

CharitéCentrum 3 für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Medizinischen Fakultät Charité - Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

Kann die Haftung von Universaladhäsiven im Wurzelkanal
durch Oberflächenvorbehandlung optimiert werden?

Can the adhesion of universal adhesives to the root canal be
optimized by surface pre-treatment?

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

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Esra Celin Kosan

aus Berlin

Datum der Promotion: 30.11.2023

Ich widme diese Arbeit meiner Familie.

Inhaltsverzeichnis

Tabellenverzeichnis.....	iii
Abbildungsverzeichnis.....	iv
Abkürzungsverzeichnis.....	v
Zusammenfassung	1
1 Einleitung.....	4
1.1 Stellenwert postendodontischer Versorgungen.....	4
1.2 Wurzelstifte	4
1.3 Herausforderungen bei der adhäsiven Verankerung im Wurzelkanal	6
1.4 Entwicklung der Universaladhäsive.....	7
1.5 Ethanol-Wet-Bonding-Technik	8
1.6 Problemstellung	10
2 Methodik.....	11
2.1 Herstellung der Push-out-Proben.....	11
2.2 Durchführung des Push-out-Versuches	16
2.3 Probenherstellung und Durchführung des CLSM-Versuches.....	21
2.4 Probenherstellung und Durchführung des Mikro-CT-Versuches.....	22
2.5 Statistische Auswertung.....	23
3. Ergebnisse.....	24
3.1. Ergebnisse der Push-out-Versuche	24
3.1.1 Interaktionen.....	25
3.1.2 Ergebnisse zu den Versagensmodi nach Push-out.....	26
3.1.3 Ergebnisse zum Blasenvorkommen bei Push-out	27
3.2 Ergebnisse der qualitativen Analyse mit dem CLSM.....	28
3.3 Ergebnisse der qualitativen Analyse mit dem Mikro-CT.....	31
4. Diskussion	34
4.1 Kurze Zusammenfassung der Ergebnisse.....	34

4.2	Interpretation der Ergebnisse	34
4.3	Einbettung der Ergebnisse in den bisherigen Forschungsstand.....	43
4.4	Stärken und Schwächen der Studie	44
4.5	Implikationen für Praxis und/oder zukünftige Forschung	46
5.	Schlussfolgerungen	47
	Literaturverzeichnis.....	49
	Eidesstattliche Versicherung	58
	Anteilsklärung an den erfolgten Publikationen.....	59
	Auszug aus der Journal Summary List	60
	Druckexemplar der Publikation	61
	Lebenslauf	78
	Komplette Publikationsliste	79
	Danksagung	80

Tabellenverzeichnis

	Bezeichnungen	Seiten
Tabelle 1	Die verwendeten Wurzelstifte und Vorbohrer	12
Tabelle 2	Kreuztabelle zur Darstellung der Versagensmodi (in %) von initial getesteten und gelagerten Proben aller fünf Befestigungssysteme aufgeteilt nach den Vorbehandlungen	26
Tabelle 3	Kreuztabelle zur Darstellung der Lufteinschlüsse (in %) in den fünf Befestigungssystemen in Abhängigkeit von der Lokalisation im Wurzelkanal	27

Abbildungsverzeichnis

	Bezeichnungen	Seiten
Abbildung 1	Panavia Post Gr. 6 mit apikalen Retentionen	12
Abbildung 2	Zylindereinbettformen aus Silikon	13
Abbildung 3	Einbettvorrichtung (Parallelometer und fixierte Einbettform zur Herstellung der Push-out-Proben)	14
Abbildung 4	Vier Proben wurden auf eine Plexiglasreagensscheibe aufgeklebt	14
Abbildung 5	Zwick-Roell Z010 Prüfmaschine mit 2,5 kN und Push-out-Vorrichtung	16
Abbildung 6	Schematische Darstellung des Push-out-Vorganges	17
Abbildung 7	Beispiel für ein kohäsives Versagen	18
Abbildung 8	Beispiel für ein Versagen zwischen Dentin & Zement/Adhäsiv (adhäsives Versagen I)	18
Abbildung 9	Beispiel für ein Versagen zwischen Wurzelstift & Zement/Komposit (adhäsives Versagen II)	19
Abbildung 10	Beispiel für ein gemischtes Versagen	19
Abbildung 11	Mantelfläche eines Kegelstumpfes	20
Abbildung 12 (A-E)	Fluoreszenz-CLSM-Bilder aller Befestigungskomposite	28-30
Abbildung 13 (A-E)	μ CT-Bilder einer exemplarischen Probe für jedes Befestigungssystem	31-33

Abkürzungsverzeichnis

selbstadhäsiver Kompositzement	SAR-Zement
Dentinvorbehandlungen	VB
destilliertes Wasser	Aqua Dest.
Futurabond U	FU
Clearfil DC Bond	CL
Gradia Core SE Bond	GR
LuxaBond Universal	LU
RelyX Unicem 2	RX
Thermocycling	TC
glasfaserverstärkte Komposite	FRC
Abkürzung	Abk.
Elastizitätsmodul	E-Modul
Finite-Elemente-Analyse	FEA
Deutsch	dt.
Englisch	engl.
beziehungsweise	bzw.
sogenannte(r)	sog.
Millimeter	mm
circa	ca.
Konfigurationsfaktor	C-Faktor
Hydroxylapatit	HAp
10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogen-Phosphat	10-MDP
Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat	Bis-GMA
Sekunden	Sek.
Vorbohrer	VoB

konfokales Laser-Scanning-Mikroskop	CLSM
Rasterelektronenmikroskop	REM
Hydroxyethylmethacrylat	HEMA
Methacryloxypropyl-Trimethoxysilan	MPS

Zusammenfassung

Ziel: Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Einfluss verschiedener Vorbehandlungen auf die Langzeithaftung von glasfaserverstärkten Kompositwurzelschrauben, die entweder mit Universaladhäsiven, dual-härtenden selbstkonditionierenden Adhäsiven oder einem selbst-adhäsiven Kompositzement (SAR) befestigt wurden, untersucht.

Material und Methode: Zwei Universaladhäsive, FU: Futurabond U mit Rebuilda DC (Voco; Cuxhaven, Deutschland) und LU: LuxaBond Universal mit LuxaCore Z dual (DMG; Hamburg, Deutschland), zwei selbsttätige Adhäsive, CL: Clearfil DC Bond mit Clearfil DC Core Plus (Kuraray Noritake; Okayama, Japan) und GR: Gradia Core SE Bond mit Gradia Core (GC Europe NV; Leuven, Belgien) sowie ein SAR-Zement, RX: RelyX Unicem 2 (3M; Minnesota, USA), wurden für die Schraubsetzung verwendet. Vor Schraubsetzung wurden die wurzelkanalbehandelten Oberkieferinzisivi entweder mit einer 99%igen Ethanolspülung (VB1), einer Ethanol-Tertiäre-Butanol-Wasser-Lösung (AH Plus Cleaner, Dentsply Sirona; York, USA) (VB2) oder einer Kontrolle mit Aqua Dest. (VB3) vorbehandelt. Aus der koronalen, mittleren und apikalen Wurzelregion jeder Zahnprobe wurden zwei je 1 mm dicke Probenscheiben gewonnen. Eine Scheibe wurde direkt durch den Push-out getestet, während die andere vor der Testung einer thermomechanischen Alterung mittels Thermocycling (5°C-55°C, 6.000 Zyklen) mit anschließender sechsmonatiger Lagerung in einer Kochsalzlösung (0,9%, 37°C) ausgesetzt wurde. Eine qualitative Darstellung der Hohlräume und Hybridschichten erfolgte mittels Mikro-Computertomografie und Fluoreszenzmikroskopie. Die Auswertung der Daten erfolgte durch eine Messwiederholungs-ANOVA mit Post-hoc-Test (MW±SA) ($p < 0,05$).

Ergebnisse: Das Material ($p=0,000$), die Vorbehandlung ($p=0,016$) und die Lagerung ($p=0,000$; Messwiederholungs-ANOVA) hatten einen signifikanten Einfluss auf die Haftung. Das Material LuxaBond Universal ($18,8 \pm 8,1$ MPa) erzeugte im Durchschnitt die höchsten Haftwerte ($p=0,000$, Tukey). Die Übersichtsanalyse ergab für VB1 ($16,5 \pm 6,9$ MPa) signifikant höhere Haftwerte als für VB3 ($14,5 \pm 5,7$ MPa; $p=0,011$; Tukey). Genauer wurde dies für die Materialien LuxaBond Universal ($p=0,000$) und RelyX Unicem 2 ($p=0,003$) beobachtet.

Schlussfolgerungen: Die Ethanol-Vorbehandlung hatte einen positiven Einfluss auf die Haftwerte eines selbstkonditionierten Universaladhäsives ebenso wie auf die eines SAR-Zements.

Klinische Relevanz: Eine 99%ige Ethanolspülung kann als Vorbehandlung für alle untersuchten Materialien empfohlen werden.

Abstract

Objectives: This study investigated the influence of various pre-treatments on the long-term bond strength of fiberglass-reinforced composite posts cemented with universal adhesives, dual-curing self-etch adhesives or a self-adhesive resin (SAR) cement.

