

Aus dem Institut für Zahn- Mund- und Kieferheilkunde, Abteilung für
Zahnerhaltung und Präventivzahnmedizin der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

***In-vitro*-Studie zur Analyse des Haftverbundes faserverstärkter
Wurzelstifte mit verschiedenen Befestigungssystemen unter
besonderer Berücksichtigung des Einsatzes eines
Universaladhäsivsystems im Wurzelkanal**

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

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von
Luise Pönisch, geborene Polster
aus Berlin

Datum der Promotion: 04.06.2021

Vorwort

Teilergebnisse der vorliegenden Arbeit wurden bereits veröffentlicht:

Bitter K, Polster L, Askar H, von Stein-Lausnitz M, Sterzenbach G. Effect of Final Irrigation Protocol and Etching Mode on Bond Strength of a Multimode Adhesive in the Root Canal. The journal of adhesive dentistry 2017:245-52

Inhaltsverzeichnis

1. Abkürzungsverzeichnis	5
2. Abbildungsverzeichnis	7
3. Tabellenverzeichnis	8
4. Abstrakt	9
5. Einleitung	11
6. Literaturübersicht	12
6. 1. Glasfaserstifte.....	12
6. 2. Der Haftmechanismus im Wurzelkanal.....	13
6. 3. Strategien für die adhäsive Befestigung im Wurzelkanal	14
6. 4. Vorbehandlung der Stiftbettkavität	16
6. 5. Alterung nach thermozyklischer Wechselbelastung und Lagerung	17
7. Ziel der Arbeit und Arbeitshypothese	19
8. Material und Methode	20
8. 1. Materialien	20
8. 2. Methode.....	25
9. Ergebnisse	37
9. 1. Ergebnisse zu den Haftwerten.....	37
9. 2. Frakturmodusanalyse.....	42
9. 3. Ergebnisse der Betrachtung der Proben unter dem CLSM.....	44
10. Diskussion	47
10. 1. Diskussion der Methode.....	47
10. 2. Diskussion der Ergebnisse.....	54
11. Schlussfolgerung	62
12. Literaturverzeichnis	64
13. Liste der verwendeten Materialien	72
14. Liste der verwendeten Geräte und Programme	75
Eidesstattliche Versicherung	77

Anteilerklärung an erfolgten Publikationen	78
Lebenslauf.....	79
Publikationsliste	80
Danksagung.....	81

1. Abkürzungsverzeichnis

A	Haftfläche
Abb.	Abbildung
Aqua dest.	(lateinisch: aqua destillata) Destilliertes Wasser
ANOVA	(englisch: analysis of variance) Varianzanalyse
BHT	Butylhydroxytoluol
Bis-GMA	Bisphenol-A-Diglycidylmethacrylat
ca.	circa
C-Faktor	(englisch: Configuration Factor) Konfigurationsfaktor
CLSM	(englisch: Confocal Laser Scanning Microscope) konfokales Laser-Raster-Mikroskop
°C	Grad Celsius
EDTA	Ethylendiamintetraacetat
E+R	(englisch: Etch and Rinse) Ätzen und Abspülen
E-Modul	Elastizitätsmodul
et al.	(lateinisch: et alii) und andere
FCDG	Gruppe: Futurabond DC, Grandio Core
FUÄG	Gruppe: Futurabond U mit Phosphorsäureätzung, Grandio Core
FUG	Gruppe: Futurabond U, Grandio Core
Fmax	Ausstoßkraft
FRC posts	(englisch: fiber-reinforced composite posts) glasfaserverstärkter Komposit-Stift
g	Gramm
h	Stunde

Abkürzungsverzeichnis

HEDMA	Hexandioldimethacrylat
HEMA	2-Hydroxyethylmethacrylat
H_3PO_4	Phosphorsäure
ISO TS	(von griechisch: isos, deutsch: gleich) Internationale Organisation für Normung, Technische Spezifikation
kHz	Kilohertz
min, min^{-1}	Minute, pro Minute
ml, μ l	Milliliter, Mikroliter
mm, cm, mm^2 , μ m, nm	Millimeter, Zentimeter, Quadratmillimeter, Mikrometer, Nanometer
MMPs	Matrix Metallo Proteinasen
MDP	10-Methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphat
n	Anzahl der Proben pro Gruppe
N, kN	Newton, Kilonewton
NaCl	Natriumchlorid
NaFl	Fluorescein Natrium
NaOCl	Natriumhypochlorit
Ncm	Newtonzentimeter
OCl ⁻	Hypochlorit
p	Signifikanzgrad
Pa, MPa, GPa	Pascal, Megapascal, Gigapascal
pH-Wert	Maßzahl für den basischen oder sauren Charakter einer Lösung
PUI	Passive Ultraschallaktivierte Spülung
RITC	Rhodamine B Isothiocyanate
RX	Gruppe: RelyX Unicem 2

s	Sekunde
TC	(englisch: thermocycling) Thermozyklische Wechselbelastung
TEGDMA	Triethylen-Glycol-Dimethacrylat
TMPTMA	Trimethylolpropan Trimethacrylat
Tukey HSD	(englisch: Honestly Significant Difference) wirklicher signifikanter Unterschied
UDMA	Urethan-Dimethacrylat
z.B.	zum Beispiel
%	Prozent

2. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Das Rebuilda Post System	20
Abbildung 2: Die Adhäsive Futurabond DC und Futurabond U.....	21
Abbildung 3: Das Befestigungskomposit Grandio Core Dual Cure.....	22
Abbildung 4: Das selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem 2.....	23
Abbildung 5: Übersicht des Studiendesigns.....	25
Abbildung 6: Universalprüfmaschine zur Durchführung der Push-out-Tests.....	31
Abbildung 7: Grafische Darstellung des Push-out-Tests	32
Abbildung 8: Bruchmuster	33
Abbildung 9: Stiftradius, Foto einer Probe unter dem Stereomikroskop	34
Abbildung 10: Dicke der Scheibe (h).....	34
Abbildung 11: konfokales Laser-Raster-Mikroskop (LSM 700, Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena)....	36
Abbildung 12 a-h: CLSM-Bilder	46

3. Tabellenverzeichnis

Tabelle I: Zusammensetzung der Materialien nach Herstellerangaben.....	24
Tabelle II: Signifikanz der Unterschiede in den Haftwerten der verschiedenen Befestigungssysteme (signifikante Unterschiede fett markiert; Tukey HSD)	38
Tabelle III: Haftwerte der verschiedenen Befestigungssysteme mit und ohne Ethanol-Vorbehandlung...	39
Tabelle IV: Haftwerte initial und nach dreimonatiger Lagerung	40
Tabelle V: Haftwerte in den Lokalisationen koronal, Mitte, apikal	41
Tabelle VI: Prozentuale Verteilung der Frakturmuster bei den verschiedenen Befestigungssystemen, in der Kontrollgruppe und mit Ethanol-Vorbehandlung	42
Tabelle VII: Prozentuale Verteilung der Frakturmodi in den jeweiligen Lokalisationen	43
Tabelle VIII: Prozentuale Verteilung der Frakturmodi initial und nach dreimonatiger Lagerung.....	43

4. Abstrakt

Ziel: Diese Arbeit untersuchte den Einfluss einer Abschlusspflung mit Ethanol auf den Haftverbund faserverstärkter Wurzelstifte im Wurzelkanal, die mit verschiedenen Befestigungssystemen und Adhäsionsstrategien befestigt wurden. Hierbei sollte besonderes die Auswirkung der Konditionierung auf die Haftung eines Universaladhäsivs ermittelt werden.

Material und Methode: 128 humane obere Schneidezähne wurden nach endodontischer Behandlung mit einer Stiftbohrung versehen. Anschließend wurde die Kavität ultraschallaktiviert mit 1% Natriumhypochlorit gespflut. Es folgte bei je 64 Zähnen entweder eine Spflung mit destilliertem Wasser oder mit destilliertem Wasser und 99% Ethanol. Eine weitere Aufteilung in jeweils vier Untergruppen (n=16) erfolgte durch die Insertion von Glasfaserstiften mit vier verschiedenen Befestigungssystemen: Gruppe FDCG (dualhärtendes selbststzndendes Adhäsiv Futurabond DC und dualhärtendes Aufbaukomposit Grandio Core), Gruppe FUG (dualhärtendes Universaladhäsivsystem Futurabond U im selbststzndenden Modus und dualhärtendes Aufbaukomposit Grandio Core), Gruppe FUÄG (dualhärtendes Universaladhäsivsystem Futurabond U im Etch-and-Rinse-Modus und dualhärtendes Aufbaukomposit Grandio Core) sowie Gruppe RX als Kontrollgruppe (dualhärtendes selbstadhäsives Befestigungskomposit RelyX Unicem. Alle Proben wurden zur Untersuchung der verschiedenen Lokalisationen im Zahn (koronal, Mitte, apikal) in sechs Scheiben geschnitten. Es erfolgte nochmals eine Unterteilung der 8 Untergruppen, jeweils zur Hälfte wurden die Haftwerte initial sowie nach 10.000 Zyklen thermozyklischer Wechselbelastung und dreimonatiger Lagerung mit Hilfe eines Push-out-Tests evaluiert.

Ergebnisse: Die Haftkraft wurde signifikant von dem Befestigungssystem ($p < 0,0005$), der Ethanol-Vorbehandlung ($p = 0,008$), der thermozyklischen Wechselbelastung und dreimonatigen Lagerung ($p = 0,005$), sowie von der Lokalisation ($p < 0,0005$) beeinflusst (Messwiederholungs-ANOVA). Die Gruppen FUÄG und RX wiesen mit 19,4 MPa (SD=4,9) bzw. 20,9 MPa (SD=7,1) signifikant höhere Haftwerte als die Gruppen FUG mit 14,5 MPa (SD=6,1) und FDCG mit 17,8 MPa (SD=6,8) auf. Die Vorbehandlung mit einer Ethanolspflung resultierte insgesamt in signifikant höheren Haftwerten von 19 MPa (SD=6,2) im Vergleich zum Verzicht auf die Spflung (17,3 MPa (SD=7,1)).

Schlussfolgerung: Mit der begrenzten Aussagekraft einer In-vitro-Untersuchung können bei der Verwendung im Wurzelkanal das selbstadhäsive Befestigungskomposit sowie das getestete Universaladhäsivsystem mit Phosphorsäurekonditionierung empfohlen werden. Von der Abschlusspflung mit Ethanol haben vor allem die selbststzndenden Adhäsivsysteme profitiert.

Abstract

Objectives: The aim of this study was to investigate the effect of final ethanol irrigation on bond strength of fiber posts luted in the root canal using different luting systems, including a multi mode adhesive system.

Materials and methods: 128 human anterior teeth were endodontically treated, root filled and post space preparations were conducted. The cavity was passively irrigated using an ultrasonic device and 1% sodium hypochlorite. Then the specimens were distributed into two groups, 64 teeth per group and irrigated using either distilled water or distilled water and 99% ethanol. Subsequently teeth were further divided into four subgroups according to the luting system (n=16). Fiber posts were luted using a dual-curing self-etch adhesive Futurabond DC (FDCG) or multi-mode adhesive Futurabond U (FUG) in self-etch-mode, or Futurabond U in etch-and-rinse-mode (FUÄG) in combination with a dual-curing luting agent Grandio Core, or with a self-adhesive resin-cement RelyX Unicem (RX, control group). Afterwards the specimens were cut into six slices to analyse the different localisations (coronal, middle, apical). Subgroups were divided in half: Push-out bond strength was evaluated either initially (n=8) or after 10.000 thermal cycles and storage for three months (n=8).

Results: Repeated measures ANOVA revealed that bond strength was significantly affected by the luting system ($p<0.0005$), the ethanol pretreatment ($p=0.008$), the thermocycling in combination with the three month storage ($p=0.005$) and tooth localisation ($p<0.0005$). FUÄG (19.4 MPa (SD=4.9)) and RX (20.9 MPa (SD=7.1)) revealed significant higher bond strength than FUG (14.5 MPa (SD=6.1)) and FDCG (17.8 MPa (SD=6.8)). Ethanol pretreatment increased bond strength from 17.3 MPa (SD=7.1) to 19 MPa (SD=6.2).

Conclusion: Within the limits of an In-vitro-study both the self-adhesive resin-cement and the multi-mode adhesive in etch-and-rinse-mode can be recommended for luting fiber posts in the root canal. Especially the bond strength of self-etch adhesive systems seems to benefit from final ethanol irrigation.

5. Einleitung

Glasfaserverstärkte Komposit-Wurzelstifte (fiber-reinforced composite posts; FRC posts) werden bei wurzelkanalbehandelten Zähnen mit großem Substanzverlust der Zahnkrone eingesetzt. Sie bieten die Möglichkeit, die koronale Retentionsfläche für einen adhäsiven Aufbau zu maximieren. Dies ist in Situationen nötig, in denen nur unzureichend koronale Zahnhartsubstanz für die adhäsive Retention des Aufbaus besteht oder mit einer überdurchschnittlichen Scher- und Zugbeanspruchung des Pfeilerzahnes zu rechnen ist. Unter Schonung von möglichst viel Restzahnhartsubstanz soll durch den Aufbau eine zuverlässige Verankerung für eine definitive Restauration geschaffen werden.¹ Neben den genannten Vorteilen bringt die Verwendung von Wurzelstiften aber auch Nachteile mit sich, da die Zahnhartsubstanz durch eine zusätzliche Stiftbettbohrung geschwächt wird.² Besonders der Abtrag des inneren Dentins, welches an den Wurzelkanal grenzt, führt zu einer verminderten Frakturresistenz des endodontisch behandelten Zahnes. Dies kann in der Folge das Risiko für Wurzelfrakturen erhöhen.³ Adhäsiv befestigte faserverstärkte Wurzelkanalstifte haben gegenüber konventionellen gegossenen Stiftaufbauten aus Metall bestimmte Vorteile. Zum einen besitzen Glasfaserstifte einen ähnlichen Elastizitätsmodul wie Dentin. Es wird diskutiert, dass dadurch die Frakturgefahr der Zahnwurzel verringert werden könnte.⁴ Zum anderen können dünne Dentinwände durch Verwendung plastischer Kompositmaterialien erhalten und gegebenenfalls stabilisiert werden.

Als häufigster Misserfolg bei der Versorgung mit FRC posts wird neben der Stiftfraktur die Dezementierung des Stifts genannt.⁵⁻⁷ Daher soll in dieser Arbeit untersucht werden, inwieweit der Haftverbund zwischen Dentin, Befestigungsmaterial und Stift vom verwendeten Befestigungssystem beeinflusst wird und durch ein Ethanol-basiertes Spülprotokoll optimiert werden kann.

Universaladhäsive wurden mit dem Ziel entwickelt, dem Anwender mit nur einem einzigen Produkt maximale Flexibilität zu bieten. Sie können sowohl selbstkonditionierend als auch im Etch-and-Rinse-Verfahren (E+R) eingesetzt werden. Ob sich eine Dentinätzung bei der E+R-Anwendung eines Universaladhäsivs im Wurzelkanal positiv auf den Haftverbund auswirkt, wurde bisher nur wenig untersucht. Bereits gezeigt werden konnte, dass nach Phosphorsäurekonditionierung eine tiefere Penetration des Adhäsivs im Kronendentin resultierte, die sich aber nicht auf die Haftwerte auswirkte.^{8,9}

Auch die Anwendung von Spüllösungen vor der Stiftinsertion kann die Haftung von Wurzelkanalstiften beeinflussen. Ethanol als Abschlusspülung vor Anwendung der Adhäsivtechnik wird ein positiver Einfluss auf die Haftung zugeschrieben. Besonders im Wurzelkanal ist die Feuchtigkeitskontrolle erschwert. Verbliebenes Wasser kann die Adhäsivpenetration in die Dentintubuli und die Copolymerisation der Adhäsivmonomere beeinträchtigen.¹⁰ Studien am koronalen Dentin zeigten, dass durch die Ethanol-Abschlusspülung Wasser in der Kollagenmatrix verdrängt werden kann und Ethanol-basierte Adhäsive besser penetrieren könnten.^{11,12} Ob dies auch für den Wurzelkanal gilt, wird bislang kontrovers diskutiert.^{13,14}

6. Literaturübersicht

6. 1. Glasfaserstifte

Mit den sich stetig weiter entwickelnden Möglichkeiten zum Zahnerhalt hat in den letzten Jahrzehnten auch die Bedeutung der Restauration endodontisch behandelter Zähne zugenommen. Während bei kleineren Kavitäten eine Kompositfüllung zur Versorgung des Substanzverlustes ausreichen kann, können bei Zähnen mit geringer Restsubstanz Stiftaufbauten notwendig werden, um eine anschließende Kronenversorgung zu ermöglichen. Wurzelstifte werden in verschiedenen Materialien angeboten, beispielsweise auf Metallbasis, aus Zirkonoxidkeramik oder aus faserverstärktem Komposit. Vergleicht man Glasfaserstifte mit Metallstiften, weisen Metallstifte einen deutlich höheren Elastizitätsmodul (E-Modul) auf. Kontrovers diskutiert wird, ob ein geringerer E-Modul des Wurzelstiftes Spannungen minimieren und Wurzelfrakturen verhindern kann. In-vitro-Studien konnten bei Glasfaserstiften geringere Spannungen in der Wurzel und ein geringeres Risiko für schwerwiegende Wurzelfrakturen zeigen.¹⁵⁻¹⁷ Im Gegensatz dazu aber generierten Glasfaserstifte in einer Studie von Santos *et al.* eine höhere Spannung im Wurzelbereich als Metallstifte.¹⁸ Allerdings resultierte daraus keine höhere Inzidenz für Wurzelfrakturen.¹⁸ Hinsichtlich der Versagensmuster untersuchten Cormier *et al.* in ihrer In-vitro-Studie sechs Stiftsysteme verschiedener Materialien. Faserverstärkte Materialien zeigten dabei im Gegensatz zu Keramik- und Metallstiften ein wiederzuversorgendes Versagen.¹⁷

Insgesamt kann zur Zeit keine eindeutige Empfehlung gegeben werden, welches Stiftmaterial zu bevorzugen ist.¹⁹ Die klinische Studienlage zur Erfolgsrate verschiedener Stiftmaterialien ist

uneindeutig, da nur wenige aussagekräftige Studien existieren. In einer klinischen Studie von Schmitter *et al.* waren Glasfaserstifte den geschraubten Stiften überlegen und zeigten nach einem Jahr eine bessere klinische Erfolgsrate.¹⁶ Es wurde vermutet, dass sich Glasfaserstifte aufgrund ihres dentinähnlicheren E-Moduls überlegen präsentierten. Klinisch ist allerdings nicht belegt, ob ein niedrigerer E-Modul das Risiko für Wurzelfrakturen tatsächlich minimiert, auch wenn dies von enormer Bedeutung wäre, da frakturierte Wurzeln keine Erneuerung einer Restauration ermöglichen würden.²⁰

Neben der Wahl des Stiftmaterials hängen diverse andere Faktoren mit dem Erfolg oder Versagen von Stift-Stumpfaufbauten zusammen, wie z.B. der Zahntyp, die Anzahl der noch bestehenden Kavitätenwände oder Karies.^{7,16,21} So zeigten in einer Langzeit-Beobachtungsstudie über 10 Jahre Seitenzähne und Zähne mit wenigstens einer Kavitätenwand eine geringere Versagensrate des Stiftaufbaus im Vergleich zu Frontzähnen und Zähnen mit gar keiner bestehenden Kavitätenwand.⁷ In dem Falle, dass ein Zahn durch den Verlust der klinische Krone keine Kavitätenwand in suffizienter koronaler Höhe aufweist, kann die Präparation eines „ferrule designs“ einen positiven Effekt auf die Langlebigkeit der Restauration haben. Dabei wird im Rahmen der zirkumferenten Stumpfpräparation ein verbleibender Dentinsaum mit einer Höhe von mindestens 1,5 bis 2 Millimetern gefordert. Naumann *et al.* stellten in einer Metaanalyse das „ferrule design“ neben der Anzahl der noch bestehenden Kavitätenwände als wichtigsten Erfolgsfaktor für den Zahn- und Restaurationserhalt heraus.²²

Abgesehen von funktionellen Aspekten sind Glasfaserstifte hinsichtlich der Ästhetik Metallstiften deutlich überlegen. Der Stumpfaufbau schimmert unter einer Kronenrestauration nicht dunkel durch, sondern besitzt ähnliche optische Eigenschaften wie Dentin.²³

6. 2. Der Haftmechanismus im Wurzelkanal

Die Stiftbefestigung spielt für den Erfolg von Stiftstumpfaufbauten eine große Rolle. In Adhäsivtechnik verwendete Befestigungskomposite mit einem geringeren E-Modul als Dentin sollen dazu beitragen Spannungsspitzen zu vermeiden, indem sie die Spannung vom Stift zum Zahn übertragen.^{24,25} Jedoch erschweren verschiedene Faktoren die adhäsive Befestigung von Wurzelstiften. Morphologisch gesehen sind im Wurzelkanal weniger Dentintubuli vorhanden als im koronalen Dentin, in die das Adhäsiv penetrieren kann. Dies ist dadurch zu erklären, dass in Richtung apikal die Dichte der Dentintubuli abnimmt und vermehrt irreguläres sekundäres Dentin vorhanden ist.²⁶ Außerdem tritt mit zunehmendem Alter der Zähne im apikalen Bereich

eine tubuläre Sklerose auf, welche die Adhäsivpenetration behindern kann.²⁷ Eine weitere morphologische Schwierigkeit für die adhäsive Befestigung von Wurzelstiften stellt die Form des Wurzelkanals dar. Es liegt dort ein hoher Anteil gebundener, das heißt als Adhäsionsfläche zur Verfügung stehender Oberfläche im Verhältnis zu ungebundener, das heißt an Luft grenzender Oberfläche vor. Diese Korrelation wird mit dem C-Faktor (Configuration factor) beschrieben. Liegt wie im Wurzelkanal ein hoher C-Faktor vor, kann es durch den Schrumpfstress während der Polymerisation zur Spaltbildung zwischen Befestigungsmaterial und Wurzelentin kommen.²⁸ Neben den anatomischen Besonderheiten im Wurzelkanal wird die Adhäsivtechnik durch die Schmierschicht, die bei der Stiftbettpräparation entsteht, beeinflusst. Die Schmierschicht enthält Debris sowie Reste von Sealer oder Guttapercha und kann die Ausbildung einer suffizienten Adhäsion zum Dentin behindern.^{29,30} Ebenso kann die Adhäsion durch verbliebenes Wasser beeinträchtigt werden. Aufgrund der schwierigen Einsehbarkeit ist im Wurzelkanal die Feuchtigkeitskontrolle erschwert.^{31,32} Aktemur Türker *et al.* konnten in ihrer Studie zeigen, dass die Feuchtigkeit im Wurzelkanal die Adhäsion verschiedener selbstadhäsiver Befestigungskomposite beeinflusst.³²

