöhle sind Zähne und Restaurationen durch die Aufnahme heißer und kalter Speisen ständigen Temperaturschwankungen von bis zu 50°C ausgesetzt [Crim et al. 1987, Momoi et al. 1990].

Aufgrund der unterschiedlichen thermischen Expansionskoeffizienten von Kompositmaterial und Zahnhartsubstanz kommt es zu Spannungen an den Grenzflächen von Füllungswerkstoff und Zahn. Daraus resultiert eine Gefährdung der marginalen Integrität der Füllung [Stettmaier et al. 1978]. So konnte in zahlreichen Studien eine durch die thermische Wechselbelastung induzierte Verschlechterung der Randqualität in Form von Randspaltbildung, Füllungsrand- und Schmelzrandfrakturen nachgewiesen werden [Bauer und Henson 1984, Lutz 1984, Momoi et al 1990, Schuckar und Geurtsen 1997, Blunck und Roulet 1997].

Die Belastungsdauer von 2000 Zyklen stimuliert eine In-vivo-Tragedauer von zwei Jahren und die damit verbundenen Auswirkungen auf die Randqualität. So gelten Temperaturwechselbelastungen als realistische und kritische Beurteilungsmethode für die Qualität von Füllungsrandern [Roulet 1987].

### **6.1.7 Mechanische Belastung im Kausimulator**

Um eine möglichst genaue Aussage über das Verhalten von Füllungsmaterialien im Mund treffen zu können, muss deren Reaktion unter den dort auftretenden Dauerbelastungen geprüft werden. So ist es für In-vitro-Studien über die marginale Adaptation von Füllungen sinnvoll, eine Simulation der physiologischen, kaufunktionalen Belastung durchzuführen und sich nicht nur auf die qualitative Randanalyse nach Wasserlagerung und thermischer Wechselbadbelastung zu beschränken (Da Cuna Mello et al. 1997, Hannig und Bott 2000).

Mit der okklusalen Druckbelastung ist es somit möglich, die Relevanz etwaiger unzureichender mechanischer Eigenschaften des Füllungsmaterials für Ermüdungserscheinungen entlang der Verbundgrenze zur Zahnhartsubstanz aufzudecken. In diesem Zusammenhang ist der computergestützte multifunktionale Kausimulator für den In-vitro-Prüfzyklus ein besonders wichtiges Instrument, da er die Untersuchung von dentalen Restaurationen unter klinikähnlichen Bedingungen erlaubt.

### **6.1.8 Replikatechnik und quantitative Randanalyse**

Durch die segmentweise Beurteilung des gesamten Füllungsrandes in 200-facher Vergrößerung und die morphologische Einteilung anhand vorher definierter Bewertungskriterien, kann eine genaue Objektivierbarkeit und Quantifizierung der Ergebnisse erreicht werden [Roulet et al. 1989, Blunck 1989]. KOSTKA [1997] weist allerdings darauf hin, dass der rasterelektronischen Auswertung bei einer 200-fachen Vergrößerung Grenzen gesetzt sind und so kleinste marginale Veränderungen und Randspalten übersehen werden.

Um eine bessere Vergleichsmöglichkeit mit vorangegangenen Probenuntersuchungen und eine interpersonelle Reproduzierbarkeit der Resultate zu

gewährleisten, wurde eine Kalibrierung des Untersuchers mit dem Betreuer vorgenommen.

In dieser Studie wurde sowohl nach 21-tägiger Wasserlagerung und Temperaturwechseladbelastung als auch nach mechanischer Belastung im Kausimulator die Qualität der Füllungsänder beurteilt. Hierzu wurden nach den jeweiligen Belastungstests Replika angefertigt. Die hohe Detailgenauigkeit der verwendeten additionsvernetzenden Silikonabformmassen und das gute Fließverhalten des Epoxidharzes erlaubt eine originalgetreue Wiedergabe der zu untersuchenden Oberflächen mittels der Replikatechnik [Grundy 1971, Pantke 1990].

Die sieben Beurteilungskriterien wurden in vier Noten zusammengefasst. Da die Übergänge zwischen den Randqualitäten 1 und 2 klinisch nicht relevant sind, ist diese simplifizierte Einteilung sinnvoll [Blunck 1987]. Weil der Begriff „Randspalt“ für das Versagen des adhäsiven Verbundes zwischen Füllungsmaterial und Zahnhartsubstanz steht, ist auch hier die Zusammenfassung der Randqualitäten 4, 5, 6 und 7 naheliegend. Es wurde nur das Beurteilungskriterium der Randqualität 1 „Note 1“ zu den statistischen Auswertungen herangezogen, da dieses nach den vorangegangenen Kriterien als klinischer Erfolg des Adhäsivsystems zu bewerten ist. Aufgrund der vorher definierten Randqualitäten nach BLUNCK [1987] und ROULET [1989] ist somit ein sicherer Ausschluss eines Randspaltes gegeben, da per definitionem auch keine Randunregelmäßigkeiten, wie bei den Randkriterien 2 und 3, vorhanden sind, unter denen sich ein beginnender Randspalt verbergen könnte und es so zu einer möglichen Verfälschung der Ergebnisse hätte kommen können.



## 6.2 Diskussion der Ergebnisse

Im Focus dieser In-vitro-Studie stand die Evaluation des Einflusses von unterschiedlichen Applikationsmodi für das Adhäsivsystem *Clearfil Tri-S Bond* auf die marginale Integrität von dentin- und schmelzbegrenzten Klasse -V-Kompositrestaurationen.

Die Auswertung der Randverhältnisse im Schmelz und Dentin unter Anwendung des selbst-ätzenden Adhäsivsystems wurde nach einer Wasserlagerung und zwei aufeinanderfolgenden Belastungsphasen – Temperaturwechselbadbelastung (TWB) und mechanische Kausimulation (MK) – miteinander statistisch verglichen. Hierbei ergaben sich bei der statistischen Auswertung der Daten signifikante Unterschiede ( $p < 0,05$ ) der Randqualität „Note 1“. Diese bezogen sich auf den Applikationsmodus, die Anzahl der Applikationsschichten und die Applikationszeit im Dentin und im Schmelz.

### 6.2.1 Einfluss der Anwendung

#### 6.2.1.1 Einfluss der Applikationszeit

Bei der Versuchsdurchführung wurden verschiedene Applikationszeiten bei dem selbst-ätzenden Adhäsiv angewendet, die die vom Hersteller angegebene Zeit sowohl unter- als auch deutlich überschritten. Hiermit sollte getestet werden, ob es bei einer kürzeren Anwendungsdauer zu schlechteren bzw. bei einer längeren Applikationszeit zu signifikant besseren Ergebnissen bezüglich der Randbeschaffenheit kommt. Bei der Auswertung wurde generell nur ein geringerer Anteil an „perfekten Rändern“ bei den Gruppen festgestellt, die die vom Hersteller angegebene Verarbeitungszeit von 20 s unterboten. Dies bezog sich allerdings auch nur auf das Dentin, bei einer passiven Applikation und nur, wenn das Adhäsiv in einer Schicht appliziert wurde. Dass bei der Bonferroni-Nachtestung die Gruppe 1 mit einer aktiven Applikation (AA) in einer Schicht (1S) und einer Verarbeitungszeit von 10 s bessere Ergebnisse hinsichtlich des marginalen Füllungsrandes RQ 1 aufweist als die Gruppe 2 (10 s, AA2S),

scheint unlogisch. Geht man davon aus, dass bei einer zu kurzen Einwirkzeit des selbst-ätzenden Adhäsivs die einzelnen Arbeitsschritte nur unzureichend zum Tragen kommen, so müssten bei einer nochmaligen Anwendung des Präparates bessere Haftwerte zu erwarten sein. Ein systematischer Fehler oder die Folgen eines etwaigen Übungseffektes bei der Anwendung können durch die vorangegangene willkürliche Randomisierung der Zähne ausgeschlossen werden, da die Zähne in der numerischen Reihenfolge und nicht gruppenweise bearbeitet wurden. Eine Erklärung dieses Ergebnisses ist somit ohne weitere Testungen nicht möglich.

Durch den milden pH-Wert von 1,9 muss das selbstkonditionierende Adhäsiv *Clearfil Tri-S-Bond* für eine bestimmte Mindestzeit auf der Zahnhartsubstanz verbleiben [Tay und Pashley 2001], um eine ausreichende Ätzwirkung und Penetration sowie eine sichere intermolekulare Verbindung zwischen dem funktionellen Monomer und dem Hydroxylapatit der Zahnhartsubstanz in Form einer suffizienten Hybridschicht gewährleisten zu können [Yoshida et al. 2004, Fu et al. 2005]. TAY und PASHLEY beobachteten auch gehäuft das Phänomen des Nanoleakage bei unzureichenden Einwirkzeiten von selbstkonditionierenden Monomerlösungen und somit schlechtere Haftwerte [Tay und Pashley 2003]. Bei richtiger Anwendung dieser All-in-one-Adhäsivsysteme kommt dies jedoch kaum zum Tragen [Yuan et al. 2005].