Materials and Methods: Two universal adhesives, FU: Futurabond U with Rebilda DC (Voco; Cuxhaven, Germany) and LU: LuxaBond Universal with LuxaCore Z dual (DMG; Hamburg, Germany), two self-etch adhesives, CL: Clearfil DC Bond with Clearfil DC Core Plus (Kuraray Noritake; Okayama, Japan) and GR: Gradia Core SE Bond with Gradia Core (GC Europe NV; Leuven, Belgium), as well as a SAR cement, RX: RelyX Unicem 2 (3M; Minnesota, USA), were used for post cementation. Prior to post insertion, the root-filled maxillary incisors were either pre-treated with a 99% ethanol solution (PT1), an ethanol-tertiary-butanol-water-solution (AH Plus Cleaner, Dentsply Sirona; York, USA) (PT2) or a control with distilled water (PT3). Two sample slices, each 1 mm thick, were obtained from the coronal, middle and apical region of the root. One slice was tested directly using push-out, while the other one was subjected to thermomechanical aging (5°C-55°C, 6,000 cycles) followed by a six months storage in saline solution (0.9%, 37°C) before push-out. Qualitative imaging of the voids and hybrid layers was performed using micro-computed tomography and fluorescence microscopy. Data analysis was carried out using repeated-measures ANOVA with post-hoc tests (MW±SA) ($p < 0.05$).

Results: Material ($p=0.000$), pre-treatment ($p=0.016$) and storage ($p=0.000$; repeated-measures ANOVA) had a significant influence on the overall bond strength. LuxaBond Universal (18.8 ± 8.1 MPa) revealed the highest bond strength among all materials ($p=0.000$, Tukey) while PT1 (16.5 ± 6.9 MPa) revealed significantly higher bond strength than PT3 (14.5 ± 5.7 MPa; $p=0.011$; Tukey). This was especially the case for the materials LuxaBond Universal ($p=0.000$) and RelyX Unicem 2 ($p=0.003$).

Conclusions: The Ethanol pre-treatment had a positive influence on the bond strength of a self-conditioned universal adhesive and that of a SAR cement.

Clinical relevance statement: A 99% ethanol rinse can be suggested as pre-treatment for all examined materials.

1 Einleitung

1.1 Stellenwert postendodontischer Versorgungen

Der Erfolg einer endodontischen Behandlung ist sowohl von einer dichten, langanhaltenden und stabilen koronalen Versorgung als auch von einer suffizienten Wurzelfüllung abhängig (1). Manchmal wird die koronale Versorgung jedoch durch fehlende Zahnhartsubstanz zur Herausforderung (2). In diesen Fällen kann mit der Insertion eines Wurzelkanalstiftes eine Verankerung für die koronale Restauration geschaffen werden. Dabei dienen Wurzelstifte der Retention koronaler Restaurationen, besitzen jedoch keine verstärkende oder stabilisierende Funktion für den Zahn (3). Es kann hingegen bei der Stiftbettpräparation durch zusätzliches Entfernen von Zahnhartsubstanz eher zu einer Schwächung der Zahnstruktur kommen (4).

1.2 Wurzelstifte

Die wichtigsten Eigenschaften eines postendodontisch versorgten Zahnes sind laut Stockton (5) seine Resistenz gegen Frakturen und die Retention seiner koronalen Restauration. Beide Aspekte wurden von zahlreichen In-vitro- und In-vivo-Studien untersucht, welche zum Teil widersprüchliche Ergebnisse lieferten.

Gegossene metallische Stiftaufbauten zeichneten sich unter Laborbedingungen durch eine signifikant höhere Frakturresistenz bei vertikaler (90°) und schräger (130°) Belastung im Vergleich zu (glas-)faserverstärkten Kompositwurzelnstiften (Englisch (engl.): fiber-reinforced composites – Abkürzung (Abk.) FRC) aus (6, 7). Als Grund für diese Beobachtungen wurde das hohe Elastizitätsmodul (E-Modul) von starren metallischen Wurzelstiften (Titan= 118 GPa (8)) im Gegensatz zu flexiblen faserverstärkten Stiften (FRC= 30 GPa (9)) angeführt. Im Vergleich dazu liegt das E-Modul von hydratisiertem Dentin zwischen 18-25 GPa (10). Das von vielen Autoren als „dentinähnlich“ bezeichnete E-Modul von FRC-Stiften (11, 12) sorgte für eine gleichmäßigere Verteilung von Spannungstress auf den Zahn (13) und damit für weniger katastrophale Wurzelfrakturen unter In-vitro-Belastung als metallbasierte Wurzelstifte (6, 11).

Ein älteres Review von Fokkinga *et al.* (14) verglich In-vitro-Frakturresistenzen und Versagensmodi von diversen Stiftmaterialien mit und ohne Überkronung. Obwohl (Carbon-/Glas-)faserverstärkte Wurzelstifte hierbei deutlich geringere Frakturresistenzen aufwiesen, ergaben sie jedoch „günstige“ beziehungsweise (bzw.) „reparable“ Frakturmuster im

Vergleich zu metallischen Wurzelstiften (gegossen oder konventionell), welche signifikant häufiger zu „katastrophalen“ Frakturen führten (15-18). Klinische Studien wiesen jedoch auf vergleichbare Frakturmuster von FRC- und Metallstiften (gegossen/konventionell) hin (19-21).

Unter Laborbedingungen hatte das E-Modul von FRC- und Titanstiften keinen signifikanten Einfluss auf den Widerstand des Zahnes gegen Frakturen (22). Die Autoren unterstrichen hingegen die Wichtigkeit eines ausreichenden Ferrules (Deutsch (dt.): Hülse, Manschette) für die Stabilität eines Stift-Stumpfaufbaus. Weitere Studien wiesen klinisch (Beobachtungszeitraum: sieben und elf Jahre) ebenfalls vergleichbare Frakturresistenzen von stark substanzgeschädigten Zähnen (zwei oder weniger Dentinwände, Ferrule von mindestens zwei Millimetern (mm)), die mit FRC- oder Titanstiften versorgt wurden, nach (20, 23). Nach acht Jahren beobachteten Naumann *et al.* jedoch für beide Stiftmaterialien einen starken Anstieg der Versagensraten (23). Daher flossen in einem neueren systematischen Review nur die Ergebnisse von Naumann *et al.* (23) in die Metaanalyse ein, die bis zum siebten Untersuchungsjahr verzeichnet wurden. Die daraus ermittelte mittlere Überlebensrate (drei bis sieben Jahre) von FRC-Stiften liegt signifikant höher als bei Metallstiften (24). Ein systematisches Review aus 2020 und eine randomisierte klinische Studie aus 2022 ergaben hingegen gute und ähnliche klinische Ergebnisse für FRC-Stifte und gegossene Stift-Stumpfaufbauten (25), sowie eine vergleichbare 15-jährige Überlebensrate (FRC vs. Titan) (26).

In-vivo-Ergebnisse wiesen außerdem auf ein entscheidendes klinisches Problem hin (27): Der häufigste Versagensmodus von nicht metallischen Wurzelstiften, insbesondere FRC-Stiften, ist der Retentionsverlust durch Dezementierung. Ein suffizienter adhäsiver Verbund des FRC-Stiftes mit dem Wurzelentin stellt somit eine wichtige Voraussetzung für den Erfolg der postendodontischen Restauration dar (28).

1.3 Herausforderungen bei der adhäsiven Verankerung im Wurzelkanal

Die Retentionskraft des Dentin-Adhäsiv-Verbundes ist von der Benetzung der Oberfläche mit dem Adhäsiv und dessen Penetration in das Dentin abhängig (29). Durch die Bearbeitung der Wurzelkanaloberfläche mit Hand- oder rotierenden Instrumenten formiert sich ein sogenannter (sog.) „smear layer“ (dt.: Schmierschicht) (30), der erstmals von Boyde *et al.* beschrieben wurde (31). Er entsteht durch das Herausreißen, Herausbrechen oder Mitreißen von Hydroxylapatit welches sich in einer Schmierschicht an der Oberfläche ablagert. Im Falle des Wurzelzements entsteht durch Instrumentierung (hier: Reaming) ein Smear Layer, der dem einer Dentinkavität ähnelt (32). Infiziertes und nekrotisches Wurzelzement zeichnet sich außerdem durch eine tiefe bakterielle Infiltration in die Dentinkanäle aus (33). Zusammenfassend verdeckt der Smear Layer die Oberfläche, behindert die Desinfektion (34) sowie die Ausbildung eines suffizienten adhäsiven Verbundes (35) und muss daher modifiziert (36) oder entfernt werden.

Bei der Polymerisation von Adhäsiven und Befestigungskompositen kommt es zusätzlich zu einer Schrumpfung der Polymermatrix, da der intermolekulare Abstand zwischen den einzelnen Monomeratomen durch zusätzliche kovalente Bindungen verkleinert wird, was zu sog. „Schrumpfstress“ führt (37). Schon Davidson *et al.* stellten fest, dass die Haftung von dentalen Adhäsiven auf Dentin in Konkurrenz mit dem Schrumpfstress des polymerisierenden Befestigungskomposites steht (38). Circa (ca.) 95% der Schrumpfung erfolgt in den ersten 45 Minuten der Polymerisation (39). Hierbei entstehen durch die Schrumpfung Spannungen innerhalb des aushärtenden Komposits, welche durch das „Nachfließen“ unpolymerisierter Monomere, dem sog. „flow“ (dt.: Fluss), zumindest in der initialen Phase der Polymerisation ausgeglichen werden (39). Der Flow ist stark vom sog. Konfigurations-Faktor (engl.: configuration factor = C-Faktor), der das Verhältnis zwischen gebundenen und ungebundenen Flächen einer Restauration beschreibt, abhängig (40). Da es innerhalb des Wurzelkanals kaum ungebundene Flächen gibt, die einen Flow des Komposits begünstigen, werden die Bedingungen für die Haftung im Wurzelkanal (C-Faktor > 200) zurecht als „Worst-Case-Szenario“ (dt.: ungünstigster Fall) beschrieben (41).