6. 3. Strategien für die adhäsive Befestigung im Wurzelkanal

Für die adhäsive Befestigung von Glasfaserstiften im Wurzelkanal existieren verschiedene Adhäsivsysteme. E+R-Systeme erfordern eine separate Ätzung der Zahnhartsubstanz mit Phosphorsäure. Eine andere Variante stellen die selbstätzenden Adhäsive dar, die saure Monomere enthalten. Welches Adhäsivsystem am Wurzelkanalentin den besten Verbund erzielt, wird kontrovers diskutiert. Zicari *et al.* stellten höhere Haftwerte bei selbstätzenden Adhäsiven am Wurzelkanalentin fest.³³ In einer Literaturübersicht von Monticelli *et al.* wurden jedoch zusammenfassend die E+R-Systeme mit dualhärtenden Adhäsiven als am günstigsten für die Befestigung von Faserstiften am Wurzelentin eingestuft.³⁴

Eine entscheidende Rolle spielt das in den selbstätzenden Adhäsiven enthaltene funktionelle Monomer 10-MDP, welches eine chemische Interaktion mit dem Hydroxylapatit rund um das Kollagenetzwerk in der Hybridschicht eingeht.³³ MDP-haltige Adhäsive zeigten außerdem eine gute Langzeitstabilität mit hohen stabilen Haftwerten nach 6-monatiger Wasserlagerung.³⁵

Eine Alternative zur Befestigung von Wurzelstiften mit dualhärtenden Zementen in Kombination mit einem Adhäsivsystem stellen die selbstadhäsiven Befestigungskomposite dar. Sie haften vorrangig durch die chemische Interaktion mit Calcium-Ionen des Hydroxylapatits.^{36,37} In ihren

klinischen Eigenschaften sind sie vergleichbar mit anderen Befestigungssystemen und sie sind einfach anzuwenden, da kein separates Adhäsivsystem und auch keine vorherige Phosphorsäureätzung nötig ist.³⁷ Eine Metaanalyse von Sarkis-Onofre *et al.* zeigt, dass die Verwendung selbstadhäsiver Befestigungskomposite die Retention von Wurzelstiften im Wurzelkanal positiv beeinflusst.³⁸ Auch Bergoli *et al.* sprachen auf Basis der Ergebnisse ihrer klinischen Studie eine Empfehlung für selbstadhäsive Befestigungskomposite aus, da sie auch nach sechs Jahren eine verlässliche Retention von Glasfaserstiften gewährleisteten.³⁹

Mit der Absicht, ein anwenderfreundliches und wenig techniksensitives Adhäsiv zu entwerfen, wurden die Universaladhäsive entwickelt. Mit ihnen hat der Anwender maximale Flexibilität bei der Auswahl des Konditionierungssystems, denn sie können in E+R-Technik oder selbstständig angewendet werden.⁴⁰ Untersuchungen am koronalen Dentin zeigten, dass die Phosphorsäureätzung zu einer dickeren und homogeneren Hybridschicht mit einer höheren Anzahl an Kunststoffzapfen führt.^{8,41} Wagner *et al.* beobachteten bei drei verschiedenen Universaladhäsiven im selbstständigen Modus weder eine Hybridschicht noch eine Penetration ins Dentin, während bei Verwendung im E+R-Modus eine deutliche Hybridschicht (2-4 μm) sowie eine tiefe Dentinpenetration unter Bildung von bis zu 50 μm langen Kunststoffzapfen zu erkennen war.⁸ Auch wenn die mikroskopische Morphologie im E+R-Verfahren eine stark verzahnte Verbundfläche zeigte, hatte die Phosphorsäureätzung jedoch in vergangenen Studien insgesamt keinen Effekt auf die Haftkraft von Universaladhäsiven.^{8,9,42} Da sie noch neu auf dem Markt sind, gibt es nur wenige Informationen zu Haftwerten von Universaladhäsiven am Wurzelkanaldentin.⁴⁰ Oskoe *et al.* stellten bei der Verwendung von Universaladhäsiven im Wurzelkanal keinen Unterschied in der Haftkraft in E+R-Technik oder im selbstständigen Modus fest.⁴⁰ Ebenfalls sind kaum Daten zur Langzeitstabilität und zur thermischen Belastbarkeit von Universaladhäsiven vorhanden. Es wurde bereits berichtet, dass Einkomponenten selbstständige Adhäsive als semipermeable Membranen fungieren, die eine Wasserpermeabilität am Dentin zulassen.⁴³ Da Universaladhäsive einen ähnlichen Wassergehalt wie Einkomponenten selbstständige Adhäsive aufweisen, könnte eine gewisse Degradation der Hybridschicht auch bei Universaladhäsiven angenommen werden.⁴⁴ Vermelho *et al.* untersuchten die Haftkraft zweier verschiedener Universaladhäsive, Scotchbond Universal und All-Bond Universal auf Dentin nach einem Jahr Wasserlagerung und konnten ähnliche Haftwerte wie bei herkömmlichen Adhäsiven (Optibond FL, Clearfil SE Bond) zeigen.⁴⁵

6. 4. Vorbehandlung der Stiftbettkavitat

Reste von Sealer oder Guttapercha, Debris, sowie die Schmierschicht nach der Stiftbettpreparation konnen die Ausbildung einer suffizienten Adhasivschicht im Wurzelkanal behindern.^{29,30} Daher ist es notwendig, das Stiftbett vor der Stiftzementierung grundlich zu reinigen. Dies kann beispielsweise mit rotierenden Bursten oder durch Sandstrahlen erfolgen. Ein anderes etabliertes Verfahren zur Sauberung der Stiftbettkavitat sind Spulungen mit verschiedenen Losungen, die wahlweise zusatzlich mit Ultraschall aktiviert werden konnen. Grundsatzlich muss jedoch auch davon ausgegangen werden, dass Spullosungen mit Bestandteilen des Befestigungssystems interagieren konnen. Die Effekte der Spullosungen auf die Haftkraft der verschiedenen Befestigungssysteme sind dabei von groem Interesse.⁴⁶

Natriumhypochlorit ist eine gewebeauflosende Spullosung, deren Wirkung auf dem Vorhandensein von freiem Chlor beruht. Dieses liegt bei einem pH-Wert von 12 uberwiegend als OCl^- vor und stellt ein reaktives Oxidationsmittel dar, welches zur Chlorierung funktioneller Gruppen fuhrt.⁴⁷ In einer Studie von Hand *et al.* konnte es in 1-5,25% Konzentration besser nekrotisches Gewebe auflosen als destilliertes Wasser oder Kochsalzlosung.⁴⁸ Eine Meta-Analyse von Neelakantan *et al.* belegt, dass NaOCl auch im Vergleich zu Chlorhexidin die Endotoxine bei endodontischen Infektionen starker reduzierte.⁴⁹ In einer Studie von Van der Sluis *et al.* konnte durch ultraschallaktiviertes Spulen mit NaOCl die Schmierschicht und Dentindebris von Wurzelkanalwanden effektiv entfernt werden.⁵⁰ Bitter *et al.* untersuchten den Einfluss verschiedener Spulprotokolle auf die Haftkraft von Faserstiften. Bei Verwendung eines E+R-Adhasivsystems fuhrte NaOCl in Kombination mit Ultraschallaktivierung dabei zu hoheren Haftwerten im Vergleich zu allen anderen getesteten Spullosungen.⁴⁶ Dennoch konnte sich NaOCl auf den adhasiven Haftverbund zum Dentin problematisch auswirken, da es zur Oxidation von Bestandteilen der Dentinmatrix fuhrt und dies die Polymerisation des Kunststoffes behindern konnte.⁵¹ Bitter *et al.* nahmen in ihrer Studie deshalb im Anschluss an die NaOCl-Spulung noch eine Spulung mit destilliertem Wasser vor, um so den oxidierenden Effekt auszugleichen.⁴⁶

Im Wurzelkanal ist die Feuchtigkeit schwer zu kontrollieren. Bei der Applikation von Adhasivsystemen kann sich dies nachteilig auswirken, da verbliebenes Wasser die optimale Copolymerisation der Adhasivmonomere behindern kann.¹⁰ In Folge dessen stellt sich die Hybridschicht nicht mehr als ein dreidimensionales Polymer-Kollagen-Netzwerk dar, sondern es kommt zu einer Phasenseparation in eine hydrophobe und eine hydrophile Phase. Damit wird die strukturelle Integritat der Hybridschicht poroser, Wasserblaschen konnen entstehen und die

Penetration des Adhäsivs in die Dentintubuli beeinträchtigen.^{52,53} Dies könnte sich wiederum nachteilig auf den Haftverbund auswirken.

Ein weiteres Problem der Wassereinlagerung in die Hybridschicht stellt die sich aus den beschriebenen Prozessen ergebene schnellere Degradation dar, die mit reduzierten Langzeithaftwerten des Adhäsivs am Dentin einhergeht.^{11,54} Hierbei spielen sowohl die Hydrolyse suboptimal polymerisierter hydrophiler Adhäsivkomponenten eine Rolle, als auch der mögliche Abbau von Kollagenmatrix durch Matrix Metallo Proteinasen (MMPs), welcher Kollagenbereiche betreffen kann, die unzureichend mit Kunststoff infiltriert waren.¹¹

Eine Abschlusspülung mit Ethanol unmittelbar vor der Stiftbefestigung könnte sich positiv auf den Haftverbund auswirken.^{11,14,55} Wasser in der Kollagen-Matrix wird durch Ethanol verdrängt, somit sollen Ethanol-basierte Adhäsive besser penetrieren können.^{11,12} Auch soll damit die Wasserlöslichkeit der Hybridschicht und die Hydrolyse des Kollagens vermindert werden. Dies könnte unter anderem dadurch erklärt werden, dass MMPs in Abwesenheit von Wasser nicht fähig zur Kollagenolyse der Kollagenfibrillen innerhalb der Hybridschicht sind.^{11,56} Bitter *et al.* untersuchten den Einfluss einer Ethanol-Abschlusspülung auf die Adhäsivtechnik im Wurzelkanal unter Verwendung eines E-R-Adhäsivsystems sowie eines selbstadhäsiven Befestigungskomposits. Die Ethanol-Vorbehandlung führte unabhängig vom verwendeten Material zu einer höheren Haftung.¹⁴ In einer Studie von Cecchin *et al.* konnte allerdings kein positiver Effekt einer Ethanol-Spülung auf die Haftkraft eines E+R-Adhäsivs im Wurzelkanal nachgewiesen werden.¹³ Aufgrund der geringen Datenlage bezüglich des Einflusses einer Ethanol-Vorbehandlung auf die Haftkraft von Universaladhäsiven im Wurzelkanal soll dieser Aspekt in der vorliegenden Arbeit untersucht werden.

6. 5. Alterung nach thermozyklischer Wechselbelastung und Lagerung

Um die Alterung des adhäsiven Verbundes zum Dentin zu simulieren, wurde in der vorliegenden Arbeit die Hälfte der Proben einer thermozyklischen Wechselbelastung mit anschließender dreimonatiger Lagerung ausgesetzt. Damit sollten die Temperaturunterschiede sowie das feuchte Milieu in der Mundhöhle nachgestellt werden. Folge einer thermischen Wechselbelastung soll eine mögliche Beschleunigung der Hydrolyse durch das warme Wasser sein, sowie die Ausübung eines wiederholten Kontraktions- und Expansionsstress. Dies stellt eine hohe Belastung für die Verbundschicht dar, woraus eine Spaltbildung resultieren könnte.⁵⁷ Unter anderen Mazzoni *et al.* untersuchten den Aspekt in ihrer Studie. Nach 40.000 Zyklen thermischer

Wechselbelastung zeigte sich eine deutliche Einlagerung von Silbernitratlösung in die Verbundschicht, was eine Spaltbildung vermuten lässt.⁵⁸

Ein Vergleich verschiedener Studien zum Effekt des Alterungsprozesses auf den adhäsiven Verbund ist schwierig, da sie im Studiendesign stark differieren. Je nachdem, welche Materialien untersucht wurden, welche Zyklenanzahl thermischer Wechselbelastung gewählt wurde, in welcher Form, ob in Scheiben oder als ganze Zähne und über welchen Zeitraum die Proben gelagert wurden, unterscheiden sich auch die Ergebnisse. In der vorliegenden Arbeit wurden die Proben von wurzelkanalbehandelten Zähnen, welche mit adhäsiv befestigten Stiften versorgt waren, in Scheibenform den Temperaturänderungen ausgesetzt. Somit konnte von einer höchstmöglichen Belastung des Verbundes ausgegangen werden. Bezüglich der Zyklenanzahl thermischer Wechselbelastung gibt es sehr unterschiedliche Verfahrensweisen.

Der ISO TS 11450 Standard sieht 500 Zyklen vor, diese wurden in der vorliegenden Untersuchung mit 10.000 Zyklen deutlich überschritten, um einen längeren Belastungszeitraum zu simulieren. Die gewählte Lagerungsdauer von drei Monaten war vergleichsweise kurz. Dies wurde aufgrund der zuvor beschriebenen hohen Belastungen der Proben jedoch als ausreichend für die Provokation einer Degradation der Verbundschicht angesehen.

7. Ziel der Arbeit und Arbeitshypothese

Es existieren unterschiedliche Empfehlungen zur Wahl des Befestigungssystems für glasfaserverstärkte Wurzelstifte. Insbesondere über die neu auf den Markt gekommenen Universaladhäsive und deren Verwendung im Wurzelkanal gibt es nur wenige Studienergebnisse. Es herrscht Unklarheit darüber, ob Universaladhäsive hierbei von einer optionalen Phosphorsäureätzung oder einer finalen Ethanolspülung profitieren können. Ebenso existieren nur wenige Daten hinsichtlich der Langzeitstabilität im Wurzelkanal. Ziel dieser Arbeit war es, den Einfluss einer Ethanolspülung auf die Haftung eines Universaladhäsivsystems am Wurzelkanalentin zu analysieren, welches mit und ohne zusätzlicher Phosphorsäureätzung angewendet wurde. Als Kontrolle diente das bereits vielfach untersuchte selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem 2. Die Haftung sollte mithilfe des Push-out-Tests initial sowie nach 10.000 Zyklen thermozyklischer Wechselbelastung und dreimonatiger Lagerung analysiert werden.

Die Nullhypothesen lauteten:

1. Das Befestigungssystem hat keinen Einfluss auf die Haftung faserverstärkter Stifte im Wurzelkanal.
2. Die Haftung im Wurzelkanal wird nicht vom Spülprotokoll beeinflusst.
3. Die thermozyklische Wechselbelastung hat keinen Einfluss auf die Haftkraft.

8. Material und Methode

8. 1. Materialien

8.1.1. Stiftsystem

Rebilda Post

Dieser zahnfarbene Wurzelstift der Firma Voco (Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland) ist für Wurzelstiftaufbauten geeignet. Er besteht aus Glasfasern, anorganischen Füllstoffen und Polydimethacrylaten und besitzt eine Röntgenopazität von 350 % Aluminium Gleichwert. Die Form ist zylindrisch-konisch. Der orthogonale E-Modul beträgt 24 GPa. Durch die Anordnung der Glasfasern ist der Stift nicht isotrop. Das System stellt vier Stiftgrößen mit abgestimmten Bohrern und Pilotbohrer bereit. In der vorliegenden Untersuchung wurde der größte Stift mit der gelben Farbmarkierung verwendet. Er hat einen apikalen Durchmesser von 1mm, einen koronalen Durchmesser von 2 mm und eine Länge von 19 mm. Für die Stiftbettbohrung wurde ein an die Stiftgeometrie angepasster Wurzelkanalbohrer mit ebenfalls gelber Markierung verwendet. Ein Haftsilan, das Ceramic Bond soll nach Herstellerangaben für einen optimierten Verbund vom Rebilda Post zum Befestigungsmaterial verwendet werden.



Abbildung 1: Das Rebilda Post System,

entnommen aus http://www.voco.de/de/product/rebilda_post/index.html, am 15.08.2017

8.1.2. Adhäsivsysteme

Futurabond DC

Futurabond DC ist ein mit Nanopartikeln verstärktes dualhärtendes selbstätzendes Adhäsiv, bestehend aus zwei Komponenten. Liquid 1 besitzt bei 20°C einen pH-Wert von 1,5 und besteht unter anderem aus Bisphenol-A-Diglycidylmethacrylat (Bis-GMA) und 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA). Liquid 2 besteht unter anderem aus Ethanol und Initiator. Die genaue Zusammensetzung ist Tabelle 1 zu entnehmen.

Futurabond U

Futurabond U ist ein dualhärtendes Universaladhäsiv zur Verwendung mit methacrylatbasierten Füllungs-, Stumpfaufbau- oder Befestigungsmaterialien. Es kann sowohl ohne Phosphorsäure-Ätzschritt (selbstätzend) als auch mit Phosphorsäure-Ätzschritt (selektive Schmelzätzung oder Total-Etch) der Zahnhartsubstanz angewendet werden. Liquid 1 enthält unter anderem HEMA, BIS-GMA, Hexandioldimethacrylat (HEDMA), saures Adhäsivmonomer, Urethandimethacrylat (UDMA) und Katalysator. Bei 20° C hat es einen pH-Wert von 2,3. Liquid 2 besteht unter anderem aus Ethanol, Initiator und Katalysator und hat einen pH-Wert von 7.



Abbildung 2: Die Adhäsive Futurabond DC und Futurabond U,

entnommen aus http://www.voco.de/de/product/futurabond_dc/index.html und <http://www.voco.de/de/product/Futurabond-U/index.html> am 15.08.2017

8.1.3. Befestigungskomposite

Grandio Core

Grandio Core ist ein dualhärtendes, röntgenopakes, fließfähiges Komposit für den Stumpfaufbau und zur Befestigung von Wurzelstiften. Es besitzt einen 77 gewichtsprozentigen anorganischen Füllstoff-Anteil bestehend aus funktionellen Nanopartikeln in einer Methacrylatmatrix. Basis- und Katalysatormaterial enthalten Bis-GMA und UDMA. Für den Verbund zum Dentin muss zuvor ein geeignetes Adhäsiv verwendet werden. Die Applikation erfolgt aus der QuickMix Spritze mit aufgesetzter Mischkanüle Typ 11 und Applikationsaufsatz Typ 1 zur Anwendung im Wurzelkanal.



Abbildung 3: Das Befestigungskomposit Grandio Core Dual Cure,

entnommen aus http://www.voco.de/de/product/Grandio_Core_Dual_Cure/index.html am 15.08.2017

RelyX Unicem 2

RelyX Unicem 2 ist ein dualhärtendes, selbstadhäsives Befestigungskomposit, welches sich unter anderem für die Befestigung von Wurzelstiften eignet. Die Verwendung eines separaten Adhäsivs ist dabei nicht nötig. Das Material besteht aus einer Basis- und Katalysatorpaste. Das Mischverhältnis nach Volumen beträgt 1:1 Basispaste zu Katalysatorpaste. Der Anteil anorganischer Füllkörper beträgt ca. 43 Volumenprozent, die Korngröße liegt bei ca. 12,5 µm. Lichtgehärtet besitzt RelyX Unicem eine Biegefestigkeit von 99 MPa, eine Druckfestigkeit von 291 MPa und einen Elastizitätsmodul von 6,6 GPa. Die Abbindereaktion wird durch Licht und/oder eine chemische Reaktion des Initiatorsystems gestartet (Dualhärtung). Hauptabbindereaktion ist dabei eine radikalische Polymerisation, bei der die Monomer-

Einzelmoleküle chemisch quervernetzt werden und ein dreidimensionales Polymernetz bilden. Gleichzeitig findet eine Säure-Basen-Reaktion statt. Die phosphorsauren Methacrylatgruppen reagieren aufgrund ihrer negativen Ladung mit den positiv geladenen Calciumionen der Zahnoberfläche.³⁶ Außerdem läuft unter Beteiligung der funktionellen Gruppen der Monomere, des in der Zahnhartsubstanz befindlichen Apatits und der basischen Füllerkomponenten eine Neutralisations-Reaktion ab.⁵⁹ Dabei freigesetzte Wassermoleküle reagieren mit Glasionomer-Füllkörpern des Befestigungskomposites. Das Resultat sind basische Hydroxid-Ionen, die zur Neutralisierung führen, bis ein pH-Wert von 7 erreicht ist. Dieser Schritt bewirkt einen Wechsel der Materialeigenschaften von hydrophil zu hydrophob. Ein einfacher Zugang zum Wurzelkanal wird durch die Verlängerungsspitzen (Elongationstips) ermöglicht. Damit soll das Risiko von Lufteinschlüssen minimiert werden.⁶⁰



Abbildung 4: Das selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem 2,

entnommen aus http://solutions.3mdeutschland.de/wps/portal/3M/de_DE/3M_ESPE/Dental-Manufacturers/Products/Dental-Indirect-Restorative/Dental-Cement/Self-Adhesive-Cement/ am 15.08.2017

Tabelle I: Zusammensetzung der Materialien nach Herstellerangaben

Produktname	Zusammensetzung
Futurabond DC	Organische Säuren, Bis-GMA, HEMA, Trimethylolpropan Trimethacrylat (TMPTMA), Butylhydroxytoluol (BHT), Ethanol, Fluoride, Campherchinon, Amine, Katalysatoren
Futurabond U	Organische Säuren, Bis-GMA, BHT, Amine, HEMA, Hexandioldimethacrylat (HEDMA), UDMA, Ethanol, Initiatoren, Katalysatoren
Grandio Core Dual Cure	Bis-GMA, Triethylen-Glycol-Dimethacrylat (TEGDMA), UDMA, 77% anorganische Füller
RelyX Unicem 2	Phosphorylierte Methacrylatmonomere, Methacrylatmonomere, Basische Füller, Silanisierte Füller, Initiatoren, Stabilisatoren, Pigmente, Rheologieadditiv

8.1.4. Hilfsmaterialien

Technovit 4071

Technovit ist ein schnellhärtendes Kaltpolymerisat. Das Pulver enthält Dibenzoylperoxid, die Flüssigkeit Methylmethacrylat und 1-Dodecanthiol. Es wird im Verhältnis 2:1 angemischt und hat eine Aushärtungszeit von 5-7 Minuten.

Ceramic Bond

Ceramic Bond ist ein Einkomponenten-Haftvermittler zur Schaffung eines adhäsiven Verbunds zwischen Glasfaserstift und Befestigungskomposit. Es enthält organische Säure, 3-Methacryloxypropyltrimethoxysilan und Aceton.