Deshalb ist bei der ohnehin techniksensiblen Anwendung von selbst-ätzenden Adhäsiven bei der Unterschreitung der vom Hersteller empfohlenen Applikationszeiten von einem schlechteren Verbund durch eine unzureichend etablierte Hybridschicht auszugehen. So könnte die Haftkraft um ein Vielfaches vermindert und die Gefahr von Randundichtigkeiten stark erhöht werden.

#### 6.2.1.2 Einfluss der Applikationsart

Nach anderen wissenschaftlichen Studien hingegen scheint die Applikationsart von selbst-ätzenden Adhäsiven für die Qualität der marginalen Integrität entscheidend zu sein. Durch das aktive Einreiben wird die Penetration des Adhäsivs in die Tubuli und so die Entstehung der für die Stabilisierung der Hybridschicht verantwortlichen Kunststofftags gefördert [Perdigão 1995]. Bei

einer aktiven Applikation wurden höhere Haftwerte und weniger Randundichtigkeiten beobachtet als bei passiver Applikation [Chan et al. 2003]. Anders wird jedoch der Einfluss der Applikationsschichten bei der sachgerechten Anwendung von selbst-ätzenden Adhäsiven in der Literatur bewertet. NAKAOKI et al. haben keinen positiven Effekt auf die Randqualitäten oder Haftwerte bei doppelter Applikation feststellen können [Nakaoki et al. 2005]. SADR et al konnten jedoch belegen, dass bei einer Zeitunterschreitung bei der Anwendung von selbst-ätzenden Adhäsiven die mehrschichtige Applikation der einschichtigen überlegen ist [Sadr et al. 2005].

Diese Aussagen konnten in dieser Studie bestätigt werden. So war lediglich bei der Unterschreitung von einer Anwendungszeit von 20 s ein positiver Einfluss auf die Randqualität durch aktive und zweischichtige Applikation zu beobachten (Abb. 5.10). Bei längeren Anwendungszeiten, die mindestens der vom Hersteller angegeben Applikationszeit von 20 s entsprachen, war weder eine signifikante Verbesserung noch eine Verschlechterung feststellbar.

#### 6.2.1.3 Einfluss der Randlage

Unabhängig vom verwendeten Adhäsivsystem ist die Etablierung eines suffizienten Verbundes zwischen Füllungsmaterial und Zahnhartsubstanz im Dentin wesentlich schwieriger und technikaufwändiger als im Schmelz zu realisieren [Blunck und Haller 1999, Frankenberger 2002]. Zahlreiche Studien haben ergeben, dass bei der Verwendung von selbst-ätzenden Ein-Schritt-Adhäsiven im Vergleich zu Etch&Rinse-Systemen verminderte Haftwerte im sklerosiertem [Nakajima et al. 1999, Yoshiyama et al. 2000,2002] und kariös-verändertem Dentin zu finden sind [Tay et al. 2000].

Weisen die selbst-ätzenden Systeme an präparierten Schmelzarealen noch ähnlich gute Haftwerte wie die Etch&Rinse-Systeme auf, sind bei unpräparierten Arealen im Schmelz schlechtere Haftwerte bekannt [Pashley und Tay 2001, Ibarra et al. 2002].

Laut einer Studie von VAN LANDHUYT et al. unterscheiden sich die morphologischen Unterschiede bezüglich der Randqualität bzw. dem Auftreten von Frakturmodi von *Clearfil Tri-S Bond* im Schmelz und Dentin nicht signifikant voneinander [Van Landhuyt et al.2005]. Diese Aussage konnte in dieser Studie nur bedingt bestätigt werden, wenn die Mindestapplikationsdauer von 20 s nicht unterschritten wurde.

## 6.2.2 Einfluss des Adhäsivsystems

### 6.2.2.1 *Clearfil Tri-S Bond*

Das Adhäsivsystem *Clearfil Tri-S Bond* gehört zu den selbst-ätzenden Systemen. Mit dem selbstkonditionierenden Haftmonomer 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat (MDP) und einem pH-Wert von 1,9 wird dieses System als mildes All-in-one-Präparat klassifiziert [Tay und Pashley 2001].

Da der pH-Wert eng mit der Ätzwirkung korreliert, ist somit von seiner Einstellung auch die Dicke der Kunststoff-Zahnhartsubstanz-Interdiffusionszone abhängig [Haller und Blunck 2003]. Diese beträgt bei diesem Adhäsivsystem etwa 2 µm im Dentin. Dahingegen wurde bei Etch&Rinse-Systemen mit vorheriger Phosphorsäureätzung eine Etablierung einer 4,5 µm dicken Hybridschicht nachgewiesen [De Munck 2004]. Trotzdem konnten für die Dentin- und Schmelzhaftung von selbst-ätzenden Adhäsiven noch keine Rückschlüsse bezüglich des pH-Wertes oder der Dicke der ausgebildeten Hybridschicht auf deren Haftfestigkeit und Langzeitbeständigkeit gezogen werden [Haller und Blunck 2003].

In mehreren wissenschaftlichen Studien wurden bereits selbst-ätzende Ein-Flaschen-Adhäsive mit anderen bewährten Etch&Rinse-Systemen verglichen. Das Ergebnis ergab generell immer - unabhängig von der Ätztiefe - schlechtere Werte bezüglich der jeweiligen Haftung im Schmelz und Dentin [Frankenberger et al. 1996, Wilder et al. 1998, Fritz und Finger 1999, Bouillaguet et al. 2001, Inoue et al. 2003, De Munck 2004, Perdigão 2005, Sadr et al. 2005]. Vor allem

zeigte sich im Vergleich mit den Mehrschritt-Systemen eine schnellere marginale Degradation der Füllungen, die mittels selbst-ätzender Adhäsive gelegt wurden [Dalton-Bittencourt et al. 2005]. In dieser Studie zeigte das Adhäsivsystem *Clearfil Tri-S Bond* durchweg gute konstante Ergebnisse in Bezug auf die marginale Randqualität (Schmelz RQ 1: 91,8 % - 100 %, Dentin RQ 1: 89,4 – 100 %). Desweiteren wurden nur bei der Unterschreitung der vom Hersteller angegebenen Applikationszeiten signifikante Unterschiede innerhalb der Versuchsgruppen ermittelt. Wie schon in anderen Arbeiten bestätigt, sind All-in-one-Systeme mit mildem pH-Wert als klinisch erfolgreich einzustufen und zeigen gute Ergebnisse in Hinsicht auf die Retentionsrate [Van Landuyt et al. 2008]. Allein im Vergleich mit bewährten Mehrschritt-Systemen weisen die selbstkonditionierenden Einschritt-Systeme schlechtere Ergebnisse auf. Auch der Vergleich mit den Ergebnissen der Kontrollgruppe kann für einige Versuchsgruppen diesen Trend bestätigen: Die Gruppe 17 zeigt mit dem verwendeten *OptiBond FL* durchweg deutlich höhere Anteile an Randqualitäten der „Note 1“ als die restlichen Hauptgruppen mit *Clearfil Tri-S Bond* in ihrer Verteilung der Medianwerte (Abb. 5.2 und 5.3).

Aufgrund dieser bekannten materialinhärenten Probleme und der techniksensiblen Anfälligkeit dieser All-in-one-Adhäsivgruppen sollten diese Probleme weiter kritisch evaluiert und unter den gegebenen Bedingungen erneut überprüft werden.

#### 6.2.2.2 *OptiBond FL*

In der vorliegenden Studie wurde dieses Etch&Rinse-System wegen seiner guten mehrfach wissenschaftlich belegten Eigenschaften als positive Kontrollgruppe verwendet, da es im Allgemeinen als Validitätsstandard bezeichnet wird [Pneumanns et al. 2005]. In einer Vielzahl von Studien erwies sich *OptiBond FL* als sehr wirksames Adhäsivsystem in Bezug auf die Verbundfestigkeit und ermittelten Haftwerte [Haller und Fritzenschaft 1999, Blunck und Roulet 1997, Inoue et al. 2001, De Munck et al. 2003, Holzmeier et al. 2006]. Auch in dieser Studie konnte dies bestätigt werden. So zeigt die

Kontrollgruppe sowohl nach der Temperaturwechselbadbelastung als auch nach der mechanischen Kausimulation sehr hohe Anteile der Randqualität „kontinuierlicher Rand“ „Note 1“ (Schmelz 100 %, Dentin 100 %). Vergleichend mit dem verwendeten *Clearfil Tri-S Bond* ist somit *OptiBond FL* in Bezug auf die Medianverteilung der Werte für perfekte Ränder bedeutend besser einzuschätzen.