1.4 Entwicklung der Universaladhäsive

Das Grundprinzip der Adhäsivtechnik ist die „mikromechanische Verankerung“ des Adhäsives in der Zahnhartsubstanz (42). Dabei kommt es zu einem Herauslösen von Calciumphosphat aus Schmelz oder Dentin, wodurch sich Mikroporositäten bilden, welche durch eine diffusionsabhängige Infiltration mit Adhäsivmonomeren aufgefüllt und mit Hilfe einer In-situ-Polymerisation mechanisch mit dem Adhäsiv verankert werden (42). Die Beschreibung einer vollständig mit polymerisiertem Adhäsiv gefüllten Dentinschicht, die später als „hybrid layer“ (dt.: Hybridschicht) bezeichnet wurde, geschah 1982 durch Nakabayashi *et al.* (43).

Im Allgemeinen lassen sich Adhäsive nach ihrer Interaktion mit dem Smear Layer klassifizieren. Während Etch-and-Rinse (ER) Adhäsive den Smear Layer vollständig auflösen, machen Self-Etch (SE) Adhäsive ihn permeabel (44). Diese Interaktion von Säuren mit dem Hydroxylapatit (HAp) wurde durch das von Yoshida *et al.* entwickelte „Adhäsions-Dekalzifizierungs-Konzept“ beschrieben (45). Dabei gehen die Säuren initial eine ionische Verbindung mit dem Calcium des HAp ein, welche entweder bestehen bleibt, was für eine geringere Dekalzifizierung sorgt oder sich rasch wieder löst. Im letzteren Fall bleiben die negativ geladenen Carboxylationen der Säure an den positiv geladenen Calciumionen des HAp gebunden und lösen diese aus der Oberfläche der Zahnhartsubstanz (45). Zurück bleibt eine dekalzifizierte Hybridschicht im Dentin (46). Ob sich die oberflächliche Verbindung wieder löst, hängt von der Stabilität des Calciumsalzes ab und damit von seiner Löslichkeit im umgebenden Medium (46), der pH-Wert der Säuren nimmt dabei eine zweitrangige Rolle ein (45).

Lange wurde angenommen, dass primär die mikromechanische Verankerung den Verbund zur Zahnhartsubstanz ermöglicht (47). Auch in Bezug auf die Schmelzadhäsion gilt sie weiterhin als Goldstandard (42). Im Falle der Dentinadhäsion konnten jedoch zusätzlich ionische Verbindungen zwischen sauren Adhäsivmonomeren und den Calciumionen des HAp im oberflächlichen Kollagennetzwerk nachgewiesen werden (48). Diese und weitere Erkenntnisse führten zur Weiterentwicklung der Adhäsivtechnik und zur Einführung sog. „Universal-“ oder „Multimode-Adhäsive“. Laut der Hersteller können diese Systeme mit allen bekannten Adhäsivstrategien angewandt werden, also im Total-Etch-Modus (Konditionierung von Schmelz und Dentin), Selective-Etch-Modus (reine Schmelzkonditionierung) oder selbstständig (49). Neben ihrer Funktion als Primer für diverse Arten

von Keramiken sowie metall- und kunststoffbasierten Materialien sollen Universaladhäsive für die direkte und indirekte adhäsive Befestigung von Restaurationen nutzbar und kompatibel mit chemisch-härtenden, lighthärtenden und dual-härtenden kunststoffbasierten Befestigungsmaterialien sein (49). Dabei spielen sog. „funktionelle Monomere“ für die universelle Anwendung dieser Adhäsivklasse eine besonders große Rolle. Solche Monomere besitzen unterschiedliche Eigenschaften: Einige fungieren als saure funktionelle Monomere und verleihen den Universaladhäsiven ihren selbstkonditionierenden Charakter, andere sog. „Cross-linker“ (dt.: Vernetzer) verbessern die Vernetzung der Adhäsivmonomere, auch die Löslichkeit des Adhäsivs kann durch sie beeinflusst werden (50). Eines der bekanntesten funktionellen Monomere ist 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogen-Phosphat, auch 10-MDP oder MDP genannt, welches wegen seiner effektiven und langlebigen chemischen Bindung zum HAp von einigen Autoren als Goldstandard moderner Adhäsive beschrieben wird (48, 51).

Diese neue Adhäsivklasse verspricht neben einer universellen Handhabung auch eine verbesserte Adhäsion zu Zahnhartsubstanzen und dentalen Materialien, welche unter den widrigen Bedingungen des Wurzelkanals geprüft werden sollten.

1.5 Ethanol-Wet-Bonding-Technik

Zur Verbesserung der Infiltration von Adhäsiven in natürlich feuchtes Dentin, wurden zu Beginn der Adhäsiventwicklung hydrophile Monomere eingesetzt (52). Forschungsergebnisse konnten jedoch nach kurzer Zeit eine Absorption von Wasser aufgrund ihrer Polarität (53) beobachten (54). Einige Forscher machten diese Wasserabsorption für die hydrolytische Degradation des Adhäsiv-Dentin-Verbundes und eine nachweisliche Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften der Adhäsive verantwortlich (55). Zudem wurde beobachtet, dass sich Wasser über Nanokanäle durch die Hybridschicht bewegen kann, wodurch retikuläre Muster von Wassereinlagerungen zwischen demineralisierten Dentinfibrillen, sog. „Water Treeing“ (dt.: Wasserbäume), entstehen (56). Ein Herauslösen unpolymerisierter Monomere aus der sich formenden Hybridschicht durch den Wasseraustausch führte ebenfalls zu einer Degradation der Adhäsive (57).

Da hydrophobe Adhäsive zwar nachweislich bessere Haftwerte im Vergleich zu hydrophileren Adhäsiven generieren (58), was wahrscheinlich auf ihrer verminderten Wasserabsorption beruht (59), scheiterten solche Adhäsive an einer schlechteren Infiltration in feuchtes Dentin (60). Zur Verbesserung der Restwasserverdunstung aus dem Dentin

wurde daher das sog. „Ethanol Wet-Bonding“ (das Belassen sichtbarer Ethanol-Rückstände auf der geätzten Dentin-/Schmelzoberfläche) vor Anwendung von hydrophoben ER Adhäsiven entwickelt, welches eine Stabilisierung der freigelegten Kollagenmatrix bewirkte und so zu einer erleichterten Infiltration hydrophober Adhäsive beitragen sollte (58, 61). Eine Trocknung des Dentins vor Adhäsivapplikation mit Hilfe von Ethanol führte zu einer verbesserten Langzeithaftung des adhäsiven Verbundes hydrophober Monomere (hier: Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA)) (62). Die Autoren argumentierten, dass mit Ethanol angereichertes Dentin durch Schrumpfung der Kollagenfibrillen größere interfibrilläre Räume für die Adhäsivinfiltration schaffe, was laut vorherigen Forschungsergebnissen in höheren Haftwerten resultierte (63) und die Langlebigkeit des adhäsiven Verbundes deutlich verbesserte (64). Nach diesen Erkenntnissen wurden mehrere Protokolle entwickelt, bei denen hohe Konzentrationen von Ethanol nach dem Ätzzvorgang von ER-Adhäsiven appliziert wurden (58, 61). Dies führte zu einem deutlich verringerten „Nanoleakage“ (dt.= Nanoundichtigkeit) in der Hybridschicht eines hydrophoben ER Adhäsivs im Vergleich zu ausgeprägtem Nanoleakage und Water Treeing nach herkömmlichem „Water Wet-Bonding“ (das Belassen sichtbarer Wasserrückstände auf der geätzten Dentin-/Schmelzoberfläche) (61).

Diese ersten Spülprotokolle nahmen durch die schrittweise Steigerung der Ethanolkonzentration viel Zeit in Anspruch und waren für den klinischen Alltag wenig geeignet. Daher kam es zur Entwicklung modifizierter Protokolle, wie zum Beispiel einer einmaligen Applikation einer 100%igen Ethanolspülung für 60 Sekunden (Sek.) (65). Mit dieser Dentinvorbehandlung konnte die Infiltration eines hydrophoben Adhäsives in Kombination mit einem Ethanol basierten Primer (50% Ethanol) auf zuvor mit 37%iger Phosphorsäure (15 Sek.) oder 0,1 Molare Masse EDTA (60 Sek.) konditioniertem Dentin verbessert werden (65).

Um die Vorteile hydrophober Adhäsive bei der Verankerung von FRC-Stiften im Wurzelkanal nutzen zu können, sollten für diese Arbeit Spülprotokolle im Sinne einer modifizierten Ethanol Wet-Bonding Technik weiterentwickelt werden.

1.6 Problemstellung

Durch die ungünstigen Bedingungen für die Adhäsivtechnik im Wurzelkanal ist die häufigste Versagensursache für adhäsiv befestigte FRC-Stifte die Dezementierung (27). Zur Befestigung von Wurzelstiften stehen eine Vielzahl an Materialien zur Verfügung. Diese werden allgemein in dentale Zemente, selbstadhäsive Befestigungskomposite und Adhäsive unterteilt. Die Oberflächenbeschaffenheit, der Wassergehalt der Zahnhartsubstanzen und der vom C-Faktor abhängige Kontraktionsstress beim Abbinden des Befestigungsmaterials beeinflussen den Erfolg und die Qualität des adhäsiven Verbundes (41). Daher sollten Methoden zur Verbesserung adhäsiver Befestigung unter diesen Bedingungen weitergehend untersucht werden.

In der vorliegenden Arbeit wurden die Haftkräfte von selbstätzenden dual-härtenden Adhäsiven sowie einem SAR-Zement mit denen der Universaladhäsive verglichen. Verfügbare Daten für die Optimierung der adhäsiven Haftung im Wurzelkanal durch eine Dentinvorbehandlung zeigen uneinheitliche Ergebnisse. Ziel dieser Arbeit war es daher, den Einfluss verschiedener Vorbehandlungen auf die Haftkraft adhäsiver Befestigungssysteme zum Dentin zu untersuchen. Gleichzeitig sollten potenzielle Fehlerquellen, wie eine ungenügende Infiltration der Adhäsivsysteme/des SAR-Zements, und auftretende Hohlräume gemessen und exemplarisch qualitativ dargestellt werden.