8. 2. Methode

8.2.1. Übersicht des Studiendesigns

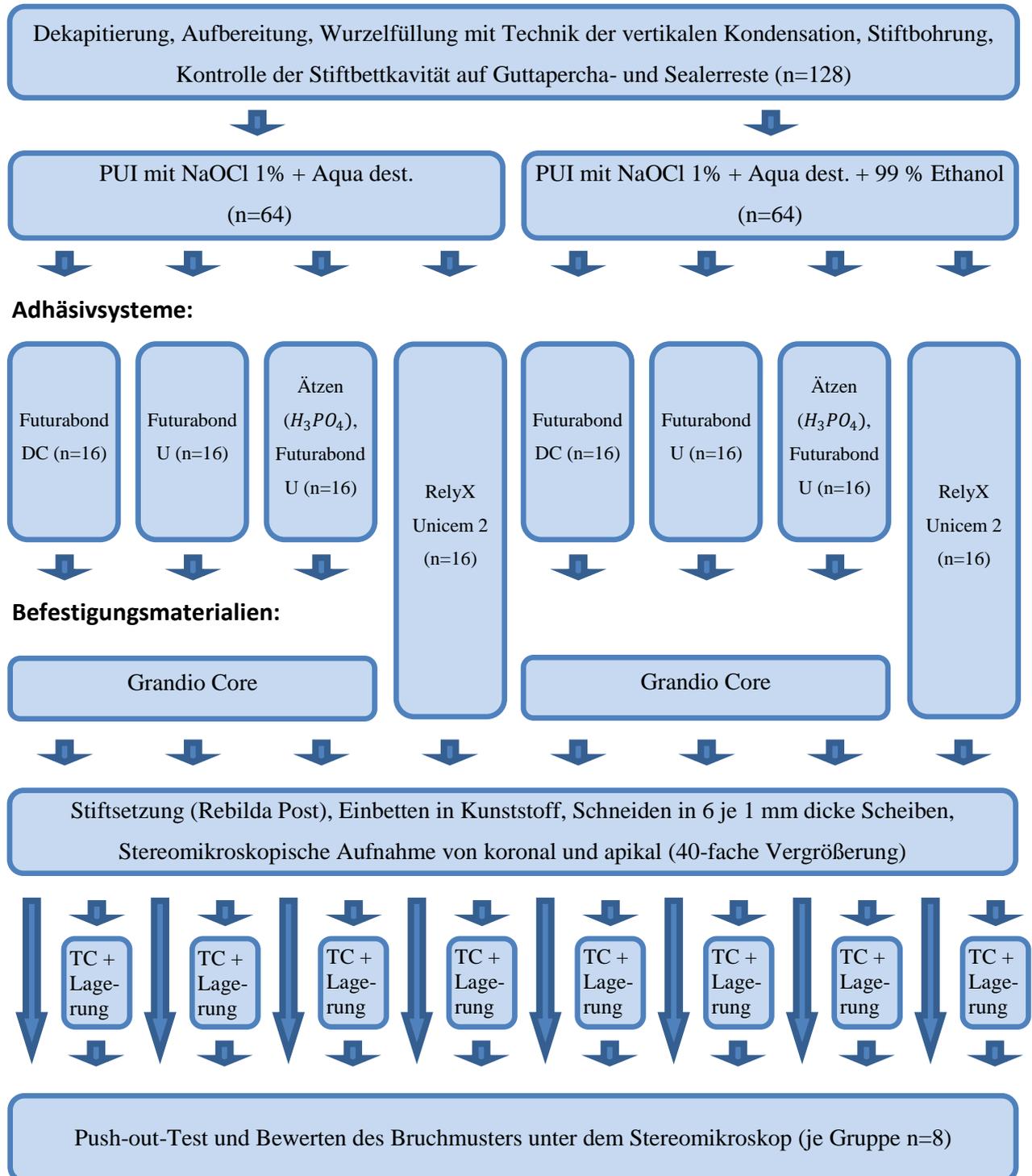


Abbildung 5: Übersicht des Studiendesigns

(PUI = Passive Ultraschallaktivierte Spülung, TC = thermozyklische Wechselbelastung)

8.2.2. Vorbereitung der Zähne

Es wurden 128 extrahierte humane obere mittlere Inzisivi der zweiten Dentition nach folgenden Kriterien ausgewählt:

- ähnliche Form und Größe der Wurzeln
- Kariesfreiheit
- keine vorangegangene Wurzelkanalbehandlung
- keine Resorptionen oder Frakturen
- Wurzellänge mindestens 16 mm, gemessen von der Schmelz-Zement-Grenze bis zur Wurzelspitze

Die Zähne wurden mit Hilfe eines Ultraschallscalers und eines Handinstrument-Scalers gereinigt. Bis zur Weiterverarbeitung erfolgte die Lagerung in 0,5%iger Chloramin-T-Lösung.

8.2.3. Dekapitieren

Mit der Exakt-Säge wurden die Zähne dekapitiert. Die Kronen wurden mit dem 0,2 mm dicken Sägeblatt so abgetrennt, dass noch 17 mm Wurzellänge verblieben. Anschließend wurden die Wurzeln mit Nassschleifpapier auf eine Länge von 16 mm gekürzt und eine plane Schnittfläche senkrecht zur Längsachse der Wurzeln hergestellt. Die weitere Lagerung der Zähne erfolgte in 0,9%iger NaCl-Lösung.

8.2.4. Aufbereitung der Wurzelkanäle

Die Wurzelkanäle wurden mit dem F360-System (Gebr. Brasseler GmbH + Co. KG, Lemgo) maschinell aufbereitet (X-Smart Endo Motor von Dentsply Maillefer, Ballaigues, Schweiz). Hierzu wurde vorab die Arbeitslänge mit einer C-Pilotfeile in der ISO-Größe 10 (VDW GmbH, München) festgelegt. Die Feile wurde bis zum Sichtbarwerden des Foramen apikale in den Kanal eingeführt und die Länge mit einem Silikonstopper markiert. Die Arbeitslänge wurde mit dieser Länge abzüglich 1 mm festgelegt. Nun wurde der koronale Eingangsbereich mit einer AlphaKite/Intro Feile erweitert. Anschließend wurde mit einer Flexicut Feile der ISO-Größe 15 (VDW GmbH, München) ein Gleitpfad erstellt. Die weitere Aufbereitung erfolgte mit den F360 Feilen in aufsteigender ISO-Größe: ISO 25, ISO 35, ISO 45 und ISO 55. Die Feilen wurden

rotierend und auf voller Arbeitslänge mit tuffenden Bewegungen eingesetzt. Nach jedem Instrumentenwechsel wurde mit 5 ml 1%iger NaOCl-Lösung gespült und die Arbeitslänge rekapituliert. Der Hersteller empfiehlt eine Umdrehungszahl von 250-350 Umdrehungen pro Minute und ein Drehmoment von 1,8 Ncm.

8.2.5. Wurzelfüllung

Mit Papierspitzen wurde der Kanal getrocknet. Anschließend wurde das untere Wurzel Drittel mit Guttapercha und Sealer (AH-Plus von Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Deutschland) mit der Technik der vertikalen Kondensation gemäß der „continuous wave of obturation“-Technik (Technik mit kontinuierlicher Verdichtungswelle) gefüllt. Eine Guttaperchaspitze, passend zum Aufbereitungssystem wurde mit einem Skalpell um ca. einen Millimeter gekürzt und mit Sealer bestrichen. Anschließend wurde sie in den Kanal eingebracht und koronal gekürzt. Ein auf 250°C erwärmter Plugger (Calamus Dual System von Dentsply Maillefer, Ballaigues, Schweiz) wurde in die Guttapercha eingeführt und der Masterpoint bis 5 mm vor der Arbeitslänge heruntergeschmolzen. Dann wurde der Plugger erneut kurz geheizt und das Instrument hin und her geschwenkt. Dadurch teilte sich die Guttaperchamasse in ein apikales und ein koronales Segment. Das Instrument wurde nun mit dem koronalen Guttaperchasegment aus dem Kanal entfernt. Mit Handpluggern erfolgte eine weitere Kondensation.

8.2.6. Stiftbettpräparation

Für die Stiftbettpräparation wurde der Präzisionsbohrer des Rebuilda Post Systems mit gelber Farbmarkierung angewendet. Die Bohrung wurde 10 mm tief in den Wurzelkanal reichend bei einer Umdrehungszahl von 1000 - 2000 Umdrehungen pro Minute mit Wasserkühlung durchgeführt. Eventuell verbliebene Guttapercharesten wurden unter Verwendung einer Lupenleuchte mit einem Vergrößerungsfaktor von 1,75 entfernt.

8.2.7. Passive Ultraschallaktivierte Spülung

Die 128 Zähne wurden in zwei Gruppen geteilt. Bei der Kontrollgruppe (n=64) wurden die Zähne zwei Mal mit je 2,5 ml 1% NaOCl mit passiver Ultraschallaktivierung (VDW Ultra, VDW GmbH, München, Deutschland) gespült. Diese erfolgte je 30 s mit einer Frequenz von 20 kHz in der intermittierenden Spültechnik. Dann wurden die Zähne mit je 5 ml destilliertem Wasser gespült. Die Zähne der Ethanolgruppe (n=64) wurden im Anschluss an die Spülung mit NaOCl und destilliertem Wasser zusätzlich 60 s mit 5 ml 99 % Ethanol gespült. Es folgte die Trocknung der Kanäle mit Papierspitzen der ISO-Größe 55.

8.2.8. Stiftbefestigung

Zur Befestigung der Stifte wurden verschiedene Materialien verwendet. Dazu wurden die Proben der Kontrollgruppe und der Ethanolgruppe jeweils in vier Untergruppen (je n=16) unterteilt. Futurabond DC (FDCG), Futurabond U im selbst-ätzenden Modus (FUG) und Futurabond U im Etch-and-rinse-Modus (FUÄG) wurden in Kombination mit dem Befestigungskomposit Grandio Core angewendet. Eine weitere Untergruppe stellte das selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem 2 (RX) dar.

Futurabond DC

Durch Aktivieren des Blisters, Durchstoßen der Folie mit einem Applikator und kreisförmiges Rühren wurden Liquid 1 und Liquid 2 durchmischt. Das angemischte Futurabond DC wurde mithilfe des Applikators in den Wurzelkanal und auf die okklusale Stumpfoberfläche 20 s einmassiert. Anschließend wurde das Lösungsmittel mit Luft 5 s verblasen. Eventuelle Materialüberschüsse wurden mit einer Papierspitze entfernt.

Futurabond U

Die Verarbeitung entsprach der von Futurabond DC. Bei Gruppe FUÄG wurde im Anschluss an die Spülung mit destilliertem Wasser 37 %ige Phosphorsäure mit Hilfe einer Endokanüle mit 1 mm Durchmesser in den Kanal appliziert und 15 s dort belassen, bevor sie mit einer ebenso großen Endokanüle mit destilliertem Wasser ausgespült und der Kanal mit Papierspitzen getrocknet wurde. Die Ethanolspülung erfolgte in dieser Gruppe nach der Phosphorsäureätzung.

Grandio Core

Vor dem Zementieren wurde der Wurzelstift mit 99% Ethanol gereinigt und getrocknet. Zum Silanisieren wurde Ceramic Bond mit einer Einwirkzeit von 60 s appliziert und nachfolgend mit Luft getrocknet. Grandio Core wurde mit der QuickMix-Spritze und aufgesteckter Mischkanüle Typ 11 mit Applikationsaufsatz Typ 1 verwendet. Zur Vermeidung von Lufteinschlüssen wurde das Material von apikal nach koronal in den Kanal appliziert und die Kanülenöffnung dabei stets im Material belassen, bis der Kanal vollständig befüllt war. Anschließend wurde der Stift eingebracht. Die Lichthärtung erfolgte für 40 s. Dabei wurde die Polymerisationsleuchte direkt auf dem Stift in Richtung der Stiftachse angesetzt.

RelyX Unicem 2 Aplicap

Der Wurzelstift wurde wie oben beschrieben vorbehandelt. Zum Aktivieren der Aplicap Kapsel wurde sie in den Aktivator eingelegt und der Hebel für 2-4 s heruntergedrückt. Der Kapselinhalt wurde für 15 s in einem Hochfrequenzmischgerät gemischt. Mithilfe der RelyX Unicem Aplicap Verlängerungskanüle (Elongationtip) wurde der Zement in den Kanal eingebracht und der Stift eingesetzt. Die Lichthärtung erfolgte für 40 s in Richtung der Stiftachse.

Anschließend wurden die Zähne in 0,9 % NaCl-Lösung 24 Stunden bei 38°C im Inkubator gelagert.

8.2.9. Einbetten in Technovit

Zwei bis vier Tage nach der Stiftsetzung wurden die Zähne in Technovit eingebettet. Dazu wurden Teflonformen mit zylindrischen Schächten (Tiefe 25 mm, Breite 10 mm) verwendet, die zuvor mit Vaseline isoliert wurden. Zur Herstellung eines Haftverbunds zwischen der Zahnoberfläche und dem Kunststoff wurden die Wurzelaußenflächen mit Futurabond U 20 s benetzt, 5 s mit Luft das Lösungsmittel verblasen und anschließend das Adhäsiv 10 s lichtgehärtet. Um für die Push-out-Versuche zu gewährleisten, dass die Stiftachse mit der Ausstoßrichtung übereinstimmt, wurden die Zähne mit dem Parallelometer eingebettet. Dazu wurde der zylindrische Teil des Stiftes in das Parallelometer eingespannt, der Kunststoff angerührt, in die Form gefüllt und der Zahn herabgesenkt, bis er vollständig von Kunststoff umgeben war. Sobald der Kunststoff soweit abgebunden war, dass er keine Bewegung mehr zuließ, wurde die Einbettform in kaltes Wasser gestellt, um den Temperaturanstieg bei der

Polymerisation zu reduzieren. Nach vollständiger Abbindung des Kunststoffes wurden die Zylinder ausgebettet.

8.2.10. Anfertigen der Schnitte

Je vier Kunststoffzylinder wurden mit Sekundenkleber nebeneinander auf einen Objektträger geklebt. Dieser wurde in der Exakt-Säge so platziert, dass die Stiftachsen senkrecht zum 0,1 mm dicken Sägeblatt standen. Zunächst wurden die überstehenden Stiftanteile entfernt und eine plane Schnittfläche hergestellt. Anschließend wurden die Proben unter ständiger Wasserkühlung mit dem 0,1 mm dicken Sägeblatt in 6 je 1 mm dicke Scheiben pro Zahn geschnitten. Die Schnitte wurden im Bereich der Stiftbettkavitat vorgenommen. Damit gilt die Einteilung der Lokalisationen koronal, Mitte, apikal im Folgenden fur die Stiftbettkavitat und nicht fur den gesamten Wurzelkanal. Zur Vermeidung von Seitenverwechslungen wurde vor jedem einzelnen Schnitt die koronale Seite markiert. Mit einer Mikrometerschraube wurde die Dicke jeder Scheibe gemessen, um Ungenauigkeiten bei der spateren Berechnung berucksichtigen zu konnen. Ebenso wurden der apikale und der koronale Stiftdurchmesser der einzelnen Proben ermittelt. Dazu wurden die Scheiben von apikal und koronal unter dem Stereomikroskop bei 40-facher Vergroerung betrachtet und vermessen.

8.2.11. Thermozyklische Wechselbelastung und dreimonatige Lagerung

Jeweils die Halfte der Proben einer Gruppe (n=8) wurde innerhalb von 48 h nach dem Anfertigen der Schnitte dem Push-out-Test unterzogen. Die andere Halfte durchlief vorerst 10.000 Zyklen thermischer Wechselbelastung zwischen 5,5 °C und 55°C im Temperaturwechselbad. Dabei tauchten die Proben 30 s in das jeweilige Bad ein. Die Transferzeit zwischen den Badern betrug 13 s. Somit benotigte ein Zyklus eine Zeit von 1 min, 26 s und 10.000 Zyklen 9 Tage, 22 h, 53 min und 20 s. Danach wurden die Proben drei Monate in 0,9 %iger NaCl-Losung gelagert, bevor der Push-out-Test durchgefuhrt wurde. Die Erneuerung der Losung erfolgte wochentlich.

8.2.12. Push-out-Test

Die Ausstoßversuche erfolgten mit einer universellen Prüfmaschine Zwick Roell mit einer 2,5 kN-Messdose. Mit dem Programm testXpert II wurden die Ergebnisse grafisch dargestellt. Aufgrund der Konizität und des nach koronal zunehmenden Stiftdurchmessers wurden die Proben von apikal ausgestoßen. Es wurde aus drei unterschiedlich großen Prüfstempeln mit Durchmessern von 1 mm, 1,2 mm und 1,5 mm der größtmöglich passende ausgewählt, ohne dass er den Stift überragte. Auch wurde die zugehörige Öffnung, in die die Stifte ausgestoßen wurden, der Stempelgröße angepasst. Als Ausstoßkraft wurde die maximale Ausstoßkraft mit anschließendem Kraftabfall von 20% festgelegt. Dies entsprach dem Bruch der Probe.

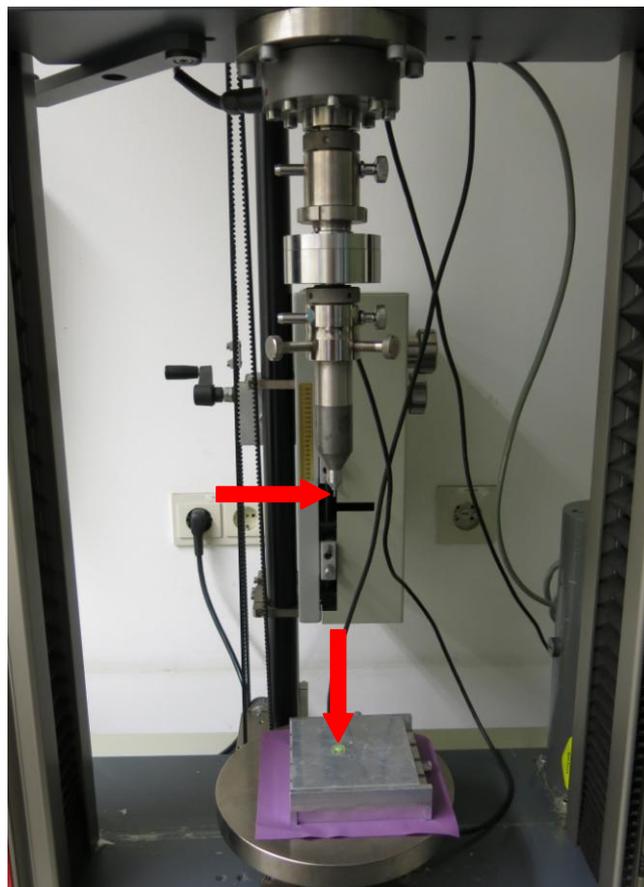


Abbildung 6: Universalprüfmaschine zur Durchführung der Push-out-Tests

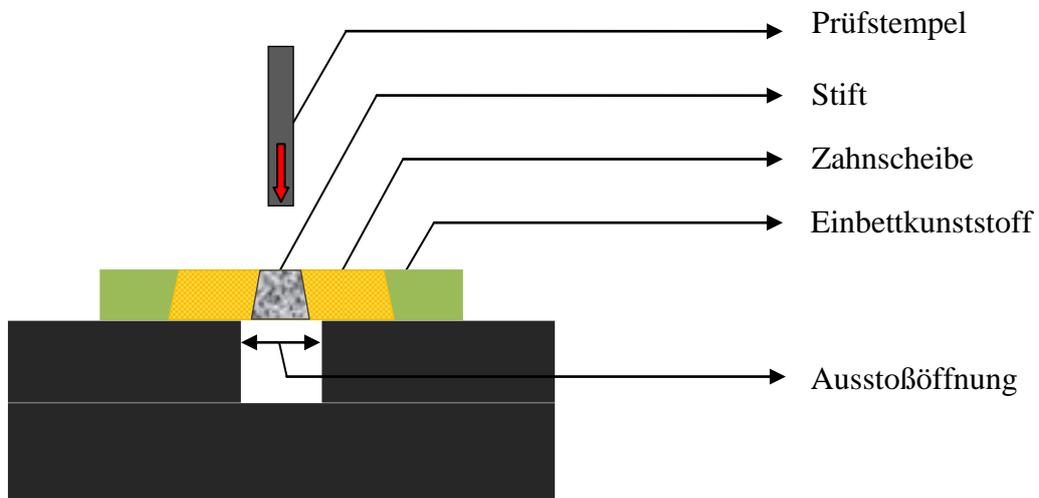


Abbildung 7: Grafische Darstellung des Push-out-Tests

Im Anschluss wurden die Proben unter dem Stereomikroskop betrachtet und das Bruchmuster folgendermaßen klassifiziert:

1. Adhäsiver Bruch der Grenzfläche zwischen Wurzelentin und Zement (>70%)
2. Adhäsiver Bruch der Grenzfläche zwischen Stift und Zement (>70%)
3. Kombiniertes Bruchmuster
4. Kohäsiver Bruch des Stiftes
5. Nicht beurteilbar

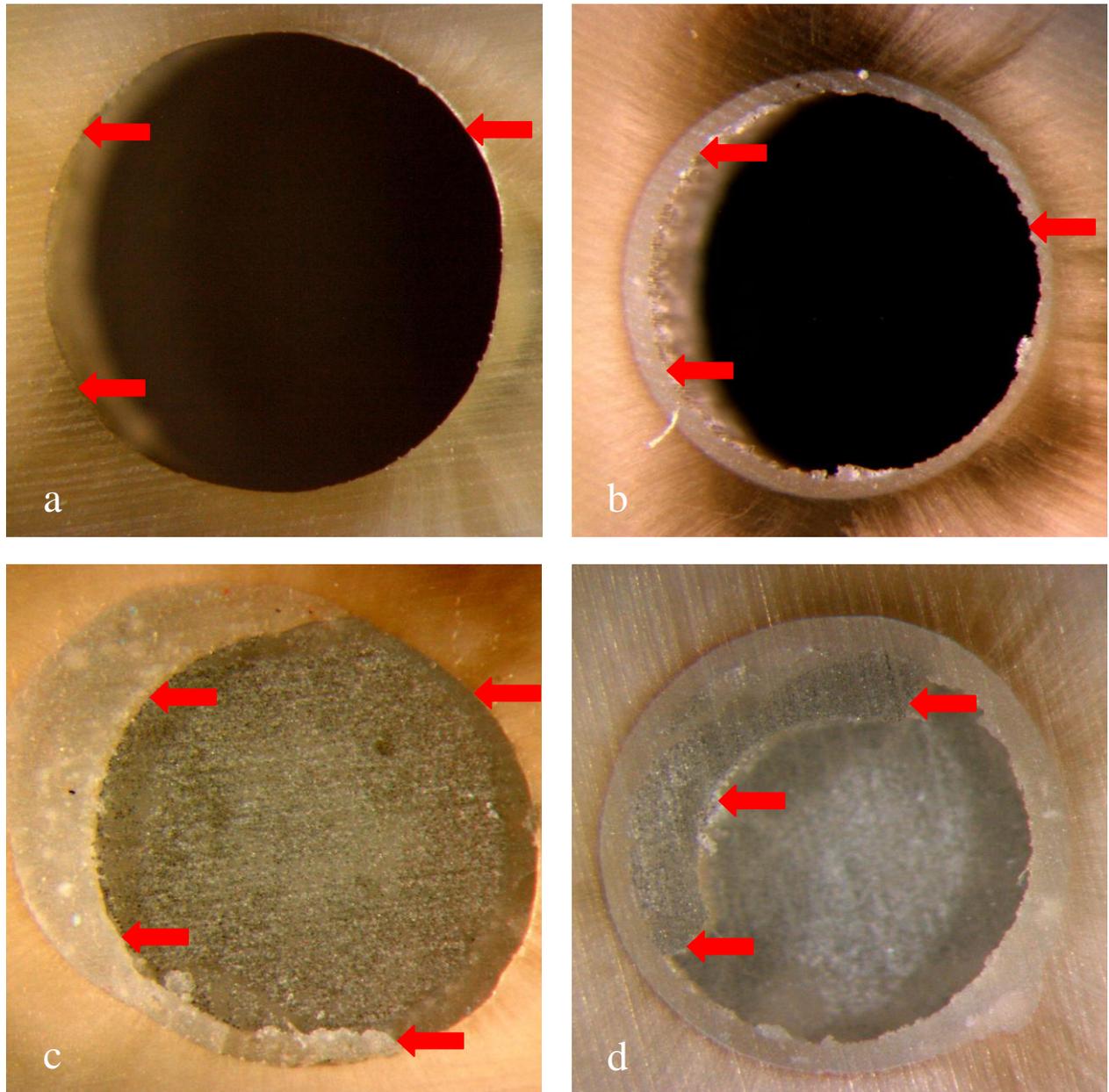


Abbildung 8: Bruchmuster

a: adhäsiv zwischen Wurzelentin und Zement **b:** adhäsiv zwischen Stift und Zement
c: kombiniertes Bruchmuster **d:** kohäsiver Bruch des Stiftes