## 7 SCHLUSSFOLGERUNGEN

Aus den Ergebnissen dieser Untersuchung lassen sich folgende Schlussfolgerungen hinsichtlich der Anwendung des selbst-ätzenden All-in-one-Adhäsivs *Clearfil Tri-S Bond* auf die Randqualität von zervikalen Füllungen im Schmelz und Dentin ableiten:

1. Das verwendete selbst-ätzende Präparat weist bei korrekter Anwendung nach Herstelleranweisung bei den angewendeten Testparametern durchaus eine gute und konstante Wirksamkeit im Schmelz und Dentin auf. Im Dentin sind die Ergebnisse allerdings signifikant schlechter als die des als Standard getesteten Etch&Rinse-Adhäsivsystems *OptiBond FL*.
2. Die vom Hersteller angegebenen Applikationszeiten sind unbedingt einzuhalten. Eine Überschreitung führt weder zu einer Verbesserung noch zu einer Verschlechterung des Randverhaltens. Bei einer Unterschreitung der angegebenen Anwendungszeit von 20 s ist aber mit einer deutlichen Verschlechterung der Randqualität zu rechnen.
3. Bei korrekter Anwendung des Präparates ist keine Verbesserung der Randqualität durch eine zweimalige Applikation zu erwarten.
4. Bei Unterschreitung der Mindestapplikationszeit von 20 s wird die geringere Wirksamkeit auch durch eine aktive und doppelte Applikation des Adhäsivsystems hinsichtlich der marginalen Integrität des Füllungsmaterials nicht ausgeglichen.

Im Vergleich mit dem bewährten Etch&Rinse-System *OptiBond FL* sind die Randqualitäten im Dentin schlechter. Unter keinen Umständen konnte mit dem hier verwendeten selbst-ätzenden Adhäsiv eine absolut randspaltfreie Restauration erzeugt werden. Aus den signifikant geringeren Anteilen der Randqualität „kontinuierlicher“ Rand beim Einsatz von *Clearfil Tri-S Bond* folgt, dass eine Vereinfachung der Applikationsmethoden nicht auf eine gesteigerte Wirksamkeit bezüglich des Randverhaltens hinweist.

## 8 ZUSAMMENFASSUNG

Ziel der vorliegenden Arbeit war die Klärung der Fragestellung, ob verschiedene Anwendungsmodalitäten wie Applikationszeit, Applikationsart und Anzahl der Applikationsschichten bei Verwendung eines selbst-ätzenden Ein-Flaschen-Adhäsivsystems, einen qualitativen Einfluss auf das Randverhalten von Klasse-V-Kavitäten im Schmelz und Dentin haben.

Dazu wurden 136 menschliche extrahierte kariesfreie obere mittlere Frontzähne, gelagert in 0,5-%iger Chloraminlösung, mit standardisierten Klasse-V-Kavitäten versorgt. Die jeweils auf der labialen Fläche präparierten Kavitäten hatten eine koronal-apikale Ausdehnung von 4 mm, wovon 2 mm unterhalb der Schmelz-Dentin-Grenze lagen sowie eine mesio-distale Ausdehnung von 3 mm mit einer Kavitätentiefe von ca. 1,5 mm. Die schmelzbegrenzenden Kavitätenränder wurden angeschrägt. Durch die Kombination der jeweiligen Applikationsmodi ergaben sich 16 Versuchsgruppen mit dem selbst-ätzenden Ein-Flaschen-Adhäsiv *Clearfil Tri-S Bond*, sowie eine positive Kontrollgruppe unter der Verwendung von *OptiBond FL*, einem Etch&Rinse-System mit getrennter Primer- und Adhäsiv-Applikation. Jeweils 8 Zähne wurden randomisiert auf die 17 Gruppen verteilt. Folgende Applikationsmodi kamen dabei zur Anwendung:

- 1 Schicht (1S) mit aktiver Applikation (AA) für 10 s, 20 s, 30 s, 40 s
- 1 Schicht (1S) mit passiver Applikation (PA) für 10 s, 20 s, 30 s, 40 s
- 2 Schichten (2S) mit aktiver Applikation (AA) für 10 s, 20 s, 30 s, 40 s
- 2 Schichten (2S) mit passiver Applikation (PA) für 10 s, 20 s, 30 s, 40 s



Anschließend wurden die Kavitäten mit dem Hybridkomposit *Filtek Z250* in zwei Schichten mit separater Lichthärtung gefüllt. Die Kompositfüllungen wurden darauffolgend unter direkter Sicht mit aluminiumoxid-beschichteten flexiblen Polierscheiben ausgearbeitet und anschließend für 21 Tage in Wasser gelagert. Jeweils vor und nach einer thermischen Wechselbadbelastung (TWB) mit 2000 Zyklen (5 ° - 55 ° C) und nach einer mechanischen Belastung im Kausimulator (MK) mit 50 N bei 150.000 Zyklen sind Replikas angefertigt worden. Diese wurden mit Epoxidharz ausgegossen und mit Gold besputtert. Anschließend wurde das Randverhalten nach definierten Kriterien bei 200-facher Vergrößerung im Rasterelektronenmikroskop (REM) mittels quantitativer Randanalyse bestimmt. Die statistische Auswertung erfolgte unter Verwendung des KRUSKAL-WALLIS-Tests mit BONFERRONI-Nachtestung sowie des WILCOXON- und MANN-WHITNEY-Tests bei einem festgelegten Signifikanzniveau von  $p < 0,05$ .

Die Auswertung der Ergebnisse für die verschiedenen Applikationsmodi ergab, dass es bei korrekter Anwendung sowohl im Schmelz als auch im Dentin keinen signifikanten Unterschied bezüglich der Randqualität gibt. Nur bei der Unterschreitung der vom Hersteller angegebenen Anwendungszeit war ein signifikant schlechteres Randverhalten nachweisbar. Das selbst-konditionierende All-in-one-Adhäsiv *Clearfil Tri-S Bond* zeigte in dieser Studie nach beiden Belastungsphasen (TWB und MK) durchweg hohe Anteile der Randqualität „kontinuierlicher Rand“. Das als positive Kontrollgruppe verwendete Etch&Rinse-System *OptiBond FL* zeigte im Vergleich zu dem selbst-ätzenden Adhäsiv nur im Dentin signifikant höhere Anteile an „perfekten“ Rändern auf.

Aus dieser Untersuchung lässt sich daher schließen, dass das selbst-ätzende Ein-Flaschen-Adhäsiv *Clearfil Tri-S Bond* bei richtiger Anwendung gute und konstante Werte in Bezug auf die Randqualität aufweist.

## 9 SUMMARY

The purpose of this study was to evaluate the effect of different application procedures, such as time and method of application, or number of the application layers, using a self-etching all-in-one adhesive on the marginal integrity of Class V cavities in enamel and dentin.

Therefore standardized Class V cavities were labially prepared into 136 extracted human caries-free maxillary-middle incisors, stored in a 0.5 % chloramine solution. The extension of each cavity was 4.0 mm in coronal-apical direction, from which 2.0 mm were located beneath the enamel-dentin junction, 3.0 mm in mesial-distal direction and a depth of about 1.5 mm. The enamel margins were bevelled. The combination of the different application modes resulted in 16 test groups using the self-etching all-in-one adhesive *Clearfil™ Tri-S Bond* (Kuraray) and one control group using *OptiBond FL™* (Kerr), a three-step etch&rinse-system, with eight randomly assigned incisors each. The following application modes were used in this study:

- single-layered (1S)    in active application (AA)        for 10 s, 20 s, 30 s, 40 s
- single-layered (1S)    in passive application (PA)        for 10 s, 20 s, 30 s, 40 s
- double-layered (2S)    in active application (AA)        for 10 s, 20 s, 30 s, 40 s
- double-layered (2S)    in passive application (PA)        for 10 s, 20 s, 30 s, 40 s

Subsequently the composite resin *Filtek™ Z250* (3M ESPE) was inserted in two layers with separate light curing. The composite restorations were finished and polished under direct view with aluminium oxide coated polishing discs. After 21 days of water storage, after thermocycling (TC, 2000 cycles, 5° - 55°) and after a mechanical loading in a chewing simulator (ML, 150.000 cycles, 50 N), replicas were taken with a polyvinylsiloxan impression material, which were cast

with epoxy resin and gold-coated in a sputter device. The margins of the restorations were examined and quantified with a scanning electron microscope (SEM) by using defined criteria at a magnification of 200x. Statistical analysis of the results was performed using the KRUSKAL-WALLIS-test with a BONFERRONI-adjustment as well as the WILCOXON- and MANN-WHITNEY-test ( $p < 0.05$ ).

The statistical evaluation of the results for the different application modes of the tested self-etching all-in-one adhesive showed no significant difference in enamel and dentin regarding the amount of margin quality “continuous margin” with the only exception when the application time was shorter than the recommended 20 s. With all other application modes the self-etching all-in-one adhesive *Clearfil Tri-S Bond* showed consistently high percentages of the criterion “continuous margin” after stressing the bonding to enamel and dentin by thermocycling and mechanical loading. The three-step etch&rinse-system *OptiBond FL*, used as a positive control group, only achieved a significantly higher percentage of “perfect margin” compared to the self-etching adhesive in dentin areas.

From this study it can be concluded that the self-etching all-in-one adhesive *Clearfil Tri-S Bond* showed good results regarding the margin quality when used as recommended by the manufacturer. Extended application time or applying an additional layer did not result in further improvement.