Die aufgestellte Nullhypothese der Arbeit besagt, dass weder die Vorbehandlung des Dentins, das Befestigungssystem noch die Alterung einen Einfluss auf die Haftkraft und die Versagensmodi der Proben haben. Es besteht außerdem keine Korrelation zwischen den Luftpfehlungen und der Retention der Wurzelstifte.

2 Methodik

Für diese Arbeit wurden 180 humane, nach Ethikantrag (EA4/102/14) der Ethikkommission der Charité – Universitätsmedizin Berlin erworbene und in 0,5%igem Chloramin-T (Chloramin T Trihydrat, Carl Roth GmbH + Co. KG, Karlsruhe, Deutschland) gelagerte obere Schneidezähne der 2. Dentition ausgewählt. Ausgeschlossen wurden kariöse und endodontisch behandelte Zähne mit Resorptionen, Frakturen oder einer Wurzellänge von weniger als 16 mm. Nach Reinigung der Zähne mithilfe eines Ultraschallscalers (Sironasonic L, Dentsply Sirona, Bensheim, Deutschland) wurden diese mit einer 0,2 mm Säge (Exakt Trennschleifsystem 300 CL, Fa. Exakt Vertriebs GmbH, Norderstedt, Deutschland) auf Höhe der Schmelz-Zement-Grenze dekapitiert und mit Nassschleifpapier (Schleifpapier, SiC, Buehler GmbH, Düsseldorf, Deutschland) der Körnung 800 auf eine plane Schnittfläche senkrecht zur Längsachse der Wurzeln geschliffen.

2.1 Herstellung der Push-out-Proben

Die Wurzelkanalbehandlung der Proben ist dem Abschnitt „materials and methods“ in der Veröffentlichung Kosan *et al.*, 2021 (66) auf Seite 6420 zu entnehmen.

Anschließend wurden die Wurzelfüllungen mit Hilfe des Calamus Dual (Dentsply Sirona) von koronal nach apikal auf 6 mm gekürzt und mit Handpluggern (Dentsply Sirona Endodontics) der Größe 1 und 2 im apikalen Abschnitt verdichtet. Für die Stiftbettpreparation wurde der Vorbohrer des jeweiligen Systems verwendet (Tabelle 1). Die Bohrung wurde auf 10 mm Tiefe in den Kanal mit einem Reduzierstück (T1 LINE Winkelstück C6L, Übersetzung: 6:1, Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Deutschland) bei einer Umdrehungszahl von 1.000-2.000 Umdrehungen min^{-1} mit Wasserkühlung durchgeführt. Für den Panavia Post musste eine 12 mm tiefe Stiftbohrung durchgeführt werden, da dieser apikale Mikroretentionen aufweist, die beim Push-out-Versuch keinen Vergleich mit den anderen Stiftsystemen erlauben (Abbildung 1). Die Stiftbohrung und Entfernung der Gut-tapercha-Reste erfolgte unter LED-Beleuchtung und bei 2,5-facher Vergrößerung mit einer Lupenbrille (ExamVision ApS, Samso, Dänemark). Die Sauberkeit der Dentinwände wurde anschließend unter dem Stereomikroskop (Wild M5A, Wild Heerbrugg, Gais, Schweiz) bei 100-facher Vergrößerung überprüft.

Tabelle 1: Die verwendeten Wurzelstifte und Vorbohrer. Quellen: (67) (68) (69) (70) (71)

Gruppe	Hersteller	Wurzelstifte	Vorbohrer
FU	VOCO	Rebilda Post Gelb	Rebilda Post Bohrer Gelb
CL	Kuraray	Panavia Post Nr.6	Peeso Bohrer Gr.6
GR	GC	Fiber Post GC Blau	Fiber Post Bohrer Ø1,6 mm
LU	DMG	Luxapost Grün	LuxaPost Bohrer Ø1,5 mm
RX	3M Espe	RelyX Fiber Post Gr.2	RelyX Fiber Post Bohrer Gr. 2

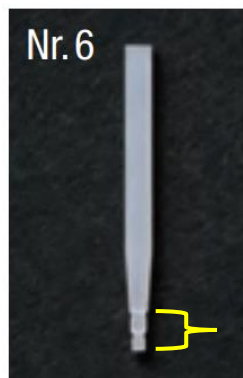


Abbildung 1: Panavia Post Gr. 6 mit apikalen Retentionen (gelbe Klammer).

Quelleangabe: <https://www.kuraraynoritake.eu/pub/media/pdfs/panavia-post-guide-book-de.pdf> (72).

Anschließend erfolgte eine Behandlung aller Proben mit 5 ml 1% NaOCl nach der intermittierenden Spültechnik (siehe Seite 6420 „materials and methods“ in Kosan *et al.*, 2021 (66)).

Nach der Trocknung der Wurzelkanäle wurde eine der drei nachfolgenden Vorbehandlungen durchgeführt:

VB 1: Spülung mit 2,5 ml 99% Ethanol-Lösung für 60 Sek.

VB 2: Zweimaliges Einmassieren des AH Plus Cleaners für jeweils 30 Sek. mit einer Endobrush (DMG, Hamburg, Deutschland) und abschließende Spülung mit 2,5 ml Aqua Dest., entsprechend der Herstellerempfehlung (73).

VB 3: Spülung mit 5 ml Aqua Dest. (Kontrollgruppe).

Nach der Trocknung der Kanäle mit Papierspitzen wurden die Wurzelstifte gemäß den Herstellerangaben mit den dazu passenden Befestigungssystemen zementiert (siehe Tabelle 1 in Kosan *et al.*, 2021 (66)). Die Applikation der Adhäsive erfolgte mit Endobrushes (DMG), die speziell für den Wurzelkanal bestimmt sind. Zum Einbringen der Komposite/ des SAR-Zementes in den Wurzelkanal wurden für alle Gruppen einheitliche, industriell hergestellte Applikationskanülen (Smartmix Endotips, DMG) verwendet. Dabei wurde die Kanüle direkt oberhalb der gekürzten Wurzelfüllung angesetzt und blieb immer im Befestigungsmaterial, um Blasenbildung vorzubeugen. Die Lichthärtung erfolgte mit einer Valo Breitband-LED Polymerisationsleuchte (Längenwelle: 395-480 nm, Höchstleistung: 1.00/1.400-3.200 mW/cm, Ultradent Dental-Medizinische Geräte GmbH & Co. KG, Brunthal, Deutschland). Dabei wurde das Gerät direkt auf den FRC-Stift aufgesetzt.



Abbildung 2: Zylindereinbettformen aus Silikon.

(Eigenes Foto: Esra Kosan)

Nach 24 Stunden wurden die Zähne parallel zur Zahnängsachse mit einem Parallelometer in kaltpolymerisierenden Kunststoff (Technovit 4071 „the fast“, Heraeus Kulzer, Wehrheim, Deutschland) wie folgt eingebettet: Eine zylindrische Einbettform aus Silikon (Eigenbau, Centrum Wissenschaftliche Werkstätten, CVK Charité, Berlin, Deutschland) (Abbildung 2) wurde mit Vaseline (Fagron, Glinde, Deutschland) isoliert. Anschließend wurde die Zahnwurzel am Stift in einem Parallelometer (Parallelometer VG2 Degussa, Frankfurt, Deutschland) aufgehängt und mit der Technovit-Monomerflüssigkeit bestrichen. Danach wurde die Wurzel parallel und abschließend zum Rand der Einbettform positioniert und mit dünnfließendem Technovit eingebettet (Abbildung 3). Nach 10-minütiger Aushärtungszeit wurde die Form ausgebettet und die Überstände mithilfe der Struers Schleifmaschine (Labo Pol 25, Struers GmbH, Ballerup, Dänemark / Willich, Deutschland) und Nassschleifpapier (Körnung 320) entfernt.



Abbildung 3: Einbettvorrichtung (Parallelometer und fixierte Einbettform) zur Herstellung der Push-out-Proben.

(Eigenes Foto: Esra Kosan)

Anschließend wurde jede Push-out-Probe unter ständiger Wasserkühlung mit einer Bandsäge (Exakt 0,1 mm Säge, E300 Exakt Diaplus, Exakt Vertriebs GmbH) in 6 je 1 mm dicke Scheiben geschnitten (Abbildung 4). Dabei wurden die koronalen Seiten der Probenscheiben markiert, um eine korrekte Ausrichtung der Proben beim Push-out zu gewährleisten. Die Dicke jeder Probenscheibe wurde mit einer digitalen Bügelmessschraube (MDC-Lite Digimatic Micrometer, Fa. Mitutoyo, Kawasaki, Japan) millimetergenau bestimmt, um anschließend die Haftwerte so exakt wie möglich zu berechnen.

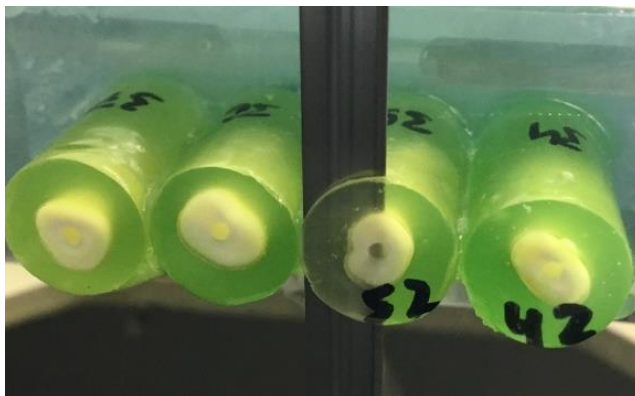


Abbildung 4: Vier Proben wurden auf eine Plexiglasrea-genzscheibe aufgeklebt. Die koronalen Seiten wurden markiert und die Proben unter Wasserkühlung zersägt.