8.2.13. Berechnung der Haftkraft

Die Haftkraft entspricht dem Quotienten aus der Ausstoßkraft (F_{max} in N) und der Haftfläche (A in mm²).

$$\text{Haftkraft} = \frac{F_{max}}{A} \left[1 \frac{N}{mm^2} \right]$$

Die Haftfläche A entspricht der Mantelfläche eines Kegelstumpfes und wurde folgendermaßen berechnet:

$$\text{Haftfläche } A = \pi(r_k + r_a)\sqrt{(r_k - r_a)^2 + h^2}$$

Dabei gilt: r_k = koronaler Stiftradius; r_a = apikaler Stiftradius; h = Dicke der Scheibe

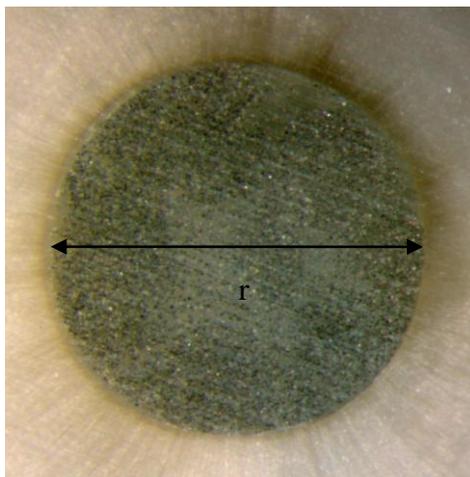


Abbildung 9: Stiftradius, Foto einer Probe unter dem Stereomikroskop

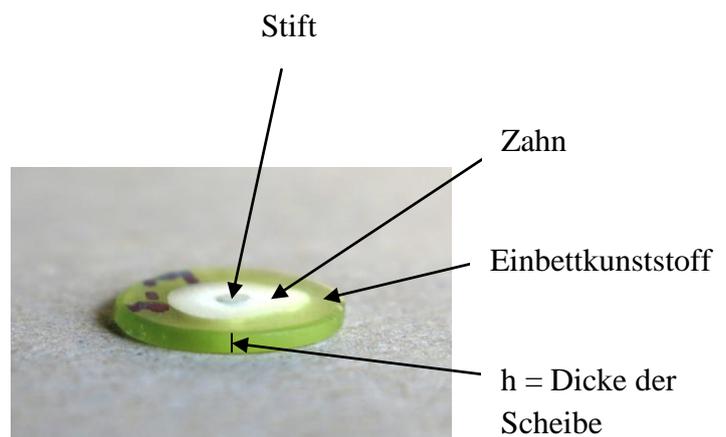


Abbildung 10: Dicke der Scheibe (h)

8.2.14. Analyse der Proben mit dem CLSM (Confocal Laser Scanning Microscope)

Um die Auswirkungen der verschiedenen Vorbehandlungsschritte und Materialien auf die Morphologie des Materialverbunds zu visualisieren, wurden pro Untergruppe je zwei Proben aus dem mittleren Kanalabschnitt angefärbt und unter dem CLSM betrachtet.

Für die Adhäsive Futurabond DC und Futurabond U wurde in 99% Ethanol gelöstes, grünes Fluorescein Natrium (NaFl, C₂₀H₁₀Na₂O₅) in 1% Volumenkonzentration verwendet. 20 μ l der Lösung wurden abgemessen. Nach der Verflüchtigung des Ethanols wurde anschließend das Pulver mit 20 μ l des Adhäsivs vermischt. Für die Befestigungskomposite Grandio Core und RelyX Unicem wurde in 99% Ethanol gelöstes, rotes Rhodamine B Isothiocyanate (RITC) in 0,1% Volumen-Konzentration verwendet. 0,2 ml der Farblösung wurden nach Verdunstung des Ethanols mit 0,2 g Komposit vermischt. Anschließend wurden die Materialien wie bereits beschrieben verarbeitet, mit Ausnahme der Befestigungskomposite, da diese mit Hilfe eines Anrührspatels angerührt werden mussten. Anders als zuvor beschrieben, konnte das Einbringen des Befestigungskomposites nicht mit einem Applikationsaufsatz direkt in das Kanallumen erfolgen, sondern die Stifte wurden mit dem Material beschickt und in den Wurzelkanal eingebracht. Das Einbetten und Sägen der Schnitte erfolgte ebenfalls wie bereits für die anderen Proben erläutert. Die Probenscheiben wurden mit Sekundenkleber auf einen Objektträger geklebt und die Oberfläche mit einer Schleifmaschine poliert. Dies erfolgte unter Wasserkühlung mit Schleifpapier aufsteigender Körnung (Körnung 2500 und 4000). Die Bilder wurden mit einem CLSM (LSM 700, Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena) im Dualfluoreszenzmodus mit einem 50-fach-Objektiv angefertigt. Für den Farbstoff NaFl wurde das Anregungslicht mit einem Argon-Laser mit einem Wellenlängenmaximum bei 488nm erzeugt. Für RITC wurde ein Helium-Neon-Laser bei einer Wellenlänge von 543nm verwendet. Die untersuchten Bereiche der Verbundschicht sowie der angrenzenden Dentin- und Stiftanteile befanden sich etwa 10 μ m unter der polierten Probenoberfläche. Von jeder Probe wurden nacheinander zwei Aufnahmen angefertigt, eine mit dem Argon- und eine mit dem Helium-Neon-Laser. Durch anschließendes Überlagern zu einem Gesamtbild stellten sich die durch NaFl gefärbten Areale grün, die durch RITC gefärbten rot dar.



Abbildung 11: konfokales Laser-Raster-Mikroskop (LSM 700, Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena)

8.2.15. Statistische Auswertung

Die statistische Auswertung erfolgte mit dem Programm SPSS, Version 21 (SPSS; Chicago, Illinois, USA). Der Signifikanzgrad p wurde mit $p \leq 0,05$ festgelegt. Es wurde eine Messwiederholungs-ANOVA (Varianzanalyse mit Messwiederholungen) und anschließenden Post-hoc-Tests durchgeführt. Dieser Test wurde angewandt, weil es sich um mehrere abhängige Gruppen handelt, die jeweils von einem Zahn stammen. Dabei wurden für die drei verschiedenen Lokalisationen in der Zahnwurzel (koronal, Mitte, apikal) jeweils zwei der sechs ermittelten Werte pro Zahn zusammengefasst. Diese Lokalisationen stellten die Innersubjektfaktoren dar. Als abhängige Variable galten die Haftwerte. Die Zwischensubjektfaktoren waren die unabhängigen Gruppen Befestigungssystem (FDCG, FUG, FUÄG, RX), Vorbehandlung (Kontrolle, Ethanol) und TC+Lagerung (initial, Lagerung). Die Post-hoc-Analysen wurden mit dem Tukey HSD (Honestly Significant Difference) Test durchgeführt. Sie erfolgten nur für den Faktor Befestigungssystem, da nur dieser Faktor mehr als zwei verschiedene Ausprägungen aufwies. Mit dem Tukey-HSD-Test lassen sich signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen darstellen. Um die Interaktion zwischen den Faktoren Befestigungssystem und Vorbehandlung sowie TC+Lagerung zu bewerten, wurde eine univariate Varianzanalyse durchgeführt. Zur Analyse der Frakturmuster wurden Kreuztabellen und der Chi-Quadrat-Test verwandt. Der Chi-Quadrat-Test nach Pearson prüft die Unabhängigkeit zweier Variablen und gibt an, ob sich die beobachteten Häufigkeiten signifikant von den erwarteten unterscheiden. Es wurde untersucht, ob die Frakturmuster signifikant abhängig von den Faktoren Lokalisation, Befestigungssystem, Vorbehandlung und Lagerung sind.

9. Ergebnisse

9. 1. Ergebnisse zu den Haftwerten

Die Haftwerte wurden signifikant von der Lokalisation ($p < 0,0005$), dem Befestigungssystem ($p < 0,0005$), der Ethanol-Vorbehandlung ($p = 0,008$), sowie von der dreimonatigen Lagerung ($p = 0,005$) beeinflusst (Messwiederholungs-ANOVA).

9.1.1. Einfluss des Befestigungssystems auf die Haftwerte

Die Haftung der Wurzelstifte im Wurzelkanal wurde insgesamt signifikant vom Befestigungssystem beeinflusst. Der Tukey HSD-Test zeigte signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen. Die Haftwerte des Befestigungszementes Grandio Core unterschieden sich, je nachdem welches Adhäsivsystem verwendet wurde. Futurabond U ohne vorherige Phosphorsäureätzung (FUG) war allen anderen Befestigungssystemen signifikant unterlegen. Die mittleren Haftwerte betragen 14,5 MPa ($SD = 6,1$). Durch die Phosphorsäureätzung (Gruppe FUÄG) wurden die Haftwerte signifikant erhöht ($p < 0,0005$). Sie betragen im Mittel 19,4 MPa ($SD = 4,9$). Die Haftwerte von Futurabond DC waren mit 17,8 MPa ($SD = 6,8$) signifikant denen der Gruppe FUG über- ($p = 0,002$) und denen der Gruppe RelyX Unicem (RX) unterlegen ($p = 0,002$). FDCG und FUÄG unterschieden sich nicht signifikant ($p = 0,262$). RX erreichte mit 20,9 MPa ($SD = 7,1$) die höchsten Haftwerte. Jedoch unterschieden sich die Haftwerte zwischen den Gruppen FUÄG und RX nicht signifikant ($p = 0,281$).

Ergebnisse

Tabelle II: Signifikanz der Unterschiede in den Haftwerten der verschiedenen Befestigungssysteme (signifikante Unterschiede **fett** markiert; Tukey HSD)

Befestigungssystem (Mittelwert, SD)	Befestigungssystem	Signifikanz (p)
FDCG (17,8 MPa, SD=6,8)	FUG	0,002
	FUÄG	0,262
	RX	0,002
FU (14,5 MPa, SD=6,1)	FDCG	0,002
	FUÄG	0,000
	RX	0,000
FUÄG (19,4 MPa, SD=4,9)	FDCG	0,262
	FUG	0,000
	RX	0,281
RX (20,9 MPa, SD=7,1)	FDCG	0,002
	FUG	0,000
	FUÄG	0,281

9.1.2. Einfluss der Vorbehandlung auf die Haftwerte

Die Vorbehandlung mit der Ethanolspülung zeigte insgesamt einen signifikant positiven Effekt auf die Haftung der Glasfaserstifte im Wurzelkanal ($p=0,008$, Messwiederholungs-ANOVA). Mit Ethanolvorbehandlung betragen die Haftwerte im Mittel 19 MPa ($SD=6,2$) im Vergleich zur Kontrollgruppe (17,3 MPa ($SD=7,1$)). Auch interagiert der Faktor Vorbehandlung signifikant mit dem Faktor Befestigungssystem ($p=0,029$). Die univariate Varianzanalyse ergibt $p<0,0005$ für die Gruppen FDCG und FUG. Aufgrund des multiplen Testens ergibt sich somit bei den Gruppen FDCG, FUG eine Tendenz zu höheren Haftwerten nach vorheriger Ethanolspülung.

Tabelle III: Haftwerte der verschiedenen Befestigungssysteme mit und ohne Ethanol-Vorbehandlung

Haftwerte in MPa	FDCG		FUG		FUÄG		RX		Gesamt	
	Mittelwert	Standardabweichung (SD)	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD
Kontrolle	15,8	6,8	13	6	19,7	5,7	20,8	7	17,3	7,1
Ethanol	19,7	6,3	16	5,9	19,1	3,9	21	7,2	19	6,2
Signifikanz (p)	< 0,0005		< 0,0005		0,403		0,801		0,008	

9.1.3. Einfluss der Lagerung auf die Haftwerte

Insgesamt zeigte sich ein signifikanter Einfluss der Lagerung auf die Haftwerte ($p=0,005$, Messwiederholungs-ANOVA). Die Haftwerte stiegen nach dreimonatiger Lagerung signifikant von durchschnittlich 17,3 MPa ($SD=6,7$) auf 19 MPa ($SD=6,5$) an. Auch existierten signifikante Interaktionen zwischen den Faktoren Lagerung und Befestigungssystem ($p=0,014$). Bei den Gruppen FDCG ($p=0,038$), FUG ($p=0,002$) und FUÄG ($p<0,0005$) waren die Haftwerte nach Lagerung tendenziell höher (univariate ANOVA).

Tabelle IV: Haftwerte initial und nach dreimonatiger Lagerung

Haftwerte in MPa	FDCG		FUG		FUÄG		RX		Gesamt	
	Mittelwert	SD								
Initial	16,7	6,7	13,2	5,9	17,4	4,6	21,7	6,7	17,3	6,7
Nach Lagerung	18,8	6,9	15,9	6	21,3	4,3	20,1	7,3	19	6,5
Signifikanz (p)	0,038		0,002		< 0,0005		0,116		0,005	

9.1.4. Einfluss der Lokalisation auf die Haftwerte

Die Lokalisation zeigte einen signifikanten Effekt auf die Haftwerte der befestigten Wurzelstifte ($p < 0,0005$, Chi-Quadrat). Die Haftung stieg signifikant von koronal nach apikal an. Koronal wurden Haftwerte von durchschnittlich 14,1 MPa (SD=5,3), im mittleren Wurzeltrittel von 19 MPa (SD=5,3) und im apikalen Wurzelbereich von 21,4 MPa (SD=5,6) erreicht.

Tabelle V: Haftwerte in den Lokalisationen koronal, Mitte, apikal

Haftwerte in MPa	FDCG		FUG		FUÄG		RX		Gesamt	
	Mittelwert	Standardabweichung (SD)	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD
koronal	12,8	4,9	10,3	4,4	16,9	4,1	16,2	5	14,1	5,3
Mitte	19,1	4,7	15	3,9	20,2	4,5	21,6	5,6	19	5,3
apikal	21,3	6	18,3	5,3	21	3,4	24,9	5,4	21,4	5,6

9. 2. Frakturmodusanalyse

Signifikante Unterschiede hinsichtlich der Frakturmodi waren zwischen den verschiedenen Befestigungsmaterialien mit und ohne Ethanolvorbehandlung zu erkennen ($p < 0,0005$, Chi-Quadrat). In der Gruppe FDCG versagte zumeist der adhäsive Verbund am Dentin, bei zusätzlicher Vorbehandlung mit Ethanol jedoch häufiger der Verbund zum Stift. Das Universaladhäsiv Futurabond U zeigte als häufigstes Frakturmuster den Bruch am adhäsiven Verbund zum Dentin. Mit zusätzlicher Phosphorsäureätzung (Gruppe FUÄG) veränderten sich die Frakturmodi stark und es versagte am häufigsten der Verbund zum Stift. Das selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem zeigte ebenfalls zumeist Frakturen am Verbund zum Stift. Bei allen Materialien konnte mit zusätzlicher Ethanol-Vorbehandlung im Vergleich zur Kontrollgruppe ein Rückgang der Brüche am Dentinverbund und eine Zunahme der Brüche am Stift verzeichnet werden.

Tabelle VI: Prozentuale Verteilung der Frakturmuster bei den verschiedenen Befestigungssystemen, in der Kontrollgruppe und mit Ethanol-Vorbehandlung

Frakturmodi in Prozent		Adhäsiv Dentin	Adhäsiv Stift	Kombiniert	Kohäsiv Stift	Nicht beurteilbar
Kontrolle	FDCG	48,4	37,9	8,4	2,1	3,2
	FUG	66,3	23,2	5,3	4,2	1,1
	FUÄG	15,6	69,8	2,1	3,1	9,4
	RX	19,8	59,4	9,4	3,1	8,3
Ethanol	FDCG	24	55,2	8,3	5,2	7,3
	FUG	53,1	31,3	10,4	3,1	2,1
	FUÄG	3,1	79,2	1	4,2	12,5
	RX	12,5	60,4	9,4	3,1	14,6

Ergebnisse

Im koronalen Wurzel Drittel traten die Frakturmuster signifikant häufiger am Dentin als am Stift auf, während im mittleren und apikalen Wurzel Drittel der Bruch am Verbund zum Stift überwog ($p < 0,0005$, Chi-Quadrat). Andere Frakturmuster sind aufgrund der geringen Häufigkeiten zu vernachlässigen.

Tabelle VII: Prozentuale Verteilung der Frakturmodi in den jeweiligen Lokalisationen

Frakturmodi in Prozent	Adhäsiv Dentin	Adhäsiv Stift	Kombiniert	Kohäsiv Stift	Nicht beurteilbar
koronal	43	32	6,3	2,7	16
Mitte	25,9	60	7,8	1,6	4,7
apikal	22	64,3	6,3	6,3	1,2

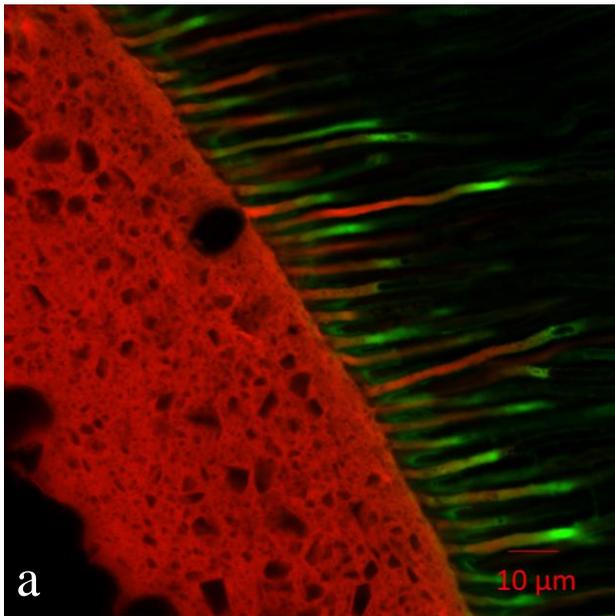
Nach dreimonatiger Lagerung stiegen die Bruchmuster am Stift prozentual an, während die am Dentin und die kombinierten Brüche gleichzeitig sanken ($p < 0,0005$, Chi-Quadrat).

Tabelle VIII: Prozentuale Verteilung der Frakturmodi initial und nach dreimonatiger Lagerung

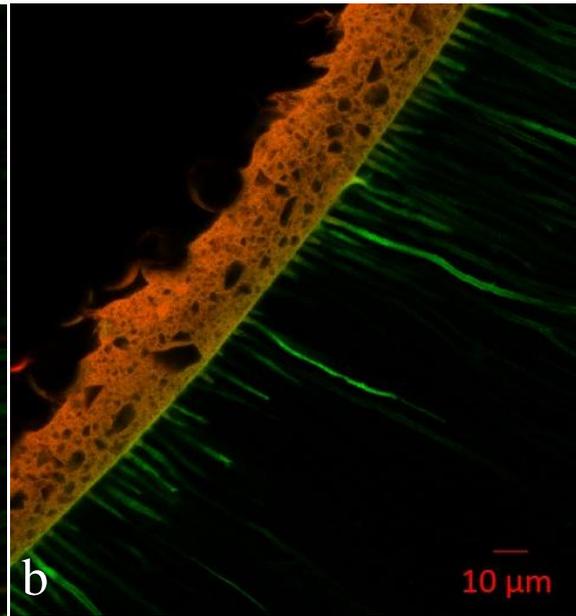
Frakturmodi in Prozent	Adhäsiv Dentin	Adhäsiv Stift	Kombiniert	Kohäsiv Stift	Nicht beurteilbar
initial	33	47,1	9,4	3,4	7,1
Lagerung	27,6	57	4,2	3,6	7,6

9. 3. Ergebnisse der Betrachtung der Proben unter dem CLSM

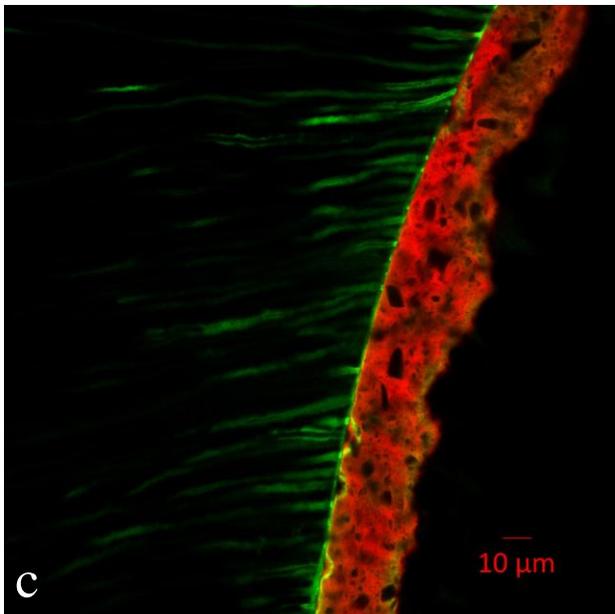
Bei der Analyse der Proben unter dem CLSM zeigte sich sowohl beim Adhäsiv Futurabond DC (**Abb. 12a**) als auch bei Futurabond U (**Abb. 12c**) eine gleichmäßig dünne Hybridschicht. Die Penetration von Adhäsiv und Komposit in die Dentinkanälchen war moderat, wohingegen bei Futurabond DC im Vergleich zu Futurabond U eine etwas tiefere Penetration des Komposits zu erkennen war. Kein optisch deutlich erkennbarer Einfluss auf den Haftverbund war bei diesen Systemen durch die Vorbehandlung mit Ethanol zu verzeichnen (siehe **Abb. 12b,d**). Das im Etch-and-rinse-Modus angewendete Futurabond U bildete eine dickere Hybridschicht und häufigere homogene Komposit-Tags. Die Eingänge der Dentinkanälchen erschienen trichterförmig erweitert (siehe **Abb. 12e**). Die Ethanolspülung im Anschluss an die Phosphorsäureätzung führte zu einer noch tieferen Penetration von Adhäsiv und Komposit in die Dentintubuli. Innerhalb der Hybridschicht stellte sich eine Separation zwischen Adhäsiv und Komposit dar (siehe **Abb. 12f**). Auch beim selbstadhäsiven Befestigungskomposit waren unabhängig von der Ethanolvorbehandlung deutliche Tags zu erkennen (siehe **Abb. 12g,h**).