## 10 LITERATURVERZEICHNIS

1. Asmussen E, Munksgaard EC. Bonding of restorative resins to dentine: status of dentine adhesives and impact on cavity design and filling techniques. *Int Dent J* 1988;38:97-104.
2. Baier RE. Principles of adhesion. *Oper Dent* 1992;17:1-9.
3. Barkmeier WW, Shaffer SE, Gwinnet AJ. Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. *Oper Dent* 1986;11:111-6.
4. Bauer JG, Henson JL. Microleakage: a measure of the performance of direct filling materials. *Oper Dent* 1984;9:2-9.
5. Bergenholtz G. Bacterial leakage around dental restorations: its effect on the dental pulp. *J Oral Pathol* 1982;11:439-50.
6. Bergenholtz G, Reit C. Reactions of the dental pulp to microbial provocation of calcium hydroxide treated dentin. *Scand J Dent Res* 1980;88:187-92.
7. Blunck U. Der Einfluß von Dentinhaftmitteln auf die marginale Adaptation von Kompositfüllungen in vitro. FU Berlin: Zahnmed Diss, 1987.
8. Blunck U. Rasterelektronenmikroskopische Beurteilung von Kompositfüllungen im Dentin in vitro. *Dtsch Zahnärztl Z* 1988;43:939-43.
9. Blunck U. Vergleich zweier Kavitätenformen für die Prüfung der Wirksamkeit von Dentinhaftmitteln. *Dtsch Zahnärztl Z* 1989;44:513-6.

10. Blunck U, Haller B. Klassifikation von Bondingsystemen. Quintessenz 1999; 50:1021-33.
11. Blunck U, Roulet J-F. Einfluss der Wasserlagerung auf die Wirksamkeit von Dentinadhäsiven. Dtsch Zahnärztl Z 1997;52:806-8.
12. Blunck U, Roulet J-F. Effect of one-year water-storage on the effectiveness of dentin adhesives in class V composite resin restorations. J Dent Res 2002;81(Spec Iss B):139(Abstr no 0946).
13. Blunck U, Roulet J-F. Effect of cavity preparation on the effectiveness of three dentin adhesives. J Dent Res 1996;41:(Abstr.no. 191).
14. Blunck U, Roulet J-F. Marginal adaptation of compomer class V restorations in vitro. J Adhes Dent 1999;1:143-51.
15. Blunck U, Zaslansky P. Effectiveness of all-in-one adhesive system tested by thermocycling following short and long-term water storage. J Adhes Dent 2007;9 (Suppl. 2):231-40.
16. Bouillaguet S, Gysi P, Wataha JC, Ciucci B, Cattani M, Godin C, Meyer JM. Bond strength of composite to dentin using conventional, onestep and self-etching adhesive systems. J Dent 2001;29:55-61.
17. Bowen RL. Use of epoxy resin in restorative materials. J Dent Res 1956;35:360-9.
18. Bowen RL. Synthesis of a silica-resin filling material: progress report. J Dent Res 1958;37:90.

19. Bowen RL. Compatibility of various materials with oral tissues I: The components in composite restorations. J Dent Res 1979;58:1493-506.
20. Brännstrøm M. Smear layer: pathological and treatment considerations. Oper Dent 1984;9,Supplement 3:35-42.
21. Brännstrøm M, Nordenvall KJ. Bacterial penetration, pulpal reaction and the inner surface of Concise enamel bond. Composite fillings in etched and unetched cavities. J Dent Res 1978;57:3-10.
22. Brännstrøm M. The presence of bacteria in cavities filled with silicate cement and composite resin materials. Swed Dent J 1979;64:461-7.
23. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res 1955;34:849-53.
24. Buonocore MG. Principles of adhesive retention and adhesive restorative materials. J Am Dent Assoc 1963;67:382-91.
25. Buonocore MG, Wileman W, Brudevold FA. A report on a resin composite capable of bonding to human dentin surfaces. J Dent Res 1956;35:846-51.
26. Castagnola L, Wirz J, Garberoglio R. Die Schmelzätzung für die konservierende Zahnbehandlung. Schweiz Mschr Zahnheilk 1975;85:975-1011.
27. Chan K-M, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH. Bonding of mild self-etching primers/ adhesives to dentin with thick smear layers. Am J Dent 2003; 16:340-6.

28. Cheong C, King NM, Pashley DH, Ferrari M, Toledano M, Tay FR. Incompatibility of self-etch adhesives with chemical/ dual-cured composites: two-step vs. one-step systems. *Oper Dent* 2003;28:747-55.
29. Cheung GS. A scanning electron microscopic investigation on the acid-etched cervical margin of Class II cavities. *Quintessence Int* 1990b;21:299-302.
30. Cheung GSP. Reducing marginal leakage of posterior composite resin restorations: a review of clinical techniques. *J Prosthet Dent* 1990a;63:286-8.
31. Chow LC, Brown WE. Phosphoric acid conditioning of teeth for pit and fissure sealants. *J Dent Res* 1973;52:1158.
32. Ciucchi B, Bouillaguet S, Delaloye M, Holz J. Volume of the internal gap formed under composite restorations in vitro. *J Dent* 1997;25:305-12.
33. Ciucchi B, Bouillaguet S, Holz J. Proximal adaptation and marginal seal of posterior composite resin restorations placed with direct and indirect techniques. *Quintessence Int* 1990;21:663-9.
34. Crim GA. Evaluation of a dental adhesive and cavosurface angle in preventing marginal leakage. *NYS Dent J* 1987;53:22-3.
35. Crim GA. Effect of substrate age on microleakage of dentin adhesive agents. *J Oral Rehabil* 1989;16:555-7.
36. Da Cunha Mello FS, Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Sealing ability of eight resin bonding systems in a Class II restoration after mechanical fatiguing. *Dent Mater* 1997;13:372-6.

37. Dalton-Bittencourt D, Ezeceleyski IG, Reis A, Van Dijen JW, Loguercio AD. An 18-months' evaluation of self-etch and etch & rinse adhesive in non-carious cervical lesions. *Acta Odontol Scand* 2005;63:173-8.
38. Davidson CL. Resisting the curing contraction with adhesive composites. *J Prosthet Dent* 1986;55:446-7.
39. De Munck J. An in vitro and in vivo study on the durability of biomaterial-tooth bonds. Thesis Catholic University of Leuven Department of Conservative Dentistry BIOMAT Research Cluster 2004.
40. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, Lambrechts P, Vanherle G. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent* 2003;16:414-20.
41. Diedrich P. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung zur Schmelz-konditionierung bei der Klebetechnik. *Fortschr Kieferorthop* 1979;40:248-62.
42. Diedrich P. Die Bracketadhäsivtechnik - eine physikalische, rasterelektronen-optische und klinische Untersuchung. Köln: Zahnmed Habil 1990.
43. Dietrich T, Lösche AC, Lösche GM, Roulet J-F. Marginal adaptation of direct composite and sandwich restorations in Class II cavities with cervical margins in dentin. *J Dent* 1999;27:119-28.
44. Eakle WS, Ito RK. Effect of inertion technique on microleakage in mesioocclusal composite resin restoration. *Quintessence Int* 1990;21: 369-74.



45. Eastoe JE. Amino acid composition of proteins from the oral tissues-II: The matrix proteins in dentine and enamel from developing human deciduous teeth. Arch Oral Biol 1963;8:633-52.
46. Ehrnford L. Dental composites reinforced with microporus sintered glassfiber networks. Swed Dent J 1983;18 (Suppl.):1-45.
47. Eick JD, Cobb CM, Chappell RP, Spencer P, Robinson SJ. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. Quintessence Int 1991;22:967-77.
48. Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. Crit Rev Oral Biol Med 1997;8:306.
49. Eick JD, Wilko RA, Anderson CH, Sorensen SE. Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of the electron microprobe. J Dent Res 1970;49:1359-68.
50. Erickson RL. Surface interactions of dentin adhesive materials. Oper Dent 1992;17:81-94.
51. Ernst CP. Was Sie schon immer über Dentinadhäsive wissen wollten. ZMK 2001;17:254-69.
52. Ernst CP. Selbstkonditionierende Adhäsive. Magazin für Zahnheilkunde, Management und Kultur 2004;20:6-27.
53. Ernst CP, Kötter T, Victor A, Canbek K, Brandenbusch M, Willershausen B. Marginal integrity of self- and total-etching adhesives in two different application protocols. J Adhes Dent 2004;6:25-32.