(Eigenes Foto: Esra Kosan)

Für die Bestimmung des Stiftradius wurden die Scheiben von beiden Seiten (koronal und apikal) unter dem Stereomikroskop (Keyence Digitalmikroskop VHX – 500, Keyence Deutschland GmbH, Neu-Isenburg, Deutschland) bei 100-150-facher Vergrößerung betrachtet und fotografisch erfasst. Darüber hinaus wurde das Vorkommen von Inhomogenitäten oder Hohlräumen dokumentiert. Letztere wurden in drei Kategorien eingeteilt:

- (1) keine Hohlräume.
- (2) kleine Hohlräume (<0,2 mm Durchmesser).
- (3) große (>0,2 mm Durchmesser)/ zahlreiche Hohlräume.

Die aus jeder Probe entstandenen sechs Scheiben wurden der Reihenfolge nach von koronal nach apikal mit den Nummern 1-6 versehen. Dadurch wurden jeweils zwei dem koronalen (1,2), zwei dem mittleren (3,4) und zwei dem apikalen (5,6) Wurzelabschnitt zugeordnet. Für den Push-out-Versuch wurden aus jeder Probe drei Scheiben (1,3 und 5) für eine sofortige Testung durch den Push-out ausgewählt.

Die übrigen drei Zahnschnitte (2, 4 und 6) wurden für 6.000 Zyklen einer thermischen Wechselbelastung zwischen 5,0°C und 55,0°C im Temperaturwechselbad mit vollentsalztem Wasser (durch einen Ionenaustauscher, SG Wasseraufbereitung und Regenerierstation GmbH, Hamburg-Barsbüttel, Deutschland) ausgesetzt. Dabei tauchten die Proben abwechselnd, durch einen Thermocycler (Eigenbau Centrum Wissenschaftliche Werkstätten, CVK Charité) angetrieben, je 30 Sek. in ein durch einen Eintauchkühler (FT 402, 230V 50Hz, Julabo GmbH, Seelbach, Deutschland) gekühltes Bad und ein beheiztes Wasserbad (TW12, Julabo GmbH) ein. Die Transferzeit zwischen den Bädern betrug 10 Sek. Daher benötigte ein Zyklus eine Zeit von einer Minute 20 Sek. und 6.000 Zyklen benötigten fünf Tage und 13 Stunden. Anschließend wurden die Proben für sechs Monate in steriler 0,9%iger NaCl-Lösung (B. Braun Melsungen AG, Melsungen, Deutschland) bei 37°C in einem Brutschrank (Heraeus T 6060, Wärmeschrank, Heraeus jetzt Kulzer GmbH, Hanau, Deutschland) gelagert, bevor der Push-out-Test durchgeführt wurde. Die 0,9%ige NaCl-Lagerungs-Lösung wurde sechs Monate lang alle sieben Tage ausgewechselt.

2.2 Durchführung des Push-out-Versuches

Der Push-out wurde mit einer universellen Prüfmaschine (Zwick Roell Z010, Zwick GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland), die mit einer 2,5 kN-Messdose versehen war (Abbildung 5), durchgeführt. Mit dem Programm testXpert II (Zwick GmbH & CO. KG, Ulm, Deutschland) wurden die Ergebnisse des Versuches in Newton gemessen und anschließend grafisch dargestellt.



Abbildung 5: Zwick-Roell Z010 Prüfmaschine mit 2,5 kN-Messdose und Push-out-Vorrichtung.

(Eigenes Foto: Esra Kosan)

Prüfstempel

Prüfteller mit
Ausstoßöffnung

Unter dem Stereomikroskop wurde für jede Probenscheibe ein Prüfstempel (Eigenbau Centrum Wissenschaftliche Werkstätten, CVK Charité) mit einem etwas kleineren Durchmesser als der Wurzelstift ausgewählt. Zusätzlich wurde eine auf dem Prüfteller befindliche für den jeweiligen Prüfstempel passende Öffnung (Abbildung 5), in die die Stifte ausgestoßen wurden, ausgesucht. Insgesamt wurden fünf Prüfstempel verschiedener Durchmesser (1,59 mm, 1,20 mm, 0,99 mm, 0,80 mm und 0,60 mm) verwendet, die an der 2,5-kN Messdose sicher befestigt wurden (Abbildung 5).

Das Programm zeichnete die gemessene maximale Ausstoßkraft in N bei einem Kraftabfall von 20% auf. Vor jedem Ausstoß wurden überstehende Ränder, die durch das Sägen entstanden sind, mit einem Skalpell entfernt und die Proben mittig und plan aufliegend

unter dem jeweiligen Prüfstempel mit Hilfe einer Lupenbrille (2,5-fache Vergrößerung) und unter Beleuchtung positioniert.

Durch die Konizität der Stifte nimmt der Durchmesser von apikal nach koronal zu. Daher wurden die Proben bei einer Vorkraft von 0,2 N mit einer Geschwindigkeit von 0,5 mm min⁻¹ in diese Richtung ausgestoßen (Abbildung 6).



Abbildung 6: Schematische Darstellung des Push-out-Vorganges.

(Eigene Darstellung: Esra Kosan)

Im Anschluss wurden die Probenscheiben unter dem Keyence Digitalmikroskop VHX – 500 bei 30-50-facher Vergrößerung von koronal und apikal betrachtet und die Versagensmodi folgendermaßen klassifiziert:

- Kohäsives Versagen: >70% der Versagensfläche befindet sich im Wurzelstift (Abbildung 7).
- Adhäsives Versagen I: >70% der Versagensfläche befindet sich an der Grenzfläche zwischen Wurzelzementin und Zement/Adhäsiv (Abbildung 8).
- Adhäsives Versagen II: >70% der Versagensfläche befindet sich an der Grenzfläche zwischen Zement/Komposit und Wurzelstift (Abbildung 9).
- Gemischtes Versagen: Adhäsives Versagen I und II und kohäsives Versagen treten zusammen auf. Keines der drei erreicht 70% der Gesamtversagensfläche (Abbildung 10). (Eigene Fotos: Esra Kosan).

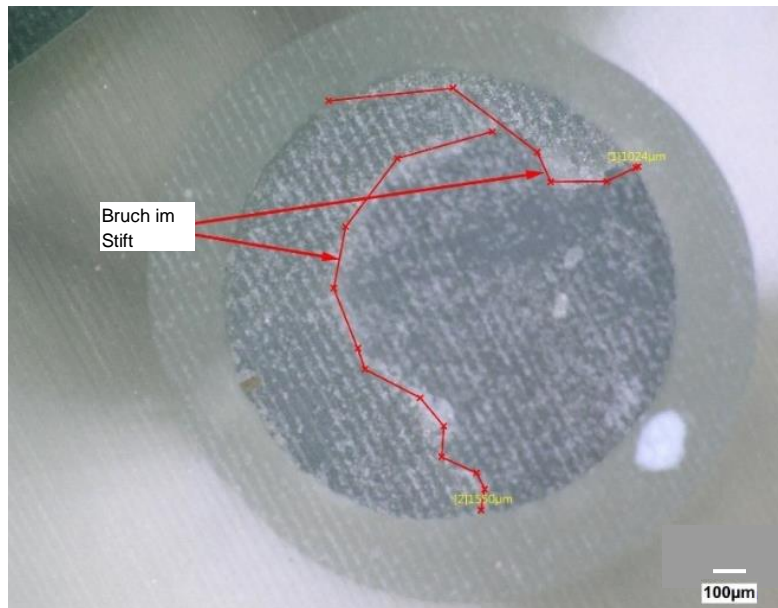


Abbildung 7: Beispiel für ein kohäsives Versagen

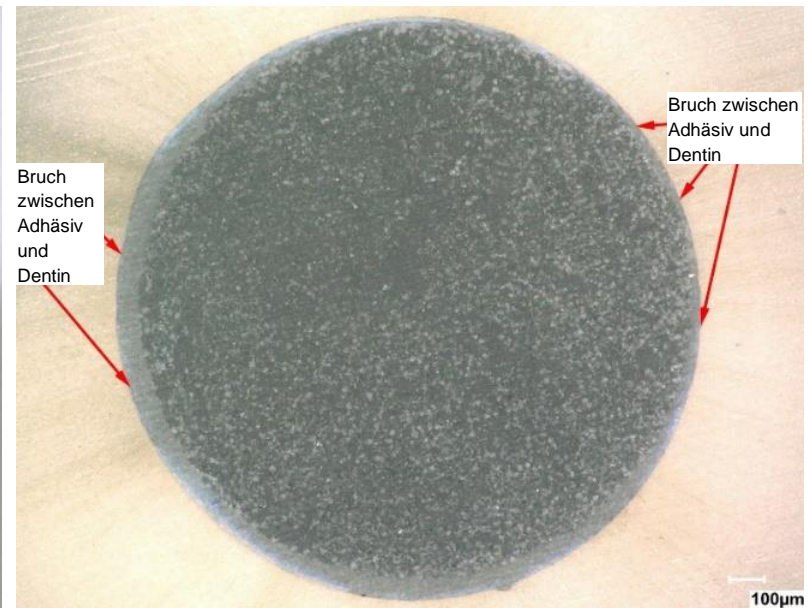


Abbildung 8: Beispiel für ein Versagen zwischen Dentin & Zement/Adhäsiv (adhäsives Versagen I)