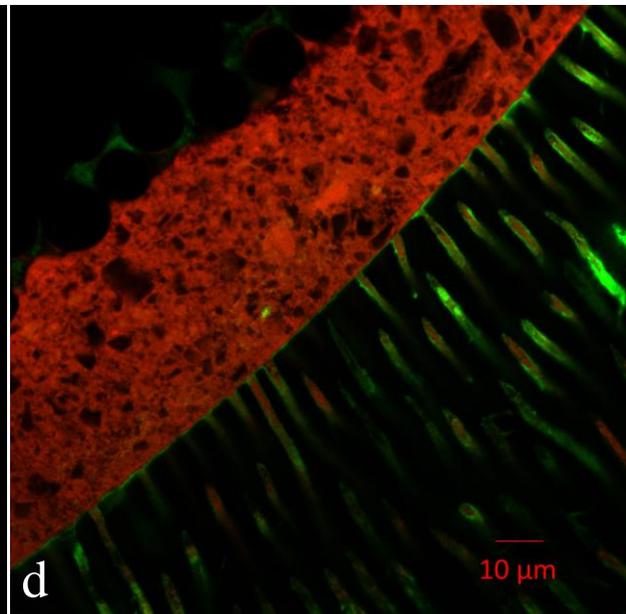
a: FDCG
- deutliche gleichmäßige Hybridschicht,
moderate Penetration von Adhäsiv (grün
angefärbt) und Komposit (rot angefärbt) in
die Dentinkanälchen



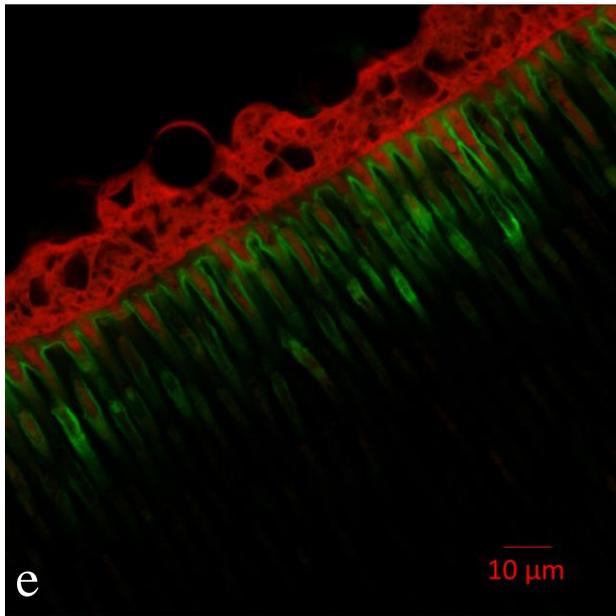
b: FDCG mit Ethanol
- dünne, gleichmäßige Hybridschicht,
moderate Penetration von Adhäsiv in
Dentinkanälchen



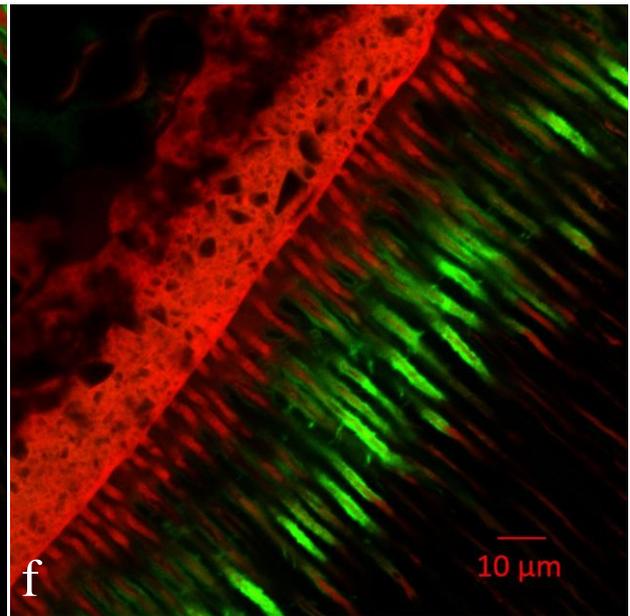
c: FUG
- dünne, homogene Hybridschicht,
moderate Penetration von Adhäsiv in
Dentinkanälchen, keine Penetration von
Komposit in die Dentinkanälchen erkennbar



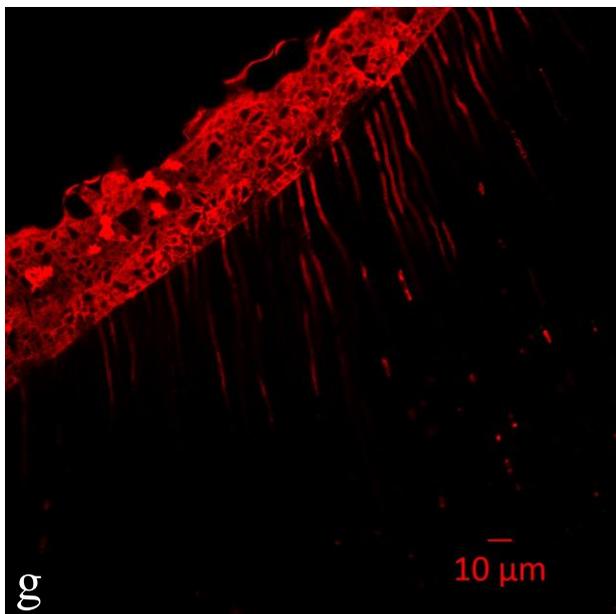
d: FUG mit Ethanol
- dünne Hybridschicht, moderate
Penetration von Adhäsiv und Komposit in
die Dentinkanälchen



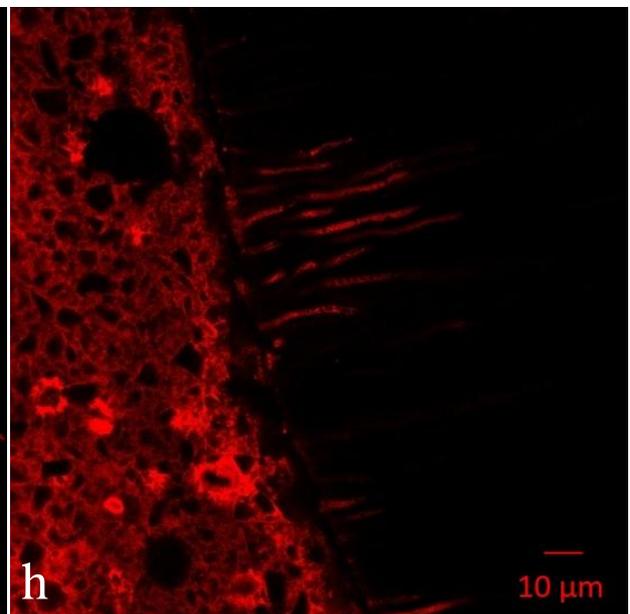
e: FUÄG
- deutliche und dicke Hybridschicht,
häufige Penetration von Komposit in
Dentinkanälchen, deren Eingänge
trichterförmig erweitert scheinen



f: FUÄG mit Ethanol
- tiefere Penetration von Adhäsiv und
Komposit, mit Adhäsiv gefüllte
Verästelungen der Dentinkanälchen,
Separation zwischen Adhäsiv und Komposit
in der Hybridschicht



g: RelyX Unicem
- keine Hybridschicht, moderate Penetration
des Befestigungskomposites in die
Dentinkanälchen



h: RelyX Unicem mit Ethanol
- keine Hybridschicht, moderate Penetration
des Befestigungskomposites in die
Dentinkanälchen

Abbildung 12 a-h: CLSM-Bilder

10. Diskussion

10. 1. Diskussion der Methode

10.1.1. Probenzähne

In der vorliegenden Arbeit wurden gesunde extrahierte humane obere Schneidezähne der zweiten Dentition verwendet. Sie wurden nach festgelegten Kriterien ausgewählt, um möglichst vergleichbare Ergebnisse zu gewährleisten. So wurden nur Zähne mit ähnlicher Wurzelform und -größe ausgewählt, die noch keine vorangegangene Wurzelkanalbehandlung aufwiesen. Die Wurzeln mussten frei von Karies sein, durften keine Auffälligkeiten wie Resorptionen oder Frakturen haben und mussten mindestens 16 mm lang sein. Dies war erforderlich, damit eine Restwurzelfüllung von mindestens 4 mm als apikale Abdichtung erhalten blieb und eine Insertionstiefe des Stiftes von 10 mm sichergestellt werden konnte. Trotz der sorgfältigen Auswahl sind interindividuelle Unterschiede in der Morphologie der Zähne nicht auszuschließen, die sich auch auf die Haftung von Wurzelstiften auswirken könnten. So zeigten sich in einer Studie von Schilke *et al.* starke interindividuelle Unterschiede in der Dichte der Dentintubuli. Ebenso gab es Unterschiede zwischen den Dentinarenalen in der Nähe der Pulpakammer und im peripheren Dentin. Am höchsten war sowohl die Dichte der Dentintubuli als auch ihr Durchmesser in der Nähe der Pulpakammer.^{61,62} Je nachdem, wie breit ein Wurzelkanal initial ist und wie viel Dentin bei der Stiftbettpräparation entfernt werden muss, könnten sich dadurch also auch die Anzahl und der Durchmesser der Dentinkanälchen an der Kanalwand unterscheiden. Wurzelentin unterscheidet sich zudem innerhalb der Lokalisationen von koronal nach apikal in seiner Morphologie. Einige Autoren berichten, dass die Anzahl der Dentintubuli in Richtung apikal abnimmt.^{63,64} Lo Giudice *et al.* untersuchten 30 Prämolaren auf ihre Morphologie. Es wurde festgestellt, dass der Durchmesser der Dentintubuli von koronal nach apikal abnahm, während die Dichte der Tubuli unregelmäßig war.⁶⁵ Mit zunehmenden Alter verengen sich die Dentintubuli durch mineralische Ablagerungen. Dieser Effekt der Sklerosierung ist im äußeren Dentin am deutlichsten zu beobachten. Auch verringert sich dadurch die Anzahl der Tubuli, da obliterierte Tubuli nicht erfasst werden.^{62,66} In sklerotischem Dentin wurde nach der Applikation eines Adhäsivs eine dünnere Hybridschicht, kürzere Tags und weniger laterale Verästelungen als bei juvenilem Dentin beobachtet.⁶⁷

Interindividuelle Unterschiede sind ebenfalls durch die nicht mehr nachzuvollziehende Extraktionsmethode sowie durch die vorangegangene mechanische Belastung *in vivo* zu erwarten.

All diese Faktoren können in jedem Fall auch Auswirkungen auf den Haftverbund von Kompositen zum Dentin haben und müssen bei der Datenauswertung berücksichtigt werden.

Nach der Extraktion wurden die Zähne maximal ein Jahr in 0,5% Chloramin-T-Lösung gelagert. Dieses Lagerungsmedium wurde in vorangegangenen Studien auf seine Auswirkungen auf den Haftverbund zu Kompositen untersucht und empfohlen.^{68,69} Zwischen den Bearbeitungsschritten erfolgte die Lagerung der Zähne in physiologischer Kochsalzlösung, um der Austrocknung vorzubeugen.

10.1.2. Endodontische Behandlung und Stiftbettpräparation

Gemäß den Herstellerempfehlungen wurden alle Zähne in aufsteigenden ISO-Größen bis zur Größe von ISO 55 aufbereitet. Um eine möglichst gleichmäßige Aufbereitung aller Kanalwände zu gewährleisten, wurden stets bürstende Bewegungen in alle Richtungen durchgeführt. So konnten auch Kanalbereiche gereinigt werden, die von einem runden Kanalquerschnitt abwichen, wie z.B. Wurzelkanäle mit ovalem Querschnitt. Nach jedem Feilenwechsel wurde mit 1% NaOCl-Lösung gespült und die Arbeitslänge mit einer C-Pilotfeile rekapituliert. Damit wurde die Dentinspäne entfernt und die Schmierschicht an der Wurzelkanalwand aufgelöst. Das untere Wurzeldrittel wurde mit Guttapercha und Sealer (AH-Plus von Dentsply) mit der Technik der vertikalen Kondensation gefüllt. Vorteil dieses Vorgehens ist, dass der apikale Verschluss sicher abgedichtet ist⁷⁰ und die Entfernung des koronalen Anteils der Wurzelfüllung bei der Stiftbettpräparation entfällt. AH-Plus ist ein Sealer auf Epoxidharz Basis. Dieser zeichnet sich durch adäquate Haftwerte am Dentin aus.^{71,72} Aufgrund seiner eugenolfreien Zusammensetzung beeinträchtigt er den Haftverbund zum Befestigungskomposit nicht.^{72,73} Die Stiftbettpräparation wurde 10 mm tief in den Wurzelkanal unter ständiger Wasserkühlung durchgeführt. Generell ist jede Substanzschwächung der Wurzel, die auch durch eine Stiftbettbohrung induziert werden kann kritisch zu beurteilen, da so das Frakturrisiko der Wurzel erhöht wird.⁷⁴ Einerseits kommt es durch eine tiefe Insertion des Stiftes zu einer erhöhten Retention des Stift-Stumpfaufbaus.⁷⁵ Unter klinischen Bedingungen scheint die Stiftlänge jedoch eher eine untergeordnete Rolle zu spielen und daher ist eine substanzschonende Stiftbettpräparation mit verringerter Insertionstiefe als günstig für das Langzeitüberleben des endodontisch behandelten Zahnes zu bewerten.^{76,77} In

der vorliegenden Untersuchung wurde eine vergleichsweise tiefe Stiftbohrung von 10 mm durchgeführt, um aus jeder Wurzel sicher sechs Proben mit einer Schichtstärke von 1 mm gewinnen zu können. Da die klinische Stiftbefestigung zumeist weiter koronal erfolgt, sollten die Haftwerte des apikalen Bereiches in dieser Untersuchung zurückhaltend im Hinblick auf ihre klinische Relevanz beurteilt werden. Aus Standardisierungsgründen und um ein weitestgehend kongruentes Stiftbett und damit eine reproduzierbare und berechenbare Haftfläche des Stiftes zum Dentin zu erreichen, wurde eine Stiftbettbohrung mit konfektioniertem Bohrer vorgenommen.

10.1.3. Auswahl des Spülprotokolls

Bei der Präparation des Stiftbettes entsteht erneut eine Schmierschicht an der Wurzelkanalwand. Diese wird als sekundärer Smear Layer bezeichnet und enthält neben Dentin vor allem Guttapercha- und Sealerbestandteile, die durch die Reibungswärme des Bohrers erweicht wurden.³⁰ Es gibt einige Argumente, die für die Entfernung der Schmierschicht sprechen. Der Haftverbund der Adhäsive oder Befestigungskomposite zum Dentin kann durch Guttaperchareste und dadurch ungenügende Dentinhybridisierung beeinträchtigt werden.²⁹ Zudem könnten mineralische Komponenten der Schmierschicht die sauren Monomere der Adhäsive abpuffern.⁴¹ Eine effektive Methode zur Entfernung organischer Bestandteile der Schmierschicht stellt die ultraschallaktivierte Spülung mit NaOCl dar, die zu einem großen Teil auf dem vermehrten Spüleffekt durch induzierte Mikroströmungen und Kavitationen innerhalb der Spüllösung im Vergleich zur herkömmlichen Spülung beruht.^{50,78} Hierbei oszilliert eine mit Ultraschall aktivierte kleine Stahlfeile in hochfrequenten Schwingungen möglichst frei ohne Kanalwandkontakt im Wurzelkanal. Es kommt zu transversalen Vibrationen der Ultraschallfeile, die ein charakteristisches Schwingungsmuster mit Schwingungsknoten und -tälern entlang der gesamten Feile zeigen. Die Schwingungen der aktivierten Feile werden auf die Spülflüssigkeit übertragen. Dies soll gerade in schwer zugänglichen Bereichen des Wurzelkanalsystems wie beispielsweise Isthmen eine verbesserte Entfernung von Debris und Schmierschicht ermöglichen.⁷⁹ Im Anschluss an dieses Vorgehen konnte ein besserer adhäsiver Verbund zu einem etch-and-rinse-Adhäsiv und zu einem selbstadhäsiven Zement nachgewiesen werden.⁴⁶ Aufgrund des freien Chlors, welches als reaktives Oxidationsmittel zur Chlorierung funktioneller Gruppen führt, war NaOCl in einer weiteren früheren Studie bei der Auflösung nekrotischen Gewebes sowohl destilliertem Wasser als auch Kochsalzlösung überlegen.^{47,48} Die

Konzentration spielt dabei eine untergeordnete Rolle.⁸⁰ Zwar steigt die proteolytische Wirkung mit zunehmender Konzentration, ebenso steigt aber auch die Toxizität.⁸¹ In einer Studie von Buttler *et al.* konnte gezeigt werden, dass NaOCl in Konzentrationen von 0,58 -5,2 % gleich gut in der Lage war, Endotoxine zu dekontaminieren.⁸² Auch andere Autoren konnten keinen gravierenden Unterschied in der antibakteriellen Wirkung von verschiedenen konzentrierten NaOCl-Lösungen feststellen.^{83,84} Wichtiger als die Konzentration scheint die Menge und stetige Zufuhr frischer Spüllösung zu sein, denn dadurch könne die geringe Konzentration kompensiert werden.⁸⁴ Da NaOCl den adhäsiven Verbund negativ beeinflussen kann^{51,85,86}, wurde in der vorliegenden Untersuchung ein Spülprotokoll gewählt, welches im Anschluss an die NaOCl-Spülung noch eine Spülung mit destilliertem Wasser vorsieht. Damit soll der oxidierende Effekt ausgeglichen und der pH-Wert neutralisiert werden.⁴⁶

Eine weitere Möglichkeit der Schmierschichtentfernung besteht in der Spülung mit einem Chelator (Ethylendiamintetraacetat - EDTA), welcher die anorganischen Bestandteile durch Bildung von Chelatkomplexen mit den Calciumionen löst.⁸⁷ In Kombination mit Ultraschallanwendung beobachteten Serafino *et al.* eine geringere Anwesenheit von Debris, sowie eine höhere Anzahl geöffneter Dentinkanälchen.⁸⁸ Folglich könnte dies sich positiv auf den adhäsiven Haftverbund auswirken. Zhang *et al.* zeigten nach ultraschallaktivierter Spülung mit EDTA, gefolgt von NaOCl einen Anstieg der Haftwerte von Glasfaserstiften, die mit selbststützenden Adhäsiven befestigt wurden.⁸⁹ Auch bei Verwendung eines selbstadhäsiven Befestigungszements stellte sich die vorherige Spülung mit NaOCl und EDTA als vorteilhaft für den Haftverbund dar.⁹⁰ Ein wichtiger Aspekt bei der Verwendung von EDTA ist die Dauer der Spülung. Empfohlen wird eine Anwendung von maximal einer Minute, da eine längere Einwirkzeit zu inter- und peritubulären Dentinerosionen führen kann.⁹¹ Da in der vorliegenden Untersuchung auf die Spülung mit EDTA verzichtet wurde, sind die anorganischen Bestandteile der Schmierschicht vermutlich unzureichend entfernt worden, was eine Limitation der Studie darstellt.

Bei der Hälfte der Probenzähne wurde als letzter Vorbehandlungsschritt nach der Spülung mit NaOCl, destilliertem Wasser und der Phosphorsäureätzung, sofern sie angewandt wurde, eine Spülung mit 99% Ethanol durchgeführt. Durch die Ethanolspülung konnten in vorangegangenen Studien bessere Haftwerte mit tieferer Monomerinfiltration in die Kollagenmatrix, sowie geringerer Mikropermeabilität erreicht werden.^{14,55,92} Wasser, welches sich in den Dentinkanälchen und der Kollagenmatrix befindet, könnte durch Ethanol verdrängt werden.¹¹ Dadurch wird eine hydrophobere Oberfläche für das Adhäsiv bzw. für den Zement geboten.¹¹ Hydrophobe Monomere können besser infiltrieren und eine stabile Hybridschicht mit geringerer

Separation bilden.^{11,14} Gerade in apikalen Bereichen, in denen die Feuchtigkeitskontrolle erschwert ist, könnte die Ethanolspülung deshalb von Vorteil sein.