54. Ernst CP, Brandenbusch M, Meyer G, Canbek K, Gottschalk F, Willershausen B. Nanofüller- und Feinstpartikel-Hybridkomposit im klinischen Vergleich. *dental-praxis* 2003;20:327-35.
55. Ernst CP, Willershausen B. Eine aktuelle Standortbestimmung zahnärztlicher Füllungskomposite. *Zahnärztl Mitt* 2003;93:790-800.
56. Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Quantitative determination of stress reduction by flow in composite restorations. *Dent Mater* 1990a;6:167-71.
57. Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Relaxation of polymerisation contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res* 1990b;69:36-9.
58. Feilzer AJ, Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 1987;66:1636-39.
59. Ferracane JL. Current trends in dental composites. *Crit Rev Oral Biol Med* 1995;6:302.
60. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A. Effect of two etching times on the sealing ability of Clearfil Liner Bond 2 in class V restorations. *Am J Dent* 1997;10:66-70.
61. Frankenberger R. Zur Dauerhaftigkeit des Dentinverbunds. *Dtsch Zahnärztl Z* 2002;57:154-71.
62. Frankenberger R, Krämer N, Sindel J. Zuverlässigkeit der Dentin-Komposit-Verbindung mit zwei experimentellen Dentinhaftvermittlern. *Dtsch Zahnärztl Z* 1996;1903:206-10.

63. Frankenberger R, Perdigão J, Rosa BT, Lopes M. "No-bottle" vs "multibottle" dentin adhesives - a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater* 2001;17:373-80.
64. Frankenberger R, Sindel J, Krämer N, Oberschachtsiek H, Petschelt A. Die Langzeitstabilität des Komposit-Dentinverbunds nach Total Etching. *Dtsch Zahnärztl Z* 1998;53:697-700.
65. Frankenberger R, Strobel WO, Taschner M, Krämer N, Petschelt A. Total-Etch vs. Self-Etch - Evaluation klassischer Parameter unterschiedlicher Adhäsivsysteme. *ZWR* 2004;113:188-96.
66. Fritz U, Finger WJ. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am J Dent* 1999;12:277-82.
67. Fröhlich M, Schneider H, Merte K. Oberflächeninteraktion von Dentin und Adhäsiv. *Dtsch Zahnärztl Z* 1996;51:173.
68. Fu B, Qian W, Shen Y, Chen R, Hannig M. Evidence of chemical bonding to hydroxyapatite by phosphoric acid esters. *Biomaterials* 2005;26:5104-10.
69. Fukegawa DHS, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *J Dent Res* 2006;85:941-4.
70. Fusayama T. The problems preventing progress in adhesive restorative dentistry. *Adv Dent Res* 1988;2:158-61.
71. Fusayama T. Total etch technique and cavity isolation. *J Esthet Dent* 1992;4:105-109

72. Garberoglio R, Brännström M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Archs Oral Biol* 1976;21:355-62.
73. Goodis HE, Marshall GW, White JM, Gee L, Hornberger B, Marshall SJ. Storage effects on dentin permeability and shear bond strengths. *Dent Mater* 1993;9:79-84.
74. Grundy JR. An intra-oral replica technique for use with the scanning electron microscope. *Br Dent J* 1971;130:113-7.
75. Gwinnet AJ. The ultrastructure of the "primeless" enamel of deciduous teeth. *Arch Oral Biol* 1966a;11:1109-15.
76. Gwinnet AJ. Histology of normal enamel. *J Dent Res* 1966b;45:861-73.
77. Gwinnet AJ. The ultrastructure of the "primeless" enamel of permanent human teeth. *Arch Oral Biol* 1976;12:381-7.
78. Gwinnet AJ. Human prismless enamel and its influence on sealant penetration. *Arch Oral Biol* 1973;18:441-4.
79. Gwinnett AJ. Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. *Archs Oral Biol* 1971;16:7318.
80. Gwinnet AJ, Kanca J. Micromorphological relationship between resin and dentin in vivo and in vitro. *Am J Dent* 1992;5:19-23.
81. Haller B. Aktueller Stand der Komposit-Dentinhaftung. *Zahnärztl Mitt* 1992;82:86-97.

82. Haller B. Mechanismus und Wirksamkeit von Dentinhaftvermittlern. Dtsch Zahnärztl Z 1994;49:750-9.
83. Haller B, Blunck U. Übersicht und Wertung der aktuellen Bondingsysteme. Zahnärztl Mitt 2003;93:808-8.
84. Haller B, Windsheimer U, Hofmann N, Klaiber B. Selektive Schmelzätzung oder Total Etching? Dtsch Zahnärztl Z 1995;50:824-7.
85. Haller B. Dentinhaftung von Ein- und Mehrkomponenten-Haftvermittlern bei Dry und Moist Bonding in vitro. Dtsch Zahnärztl Z 1999;54:22530.
86. Hannig M. Schmelzkonditionierung mit selbstätzenden Primern. Literaturumschau DGZ 2000:Rundschreiben II 2.
87. Hannig M, Bott B. Randschlussverhalten von plastischen zahnfarbenen Füllungen in dentinbegrenzten Klasse-II-Kavitäten. Dtsch Zahnärztl Z 2000;55:134-8.
88. Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: An alternative concept for composite-to-enamel bonding. Oper Dent 1999;24:172-80.
89. Hansen EK. Contraction pattern of composite resins in dentin cavities. Scand J Dent Res 1982;90:480-3.
90. Hansen EK, Asmussen E. Marginal adaptation of posterior resins: effect of dentin-bonding agent and hygroscopic expansion. Dent Mater 1989;5:122-6.

91. Hassan K, Mante F, List G, Dhuru V. A modified incremental filling technique for class II composite restorations. *J Prosthet Dent* 1987;58:153-6.
92. Holderegger C, Paul SJ, Lüthy H, Schärer P. Bond strength of one-bottle dentin bonding agents on human dentin. *Am J Dent* 1997;(Spec Iss) 10:71-6.
93. Holzmeier M, Willershausen B, Hirschfelder U. In-vitro shear bond strength of self-etching versus traditional adhesives for orthodontic luting. *J Orofac Orthop* 2006;67:244-59.
94. Ibarra G, Vargas MA, Armstrong SR, Cobb DS. Mikrotensile bond strength of self-etching adhesives to ground and un-ground enamel. *J Adhes Dent* 2002;4:115-24.
95. 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;3:237-45.
96. Janda R. Der Stand der Entwicklung auf dem Gebiet der Zahnfüllungskunststoffe (I). *Quintessenz* 1988;39:1067-73.
97. Jendresen MD, Glantz PO. Microtopography and clinical adhesiveness of an acid etched tooth surface. *Acta Odontol Scand* 1981;39:47-53.
98. Van Landuyt K, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness and morphological characterization of one-step self-etch adhesives. 2005 Baltimore Convention Center, USAF Dental Evaluation & Consultation 314 (Abstr no 270).
99. Kanca J. Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quintessence Int* 1992a;23:39-41.

100. Kanca J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent* 1992b;5:213-5.
101. Klaiber B. Minimal invasive Kariestherapie mit Komposit im Seitenzahnbereich. *Zahnärztl Mitt* 1998;88:1242-9.
102. Kleber J, Blunck U, Roulet J-F. Marginal adaptation of five adhesive systems combined with three different composite resins in class V cavities-an in vitro study. *J Dent Res* 2002;81:415 (Abstr no 3363).
103. Koike T, Hasegawa T, Manabe A, Itoh K, Wakumoto S. Effect of water sorption and thermal stress on cavity adaptation of dental composites." *Dent Mater* 1990;6:178-80.
104. Kostka EC. Zusammenhang von Farbstoffpenetration und raster-elektronenmikroskopischer Randanalyse adhäsiv befestigter keramischer Inlays. FU Berlin: Zahnmed Diss 1997.
105. Krejci I, Kuster M, Lutz F. Influence of dentinal fluid and stress on marginal adaptation of resin composites. *J Dent Res* 1993;71:490-4.
106. Krejci I, Lutz F. Marginal adaptation of class V restorations using different restorative techniques. *J Dent* 1991;19:24-32.
107. Krejci I, Lutz F, Perisic U. Auswirkung der Verarbeitungstechnik auf die Dentinhaftung. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 1992;102:924-8.
108. Kubo S, Yokota H, Sata Y, Hayashi Y. Mikroleakage of self-etching primers after thermal and flexural load cycling. *Am J Dent* 2001;14:163-9.

109. Legler LR, Retief DH, Bradley EL. Effects of phosphoric acid concentration and etch duration on enamel depth of etch: an in vitro study. *Am J Orthod Dentofac Orthop* 1990;64:154-60.
110. Lendemann U. Wissenschaftliche Dokumentation - AdheSE. Ivoclar Vivadent, Schaan 2002.
111. Lendemann U. Wissenschaftliche Dokumentation - Tetric EvoCeram. Ivoclar Vivadent, Schaan 2004.
112. Lösche GM. Marginal adaptation of Class II composite fillings: guided polymerisation vs reduced light intensity. *J Adhes Dent* 1999;1:31-9.
113. Lutz F, Cochran MA, Mörmann W. Adhäsive Restauration - Flop oder Hit? *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 1984;94:1124-31.
114. Lutz F, Krejci I, Oldenburg TR. Elimination of polymerization stresses at the margins of posterior composite resin restorations: a new restorative technique. *Quintessence Int* 1986;17:777-84.
115. Lutz F, Krejci I, Schüpbach P. Adhäsivsysteme für zahnfarbende Restaurationen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 1993;103:537-49.
116. Lutz F, Phillips RW, Roulet J-F, Imfeld T. Komposits - Klassifikation und Wertung. *Schweiz Mschr Zahnheilk* 1983;93:914-29.
117. Manson-Rahemtulla B, Retief DH, Jamison HC. Effect of concentrations of phosphoric acid on enamel dissolution. *J Prosthet Dent* 1984; 51:495-8.
118. Marshall GW. Dentin: Microstructure and characterization. *Quintessence Int* 1993;24:606-17.