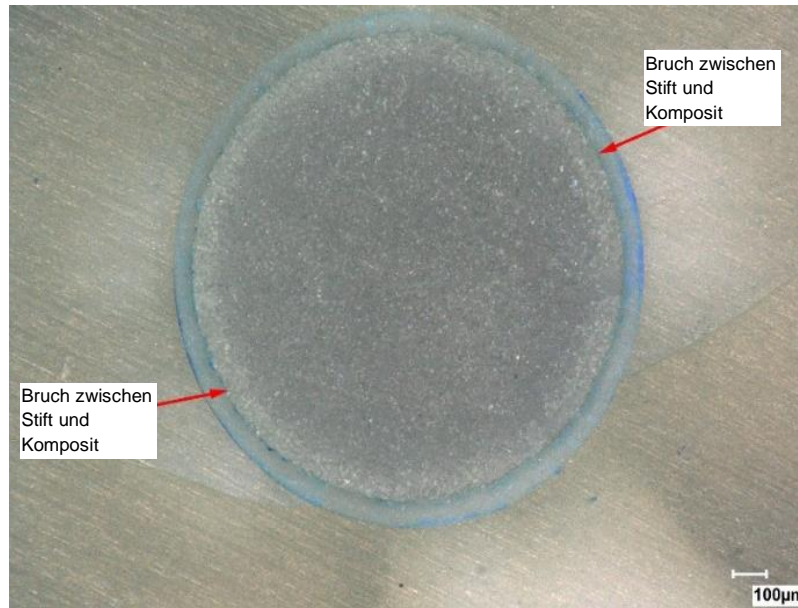


Abbildung 9: Beispiel für ein Versagen zwischen Wurzelstift & Zement/Komposit (adhäsives Versagen II)

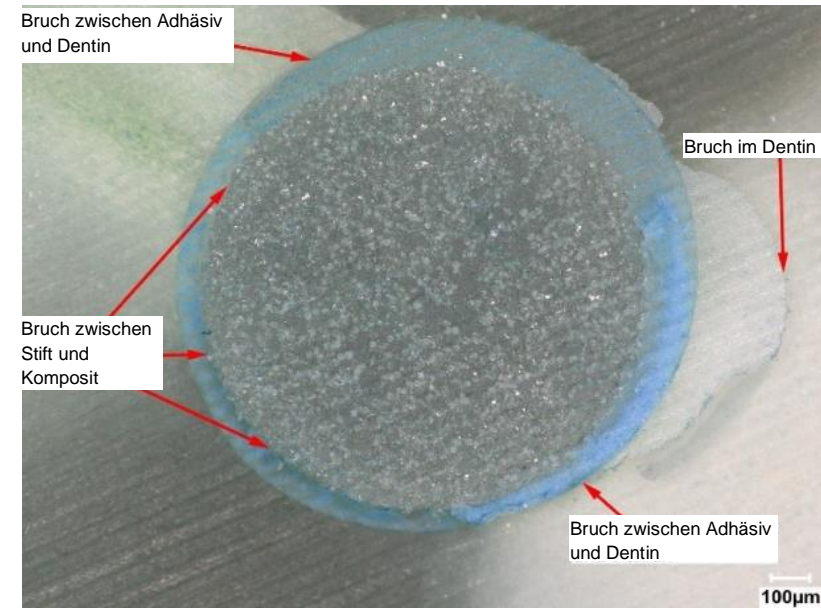


Abbildung 10: Beispiel für ein gemischtes Versagen

Für die Berechnung der Haftkraft wurde wie folgt vorgegangen:

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

Dabei entspricht F_{max} (in N) der gemessenen Ausstoßkraft und die Haftfläche A (in mm^2) der Mantelfläche eines Kegelstumpfes (Abbildung 11).

Letztere wurde folgendermaßen berechnet:

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

Dabei entspricht r_k dem koronalen Stiftradius, r_a dem apikalen Stiftradius und h der Dicke der Probenscheibe.

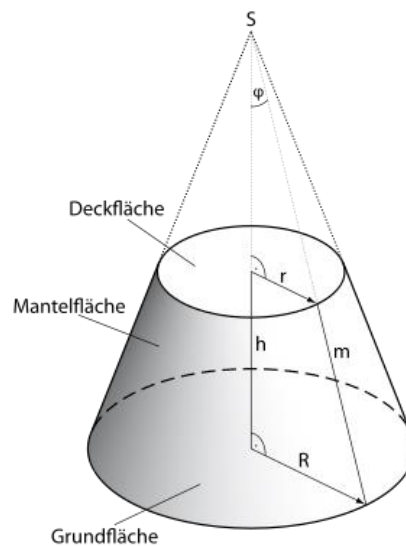


Abbildung 11: Mantelfläche eines Kegelstumpfes

Quellenangabe: <https://de.wikipedia.org/wiki/Kegelstumpf> (74)

2.3 Probenherstellung und Durchführung des CLSM-Versuches

Zur qualitativen Analyse der verschiedenen Befestigungssysteme mit dem konfokalen Laser-Scanning-Mikroskop (engl. Abk.: CLSM) (LSM 700, Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena, Deutschland) wurden die Proben nach den Herstellerangaben unter Beimischung zweier fluoreszierender Farbstoffe hergestellt:

1. Rhodamin B Isothiocyanat (RITC, Sigma Aldrich, St. Louis, USA) wurde zum Anfärben der Kompositbestandteile bzw. des RelyX Unicem 2 verwendet. Unter dem LSM 700 fluoreszierte der Farbstoff, durch einen Helium-Neon-Laser angeregt, bei einer Wellenlänge von 555 nm und stellte sich rot dar.
2. Fluoreszein Isothiocyanat (FITC, Sigma Aldrich) wurde zum Anfärben der Adhäsivbestandteile verwendet. Unter dem LSM 700 fluoreszierte der Farbstoff, durch einen Argon-Laser angeregt, bei einer Wellenlänge von 488 nm und stellte sich grün dar.

Für die Herstellung der Proben wurde von beiden Farbstoffen eine 1%-Lösung hergestellt. Dafür wurden je 20 g der Farbstoffe in je 20 ml Ethanol (96%) gelöst. 20 µl des Gemisches wurden mit einer Eppendorf-Pipette (Sigma Aldrich) in ein separates Gefäß pipettiert. Nach Verdunstung des Lösungsmittels blieben die reinen Farbstoffe zurück. Die Herstellung der Proben erfolgte analog zu denen der Push-out-Versuche.

Zuerst wurden die 2 Komponenten der Adhäsivsysteme (außer in der RelyX-Unicem-2-Gruppe) miteinander vermischt. Dann wurden 20 µl des Adhäsivs pipettiert, mit dem zuvor präparierten Fluoreszein Isothiocyanat vermischt und in den Wurzelkanal appliziert. Für das Anfärben des Komposits bzw. des SAR-Zementes, wurden 20 mg des jeweiligen Komposits auf einer Präzisionswaage abgewogen und mit dem präparierten Rhodamin B Isothiocyanat mit einem Heidemannspatel auf einer Glasplatte vermischt. Dieses Gemisch wurde anschließend mit einer Kompositspitze mit Kolben (Composite-Gun Spitzen + Kolben orange Needle, KerrHawe SA; Bioggio, Schweiz) und einem dazu passenden Applikator (Compules Tips Gun Applikatorpistole, Dentsply Sirona) entsprechend der Herstellerangaben in den Wurzelkanal appliziert und nach Insertion des Stiftes lichtgehärtet.

Pro Befestigungssystem und Vorbehandlung wurden zwei Zahnproben hergestellt und in je vier 2 mm dicke Scheiben zersägt. Anschließend erfolgte eine Politur mit Nassschleifpapier und Silikoncarbidscheiben bis zu einer Körnung von 4.000 mit Hilfe einer maschinellen Schleifmaschine (Exakt Mikroschleifsystem, Exakt Vertriebs GmbH). Zuletzt wurden die Proben mit dem LSM 700 im Dual-Fluoreszenz-Modus mit einem 40-fachen Objektiv und einem 2-fachen elektrischen Zoom untersucht und in Bildgröße $160 \times 160 \mu\text{m}^2$ mit einer Auflösung von 1.024×1.024 Pixeln fotografisch dargestellt. Für die zwei verschiedenen Färbungen wurden folgende Scan-Einstellungen gewählt: FITC (Exzitation: 488; Emission: 516) und RITC (Exzitation: 555; Emission: 580).

2.4 Probenherstellung und Durchführung des Mikro-CT-Versuches

Für die Untersuchung mit dem Mikro-CT (μCT) (SKYSCAN 1275, Bruker, Billerica, USA) wurden jeweils zwei Proben aus allen fünf Gruppen nach den Herstellerangaben hergestellt. Die Tiefe der Stiftbettpräparation betrug 8 mm.

Die fertigen Proben wurden in kleinen Plastikröhrchen, die mit feuchten Einmaltüchern aus Viskose und Polyester versehen waren, in den SKYSCAN 1275 eingesetzt, um ein Austrocknen der Proben zu vermeiden. Anschließend erfolgte der mehrere Stunden andauernde Scanvorgang mit einer Auflösung von $8 \mu\text{m}$ und einer Expositionszeit von 55 Millisekunden.

Danach wurden die Daten mit NRecon 1.7 (Bruker) rekonstruiert. Es erfolgte eine Bearbeitung der Bilddaten, um Artefakte, die bei der Rekonstruktion der Bilder entstehen können, vorzubeugen. Die daraus entstandenen 3D-Bilder wurden mit der CTVox Software (Bruker) wiedergegeben, dafür durchliefen die Bilddateien im Programm DataViewer (Bruker) einen Alignment-Prozess. Zur Darstellung der Proben mit Hilfe von CTVox wurden das Wurzelkambium sowie die Wurzelfüllungsbestandteile ausgeschnitten. Das Befestigungsmaterial des Stiftes wurde transparenter eingestellt als der Wurzelstift. Zusätzlich wurden luftgefüllte Hohlräume rot markiert, um sie visuell hervorzuheben.