10.1.4. Stiftbefestigung

Bei der Stiftbefestigung wurden verschiedene Materialien verwendet, ein selbstätzendes Adhäsiv (Futurabond DC) und ein mildes Universaladhäsiv (Futurabond U), jeweils in Kombination mit einem dualhärtenden Befestigungskomposit (Grandio Core), sowie ein selbstadhäsives Befestigungskomposit (RelyX Unicem). Um den Einfluss einer zusätzlichen Phosphorsäureätzung auf den Haftverbund des Universaladhäsivs zu untersuchen, wurde Futurabond U mit und ohne Ätzung getestet. Die Adhäsive wurden gemäß der Herstellerempfehlung 20 s aktiv mit einem Applikator einmassiert. Eine gleichmäßige Benetzung mit sauren Monomeren und damit eine gleichmäßige Ätzwirkung sollte so erreicht werden. Außerdem soll dies die Verdunstung des Lösungsmittels unterstützen. Studien belegen einen besseren Haftverbund bei Anwendung einer aktiven Adhäsivapplikation.⁹³⁻⁹⁵ Die beiden verwendeten Adhäsive unterscheiden sich in ihrem pH-Wert. So ist Futurabond DC mit einem pH-Wert von 1,5 saurer als das Universaladhäsiv mit einem pH-Wert von 2,3. Kaneshiro *et al.* verglichen verschiedene selbstätzende Adhäsive unterschiedlichen pH-Wertes, sie untersuchten den Haftverbund unter dem Rasterelektronenmikroskop und die Haftkraft der verschiedenen Materialien. Dabei stellten sie fest, dass die sauren Adhäsive eine stärkere demineralisierende Wirkung aufwiesen und eine dickere Hybridschicht bildeten. Die milden Adhäsive hingegen zeigten schon unmittelbar nach der Restauration Spaltbildungen an der Haftfläche, was auf eine geringere Stabilität hindeuten könnte. Jedoch zeigte sich zwischen den Gruppen kein signifikanter Unterschied in den Haftwerten.⁹⁶ Auch Wagner *et al.* zeigten, dass milde Adhäsive eine dünnere oder gar keine Hybridschicht bildeten. Jedoch hatte dies keine Auswirkungen auf die Haftkraft.⁸ Zudem wird diskutiert, ob milde Adhäsive vorteilhafter sind, weil Hydroxidapatitkristalle rund um die Kollagenfibrillen erhalten bleiben, welche einen chemischen Verbund zu den funktionellen Monomeren der Adhäsive eingehen können.⁹⁷ Suyama *et al.* kamen zu dem Ergebnis, dass milde Adhäsive auf Dentin, welches von einer Schmierschicht überzogen war, schlechtere Haftwerte erzielten als auf Schmierschicht-freiem Dentin.⁹⁸ In der vorliegenden Untersuchung wurde die Schmierschicht zwar durch PUI mit NaOCl zum Großteil entfernt, jedoch wurde auf eine zusätzliche Spülung mit EDTA und damit auf eine noch intensivere Entfernung des mineralischen Anteils verzichtet. Möglicherweise hätten deshalb die

milden Adhäsive von einer EDTA-Spülung profitiert. Als weiterer Aspekt wurde in dieser Arbeit untersucht, ob die zusätzliche Phosphorsäureätzung einen Effekt auf die Haftkraft des Universaladhäsivs am Wurzelkanaldentin hat. In vorangegangenen Studien führte die Phosphorsäureätzung am koronalen Dentin zwar zu einer dickeren und homogeneren Hybridschicht mit einer höheren Anzahl an Kunststoffzapfen,^{8,41} jedoch hatte sie keinen Effekt auf die Haftkraft der Universaladhäsive.^{8,9} Wagner *et al.* untersuchten drei verschiedene Universaladhäsive (Futurabond Universal, Scotchbond Universal Adhesive (3M ESPE) und All-Bond Universal (BISCO)) sowohl im selbststätzenden als auch im E+R-Modus. Alle Universaladhäsive zeigten initial sowie nach 5000 Zyklen thermischer Wechselbelastung unabhängig von der Phosphorsäureätzung Haftwerte wie bereits etablierte selbststätzende Adhäsive.⁸ Torres *et al.* testeten ebenfalls zwei Universaladhäsive (Futurabond U und Scotchbond Universal) und konnten keinen Effekt der Phosphorsäureätzung auf die Haftwerte auf Schmelz und Dentin feststellen.⁹

Als Kontrollgruppe wurde in der vorliegenden Untersuchung das selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem gewählt. Es zeigte in vorausgegangenen Studien konstant hohe Haftwerte bei der Befestigung von Wurzelstiften.^{31,38,99,100} Die Autoren führten dies vor allem auf die chemische Interaktion mit Calcium-Ionen des Hydroxylapatits zurück.^{36,37} Auch die hohe Feuchtigkeitstoleranz und die einfache Handhabung werden als vorteilhaft beschrieben.^{100,101} Es wird empfohlen, das Befestigungskomposit mit flexiblen Applikationshilfen in den Wurzelkanal zu applizieren, da hierdurch eine homogene Zementschicht mit weniger Fehlstellen oder Blasen erreicht werden soll.¹⁰² Deshalb wurden in dieser Arbeit spezielle Applikationsaufsätze verwendet, welche eine Befüllung des Stiftbettes von apikal aus ermöglichen. Die Spitze des Aufsatzes verblieb ständig im Befestigungsmaterial, sodass keine Luft ungewollt eingebracht wurde. Um den Haftverbund vom Glasfaserstift zum Befestigungskomposit zu optimieren, wurden die Stifte vor der Befestigung mit Ceramic Bond silanisiert. Dieses Vorgehen entspricht der Empfehlung des Stiftherstellers.¹⁰³

10.1.5. Thermozyklische Wechselbelastung und Lagerung

Die Hälfte der Proben wurde einer thermozyklischen Wechselbelastung mit anschließender dreimonatiger Lagerung ausgesetzt. Gale und Darvell empfehlen mit 10.000 Zyklen deutlich mehr, als der ISO TS 11450 Standard mit 500 Zyklen vorsieht. Sie sehen 10.000 Zyklen als angemessen für die Beurteilung der Alterung, da dies ungefähr einem Belastungszeitraum von

einem Jahr *in vivo* entspricht.¹⁰⁴ In der vorliegenden Arbeit wurden ebenfalls 10.000 Zyklen thermischer Wechselbelastung durchgeführt. Die Proben waren in Scheibenform den Temperaturänderungen ausgesetzt. Somit war die Hybridschicht weniger isoliert als bei einem intakten ganzen Zahn und folglich höher belastet. Ebenso war sie während der dreimonatigen Lagerung der Feuchtigkeit direkt ausgesetzt. Eine Limitation der Studie stellt die geringe Lagerungsdauer von drei Monaten dar. Ob diese ausreichend ist, um einen langfristigen degenerativen Effekt zu erreichen, ist fraglich. Auch Saboia *et al.* lagerten in einer Studie die Proben in 1 mm Scheiben und konnten erst nach sechsmonatiger Lagerung eine Minderung der Haftkraft feststellen.¹⁰⁵ Mechanische Belastungen durch Kaukräfte blieben in der vorliegenden Arbeit unberücksichtigt. Somit ist die wirkliche Belastung des adhäsiven Verbunds *in vivo* höher einzuschätzen als in dieser Untersuchung simuliert.

10.1.6. Push-Out-Prüfmethode

Die Zähne wurden mit Hilfe eines Parallelometers in Kunststoff eingebettet. Damit wurde gewährleistet, dass die Stiftachse mit der späteren Ausstoßrichtung übereinstimmt, die Kräfte gleichmäßig auf die Verbundschicht wirken und Verkantungen während des Ausstoßvorgangs weitgehend vermieden werden. In vorangegangenen Studien hat sich dieses Vorgehen bereits etabliert.^{14,106} Um den Temperaturanstieg bei der Polymerisation des Einbettkunststoffes zu reduzieren, wurden die eingebetteten Proben unverzüglich in kaltes Wasser gestellt, denn Wasser hat im Vergleich zu Luft eine recht hohe Wärmeleitfähigkeit. Der Push-out-Test wird als zuverlässige Testmethode eingeschätzt, um den Verbund von Glasfaserstiften zu Wurzelzementin zu messen.¹⁰⁷ Der Test bietet den Vorteil, dass unterschiedliche Regionen in der Zahnwurzel von koronal bis apikal untersucht werden können.¹⁰⁷ Empfohlen wird dabei, eine möglichst geringe Scheibendicke zu wählen. Ein Push-out-Test mit einer reduzierten Scheibendicke von 1 mm wird auch als Micropush-out-Test bezeichnet und bietet den Vorteil einer gleichmäßigeren Stressverteilung.¹⁰⁷ In dieser Arbeit wurde besonderer Wert darauf gelegt, dass der Prüfstempel möglichst kongruent, aber nicht größer als der Stift war. Trotzdem sind Differenzen in der Kongruenz zwischen Stift und Prüfstempel, bedingt durch die Individualität der Stiftdurchmesser in den einzelnen Schnitten und drei unterschiedlich großer eingesetzter Prüfstempel, nicht auszuschließen. Diese unterschiedliche Kongruenz könnte sich in einer veränderten Kraftverteilung an der Verbundfläche und in den Frakturmodi auswirken. Die zentrierte

Ausrichtung des Prüfstempels auf den Stift sowie die Stempelgröße wurden mit einer Lupe genau kontrolliert. Dadurch wurde ein Verkanten oder Verbiegen der Probe verhindert, welches die Prüfergebnisse stark beeinflusst hätte. Die Analyse der Bruchmuster erfolgte unter dem Stereomikroskop. Da trotz eines Kraftabfalls von 20 % während der Testung und damit einem eindeutigen Bruch der Probe nicht in allen Fällen auch eine eindeutige Bruchlinie zu erkennen war, wurde als eine mögliche Klassifikation „nicht beurteilbar“ eingeführt.

10.1.7. Berechnung der Haftkraft

Die Haftkraft wurde mit dem Quotienten aus der Ausstoßkraft (F_{max} in N) und der Haftfläche (A in mm²) berechnet. Die Haftfläche entsprach dabei der Mantelfläche des Wurzelstiftes in der Probenscheibe. Dies stellt eine idealisierte Berechnung dar, die ausschließlich die Grenzfläche zwischen Stift und Zement berücksichtigt. Erfolgt der Bruch jedoch an anderer Stelle, wie z.B. an der Grenzfläche vom Wurzelkern zum Zement, liegt eine größere Haftfläche A vor, die in manchen Proben zusätzlich durch Ausbuchtungen im Wurzelkanal vergrößert ist. Ungenauigkeiten, welche sich in einer größeren als der tatsächlichen Haftkraft äußern, sind daher bei dieser Berechnungsmethode möglich.

10. 2. Diskussion der Ergebnisse

Die aufgestellten Nullhypothesen müssen abgelehnt werden. Das Befestigungssystem, das Spülprotokoll, sowie die thermozyklische Wechselbelastung übten einen signifikanten Einfluss auf die Haftung des faserverstärkten Stiftes im Wurzelkanal aus.

10.2.1. Einfluss des Befestigungssystems auf die Haftwerte

Das Befestigungssystem hat einen signifikanten Einfluss auf die Haftung der Wurzelstifte im Wurzelkanal. Das selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem erreichte dabei neben dem Universaladhäsiv Futurabond U mit vorheriger Phosphorsäureätzung signifikant die höchsten Werte. Dies korreliert mit den Ergebnissen anderer Studien, die ebenfalls hohe Haftwerte für das Material RelyX Unicem feststellten.^{31,99,100} Es wird diskutiert, dass das

selbstadhäsive Befestigungskomposit während der Polymerisationsreaktion eine ausgeprägte pH-Neutralisation bewirken könne, welche mit einer erhöhten Hydrophobizität einhergehe.^{37,108} Diese erziele eine höhere mechanische Stabilität¹⁰⁹, sowie eine höhere Haftkraft¹¹⁰ des Befestigungskomposites. Initial besitzt das Material eine hohe Hydrophilie, welche eine erhöhte Feuchtigkeitstoleranz ermöglicht.³⁷ Die Hydrophilie wird durch die sauren Monomere und ihre funktionellen Gruppen bewirkt. Diese können gebundenes Wasser aus dem Dentin in das Polymernetzwerk aufnehmen.¹⁰⁸ Durch den sauren pH-Wert soll die Zahnoberfläche adäquat geätzt werden.³⁷ Während der Abbindereaktion reagieren die Säuregruppen der Monomere mit dem Calcium der Zahnoberfläche und den Ionen der säurelöslichen Glasfüller.³⁷ Diese pH-Neutralisation könnte außerdem durch das in der Katalysatorpaste enthaltene Calciumhydroxid begünstigt werden.¹⁰⁸ Auch wenn die hygroskopische Expansion von RelyX Unicem im Vergleich zu anderen selbstadhäsiven Zementen niedriger ausfällt¹⁰⁸, so ist sie jedoch verglichen mit hydrophoberen konventionellen Kompositen erhöht, denn generell steigt die Wassersorption mit der Hydrophilie des Kunststoffes an.^{111,112} Dies könnte eine Erklärung für die hohen Haftwerte dieses Materials in der vorliegenden Arbeit sein, da die Expansion zu einer erhöhten Retention der Stifte im Wurzelkanal beigetragen haben könnte.³¹ Einen ähnlichen Effekt stellten Bott und Hannig fest, die bei der Eingliederung von Klasse-I-Keramikinlays unter Verwendung eines hydrophilen Compomers ebenfalls die hygroskopische Expansion nach viermonatiger Wasserlagerung dafür verantwortlich sahen, dass in ihrer Studie exzellente marginale Adaptationen zu erkennen waren.¹¹³ Risse und Brüche im Material der Inlays konnten dabei nicht beobachtet werden. Ferracane *et al.* wiesen jedoch darauf hin, dass die durch den hydrophilen Charakter von selbstadhäsiven Befestigungskompositen hervorgerufene Expansion die mechanische Stabilität sowie die Dimensionsbeständigkeit der Materialien beeinträchtigen könnte.³⁷

Die Gruppe FUÄG erreichte in dieser Untersuchung vergleichbar hohe Haftwerte wie das selbstadhäsive Befestigungskomposit. Das Universaladhäsiv Futurabond U profitierte deutlich von der Phosphorsäureätzung. Hierdurch wurden die Haftwerte im Vergleich zur Gruppe FUG signifikant erhöht. Im Gegensatz zu diesem Ergebnis konnten sowohl Wagner *et al.* als auch Torres *et al.* keinen positiven Effekt auf die Haftkraft, die in diesen Studien mit Hilfe eines Mikrozugfestigkeitstests evaluiert wurde, feststellen. Weder Futurabond U noch die anderen getesteten Universaladhäsive Scotchbond Universal Adhesive und All-Bond Universal profitierten von der Phosphorsäureätzung.^{8,9} Beide Autoren untersuchten allerdings koronales Dentin und kein Wurzelkanaldentin, weshalb die Ergebnisse nur bedingt mit denen der vorliegenden Arbeit vergleichbar sind. Wagner *et al.* stellten außerdem fest, dass die

Phosphorsäureätzung zu einer tieferen Penetration des Adhäsivs ins Dentin, zu längeren Kunststoffzapfen und zu einer dickeren Hybridschicht führte.⁸ Dies korreliert mit den Ergebnissen der vorliegenden Untersuchung, denn die CLSM-Bilder lassen ebenfalls eine deutliche, dicke Hybridschicht mit ausgeprägten Kunststoffzapfen erkennen. Die Dentintubuli scheinen an der Dentin-Stiftbett-Grenze durch die Phosphorsäureätzung etwas erweitert zu sein, sodass neben dem Adhäsiv auch ein wenig Zement penetrieren konnte. Diese tiefe Penetration sowie die erweiterten Dentinkanälchen erhöhen zwar die Retentionsfläche, bisher konnte aber noch kein Zusammenhang zwischen dieser Verbundmorphologie und einer erhöhten Haftkraft hergestellt werden.⁸

Futurabond U ist ein mildes Adhäsiv mit einem pH-Wert von 2,3. Es konnte in der vorliegenden Arbeit gezeigt werden, dass im selbstätzenden Modus der Haftverbund geringer als im E+R-Modus war. Das milde Adhäsiv könnte also davon profitiert haben, dass die Schmierschicht durch die zusätzliche vorangegangene Phosphorsäureätzung besser aufgelöst wurde. Zwar wurde die Schmierschicht im Vorhinein auch schon durch die NaOCl-Spülung größtenteils entfernt. Eine vollständige Entfernung auch der anorganischen Bestandteile ist aber nicht anzunehmen. Futurabond DC liegt mit seinen Haftwerten zwischen denen der Gruppen FUG und FUÄG. Es hat einen pH-Wert von 1,5 und ist somit deutlich saurer als Futurabond U. In den CLSM-Bildern zeigte Futurabond DC eine gleichmäßige Hybridschicht. Im Gegensatz zum Universaladhäsiv im selbstätzenden Modus waren neben der Penetration von Adhäsiv auch Zapfen von Komposit in den Dentintubuli zu erkennen. Die saureren Monomere könnten durch eine verbesserte Penetration der Schmierschicht im selbstätzenden Modus höhere Haftwerte als das Universaladhäsiv erzielt haben. Zu einem ähnlichen Ergebnis kamen auch Munoz *et al.*. Auf koronalem Dentin erreichte das selbstätzende Adhäsiv Clearfil SE Bond (Kuraray) mit einem pH-Wert von 1,9 im Vergleich zu den Universaladhäsiven Scotchbond Universal (pH-Wert 2,7) und Allbond Universal (pH-Wert 2,4) im selbstätzenden Modus signifikant höhere Haftwerte.³⁵ Das Universaladhäsiv Peak Universal (Ultradent) wies trotz des sauren pH-Wertes von 1,2 niedrigere Haftwerte als Clearfil SE Bond auf. Als möglicher Faktor für die niedrigeren Haftwerte von Peak Universal wurde die Abwesenheit des MDP-Monomers, welches wiederum in den Adhäsiven Clearfil SE Bond, Scotchbond Universal sowie Allbond Universal enthalten ist, genannt.³⁵ Suyama *et al.* untersuchten die Haftkraft unterschiedlich saurer selbstätzender Adhäsive auf geschliffenem, mit einer Schmierschicht versehenem Dentin sowie auf Schmierschicht-freiem Dentin. Die milden und ultramilden Adhäsive (Clearfil Tri-S Bond (Kuraray), Adper Easy Bond (3M ESPE), Clearfil SE Bond) erreichten im Gegensatz zu dem saurem Adhäsiv (Adper Prompt L-Pop (3M ESPE)) auf geschliffenem Dentin eine geringere

Haftkraft als auf Schmierschicht-freiem Dentin.⁹⁸ Dies deckt sich zwar mit den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit. Wegen der unterschiedlichen Methodik und der besonderen Charakteristik der Schmierschicht im Wurzelkanal sind die Ergebnisse jedoch nur bedingt vergleichbar.

10.2.2. Einfluss der Vorbehandlung auf die Haftwerte

Die Vorbehandlung mit einer Ethanolspülung zeigte insgesamt einen signifikant positiven Effekt auf die Haftwerte, die einen moderaten Anstieg von 17,3 MPa (SD=7,1) auf 19 MPa (SD=6,2) zeigten. In dieser Arbeit profitierten vor allem die Gruppen FDCG und FUG von der Ethanolspülung und zeigten eine Tendenz zu höheren Haftwerten. Dies könnte durch die besonders schwierige Feuchtigkeitskontrolle im Wurzelkanal zu erklären sein. Ethanol verdrängt das Wasser aus der Kollagenmatrix und führt so zu einer hydrophoberen Oberfläche.¹¹ Ethanolbasierte Adhäsive, wie auch Futurabond DC und Futurabond U in der vorliegenden Arbeit, könnten somit besser in das Dentin penetrieren.^{11,12} Auch könnte die Copolymerisation der Adhäsive durch die Ethanolspülung gefördert werden, da verbliebenes Wasser sich hierfür ansonsten hinderlich darstellen könnte.¹⁰ Der positive Effekt der Ethanolspülung in dieser Arbeit korreliert mit den Ergebnissen vorangegangener Studien, die ebenfalls bessere Haftwerte und eine tiefere Monomerinfiltration in die Kollagenmatrix feststellten.^{14,55,92} Bei der Analyse der CLSM-Bilder zeigte die Gruppe FUÄG zwar eine tiefe Penetration des grün gefärbten Adhäsivs, aber auch eine Separation zwischen diesem und dem rot markierten Befestigungskomposit. Die Phosphorsäureätzung führt zu einer tieferen Penetration des Adhäsivs und zur Ausbildung einer dickeren Hybridschicht.^{8,41} Durch die Ethanolspülung wird ebenfalls die Adhäsivpenetration begünstigt. Das Adhäsiv kann so in tiefe Bereiche der Dentintubuli penetrieren, während das Befestigungskomposit durch seine höhere Viskosität nicht die Fähigkeit zur tiefen Penetration besitzt. Damit könnte es zu einer Separation zwischen dem Adhäsiv und dem Befestigungskomposit kommen, welche die Adhäsion der beiden Materialien zueinander beeinträchtigt. Dies könnte eine Erklärung dafür sein, dass das Universaladhäsiv mit zusätzlicher Phosphorsäureätzung in dieser Untersuchung nicht von einer Ethanolvorbehandlung profitierte. Zu einem ähnlichen Ergebnis kamen Cecchin *et al.*, die keinen positiven Effekt der Ethanolspülung auf die Haftkraft eines E+R-Adhäsivs (Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE) im Wurzelkanal nachweisen konnten.¹³ Dagegen führte die Ethanolvorbehandlung in einer Studie von Bitter *et al.* zu einem Anstieg der Haftwerte eines E+R-Adhäsivs (XP Bond,

Dentsply).¹⁴ Da die Datenlage bezüglich des Wirkungsgrades einer Ethanolvorbehandlung im Wurzelkanal rar ist, sind hierzu zukünftig noch weitere Studien nötig.

10.2.3. Einfluss der thermozyklischen Wechselbelastung und Lagerung auf die Haftwerte

Es konnte ein signifikanter Anstieg der Haftwerte nach thermozyklischer Wechselbelastung und anschließender dreimonatiger Lagerung beobachtet werden. Dabei traten auch Wechselwirkungen zwischen den Faktoren Lagerung und Befestigungssystem auf. Eine Tendenz zur Erhöhung der Haftwerte nach Lagerung zeigte sich in den Gruppen FDCG, FUG und FUÄG, wobei die Haftung bei FDCG um durchschnittlich 2,1 MPa anstieg, bei FUG um 2,7 MPa und bei FUÄG um 3,9 MPa. RX zeigte keine deutliche Veränderung der Haftwerte ($p=0,116$). Im Gegensatz dazu stellten Bitter *et al.* eine Erhöhung der Haftwerte des selbstadhäsiven Befestigungskomposites nach thermozyklischer Wechselbelastung fest. Als Erklärungsversuch wurde die vollständige Polymerisation des chemisch härtenden Anteils durch den thermischen Stress aufgeführt.¹⁰⁰ Mazzitelli *et al.* konnten in einer Studie hingegen ebenfalls keine veränderten Haftwerte nach thermischer Belastung beobachten. Bei einem anderen untersuchten selbstadhäsiven Zement dieser Studie, G-Cem (GC-Corporation), stiegen die Haftwerte jedoch an.¹¹⁴ Beim Vergleich der verschiedenen Studien muss beachtet werden, in welcher Form die Proben der thermischen Belastung ausgesetzt waren. Bitter *et al.* und Mazzitelli *et al.* verwendeten intakte ganze Zähne, bei denen der adhäsive Verbund folglich vermehrt isoliert und weniger anfällig für Hydrolyseprozesse war. Die thermozyklische Wechselbelastung belastet den adhäsiven Verbund einerseits chemisch, denn das heiße Wasser erhöht die Hydrolyse und kann zum Herauslösen einzelner Komponenten führen. Andererseits erfolgt durch den wiederholten Kontraktions- und Expansionsstress eine mechanische Belastung.⁵⁸ Nicht vollständig abgebundene Monomere könnten herausgelöst werden und eine Spaltbildung verursachen. Die moderate Erhöhung der Haftwerte nach thermischer Belastung ist für die Gruppen FDCG, FUG und FUÄG schwierig zu erklären. Obwohl die Feuchtigkeitsbelastung der Proben in Scheibenform als hoch einzuschätzen ist, könnte eine Lagerungsdauer von drei Monaten zu kurz gewählt worden sein, um einen Effekt der hydrolytischen Degradation zu erzielen. Möglicherweise war ein Aufquellen der Materialien für eine erhöhte Retention verantwortlich. Einen anderen Erklärungsversuch stellt die Tatsache dar, dass durch die erhöhte Temperatur

während der thermischen Wechselbelastung die Polymerisation der Adhäsive oder Befestigungszemente vervollständigt worden sein könnte. *In vivo* ist thermischer Stress nur im koronalen Wurzelf Drittel zu erwarten, da sowohl der Alveolarknochen als auch das parodontale Gewebe die thermischen Schwankungen minimieren.^{58,100} Daher sind die Ergebnisse der vorliegenden In-vitro-Studie sowie deren klinische Relevanz kritisch zu betrachten. Weiterhin wird die Anzahl der Zyklen für die thermische Wechselbelastung unterschiedlich diskutiert. Der ISO TS 11450 Standard empfiehlt 500 Zyklen, wobei diese von vielen Autoren als unzureichend angesehen werden. De Munck *et al.* konnten selbst bei 20.000 Zyklen keinen degenerativen Effekt feststellen.⁵⁷ Mazzoni *et al.* untersuchten den Einfluss von 40.000 Zyklen thermozyklischer Wechselbelastung auf drei verschiedene Befestigungssysteme, ein E+R-System, ein selbststützendes Befestigungssystem und auf einen selbstadhäsiven Zement. Die thermische Belastung erfolgte wie in der vorliegenden Untersuchung in 1 mm-Scheibenform. Die Haftwerte des E+R-Systems waren gleichbleibend, während die des selbststützenden Adhäsivs und des selbstadhäsiven Zementes sanken. Bei allen Materialien wurde die Einlagerung von Silbernitratlösung in die Verbundschicht nachgewiesen, welche auf eine Spaltbildung zwischen Dentin und Adhäsiv oder Befestigungszement hindeutet.⁵⁸ Mazzoni *et al.* setzten die Proben mit 40.000 Zyklen einer vierfach höheren Zyklenanzahl thermischer Wechselbelastung als in der vorliegenden Arbeit aus. Dies stützt die Annahme, dass eine Zyklenanzahl von 10.000 Zyklen nicht ausreichend gewesen sein könnte, um einen degenerativen Effekt zu erzielen. Die Werte nach 10.000 Zyklen thermischer Wechselbelastung und dreimonatiger Lagerung können daher vermutlich noch nicht als Langzeithaftwerte beurteilt werden. In weiteren Studien sollte die Langzeitstabilität der verwendeten Materialien anhand einer längeren Lagerungsdauer untersucht werden.