119. Miyazaki M, Sato M, Onose H. Durability of enamel bond strength of simplified bonding systems. *Oper Dent* 2000;25:75-80.
120. Mitchem JC, Gronas DG. Effects of time after extraction and depth of dentin on resin dentin adhesives. *J Am Dent Assoc* 1986;113:285-7.
121. Mixson JM, Richards ND, Mitchell RJ. Effects of dentin age and bonding on microgap formation. *Am J Dent* 1993;6:72-6.
122. Moll K, Park H-J, Haller B. Bond strength of adhesive/composite combinations to dentin involving total- and self-etch adhesives. *J Adhes Dent* 2002;4:171-80.
123. Momoi Y, Iwase H, Nakano Y, Kohno A, Asanuma A, Yanagisawa K. Gradual increases in marginal leakage of resin composite restorations with thermal stress. *J Dent Res* 1990;69:1659-63.
124. Moodley D, Grobler SR, Rossouw RJ, Oberholzer TG, Patel N. In vitro evaluation of two adhesive systems used with compomer filling materials." *Int Dent J* 2004;50:400-6.
125. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16:265-273.
126. Nakabayashi N. Bonding of restorative materials to dentin: The present status in Japan. *Int Dent J* 1985;35:145-54.
127. Nakabayashi N, Kiyomura M, Ashizawa M, Nakamura M. Durable bonding to dentin. *J Dent Res* 1992;(Spec Iss). 71:169.

128. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1992;16:265-73.
129. Nakabayashi N, Takarada K. Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 1992;8:125-30.
130. Nakajima M, Ogata M et al. Bonding to caries-affected dentin using self-etching primers. *Am J Dent* 1999;12:309-14.
131. Nakaoki Y, Sasakawa W, Horiuchi S, Nagano F, Ikeda T, Tanaka T, Inoue S, Uno S, Sano H, Sidhu SK. Effect of double-application of all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Dent* 2005; 33:765-72.
132. Noack MJ. Randschluß von Frontzahnfüllungen mit Hybrid- und Mikrofüllerkompositen nach einer Tragezeit von 6 Monaten. *Dtsch Zahnärztl Z* 1988a;43:919-22.
133. Noack MJ. Quantitative Füllungsrandanalyse von Frontzahnkompositen im Rasterelektronenmikroskop nach thermischer Wechselbelastung. *Dtsch Zahnärztl Z* 1988b;43:295-9.
134. Okuda M, Pereira PNR, Nakajima M, Tagami J. Relationship between nanoleakage and long-term durability of dentin bonds. *Oper Dent* 2001;26:482-90.
135. Opdam N, Roeters J, Peters TC, Burgersdijk RC, Teunis M. Cavity wall adaptation and voids in adhesive class I resin composite restorations. *Dent Mater* 1996;12:230-5.
136. Pantke A. Zur Reproduzierbarkeit von Oberflächenrauigkeiten in vivo mittels Elastomer, Kunststoff und Replika. *Dtsch Zahnärztl Z* 1990; 45:341-4.

137. Pashley DH. Clinical considerations of mikroleakage. J Endodont 1990;16:70-7.
138. Pashley DH. Clinical correlations of dentin structure and function. J Prosthet Dent 1991a;66:777-81.
139. Pashley DH. Dentin bonding: overview of the substrate with respect to adhesive material. J Esthet Dent 1991b;3:46-50.
140. Pashley DH. In vitro simulation of in vivo bonding conditions. Am J Dent 1991c;4:237-40.
141. Pashley DH. Smear layer: overview of structure and function. Proc Finn Dent Soc. 1992;1.88:215-24.
142. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H. Dentin as a bonding substrate. Dtsch Zahnärztl Z 1994;49:760-3.
143. Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching on unground enamel. Dent Mater 2001;17:430-44.
144. Pashley EL, Tao L, Mackert JR, Pashley DH. Comparison of in vivo vs. in vitro bonding of composite resin to the dentin of canine teeth. J Dent Res 1988; 67:467-70.
145. Paulo EC, Braga RR, Carrilho MRO. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. Dent Mater 1998;14:394-8.
146. Perdigão J. An ultra-morphological study of human dentine exposed to adhesive systems. Thesis Leuven, Belgium, Katholieke Universiteit 1995.

147. Perdigão J, Gomes G, Duarte SJ, Lopes MM. Enamel bond strengths of pairs of adhesives from the same manufacturer. *Oper Dent* 2005;30: 492-9.
148. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 2005;21:864-81.
149. Phillips RW. Past, present, and future composite resin systems. *Dent Clin North Amer* 1981;25:209-13.
150. Phillips RW. Bonding agents and adhesives. *Adv Dent Res* 1988;2:150-4.
151. Radlanski RJ. Morphogenetic and morphological aspects of prism structure in human dental enamel. *Acta Med Dent Helv* 1997;2:86-95.
152. Radlanski RJ, Jäger A, Seidl W, Steding G. Durchmesser und Anordnung der Prismen im Zahnschmelz. Eine morphologische Untersuchung. *Dtsch Zahnärztl Z* 1988;43(4540):1182-1192.
153. Rathke A. Klinische Anwendung von Dentinadhäsiv-Systemen. *dental-praxis* 2002;19:195-216.
154. Reinhardt K-J. Eigenschaften und Grenzen selbstätzender Primer. *Dental-Praxis* 2002;19:93-101.
155. Retief DH. Effect of conditioning the enamel surface with phosphoric acid. *J Dent Res* 1973;52:333-41.
156. Retief DH, O'Brien JA, Smith LA, Marchman JL. In vitro investigation and evaluation of dentin bonding agents. *Am J Dent* 1988;(Spec Iss) 1:176-83.

157. Roulet J-F. Das Problem des Randschlusses bei Kunststofffüllungen. Schweiz Mschr Zahnheilk 1975;85:1039-53.
158. Roulet J-F. Untersuchung über den Randschluß von Komposits in vivo. Schweiz Mschr Zahnheilk 1976;86:699-712.
159. Roulet J-F. Die Prüfung des Randschlusses sogenannter schnitzbarer Komposits. Schweiz Mschr Zahnheilk 1978;86:699-712.
160. Roulet J-F. Plastische Füllungstherapie im Seitenzahnbereich. Freie Zahnarzt 1982;26:79-90.
161. Roulet J-F, Reich T, Blunck U, Noack MJ. Quantitative margin analysis in the scanning electron microscope. Scanning Microsc 1989;3:147-59.
162. Roulet J-F. Degradation of dental polymers. Karger Basel 1987.
163. Roulet J-F. Werkstoffkundliche Parameter und ihre Auswirkungen auf die Klinik." Dtsch Zahnärztl Z 1988;49:887-92.
164. Roulet J-F, Lösche GM. Long term performance of aesthetic posterior restorations. Glass ionomers: the next generation. Proceedings 2nd international symposium on glass ionomers, Philadelphia.Hunt PR. Philadelphia 1994;181-92.
165. Ruyter IE. Composites - characterization of composite filling materials: reactor response. Adv Dent Res 1988;2:122-9.
166. Sadr A, Shimada Y, Tagami J. Bond strength of two adhesives and effects of application methods. J Dent Res 2005;(Spec Issue:0150).

167. Samandari F, Mai J. Funktionelle Anatomie für Zahnmediziner, Band 1. Quintessenz Berlin 1995.
168. Sasafuchi Y, Otsuki M, Inokoshi S, Tagami J. The effects on pulp tissue of microleakage in resin composite restorations. J Med Dent Sci 1999;46:155-64.
169. Schmid O, Krejci I, Lutz F. Ausarbeitung von adhäsiven zahnfarbenen Inlays aus Komposit und Keramik. Schweiz Monatsschr Zahnmed 1991;101:177-84.
170. Schroeder HE. Orale Strukturbiologie. Stuttgart, Georg Thieme Verlag 1997.
171. Schuckar M, Geurtsen W. Proximo-cervical adaption of class II-composite restorations after thermocycling: a quantitative and qualitative study. J Oral Rehabil 1997;24:766-75.
172. Seichter U. REM-Untersuchungen über den zervikalen Randspalt bei Komposit-Restaurationen mit Haftvermittlern. Dtsch Zahnärztl Z 1986;41:739-42.
173. Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. Caries Res 1975;9:373-87.
174. Söderholm KJM. Die hydrolytische Degeneration von Composites. Teil I: Physikalische Grundlagen. Phillip J 1988; 5: 323-8.
175. Soltész U. Polymerisationsschrumpfung einiger neuer Komposit-Füllungs-werkstoffe. Zahnärztl Mitt 1998;88:1404-8.
176. Stettmaier K, Kinder J, Vahl J, Reinhardt K-J. Untersuchung des thermischen Verhaltens von Schmelz, Dentin und ausgewählten Dentalwerkstoffen. Dtsch Zahnärztl Z 1978;33:474-6.