2.5 Statistische Auswertung

Für die statistische Auswertung wurde das Programm SPSS, Version 25 (SPSS; Chicago; Illinois, USA) herangezogen. Dabei wurde das Signifikanzniveau bei $p < 0,05$ festgelegt.

Die Ergebnisse der Push-out-Proben wurden durch die Variablen „Befestigungssystem“ (fünf Werte) und „Vorbehandlung“ (drei Werte) klassifiziert. Eine weitere Differenzierung der Proben erfolgte über die Variablen „Lagerung“ und „Lokalisation“. Die initial getesteten Probenscheiben erhielten hierbei die Nummern 1,3 und 5. Während die nach TC und Lagerung getesteten Proben die Nummern 2,4 und 6 erhielten. So entstanden für jede Probe sechs Scheiben und damit sechs Haftwerte. Für jede der sechs Zahnschnitte wurden die Versagensmodi als Variable „Failure Modes“ und die Luftpfeinschlüsse als Variable „Voids“ erfasst.

Für die Analyse der Push-out-Tests wurde eine Varianzanalyse mit Messwiederholungen (Messwiederholungs-ANOVA) ausgeführt. Dabei ergaben sich Interaktionen zwischen den Variablen „Vorbehandlung“ und „Befestigungssystem“, „Lagerung“ und „Befestigungssystem“, sowie „Lokalisation“ und „Befestigungssystem“. Daher wurden die Daten zunächst nach der Variable „Befestigungssystem“ stratifiziert. Mit Hilfe von univariaten Varianzanalysen, UNIANOVAs (1-3), wurde anschließend der Einfluss dieser Variable auf die abhängigen Variablen „Vorbehandlung“ (UNIANOVA 1), „Lagerung“ (UNIANOVA 2) und „Lokalisation“ (UNIANOVA 3) untersucht.

3. Ergebnisse

3.1. Ergebnisse der Push-out-Versuche

Die Auswertung der vorliegenden Studie ergab einen signifikanten Einfluss der Vorbehandlung ($p=0,016$), der Lagerung ($p=0,000$) und des Befestigungssystems ($p=0,000$) auf die Haftwerte der Push-out-Versuche. Die Lokalisation im Wurzelkanal hatte dabei keine Signifikanz ($p=0,185$; Messwiederholungs-ANOVA).

Zusätzlich ergaben sich mit der Ethanol-Vorbehandlung ($16,5\pm 6,9$ MPa) signifikant höhere Retentionswerte im Vergleich zur Kontrolle ($14,5\pm 5,7$ MPa) ($p=0,011$; Tukey Messwiederholungs-ANOVA). Die AH-Plus-Cleaner-Proben ($15,5\pm 6,67$ MPa) zeigten weder im Vergleich zur Ethanol-Vorbehandlung ($p=0,332$) noch zur Kontrollgruppe ($p=0,293$; Tukey) signifikante Unterschiede der Haftwerte.

Die Retentionswerte aller Gruppen nahmen nach dem Thermocycling und 6-monatiger Lagerung ($14,6\text{MPa}\pm 6,2$) verglichen mit den initial ermittelten Werten ($16,4\pm 6,6$ MPa) signifikant ab ($p=0,000$; Messwiederholungs-ANOVA).

Die Messwiederholungs-ANOVA zeigte außerdem signifikant höhere Retentionswerte in der LU-Gruppe ($18,8\pm 8,1$ MPa) im Vergleich zu den Gruppen RX ($16,1\pm 6,4$ MPa; $p=0,028$), GR ($15,1\pm 4,6$ MPa; $p=0,001$), CL ($13,95\pm 5,2$ MPa; $p=0,000$) und FU ($13,7 \pm 6,3$ MPa; $p=0,000$; Messwiederholungs-ANOVA). Letztere unterschieden sich nicht signifikant voneinander.

3.1.1 Interaktionen

Es wurden signifikante Interaktionen zwischen den Faktoren Vorbehandlung und Befestigungssystem ($p=0,011$), Lagerung und Befestigungssystem ($p=0,000$) und Lokalisation und Befestigungssystem ($p=0,000$; Messwiederholungs-ANOVA) festgestellt.

Für drei der fünf Befestigungssysteme konnten signifikante Interaktionen mit der Vorbehandlung in einer stratifizierten Analyse (UNIANOVA 1) nachgewiesen werden (siehe Tabelle 3 in Kosan et al., 2021 (66)). Die Retentionswerte der CL-Gruppe waren signifikant höher mit Ethanol ($15,0\pm 4,6$ MPa) als mit dem AH Plus Cleaner ($12,8\pm 5,1$ MPa; $p=0,033$). In der LU-Gruppe ergaben sowohl Ethanol ($22,0\pm 8,0$ MPa; $p=0,000$) als auch AH Plus Cleaner ($19,4\pm 7,7$ MPa; $p=0,001$) signifikant höhere Haftwerte als die Kontrolle ($14,9\pm 6,8$ MPa). Im Vergleich zur Kontrolle ($14,6\pm 6,0$ MPa) erreichte Ethanol ($18,0\pm 5,5$ MPa) in der RX-Gruppe signifikant höhere Retentionswerte ($p=0,003$; stratifizierte UNIANOVA 1).

Eine zweite stratifizierte Analyse (UNIANOVA 2) ergab für drei der fünf Befestigungssysteme signifikante Interaktionen mit der Lagerung (siehe Tabelle 3 in Kosan et al., 2021 (66)). In den Gruppen FU ($p=0,007$), CL ($p=0,000$) und LU ($p=0,041$; stratifizierte UNIANOVA 2) ergaben jeweils die initial getesteten Proben signifikant höhere Retentionswerte als die nach TC und Lagerung.

Für vier der fünf Befestigungssysteme konnten signifikante Interaktionen mit dem Faktor Lokalisation nachgewiesen werden (UNIANOVA 3) (siehe Tabelle 3 in Kosan et al., 2021 (66)). In der FU-Gruppe waren die Retentionswerte apikal ($14,7\pm 7,2$ MPa) im Vergleich zu denen im mittleren Wurzelkanalabschnitt ($12,2\pm 5,5$ MPa) signifikant höher ($p=0,034$). Die Retentionswerte der CL-Gruppe fielen koronal ($15,8\pm 4,6$ MPa) und mittig ($14,7\pm 4,1$ MPa) signifikant höher aus als apikal ($11,3\pm 5,8$ MPa; beides $p=0,000$). In der GR-Gruppe ergaben die koronalen Proben ($17,7\pm 5,1$ MPa) signifikant höhere Haftwerte als die mittleren ($13,6\pm 3,1$ MPa) und apikalen ($14,0\pm 4,1$ MPa; beides $p=0,000$). Die RX-Gruppe hingegen ergab im mittleren ($18,2\pm 6,5$ MPa) und apikalen Abschnitt ($17,5\pm 5,8$ MPa) signifikant höhere Retentionswerte als im koronalen Wurzel Drittel ($12,6\pm 5,4$ MPa; beides $p=0,000$; stratifizierte UNIANOVA 3).

3.1.2 Ergebnisse zu den Versagensmodi nach Push-out

Die Versagensmodi der Proben waren signifikant vom Befestigungsmaterial ($p=0,000$) und der Lagerung abhängig ($p=0,000$; Chi-Quadrat-Test).

Tabelle 2: Kreuztabelle zur Darstellung der Versagensmodi (in %) von initial getesteten und gelagerten Proben aller fünf Befestigungssysteme, aufgeteilt nach den Vorbehandlungen. Die Hauptergebnisse wurden fett markiert. Modifiziert nach Kosan *et al.*, 2021 (66).

Befestigungssystem	Vorbehandlung	Versagensmodi								Σ
		adhäsives Versagen I		adhäsives Versagen II		kohäsives Versagen		gemischtes Versagen		
		initial	TC	initial	TC	initial	TC	initial	TC	
FU	Ethanol	29,2%	15,3%	9,7%	22,2%	0	0	11,1%	12,5%	72
	AH ⁺ - Cleaner	29,2%	23,6%	8,3%	12,5%	0	0	12,5%	13,9%	72
	Kontrolle	31,9%	30,6%	8,3%	13,9%	0	0	9,7%	5,6%	72
	Σ	30,1%	23,1%	8,8%	16,2%	0	0	11,1%	10,6%	216
	Σ	53,2%		25,0%		0		21,8%		216
CL	Ethanol	1,4%	1,4%	34,7%	43,1%	0	0	13,9%	5,6%	72
	AH ⁺ - Cleaner	2,8%	5,6%	33,3%	34,7%	3,8%	0	11,1%	9,7%	72
	Kontrolle	6,9%	9,7%	30,6%	30,6%	0	0	12,5%	9,7%	72
	Σ	3,7%	5,6%	32,9%	36,1%	0,9%	0	12,5%	8,3%	216
	Σ	9,3%		69,0%		0,9%		20,8%		216
GR	Ethanol	11,1%	9,7%	27,8%	38,9%	0	0	11,1%	1,4%	72
	AH + Cleaner	19,4%	11,1%	26,4%	29,2%	0	0	4,2%	9,7%	72
	Kontrolle	12,5%	6,9%	29,2%	31,9%	0	0	8,3%	11,1%	72
	Σ	14,4%	9,3%	27,8%	33,3%	0	0	7,9%	7,4%	216
	Σ	23,6%		61,1%		0		15,3%		216
LU	Ethanol	13,9%	13,9%	12,5%	11,1%	1,4%	13,9%	22,2%	11,1%	72
	AH ⁺ - Cleaner	16,7%	12,5%	8,3%	5,6%	4,2%	16,7%	20,8%	15,3%	72
	Kontrolle	16,7%	13,8%	16,7%	16,7%	0	2,8%	16,7%	16,7%	72
	Σ	14,4%	13,4%	12,5%	11,1%	1,9%	11,1%	19,9%	14,4%	216
	Σ	29,2%		23,6%		12,96%		34,3%		216
RX	Ethanol	5,6%	8,3%	27,8%	23,6%	0	0	16,7%	18,0%	72
	AH ⁺ - Cleaner	18,1%	29,2%	5,6%	13,8%	0	0	26,4%	6,9%	72
	Kontrolle	27,8%	22,2%	6,9%	15,3%	0	0	15,3%	12,5%	72
	Σ	17,1%	19,9%	13,4%	17,6%	0	0	19,4%	12,5%	216
	Σ	37,0%		31,0%		0		31,9%		216
Σ	16,2%	14,3%	19,1%	22,9%	0,6%	2,2%	14,2%	10,5%	1080	