10.2.4. Einfluss der Lokalisation auf die Haftwerte

In der vorliegenden Arbeit war ein Anstieg der Haftwerte von koronal nach apikal zu erkennen. Dies korreliert mit den Ergebnissen vorangegangener Studien, die ebenfalls apikal höhere Haftwerte nachwiesen.^{100,115,116} Ein Grund dafür könnte sein, dass bei der Stiftbettpräparation apikal vergleichsweise mehr Substanz entfernt wird und so eine sauberere Dentinoberfläche verbleibt, die nicht durch z.B. Guttapercha- oder Sealerreste verunreinigt ist.¹¹⁵ Zwar wurden diese so sorgfältig wie möglich entfernt, jedoch ist der Verbleib geringer Reste nicht vollständig auszuschließen. Perdigo *et al.* zeigten anhand von Aufnahmen mit einem Elektronenmikroskop,

dass verbliebene Guttaperchareste einen Spalt zwischen Dentin und Zement verursachen.²⁹ Außerdem könnte ein höherer Applikationsdruck für höhere apikale Werte verantwortlich sein.³³ Im apikalen Wurzel Drittel ist das Stiftbett kongruenter zur Stiftoberfläche, da dort die koronale Erweiterung entfällt und die Wurzelkanäle meist einen runden Durchmesser besitzen.¹¹⁷ Durch die dünnere Zementschicht ist der Polymerisationsstress geringer und führt zu einer gleichmäßigeren Einheit von Dentin, Zement und Stift.^{115,118} Weiterhin ist aber zu beachten, dass dafür der C-Faktor ungünstiger ist und dies als kritisch für den adhäsiven Verbund zu bewerten ist. Park *et al.* untersuchten die Auswirkung der Zementdicke auf die Haftkraft von Glasfaserstiften und stellten dabei keine signifikanten Unterschiede fest.¹¹⁶ Im Gegensatz zur vorliegenden Untersuchung waren in der Mehrzahl anderer Studien die apikalen Haftwerte niedriger.¹¹⁹⁻¹²¹ Dies wurde mit einer reduzierten Anzahl an Dentintubuli und damit einer geringeren Kunststoffzapfen-Dichte im apikalen Bereich begründet.¹¹⁹ Außerdem könnten die erschwerte Erreichbarkeit der apikalen Region sowie die reduzierte Lichttransmission Ursachen für die verminderten Haftwerte gewesen sein.¹²¹ In der vorliegenden Arbeit wurden die größten Stifte des Systems mit einem vergleichsweise großen koronalen Durchmesser von 2 mm verwendet. Damit war auch das Stiftbett ausgeprägt und besser einsehbar als ein kleineres Stiftbett. Der Nachteil der schlechten Sicht und Erreichbarkeit im apikalen Bereich könnte so nivelliert worden sein, da eventuell verbliebene Guttapercha- und Sealerreste, verbliebenes Wasser nach dem Abspülen der Phosphorsäure oder überschüssiges Adhäsiv gut detektiert werden konnten. Wie Watzke *et al.* empfehlen, wurde der Befestigungszement mit flexiblen Applikationshilfen appliziert.¹⁰² So wurden gerade im apikalen Drittel Blasen oder Fehlstellen vermieden, da der Zement sich direkt auf dem Boden des Stiftbettes verteilen konnte und Luft nach koronal verdrängt wurde. Keine signifikanten Unterschiede in der Haftkraft eines Universaladhäsivs zwischen den drei Lokalisationen stellten Oskoe *et al.* in ihrer Studie fest.⁴⁰ Goracci *et al.* fassten in einem Review zusammen, dass die Adhäsion im apikalen Wurzel Drittel weniger vorhersagbar sei.¹²²

10.2.5. Frakturmodusanalyse

Zumeist stellt die Verbundfläche vom Dentin zum Befestigungszement die Schwachstelle des adhäsiven Verbunds dar.^{40,114,116,118} Der Haftverbund vom Befestigungsmaterial zum Stift wurde in dieser Arbeit gemäß der Herstellerempfehlung zusätzlich durch die Silanisierung des Stiftes gestärkt. Durch das Silan soll ein chemischer Verbund zwischen dem Befestigungskomposit und

den exponierten Glasfasern der Stifte hergestellt werden.¹²³ Außerdem könnte sich die Benetzbarkeit der Stiftoberfläche verbessern.¹²⁴ Ein möglicher Vorteil der Silanisierung sei von vielen Co-Faktoren wie z.B. dem Stiftsystem und dem Befestigungssystem abhängig und ist noch nicht vollständig geklärt.¹²⁴ Ob die Silanisierung des Glasfaserstiftes tatsächlich zu einer besseren Retention verhilft, wird in der Literatur jedoch auch kontrovers diskutiert. Einige Studien zeigten eine vorteilhafte Wirkung der Stiftsilanisierung.^{123,125-127} Andere Autoren konnten hingegen keinen positiven Effekt feststellen.^{124,128,129} Vergleicht man die genannten Studien hinsichtlich der Auswirkung einer Silanisierung speziell auf Dimethacrylat-basierte Glasfaserstifte, wie sie in der vorliegenden Untersuchung verwendet wurden, so liegen auch hier kontroverse Empfehlungen vor.^{123,124,129} Machado *et al.* erklärten einen fehlenden Effekt der Silanisierung einerseits durch die schwierige Interaktion des Silans mit den von der Matrix umhüllten reaktiven Glasfasern und andererseits durch die höhere Anfälligkeit silanisierter Stifte für hydrolytische Prozesse.¹²⁸ Eine weitere Möglichkeit, den Haftverbund zwischen Glasfaserstift und Befestigungsmaterial zu erhöhen, könnte das Sandstrahlen des Stiftes mit Aluminiumpartikeln und anschließender Silanisierung sein. Einige Autoren berichten, dass der Haftverbund von diesem Verfahren profitieren könne.^{124,130,131} Die oberste Schicht der Matrix des Wurzelstifts soll entfernt und die Glasfasern für eine chemische Interaktion vermehrt exponiert werden.¹²⁴ Außerdem führe das Anrauen der Oberfläche zu einer vergrößerten Klebefläche.¹³⁰ Wird im Anschluss die Stiftoberfläche mit einem Silan beschichtet, kann der mikromechanische Effekt des Sandstrahlens mit dem chemischen Haftmechanismus der Silanisierung kombiniert werden.¹³¹ Eine weitere Optimierung des chemischen Verbundes könnte durch die Verwendung silikatisierter Aluminiumpartikel erreicht werden.^{124,130}

In der vorliegenden Arbeit konnte gezeigt werden, dass der Frakturmodus von verschiedenen Faktoren beeinflusst wird. Die thermische Wechselbelastung und dreimonatige Lagerung sowie die Ethanolvorbehandlung führten zu einem häufigeren Bruchmuster am Stift, während die Häufigkeit der Bruchmuster am Dentin sank. Dies korreliert mit der Beobachtung, dass diese Faktoren den Haftverbund positiv beeinflussen. Ebenso konnte im apikalen Wurzel Drittel im Gegensatz zum koronalen Drittel ein häufigerer Bruch am Stift beobachtet werden, was mit den Haftwerten korreliert, die im apikalen Wurzel Drittel höher ausfielen. Auch Park *et al.* stellten in ihrer Studie höhere Haftwerte in der apikalen Region fest, der Frakturmodus veränderte sich hingegen nicht signifikant.¹¹⁶ Die Gruppen, die die höchsten Haftwerte aufwiesen, FUÄG und RX zeigten vorrangige Frakturmuster am Stift. Die Gruppen FDCG und FUG frakturierten jedoch meist am Dentin. Dies korreliert mit den Ergebnissen vorangegangener Studien, in denen

das selbstadhäsive Befestigungskomposit ebenfalls vorrangig am Stift frakturierte, während andere Befestigungssysteme meist am Verbund zum Dentin versagten.^{99,119}

11. Schlussfolgerung

Alle drei Nullhypothesen der vorliegenden Arbeit werden abgelehnt, denn sowohl das Befestigungssystem als auch das Spülprotokoll sowie die thermozyklische Wechselbelastung übten einen signifikanten Einfluss auf die Haftung faserverstärkter Stifte im Wurzelkanal aus.

Das milde Universaladhäsiv Futurabond U erreichte im E+R-Modus ähnlich hohe Haftwerte wie das selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem. Es könnte insofern von der Phosphorsäureätzung profitiert haben, als dass die Schmierschicht im Wurzelkanal nach Stiftbettpräparation besser aufgelöst wurde.

Die hohen Haftwerte des selbstadhäsiven Befestigungskomposites RelyX Unicem sind vor allem auf die chemische Interaktion mit Calcium-Ionen des Hydroxylapatits zurückzuführen.^{36,37} Außerdem besitzt es initial eine hohe Hydrophilie, welche eine erhöhte Feuchtigkeitstoleranz ermöglicht und das Material weniger technik-sensitiv macht.³⁷

Insgesamt hatte die Ethanolspülung einen signifikanten Effekt auf die Haftwerte der Glasfaserstifte, wobei primär die Gruppen FDCG und FUG eine Tendenz zu höheren Haftwerten zeigten. Im Wurzelkanal ist die Feuchtigkeitskontrolle erschwert. Ethanol soll das Wasser aus der Kollagenmatrix verdrängen und so zu einer hydrophoberen Oberfläche führen.¹¹ Somit könnte sowohl die Adhäsivpenetration in die Dentinkanälchen als auch die Copolymerisation der Adhäsive begünstigt werden.¹⁰⁻¹² Das Universaladhäsiv im E+R-Modus profitierte nicht von der Ethanolvorbehandlung. Eine mögliche Erklärung dafür stellt die Separation zwischen dem Adhäsiv und dem Befestigungskomposit dar, welche durch die CLSM-Analyse visuell darstellbar war. Durch die Vorbehandlung des Wurzelkanals mit Phosphorsäure und Ethanol konnte das Adhäsiv in tiefe Bereiche der Dentintubuli penetrieren, an die das höhervisköse Befestigungskomposit nicht vollständig anschließen konnte. Die beobachtete Phasenseparation bedarf weiterer Untersuchungen, könnte aber unter Umständen die Adhäsion beeinträchtigt haben.¹³²

Der Einfluss der thermozyklischen Wechselbelastung mit anschließender dreimonatiger Lagerung ist in der vorliegenden Arbeit als kritisch zu betrachten, da sowohl die Zyklenanzahl der thermischen Belastung als auch die Dauer der Lagerung als zu gering einzuschätzen sind, um

Schlussfolgerung

einen reduzierenden Effekt zu erzielen. Die gemessenen Werte sind daher eher als initiale Werte zu beurteilen. Weitere Studien sind erforderlich, um die Langzeitstabilität von Universaladhäsiven im Wurzelkanal zu untersuchen.

In der Literatur wird kontrovers diskutiert, ob und warum sich die Haftwerte von Adhäsiven und Befestigungskompositen in den verschiedenen Lokalisationen des Wurzelkanals unterscheiden.^{100,115,116,119-121} Auch wenn in den meisten vorangegangenen Studien koronal höhere Haftwerte erreicht wurden,¹¹⁹⁻¹²¹ war in dieser Arbeit ein signifikanter Anstieg von koronal nach apikal zu erkennen. Dies könnte dadurch erklärt werden, dass apikal im Rahmen der Stiftbettpräparation vergleichsweise mehr Substanz entfernt wurde und damit eine sauberere, sowie zum Stift kongruente Adhäsionsfläche verblieb.¹¹⁵ Außerdem herrschte ein höherer Applikationsdruck, welcher für höhere apikale Haftwerte verantwortlich gewesen sein könnte.³³ Innerhalb der Limitationen dieser In-vitro-Studie kann auf Basis der Ergebnisse für die Befestigung von Glasfaserstiften im Wurzelkanal sowohl das Universaladhäsiv Futurabond U im E+R-Modus, als auch das selbstadhäsive Befestigungskomposit RelyX Unicem empfohlen werden. Profitiert von der Ethanolspülung haben die selbstätzenden Adhäsivsysteme, welche jedoch insgesamt geringere Haftwerte als die zuvor genannten Systeme erzielten.

12. Literaturverzeichnis

1. Edelhoff D, Heidemann D, Kern M, Weigl P. Aufbau endodontisch behandelter Zähne. Deutsche Gesellschaft für Zahn-Mund-und Kieferheilkunde; 2003.
2. Schwartz RS, Robbins JW. Post placement and restoration of endodontically treated teeth: a literature review. *J Endod* 2004;30(5):289-301.
3. Kishen A, Kumar GV, Chen NN. Stress-strain response in human dentine: rethinking fracture predilection in postcore restored teeth. *Dent Traumatol* 2004;20(2):90-100.
4. Plotino G, Grande NM, Bedini R, Pameijer CH, Somma F. Flexural properties of endodontic posts and human root dentin. *Dent Mater* 2007;23(9):1129-35.
5. Frydman G, Levatovsky S, Pilo R. [Fiber reinforced composite posts: literature review]. *Refuat Hapeh Vehashinayim* (1993) 2013;30(3):6-14, 60.
6. Dietschi D, Duc O, Krejci I, Sadan A. Biomechanical considerations for the restoration of endodontically treated teeth: a systematic review of the literature, Part II (Evaluation of fatigue behavior, interfaces, and in vivo studies). *Quintessence Int* 2008;39(2):117-29.
7. Naumann M, Koelpin M, Beuer F, Meyer-Lueckel H. 10-year survival evaluation for glass-fiber-supported postendodontic restoration: a prospective observational clinical study. *J Endod* 2012;38(4):432-5.
8. Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent* 2014;42(7):800-7.
9. Torres CR, Zanatta RF, Silva TJ, Huhtala MF, Borges AB. Influence of previous acid etching on bond strength of universal adhesives to enamel and dentin. *Gen Dent* 2017;65(2):e17-e21.
10. Jacobsen T, Söderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater* 1995;11(2):132-6.
11. Liu Y, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, Li N, Mao J, Pashley DH, Tay FR. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res* 2011;90(8):953-68.
12. Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, Rueggeberg FA, Agee KA, Carrilho M, Donnelly A, Garcia-Godoy F. From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *Am J Dent* 2007;20(1):7-20.
13. Cecchin D, de Almeida JF, Gomes BP, Zaia AA, Ferraz CC. Influence of chlorhexidine and ethanol on the bond strength and durability of the adhesion of the fiber posts to root dentin using a total etching adhesive system. *J Endod* 2011;37(9):1310-5.
14. Bitter K, Aschendorff L, Neumann K, Blunck U, Sterzenbach G. Do chlorhexidine and ethanol improve bond strength and durability of adhesion of fiber posts inside the root canal? *Clin Oral Investig* 2014;18(3):927-34.
15. Zhou L, Wang Q. Comparison of fracture resistance between cast posts and fiber posts: a meta-analysis of literature. *J Endod* 2013;39(1):11-5.
16. Schmitter M, Rammelsberg P, Gabbert O, Ohlmann B. Influence of clinical baseline findings on the survival of 2 post systems: a randomized clinical trial. *Int J Prosthodont* 2007;20(2):173-8.
17. Cormier CJ, Burns DR, Moon P. In vitro comparison of the fracture resistance and failure mode of fiber, ceramic, and conventional post systems at various stages of restoration. *J Prosthodont* 2001;10(1):26-36.
18. Santos AF, Meira JB, Tanaka CB, Xavier TA, Ballester RY, Lima RG, Pfeifer CS, Versluis A. Can fiber posts increase root stresses and reduce fracture? *J Dent Res* 2010;89(6):587-91.

19. Schmitter M, Sterzenbach G, Faggion CM, Krastl G. A flood tide of systematic reviews on endodontic posts: methodological assessment using of R-AMSTAR. *Clin Oral Investig* 2013;17(5):1287-94.
20. Figueiredo FE, Martins-Filho PR, Faria-E-Silva AL. Do metal post-retained restorations result in more root fractures than fiber post-retained restorations? A systematic review and meta-analysis. *J Endod* 2015;41(3):309-16.
21. Naumann M, Sterzenbach G, Dietrich T, Bitter K, Frankenberger R, von Stein-Lausnitz M. Dentin-like versus Rigid Endodontic Post: 11-year Randomized Controlled Pilot Trial on No-wall to 2-wall Defects. *J Endod* 2017;43(11):1770-1775.
22. Naumann M, Schmitter M, Frankenberger R, Krastl G. "Ferrule Comes First. Post Is Second!" Fake News and Alternative Facts? A Systematic Review. *J Endod* 2018;44(2):212-219.
23. Parčina I, Amižić, Baraba A. Esthetic Intracanal Posts. *Acta Stomatol Croat* 2016;50(2):143-150.
24. Spazzin AO, Galafassi D, Meira-Júnior AD, Braz R, Garbin CA. Influence of Post and Resin Cement on Stress Distribution of Maxillary Central Incisors Restored with Direct Resin Composite. *Oper Dent* 2009;34(2):223-229.
25. Barjau-Escribano A, Sancho-Bru JL, Forner-Navarro L, Rodríguez-Cervantes PJ, Pérez-González A, Sánchez-Marín FT. Influence of Prefabricated Post Material on Restored Teeth: Fracture Strength and Stress Distribution. *Oper Dent* 2006;31(1):47-54.
26. Mjör IA, Smith MR, Ferrari M, Mannocci F. The structure of dentine in the apical region of human teeth. *Int Endod J* 2001;34(5):346-53.
27. Paqué F, Luder HU, Sener B, Zehnder M. Tubular sclerosis rather than the smear layer impedes dye penetration into the dentine of endodontically instrumented root canals. *Int Endod J* 2006;39(1):18-25.
28. Tay FR, Loushine RJ, Lambrechts P, Weller RN, Pashley DH. Geometric factors affecting dentin bonding in root canals: a theoretical modeling approach. *J Endod* 2005;31(8):584-9.
29. Perdigão J, Gomes G, Augusto V. The effect of dowel space on the bond strengths of fiber posts. *J Prosthodont* 2007;16(3):154-64.
30. Serafino C, Gallina G, Cumbo E, Ferrari M. Surface debris of canal walls after post space preparation in endodontically treated teeth: a scanning electron microscopic study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2004;97(3):381-7.
31. Sterzenbach G, Karajouli G, Naumann M, Peroz I, Bitter K. Fiber post placement with core build-up materials or resin cements-an evaluation of different adhesive approaches. *Acta Odontol Scand* 2012;70(5):368-76.
32. Aktemur Türker S, Uzunoğlu E, Yılmaz Z. Effects of dentin moisture on the push-out bond strength of a fiber post luted with different self-adhesive resin cements. *Restor Dent Endod* 2013;38(4):234-40.
33. Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater* 2008;24(7):967-77.
34. Monticelli F, Ferrari M, Toledano M. Cement system and surface treatment selection for fiber post luting. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2008;13(3):E214-21.
35. Muñoz MA, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha NH, Loguercio AD. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Oper Dent* 2015;40(3):282-92.
36. Gerth HU, Dammaschke T, Züchner H, Schäfer E. Chemical analysis and bonding reaction of RelyX Unicem and Bifix composites--a comparative study. *Dent Mater* 2006;22(10):934-41.

37. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJ. Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil* 2011;38(4):295-314.
38. Sarkis-Onofre R, Skupien JA, Cenci MS, Moraes RR, Pereira-Cenci T. The role of resin cement on bond strength of glass-fiber posts luted into root canals: a systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Oper Dent* 2014;39(1):E31-44.
39. Bergoli CD, Brondani LP, Wandscher VF, Pereira G, Cenci MS, Pereira-Cenci T, Valandro LF. A Multicenter Randomized Double-blind Controlled Clinical Trial of Fiber Post Cementation Strategies. *Oper Dent* 2018;43(2):128-135.
40. Oskoe SS, Bahari M, Kimyai S, Asgary S, Katebi K. Push-out Bond Strength of Fiber Posts to Intraradicular Dentin Using Multimode Adhesive System. *J Endod* 2016;42(12):1794-1798.
41. Bitter K, Paris S, Martus P, Schartner R, Kielbassa AM. A Confocal Laser Scanning Microscope investigation of different dental adhesives bonded to root canal dentine. *Int Endod J* 2004;37(12):840-8.
42. Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent* 2015;43(7):765-76.
43. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent* 2002;30(7-8):371-82.
44. Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez IV, Staichak R, Reis A, Loguercio AD. Immediate adhesive properties to dentin and enamel of a universal adhesive associated with a hydrophobic resin coat. *Oper Dent* 2014;39(5):489-99.
45. Vermelho PM, Reis AF, Ambrosano GMB, Giannini M. Adhesion of multimode adhesives to enamel and dentin after one year of water storage. *Clin Oral Investig* 2017;21(5):1707-1715.
46. Bitter K, Hambarayan A, Neumann K, Blunck U, Sterzenbach G. Various irrigation protocols for final rinse to improve bond strengths of fiber posts inside the root canal. *Eur J Oral Sci* 2013;121(4):349-54.
47. Schirmeister DmdJF. Endodontie zwischen Wirksamkeit und Sicherheit - Von der Spüllösung bis zur Wurzelkanalfüllung. *Zahnärzteblatt Baden-Württemberg* 2007.
48. Hand RE, Smith ML, Harrison JW. Analysis of the effect of dilution on the necrotic tissue dissolution property of sodium hypochlorite. *J Endod* 1978;4(2):60-4.
49. Neelakantan P, Herrera DR, Pecorari VGA, Gomes BPFA. Endotoxin levels after chemomechanical preparation of root canals with sodium hypochlorite or chlorhexidine: a systematic review of clinical trials and meta-analysis. *Int Endod J* 2019;52(1):19-27.
50. van der Sluis LW, Wu MK, Wesselink PR. The efficacy of ultrasonic irrigation to remove artificially placed dentine debris from human root canals prepared using instruments of varying taper. *Int Endod J* 2005;38(10):764-8.
51. Morris MD, Lee KW, Agee KA, Bouillaguet S, Pashley DH. Effects of sodium hypochlorite and RC-prep on bond strengths of resin cement to endodontic surfaces. *J Endod* 2001;27(12):753-7.
52. Spencer P, Wang Y. Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res* 2002;62(3):447-56.
53. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. The overwet phenomenon: an optical, micromorphological study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. *Am J Dent* 1996;9(1):43-8.
54. Reis A, Grandi V, Carlotto L, Bortoli G, Patzlaff R, Rodrigues Accorinte ML, Dourado Loguercio A. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin. *J Dent* 2005;33(7):549-59.