177. Stoddard JW, Johnson GH. An evaluation of polishing agents for composite resins. *J Prosthet Dent* 1991;65:491-5.
178. Sugizaki J. The effect of the various primers on the dentin adhesion of resin composites - SEM and TEM observations of the resin-impregnated layer and adhesion promoting effect of the primers. *Jpn J Conserv Dent* 1991;34:228-5.
179. Swift EJ, Perdigão J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int* 1995;26:95-110.
180. Tagami J, Tao L, Pashley DH, Hosonda H, Sano H. Effects of high-speed cutting on dentin permeability and bonding. *Dent Mater* 1991;7:234-9.
181. Tay FR, Gwinnet AJ, Pang KM, Wei SH. Variability in microleakage observed in a total-etch wet-bonding technique under different handling conditions. *J Dent Res* 1995a;74:1168-78.
182. Tay FR, Carvalho R, Yiu CK, King NM, Zhang Y, Agee K, Bouillaguet S, Pashley DH. Mechanical disruption of dentin collagen fibrils during resin-dentin bond testing. *J Adhes Dent* 2000;2(4250):175-92.
183. Tay FR, King NM, Yiu CK, Hiraishi N. Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. *J Adhes Dent* 2001;3(4922):207-25.
184. Tay FR, Pashley DH. Water treeing - A potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *Am J Dent* 2003;16:6-12.
185. Uno S, Finger WJ. Effect of acid etchant composition and etch duration on enamel loss and resin composite bonding. *Am J Dent* 1995;8(1711):165-9.

186. Van Dijken JWV, Wing KR, Ruyter IE. An evaluation of the radiopacity of composite restorative materials used in class 1 and class 2 cavities. *Acta Odontol Scand* 1989;47:401-7.
187. Van Landuyt KL, Pneumans M, Fleuws S, De Munck J, Cardoso MV, Ermis RB, Lambrechts P, Van Meerbeek B. A randomized controlled clinical trial of a HEMA-free all-in-one adhesive in non-carious cervical lesions at 1 year. *J Dent* 2008;36:847-55.
188. Van Meerbeek B, Braem M, Vanherle G. Dentin- and enamel-bonding agents. *Curr Opin Dent* 1992;2:117-27.
189. Van Meerbeek B, Braem M, Lambrecht P, Vanherle G. Dentinhaftung: Mechanismen und klinische Resultate. *Dtsch Zahnärztl Z* 1994;49(1561):977-84.
190. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida U, 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;28:215-35.
191. Van Meerbeek B, Lambrechts P, Inokoshi S, Braem M, Vanherle G. Factors affecting adhesion to mineralized tissues. *Oper Dent* 1992;17(Supplement 5):111-24.
192. VOCO Grandio ® Produkt-Profil. Herstellerinformation, VOCO GmbH, 2006.
193. Vojinovic O, Nyborg H, Brännström M. The acid treatment of cavities under resin fillings: bacterial growth in dentinal tubules and pulpal reactions. *J Dent Res* 1973;52:1189-93.
194. Walshaw PR, Mc Combs D. SEM evaluation of the resin-dentin interface with proprietary bonding agents in human subjects. *J Dent Res* 1994;73:1079-1087.



195. Wang H, Shimada Y, Tagami J. Shear bond stability of current adhesive systems to enamel. *Oper Dent* 2004;29:168-75.
196. Weitman RT, Eames WB. Plaque accumulation on composite surfaces after various finishing procedures." *J Am Dent Assoc* 1975;91:101-6.
197. Wilder AD, Swift EJ, May KN, Waddell S. Bond strength of conventional and simplified bonding systems. *Am J Dent* 1998;11:114-7.
198. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Celis JP, Vanherle G. Classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dent Mater* 1992;8:310-9.
199. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. Composite resins in the 21st century. *Quintessence Int* 1993;24:641-58.
200. Williams VD, Svare CW. The effect of five-year storage prior to bonding on enamel/ composite bond strength. *J Dent Res* 1985;64:151-4.
201. Wilson F, Heath JR, Watts DC. Finishing composite restorative materials. *J Oral Rehabil* 1990;17:79-87.
202. Yoshida Y, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004;83:454-8.
203. Yoshiyama M, Urayama A, Kimochi T, Matsuo T, Pashley DH. Comparison of conventional vs self-etching adhesive bonds to caries-affected dentin. *Oper Dent* 2000;25:163-9.
204. Yoshiyama M, Matsuo T, Ebisu S, Pashley D. Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. *J Dent* 1998;26:609-16.

205. Yoshiyama MTF, Doi J, Nishitani Y, Yamada T, Itou K, Carvalho RM, Nakajima M, Pashley DH. Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. *J Dent Res* 2002;81:556-60.
206. Yuan YSY, Ichinose S, Tagami J. Qualitative analysis of adhesive interface nanoleakage using FE-SEM/EDS. Japanese Association for Dental Research, Okayama 2005; Abstr no 74.
207. Yuan Y, Ichinose S, Tagami J. Effect of dentin depth on hybridization quality using different bonding tactics in vivo. *J Dent* 2007;35:664-72.

## 11 ANHANG

### 11.1 Daten der quantitativen Randanalyse

#### 11.1.1 Deskriptive Statistik

TWB: TM 1

MK: TM 2

#### Dentin

Gruppe	TM	RQ 1	RQ 2	RQ 3	Spalt
1	1	100	0	0	0
	2	100	0	0	0
2	1	93,4	5,5	0	0
	2	89,4	7,8	0	0
3	1	94,4	5,6	0	0
	2	92,9	7,1	0	0
4	1	98,2	1,8	0	0
	2	95,7	4,3	0	0
5	1	100	0	0	0
	2	94,9	5,1	0	0
6	1	99,0	1,0	0	0
	2	97,2	2,8	0	0
7	1	99,0	1,0	0	0
	2	95,5	4,5	0	0
8	1	97,9	1,6	0	0
	2	95,8	3,8	0	0
9	1	99,8	0	0	0
	2	99,8	0	0	0
10	1	98,7	1,3	0	0
	2	98,1	1,9	0	0
11	1	99,4	0,5	0	0,3
	2	98,7	0,8	0	0
12	1	98,0	1,4	0	0
	2	96,7	0	0	0
13	1	100	0	0	0
	2	95,7	3,4	0	0
14	1	100	0	0	0
	2	100	0	0	0
15	1	100	0	0	0
	2	99,3	0	0	0
16	1	98,4	1,5	0	0
	2	97,0	2,7	0	0
17	1	100	0	0	0
	2	100	0	0	0

#### Schmelz

Gruppe	TM	RQ 1	RQ 2	RQ 3	Spalt
1	1	100	0	0	0
	2	100	0	0	0
2	1	100	0	0	0
	2	91,8	6,4	0	0
3	1	97,7	2,3	0	0
	2	93,8	4,1	0	0
4	1	99,6	0,1	0	0
	2	99,0	1,0	0	0
5	1	100	0	0	0
	2	98,7	1,3	0	0
6	1	99,2	1,0	0	0
	2	98,8	0,3	0	0
7	1	100	0	0	0
	2	100	0	0	0
8	1	98,0	2,0	0	0
	2	99,1	0,9	0	0
9	1	98,8	1,2	0	0
	2	98,7	1,3	0	0
10	1	100	0	0	0
	2	99,4	0,6	0	0
11	1	100	0	0	0
	2	100	0	0	0
12	1	99,5	0,3	0	0
	2	96,2	3,3	0,3	0,3
13	1	100	0	0	0
	2	99,7	0,3	0	0
14	1	100	0	0	0
	2	100	0	0	0
15	1	98,8	0	0	0
	2	98,5	0	0	0
16	1	99,0	1,5	0	0
	2	95,7	1,3	0	0
17	1	100	0	0	0
	2	100	0	0	0

### 11.1.2 Kruskal-Wallis-Test

Statistik für Test(a,b,c)

Dentin nach TWB	note1
Chi-Quadrat	22,820
Df	16
Asymptotische Signifikanz	,119

Schmelz nach TWB	note1
Chi-Quadrat	13,150
df	16
Asymptotische Signifikanz	,662

Dentin nach MK	note1
Chi-Quadrat	27,800
Df	16
Asymptotische Signifikanz	,033

Schmelz nach MK	note1
Chi-Quadrat	18,994
df	16
Asymptotische Signifikanz	,269

### 11.1.3 Bonferroni-Nachtestung

Dentin, tm = nach MK

\* Die Differenz der Mittelwerte ist auf dem Niveau .05 signifikant.