55. Sauro S, Di Renzo S, Castagnola R, Grande NM, Plotino G, Foschi F, Mannocci F. Comparison between water and ethanol wet bonding of resin composite to root canal dentin. *Am J Dent* 2011;24(1):25-30.
56. Sadek FT, Braga RR, Muench A, Liu Y, Pashley DH, Tay FR. Ethanol wet-bonding challenges current anti-degradation strategy. *J Dent Res* 2010;89(12):1499-504.
57. De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Poitevin A, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Micro-tensile bond strength of adhesives bonded to Class-I cavity-bottom dentin after thermo-cycling. *Dent Mater* 2005;21(11):999-1007.
58. Mazzoni A, Marchesi G, Cadenaro M, Mazzoni G, Di Lenarda R, Ferrari M, Breschi L. Push-out stress for fibre posts luted using different adhesive strategies. *Eur J Oral Sci* 2009;117(4):447-53.
59. <http://multimedia.3m.com/mws/media/205462O/relyx-unicem-technical-profile-de.pdf>. 3M ESPE AG.
60. http://solutions.3mdeutschland.de/wps/portal/3M/de_DE/3M_ESPE/Dental-Manufacturers/Products/Dental-Indirect-Restorative/Dental-Cement/Self-Adhesive-Cement/#tabdata2.
61. Schilke R, Lisson JA, Bauss O, Geurtsen W. Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Arch Oral Biol* 2000;45(5):355-61.
62. Montoya C, Arango-Santander S, Peláez-Vargas A, Arola D, Ossa EA. Effect of aging on the microstructure, hardness and chemical composition of dentin. *Arch Oral Biol* 2015;60(12):1811-20.
63. Costa BM, Iwamoto AS, Puppim-Rontani RM, Pascon FM. Comparative Analysis of Root Dentin Morphology and Structure of Human Versus Bovine Primary Teeth. *Microsc Microanal* 2015;21(3):689-94.
64. Camargo CH, Siviero M, Camargo SE, de Oliveira SH, Carvalho CA, Valera MC. Topographical, diametral, and quantitative analysis of dentin tubules in the root canals of human and bovine teeth. *J Endod* 2007;33(4):422-6.
65. Lo Giudice G, Cutroneo G, Centofanti A, Artemisia A, Bramanti E, Militi A, Rizzo G, Favalaro A, Irrera A, Lo Giudice R, Ciccio M. Dentin Morphology of Root Canal Surface: A Quantitative Evaluation Based on a Scanning Electronic Microscopy Study. *Biomed Res Int* 2015;2015:164065.
66. Kontakiotis EG, Tsatsoulis IN, Filippatos CG, Agrafioti A. A quantitative and diametral analysis of human dentinal tubules at pulp chamber ceiling and floor under scanning electron microscopy. *Aust Endod J* 2015;41(1):29-34.
67. Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R, Montanari G, Pashley DH. Thickness and morphology of resin-infiltrated dentin layer in young, old, and sclerotic dentin. *Oper Dent* 1999;24(2):66-72.
68. Titley KC, Chernecky R, Rossouw PE, Kulkarni GV. The effect of various storage methods and media on shear-bond strengths of dental composite resin to bovine dentine. *Arch Oral Biol* 1998;43(4):305-11.
69. Lee JJ, Nettey-Marbell A, Cook A, Pimenta LA, Leonard R, Ritter AV. Using extracted teeth for research: the effect of storage medium and sterilization on dentin bond strengths. *J Am Dent Assoc* 2007;138(12):1599-603.
70. Ho ES, Chang JW, Cheung GS. Quality of root canal fillings using three gutta-percha obturation techniques. *Restor Dent Endod* 2016;41(1):22-8.
71. Saleh IM, Ruyter IE, Haapasalo M, Ørstavik D. The effects of dentine pretreatment on the adhesion of root-canal sealers. *Int Endod J* 2002;35(10):859-66.

72. Lima AC, Rached-Junior FJ, Faria NS, Messias DC, Chaves CA, Freitas JV, Baratto-Filho F, Silva-Sousa YT. Influence of Sealer and Light-Curing Units on Push-Out Bond Strength Of Composite Resin to Weakened Roots. *Braz Dent J* 2016;27(4):430-5.
73. Altmann AS, Leitune VC, Collares FM. Influence of Eugenol-based Sealers on Push-out Bond Strength of Fiber Post Luted with Resin Cement: Systematic Review and Meta-analysis. *J Endod* 2015;41(9):1418-23.
74. Schiavetti R, Sannino G. In vitro evaluation of ferrule effect and depth of post insertion on fracture resistance of fiber posts. *Comput Math Methods Med* 2012;2012:816481.
75. Nergiz I, Schmage P, Ozcan M, Platzer U. Effect of length and diameter of tapered posts on the retention. *J Oral Rehabil* 2002;29(1):28-34.
76. One T. [A study on post length for fiber post and composite resin core restorations]. *Nihon Hotetsu Shika Gakkai Zasshi* 2006;50(2):180-90.
77. Borer RE, Britto LR, Haddix JE. Effect of dowel length on the retention of 2 different prefabricated posts. *Quintessence Int* 2007;38(3):e164-8.
78. Gu LS, Kim JR, Ling J, Choi KK, Pashley DH, Tay FR. Review of contemporary irrigant agitation techniques and devices. *J Endod* 2009;35(6):791-804.
79. van der Sluis LW, Gambarini G, Wu MK, Wesselink PR. The influence of volume, type of irrigant and flushing method on removing artificially placed dentine debris from the apical root canal during passive ultrasonic irrigation. *Int Endod J* 2006;39(6):472-6.
80. Zehnder M. Root canal irrigants. *J Endod* 2006;32(5):389-98.
81. Spangberg L, Engström B, Langeland K. Biologic effects of dental materials. 3. Toxicity and antimicrobial effect of endodontic antiseptics in vitro. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 1973;36(6):856-71.
82. Buttler TK, Crawford JJ. The detoxifying effect of varying concentrations of sodium hypochlorite on endotoxins. *J Endod* 1982;8(2):59-66.
83. Bystrom A, Sundqvist G. The antibacterial action of sodium hypochlorite and EDTA in 60 cases of endodontic therapy. *Int Endod J* 1985;18(1):35-40.
84. Siqueira JF, Rôças IN, Favieri A, Lima KC. Chemomechanical reduction of the bacterial population in the root canal after instrumentation and irrigation with 1%, 2.5%, and 5.25% sodium hypochlorite. *J Endod* 2000;26(6):331-4.
85. Wang Y, Liang YH. [Influence of surface treatment with sodium hypochlorite solution on dentin bond strength]. *Beijing Da Xue Xue Bao* 2017;49(1):105-9.
86. Ari H, Yaşar E, Belli S. Effects of NaOCl on bond strengths of resin cements to root canal dentin. *J Endod* 2003;29(4):248-51.
87. Gu XH, Mao CY, Kern M. Effect of different irrigation on smear layer removal after post space preparation. *J Endod* 2009;35(4):583-6.
88. Serafino C, Gallina G, Cumbo E, Monticelli F, Goracci C, Ferrari M. Ultrasound effects after post space preparation: An SEM study. *J Endod* 2006;32(6):549-52.
89. Zhang L, Huang L, Xiong Y, Fang M, Chen JH, Ferrari M. Effect of post-space treatment on retention of fiber posts in different root regions using two self-etching systems. *Eur J Oral Sci* 2008;116(3):280-6.
90. Kul E, Yeter KY, Aladag LI, Ayrancı LB. Effect of different post space irrigation procedures on the bond strength of a fiber post attached with a self-adhesive resin cement. *J Prosthet Dent* 2016;115(5):601-5.
91. Calt S, Serper A. Time-dependent effects of EDTA on dentin structures. *J Endod* 2002;28(1):17-9.
92. Sauro S, Watson TF, Mannocci F, Miyake K, Huffman BP, Tay FR, Pashley DH. Two-photon laser confocal microscopy of microporosity of resin-dentin bonds made with water or ethanol wet bonding. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2009;90(1):327-37.

93. Zhang Y, Wang Y. Effect of application mode on interfacial morphology and chemistry between dentine and self-etch adhesives. *J Dent* 2013;41(3):231-40.
94. do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Gagler D, Reis A, Loguercio AD. Bond strength and quality of the hybrid layer of one-step self-etch adhesives applied with agitation on dentin. *Oper Dent* 2010;35(2):211-9.
95. Miyazaki M, Platt JA, Onose H, Moore BK. Influence of dentin primer application methods on dentin bond strength. *Oper Dent* 1996;21(4):167-72.
96. Kaneshiro AV, Imazato S, Ebisu S. Comparison of bonding ability of single-step self-etching adhesives with different etching aggressiveness to root dentin. *Dent Mater J* 2007;26(6):773-84.
97. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004;83(6):454-8.
98. Suyama Y, Lührs AK, De Munck J, Mine A, Poitevin A, Yamada T, Van Meerbeek B, Cardoso MV. Potential smear layer interference with bonding of self-etching adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2013;15(4):317-24.
99. Bitter K, Paris S, Pfuertner C, Neumann K, Kielbassa AM. Morphological and bond strength evaluation of different resin cements to root dentin. *Eur J Oral Sci* 2009;117(3):326-33.
100. Bitter K, Meyer-Lueckel H, Priehn K, Kanjuparambil JP, Neumann K, Kielbassa AM. Effects of luting agent and thermocycling on bond strengths to root canal dentine. *Int Endod J* 2006;39(10):809-18.
101. Bateman GJ, Lloyd CH, Chadwick RG, Saunders WP. Retention of quartz-fibre endodontic posts with a self-adhesive dual cure resin cement. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 2005;13(1):33-7.
102. Watzke R, Blunck U, Frankenberger R, Naumann M. Interface homogeneity of adhesively luted glass fiber posts. *Dent Mater* 2008;24(11):1512-7.
103. http://www.voco.dental/de/portaldata/1/resources/products/instructions-for-use/e1/rebilda-post_ifu_e1.pdf.
104. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999;27(2):89-99.
105. Saboia VP, Silva FC, Nato F, Mazzoni A, Cadenaro M, Mazzotti G, Giannini M, Breschi L. Analysis of differential artificial ageing of the adhesive interface produced by a two-step etch-and-rinse adhesive. *Eur J Oral Sci* 2009;117(5):618-24.
106. Bitter K, Eirich W, Neumann K, Weiger R, Krastl G. Effect of cleaning method, luting agent and preparation procedure on the retention of fibre posts. *Int Endod J* 2012;45(12):1116-26.
107. Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC, Tay F, Ferrari M. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci* 2004;112(4):353-61.
108. Roedel L, Bednarzig V, Belli R, Petschelt A, Lohbauer U, Zorzin J. Self-adhesive resin cements: pH-neutralization, hydrophilicity, and hygroscopic expansion stress. *Clin Oral Investig* 2017;21(5):1735-1741.
109. Zorzin J, Petschelt A, Ebert J, Lohbauer U. pH neutralization and influence on mechanical strength in self-adhesive resin luting agents. *Dent Mater* 2012;28(6):672-9.
110. Costa LA, Carneiro KK, Tanaka A, Lima DM, Bauer J. Evaluation of pH, ultimate tensile strength, and micro-shear bond strength of two self-adhesive resin cements. *Braz Oral Res* 2014;28:1-7.

111. Sterzenbach G, Karajouli G, Tunjan R, Spintig T, Bitter K, Naumann M. Damage of lithium-disilicate all-ceramic restorations by an experimental self-adhesive resin cement used as core build-ups. *Clin Oral Investig* 2015;19(2):281-8.
112. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, Yiu CK, Carrilho MR, de Oliveira Carrilho MR. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006;22(10):973-80.
113. Bott B, Hannig M. Effect of different luting materials on the marginal adaptation of Class I ceramic inlay restorations in vitro. *Dent Mater* 2003;19(4):264-9.
114. Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Ferrari M, Osorio R. Effect of thermal cycling on the bond strength of self-adhesive cements to fiber posts. *Clin Oral Investig* 2012;16(3):909-15.
115. Jha P, Jha M. Retention of fiber posts in different dentin regions: an in vitro study. *Indian J Dent Res* 2012;23(3):337-40.
116. Park JS, Lee JS, Park JW, Chung WG, Choi EH, Lee Y. Comparison of push-out bond strength of fiber-reinforced composite resin posts according to cement thickness. *J Prosthet Dent* 2017
117. Wu MK, R'oris A, Barkis D, Wesselink PR. Prevalence and extent of long oval canals in the apical third. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 2000;89(6):739-43.
118. Rocha AT, Gonçalves LM, Vasconcelos AJC, Matos Maia Filho E, Nunes Carvalho C, De Jesus Tavares RR. Effect of Anatomical Customization of the Fiber Post on the Bond Strength of a Self-Adhesive Resin Cement. *Int J Dent* 2017;2017:5010712.
119. Bitter K, Gläser C, Neumann K, Blunck U, Frankenberger R. Analysis of resin-dentin interface morphology and bond strength evaluation of core materials for one stage post-endodontic restorations. *PloS one* 2014;9(2):e86294.
120. Wang VJ, Chen YM, Yip KH, Smales RJ, Meng QF, Chen L. Effect of two fiber post types and two luting cement systems on regional post retention using the push-out test. *Dent Mater* 2008;24(3):372-7.
121. Moura AS, Pereira RD, Rached FJ, Crozeta BM, Mazzi-Chavez JF, Souza-Flamini LE, Cruz AM. Influence of root dentin treatment on the push-out bond strength of fibre-reinforced posts. *Braz Oral Res* 2017;31:e29.
122. Goracci C, Grandini S, Bossù M, Bertelli E, Ferrari M. Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: a review. *J Dent* 2007;35(11):827-35.
123. Goracci C, Raffaelli O, Monticelli F, Balleri B, Bertelli E, Ferrari M. The adhesion between prefabricated FRC posts and composite resin cores: microtensile bond strength with and without post-silanization. *Dent Mater* 2005;21(5):437-44.
124. Zicari F, De Munck J, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B. Factors affecting the cement-post interface. *Dent Mater* 2012;28(3):287-97.
125. Aksornmuang J, Foxton RM, Nakajima M, Tagami J. Microtensile bond strength of a dual-cure resin core material to glass and quartz fibre posts. *J Dent* 2004;32(6):443-50.
126. Aksornmuang J, Nakajima M, Foxton RM, Tagami J. Regional bond strengths of a dual-cure resin core material to translucent quartz fiber post. *Am J Dent* 2006;19(1):51-5.
127. Archana CH, Krishna Raju SM, Yadhav SS, Konagala RK, Manthena SR, Teja PR. Effect of Surface Pretreatment and Thermal Activation of Silane Coupling Agent on Bond Strength of Fiber Posts to Resin Cement. *J Contemp Dent Pract* 2019;20(11):1293-1296.
128. Machado FW, Bossardi M, Ramos ToS, Valente LL, Münchow EA, Piva E. Application of resin adhesive on the surface of a silanized glass fiber-reinforced post and its effect on the retention to root dentin. *J Endod* 2015;41(1):106-10.
129. Perdigão J, Gomes G, Lee IK. The effect of silane on the bond strengths of fiber posts. *Dent Mater* 2006;22(8):752-8.

Literaturverzeichnis

130. Sahafi A, Peutzfeldt A, Asmussen E, Gotfredsen K. Bond strength of resin cement to dentin and to surface-treated posts of titanium alloy, glass fiber, and zirconia. *J Adhes Dent* 2003;5(2):153-62.
131. Li R, Zhou H, Wei W, Wang C, Sun YC, Gao P. Effects of Mechanical and Chemical Pretreatments of Zirconia or Fiber Posts on Resin Cement Bonding. *PLoS One* 2015;10(6):e0129690.
132. Bitter K, Polster L, Askar H, von Stein-Lausnitz M, Sterzenbach G. Effect of Final Irrigation Protocol and Etching Mode on Bond Strength of a Multimode Adhesive in the Root Canal. *J Adhes Dent* 2017:245-252.

13. Liste der verwendeten Materialien

Material	Bezeichnung, Firma	LOT Nummer
Adhäsivsysteme	Futurabond DC, Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland	1404456
	Futurabond U, Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland	1408340
Befestigungskomposite	Grandio Core, Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland	1418125; 1410617
	RelyX Unicem 2 Aplicap, 3M Espe, Seefeld, Deutschland	530946
Einbettkunststoff	Technovit 4071, Heraeus Kulzer GmbH, Wehrheim, Deutschland	
Farbstoffe	Fluorescein Natrium, Rhodamine B Isothiocyanate, Sigma-Aldrich Chemie GmbH, Steinheim, Deutschland	

Feilensystem	F360-System, Gebr. Brasseler GmbH + Co. KG, Lemgo, Deutschland	
	AlphaKite	317871
	ISO 25	257355
	ISO 35	249088
	ISO 45	280866
	ISO 55	194119
Glasfaser-Wurzelstift	Rebilda Post, Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland	1349027; 1011156
Guttaperchastifte	Guttaperchastifte ISO 55, Gebr. Brasseler GmbH + Co. KG, Lemgo, Deutschland	B77810913
Haftsilan	Ceramic Bond, Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland	1412287
Lagerungsmedien	Chloramin-T-Lösung 0,5%, Apotheke Charité, Universitätsmedizin Berlin, Berlin, Deutschland	
	NaCl-Lösung 0,9 %; eigene Herstellung	
Phosphorsäure-Gel 37%	Orbis Dental, Münster, Deutschland	

Sealer	AH-Plus Jet, Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Deutschland	1402000061; 1401000970
Sekundenkleber	UHU Sekundenkleber, UHU GmbH + Co. KG, Bühl, Deutschland	
Spüllösungen	NaOCl 1%, Hedinger, Stuttgart, Deutschland	
	Ethanol 99%, eigene Herstellung	
Stiftbettbohrer	Rebilda Post Bohrer 2mm, Voco GmbH, Cuxhaven, Deutschland	1418114; 1413557

14. Liste der verwendeten Geräte und Programme

Gerät/Programm	Bezeichnung, Firma
CLSM	LSM 700, Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena, Deutschland
Endodontie-Ultraschallsystem	VDW Ultra, VDW GmbH, München, Deutschland
Endo-Motor	X-Smart, Dentsply Maillefer, Ballaigues, Schweiz
Inkubator	Venticell, MMM Medcenter Einrichtungen GmbH, Planegg / München, Deutschland
Lupenleuchte	MBFZ toolcraft GmbH, Georgensgmünd, Deutschland
Mikrometerschraube	Mahr GmbH, Göttingen, Deutschland
Mikroskopsoftware	Zen 2, Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena, Deutschland
Parallelometer	Degussa VD2-523; Degussa Dental, Düsseldorf, Deutschland
Polymerisationsleuchte	VALO LED-Polymerisationsleuchte, Ultradent Products GmbH, Köln, Deutschland

Präzisionsbandsägen	Exakt Diamant Bandsäge, Sägebandstärken 0,2 mm und 0,1 mm, Exakt Advanced Technologies GmbH, Norderstedt, Deutschland
Prüfsoftware	testXpert II, Zwick GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland
Schleifmaschine	Exakt 400 CS, Exakt Advanced Technologies GmbH, Norderstedt, Deutschland
Statistikprogramm	SPSS, Version 21, Chicago, Illinois, USA
Stereomikroskop	Stemi SV 11, Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena, Deutschland
Thermocycling-Gerät	Mikroprozessor gesteuertes Temperaturwechselbad, Laborwerkstätten Charité, Berlin, Deutschland
Universalprüfmaschine	Zwick Z010, Zwick GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland
Wurzelfüllsystem	Calamus Dual System, Dentsply Maillefer, Ballaigues, Schweiz

Eidesstattliche Versicherung

„Ich, Luise Pönisch, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema: „In-vitro-Studie zur Analyse des Haftverbundes faserverstärkter Wurzelstifte mit verschiedenen Befestigungssystemen unter besonderer Berücksichtigung des Einsatzes eines Universaladhäsivsystems im Wurzelkanal“ selbstständig und ohne nicht offengelegte Hilfe Dritter verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel genutzt habe.

Alle Stellen, die wörtlich oder dem Sinne nach auf Publikationen oder Vorträgen anderer Autoren/innen beruhen, sind als solche in korrekter Zitierung kenntlich gemacht. Die Abschnitte zu Methodik (insbesondere praktische Arbeiten, Laborbestimmungen, statistische Aufarbeitung) und Resultaten (insbesondere Abbildungen, Graphiken und Tabellen) werden von mir verantwortet.

Meine Anteile an etwaigen Publikationen zu dieser Dissertation entsprechen denen, die in der untenstehenden gemeinsamen Erklärung mit der Erstbetreuerin angegeben sind. Für sämtliche im Rahmen der Dissertation entstandenen Publikationen wurden die Richtlinien des ICMJE (International Committee of Medical Journal Editors; www.icmje.org) zur Autorenschaft eingehalten. Ich erkläre ferner, dass ich mich zur Einhaltung der Satzung der Charité – Universitätsmedizin Berlin zur Sicherung Guter Wissenschaftlicher Praxis verpflichte.

Weiterhin versichere ich, dass ich diese Dissertation weder in gleicher noch in ähnlicher Form bereits an einer anderen Fakultät eingereicht habe.

Die Bedeutung dieser eidesstattlichen Versicherung und die strafrechtlichen Folgen einer unwahren eidesstattlichen Versicherung (§§156, 161 des Strafgesetzbuches) sind mir bekannt und bewusst.“

Datum

Unterschrift

Anteilserklärung an erfolgten Publikationen

Luise Pönisch, geborene Polster hatte folgenden Anteil an der folgenden Publikation:

Bitter K, Polster L, Askar H, von Stein-Lausnitz M, Sterzenbach G. Effect of Final Irrigation Protocol and Etching Mode on Bond Strength of a Multimode Adhesive in the Root Canal. The journal of adhesive dentistry 2017:245-52

Beitrag im Einzelnen: selbstständige Durchführung der Experimente, Datenzusammenführung und Datenanalyse

Unterschrift Luise Pönisch, geborene Polster

Lebenslauf

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

Publikationsliste

Bitter K, Polster L, Askar H, von Stein-Lausnitz M, Sterzenbach G. Effect of Final Irrigation Protocol and Etching Mode on Bond Strength of a Multimode Adhesive in the Root Canal. *The journal of adhesive dentistry* 2017:245-52

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei meiner Betreuerin Frau PD Dr. Kerstin Bitter für die Vergabe des interessanten Themas und die Unterstützung während der Bearbeitung bedanken.

Mein weiterer Dank gilt allen Mitarbeitenden der Klinik für Zahn-, Mund-, und Kieferheilkunde der Charité Berlin, welche mir bei der Nutzung der technischen Geräte behilflich waren. Insbesondere möchte ich mich hier bei Herrn Rainer Toll und Herrn Dr. Haitham Askar für die freundliche Unterstützung im Labor und an den Mikroskopen bedanken. Danke sagen möchte ich auch den Mitarbeitenden des Sicherheitsdienstes, die auch zu später Stunde oder am Wochenende stets mit einem Lächeln die Türen öffneten.

Ganz besonders möchte ich meiner Familie für die zuverlässige Begleitung während des Studiums und der intensiven Arbeitszeit an der Dissertation danken.