(I) gruppe	(J) gruppe	Mittlere Differenz (I-J)	Standardfehler	Signifikanz	95%-Konfidenzintervall	
					Untergrenze	Obergrenze
1	2	12,21500	3,41175	,068	-,2974	24,7274
2	17	-12,79000(*)	3,41175	,037	-25,3024	-,2776

Alle anderen Gruppen unter dem Signifikanzniveau  $p > 0,05$

### 11.1.4 Wilcoxon-Test:

Medianwerte aus der Statistik für Test (b,c), Note 1\_T2 – note1

#### Kavitätenrand Dentin

Statistik für Test(b,c), Note1\_T2 - note1

Gruppe	Z	Asymptotische Signifikanz (2-seitig)
1	-,535(a)	,593
2	-,943(a)	,345
3	-1,992(a)	,046
4	-,734(a)	,463
5	-1,214(a)	,225
6	-1,014(a)	,310
7	-,734(a)	,463
8	-2,023(a)	,043
9	-,365(a)	,715
10	-1,153(a)	,249
11	-2,201(a)	,028
12	-,734(a)	,463
13	-2,201(a)	,028
14	-1,604(a)	,109
15	-1,069(a)	,285
16	-,734(a)	,463
17	,000(a)	1,000

#### Kavitätenrand Schmelz

Statistik für Test(b,c), Note1\_T2 - note1

Gruppe	Z	Asymptotische Signifikanz (2-seitig)
1	-1,069(a)	,285
2	-,943(a)	,345
3	-1,214(a)	,225
4	-,405(a)	,686
5	-2,023(a)	,043
6	-1,483(a)	,138
7	-1,069(a)	,285
8	-,135(a)	,893
9	-,365(a)	,715
10	-1,826(a)	,068
11	-1,604(a)	,109
12	-2,201(a)	,028
13	-1,841(a)	,066
14	-1,342(a)	,180
15	-1,826(a)	,068
16	-2,023(a)	,043
17	-1,000(a)	1,000

### 11.1.5 Mann-Whitney-Testung

TWB: TM 1                      Dentin: a kavrand  
MK: TM 2                      Schmelz: b kavrand

Einzeltestung von *OptiBond FL* und *Clearfil Tri-S Bond*, appliziert nach Herstellerangaben

Gruppe	kavrand	TM	Z	Asymptotische Signifikanz (2-seitig)
7 vs 17	a	1	-2,554	,011
		2	-2,896	,004
	b	1	-1,311	,190
		2	-1,311	,190

### Mann-Whitney-Testung

**TWB:** TM 1

**Dentin:** a kavrand

**MK:** TM 2

**Schmelz:** b kavrand

Gruppe	kavrand	TM	Asymptotische Signifikanz (2-seitig)
1 vs. 3	a	1	,064
		2	,014
	b	1	,418
		2	,105
5 vs. 7	a	1	,355
		2	,670
	b	1	,370
		2	,537
9 vs. 11	a	1	,913
		2	,450
	b	1	,298
		2	,563
13 vs. 15	a	1	,587
		2	,106
	b	1	,355
		2	,511

Gruppe	kavrand	TM	Asymptotische Signifikanz (2-seitig)
2 vs. 4	a	1	,637
		2	,333
	b	1	,490
		2	,147
6 vs. 8	A	1	,831
		2	,958
	B	1	,511
		2	1,000
10 vs. 12	a	1	,557
		2	,916
	b	1	,400
		2	,518
14 vs. 16	a	1	,188
		2	,282
	b	1	,277
		2	,095

## 11.2 Materialliste

- 1 Scaler M 23;  
A. Deppler S.A., CH-1180 Rolle/ Switzerland
- 2 Kürette M 23 A;  
A. Deppler S.A., CH-1180 Rolle/ Switzerland
- 3 Präparierdiamant Nr. 8955-016;  
Komet, Gebr. Brasseler GmbH & Co. KG, D-32631 Lemgo
- 4 Finierdiamant Nr. 955 EF 008;  
Komet, Gebr. Brasseler GmbH & Co. KG, D-32631 Lemgo
- 5 Parodontalsonde PCP 10;  
Hu-Friedy, D-69181 Leimen
- 6 Lupenbrille Eye Mag Pro F 4, 3-fach;  
Carl Zeiss AG, Vision GmbH, Aalen
- 7 Clearfil Tri-S Bond, Lot # 41116;  
Kuraray Medical Inc., Sakazu, Kurashiki, Okayama 710-8622, Japan
- 8 SmartLite PS;  
Dentsply DeTrey GmbH, D-78467 Konstanz
- 9 Omnibrush Dental-Einmal-Applikator; Art.-Nr. 88963;  
Dental-Handelsgesellschaft mbH, D-63110 Rodgau
- 10 Conditioner 36, Lot # 0507002142;  
Dentsply DeTrey GmbH, D-78467 Konstanz

- 11 OptiBond FL Prime, Chargen-Nr.: 428922;  
KERR GmbH, D-76185 Karlsruhe
- 12 OptiBond FL Adhesive, Chargen-Nr.: 432673;  
KERR GmbH, D-76185 Karlsruhe
- 13 Filtek Z250 Universal Restorative D3 Shade;  
3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN 55144-1000
- 14 Heidemann-Spatel DE408;  
Aesculap AG, D-78532 Tuttlingen
- 15 Kugelstopfer DE 109 R;  
Aesculap AG, D-78532 Tuttlingen
- 16 Sof-Lex Pop-On Polierscheiben Art.-Nr. 1981 (M, F, SF);  
3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN 55144-1000
- 17 Rasterelektronenmikroskop AMRAY 1810;  
AMRAY Inc., 160 Middlesex Turnpike, Bedford, MA-01730-1491, USA
- 18 Zellstofftupfer Askina Brauncel;  
B. Braun, D-34212 Melsungen
- 19 Honigum Automix Light;  
DMG, D-22547 Hamburg
- 20 Silaplast Futur;  
Detax, D-76275 Ettlingen
- 21 Stycast 1266, Part A + B;  
Emerson & Cumming, Grace N.V., B-2260 Westerlo-Oevel



- 22 Sputter-Coater SCD 030;  
Blazers Union, FI-9496 Blazers
- 23 Thermocycling-Gerät;  
G. Altaner, D-14057 Berlin
- 24 Trennscheibe Art.-Nr.: 8964-104;  
Komet, Gebr. Brasseler GmbH & Co. KG, D-32631 Lemgo
- 25 Probenteller;  
Plano, W. Planner GmbH, 35523 Wetzlar
- 26 Alloy-Primer, Lot # 00118A;  
Kuraray Medical Inc., 1621 Sakazu, Kurashiki, Okayama, Japan
- 27 Münchener multifunktionaler Kausimulator V.4.5.0;  
Willytec, Brainstorm Inc., D-80807 München
- 28 Shimstock; Lot No. 069967;  
Roeko, D-89112 Langenau
- 29 Win-Mes für MS-Windows 3.1, Version 1.03;  
Stefan Küppers, Med. Softwarelösungen, D-91054 Erlangen
- 30 SPSS für Windows 6.0;  
SPSS GmbH, D-81669 München

### 11.3 Erläuterungen im Text erwähnter chemischer Abkürzungen

4-META	4-Methacryloyloxyethyl-Trimellitat-Anhydrid
BIS-GMA	Bisphenol-A-Diglycidyl-Methacrylat
HEMA	2-Hydroxyethylmethacrylat
MDP	10-Methacryloyloxy-decyl-dihydrogenphosphat
PENTA	Dipentaerytritol-Pentamethacryloyloxy-Phosphat
UEDMA	Urethan-Dimethacrylat

#### **11.4 Erklärung an Eides statt**

Hiermit erkläre ich, Fabian Alexander Lübke, dass die Dissertation von mir selbst und ohne Hilfe Dritter verfasst wurde, auch in Teilen keine Kopie anderer Arbeiten darstellt und die benutzten Hilfsmittel sowie die Literatur vollständig angegeben sind.

Berlin, den 30.06.2009

Fabian Alexander Lübke

### **11.5 Danksagung**

Herrn Prof. Dr. Jean-François Roulet möchte ich für die Überlassung des Dissertationsthemas und die freundliche Unterstützung danken.

Herrn Dr. Uwe Blunck danke ich ganz besonders herzlich, für seine unermüdliche Unterstützung und sein Engagement in allen theoretischen und praktischen Belangen. Seine Bereitschaft trotz des engen Terminplanes immer mit Rat und Tat geholfen zu haben, hat mir bei dem Erstellen dieser Dissertation sehr geholfen und mein wissenschaftliches Denken und Handeln nachhaltig geprägt. Weiterhin möchte ich ihm für die umfassende Ausbildung während meines Studiums danken.

Frau Helga Grundt danke ich für die freundliche und hilfsbereite Unterstützung bei der Arbeit im Forschungslabor.

Meinen Eltern möchte ich ganz besonders für ihre Liebe und grenzenlose Unterstützung in jeglicher Hinsicht danken.

Auch Frau Ina Lange möchte ich besonders für ihre motivierenden und unterstützenden Worte und ihr Verständnis während der Endphase dieser Arbeit danken.

Den Firmen Kuraray, Kerr, DMG und gilt mein Dank für die Bereitstellung der Materialien.

## **11.6 Curriculum Vitae**

Mein Lebenslauf wird aus Datenschutzgründen in der elektronischen Version meiner Arbeit nicht mit veröffentlicht.