3.1.3 Ergebnisse zum Blasenvorkommen bei Push-out

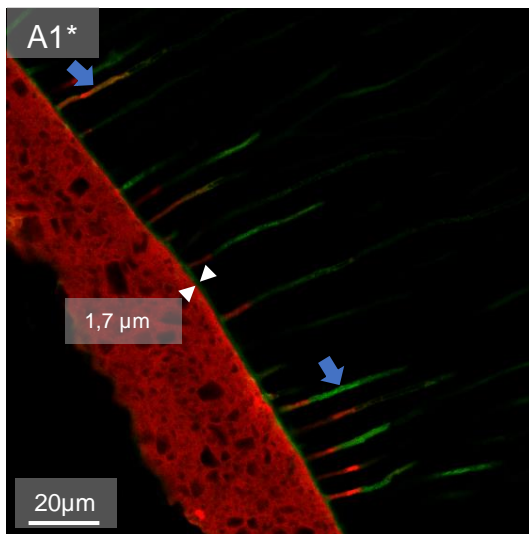
Neben dem Befestigungsmaterial ($p=0,000$) war das Blasenvorkommen innerhalb des Stift-Stumpfaufbaus signifikant von der Lokalisation im Wurzelkanal abhängig ($p=0,000$; Chi-Quadrat-Test).

Tabelle 3: Kreuztabelle zur Darstellung der Luftschlüsse (in %) in den fünf Befestigungssystemen in Abhängigkeit von der Lokalisation im Wurzelkanal. Die Hauptergebnisse wurden fett markiert. Modifiziert nach Kosan *et al.*, 2021 (66).

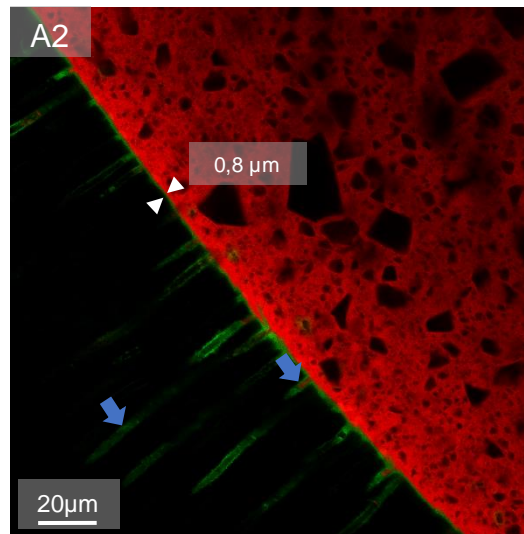
Befestigungssystem	Lokalisation	blasenfrei	kleine Blasen	große/ zahlreiche Blasen	Σ
FU	koronal	15,2%	79,2%	5,6%	72
	mittig	5,6%	91,7%	2,8%	72
	apikal	6,9%	77,8%	15,3%	72
	Σ	9,3%	82,9%	7,9%	216
CL	koronal	13,9%	83,3%	1,8%	72
	mittig	5,6%	91,7%	2,8%	72
	apikal	4,2%	62,5%	33,3%	72
	Σ	7,9%	79,2%	12,96%	216
GR	koronal	9,7%	75,0%	15,3%	72
	mittig	12,5%	76,4%	19,4%	72
	apikal	2,8%	77,8%	19,4%	72
	Σ	8,3%	76,4%	15,3%	216
LU	koronal	6,9%	87,5%	5,6%	72
	mittig	4,2%	83,3%	12,5%	72
	apikal	2,8%	47,2%	50,0%	72
	Σ	4,6%	72,7%	22,7%	216
RX	koronal	5,6%	77,8%	16,7%	72
	mittig	5,6%	72,2%	22,2%	72
	apikal	1,4%	61,1%	37,5%	72
	Σ	4,2%	70,4%	25,5%	216
Σ		6,9%	76,3%	16,85%	1080

3.2 Ergebnisse der qualitativen Analyse mit dem CLSM

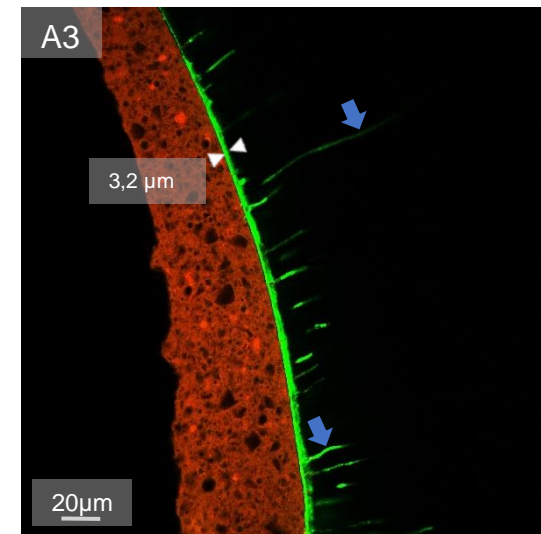
Die qualitative Analyse mit der Fluoreszenzmikroskopie ergab für jedes Befestigungssystem unterschiedliche Ausprägungen ihrer Hybridschichten. Nachfolgend werden exemplarische CLSM-Bilder jener Gruppen dargestellt, deren Haftwerte signifikant von der Vorbehandlung beeinflusst wurden.



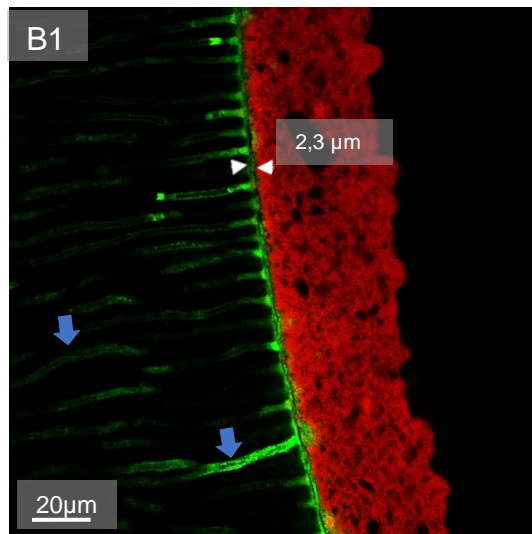
A1: Eine dicke Hybridschicht (1,7 µm) (weiße Pfeile) mit wenigen dünnen & langen Tags aus Adhäsiv & Komposit (blaue Pfeile).



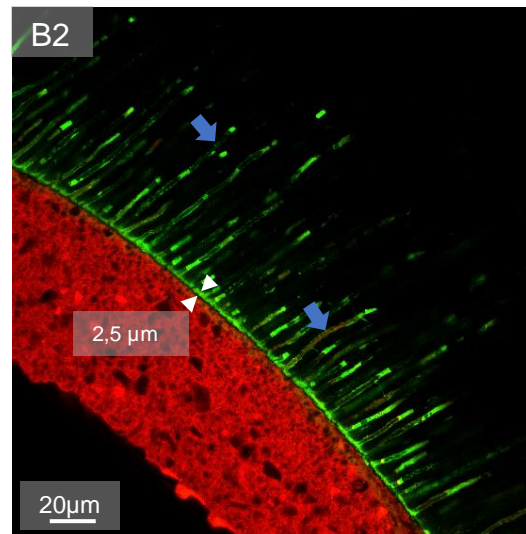
A2: Eine sehr dünne Hybridschicht (0,8 µm) (weiße Pfeile) mit nur wenigen längeren Komposit- & Adhäsivtags (blaue Pfeile).



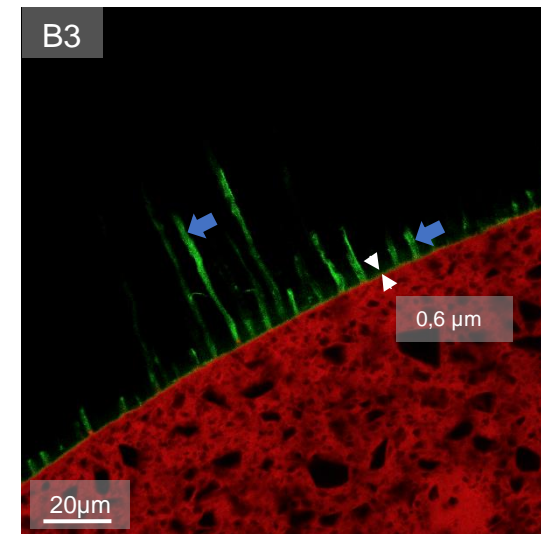
A3: Eine sehr dicke Hybridschicht (3,2 µm) (weiße Pfeile) mit vielen kurzen, inhomogenen und einem längeren Adhäsivtag (blaue Pfeile).



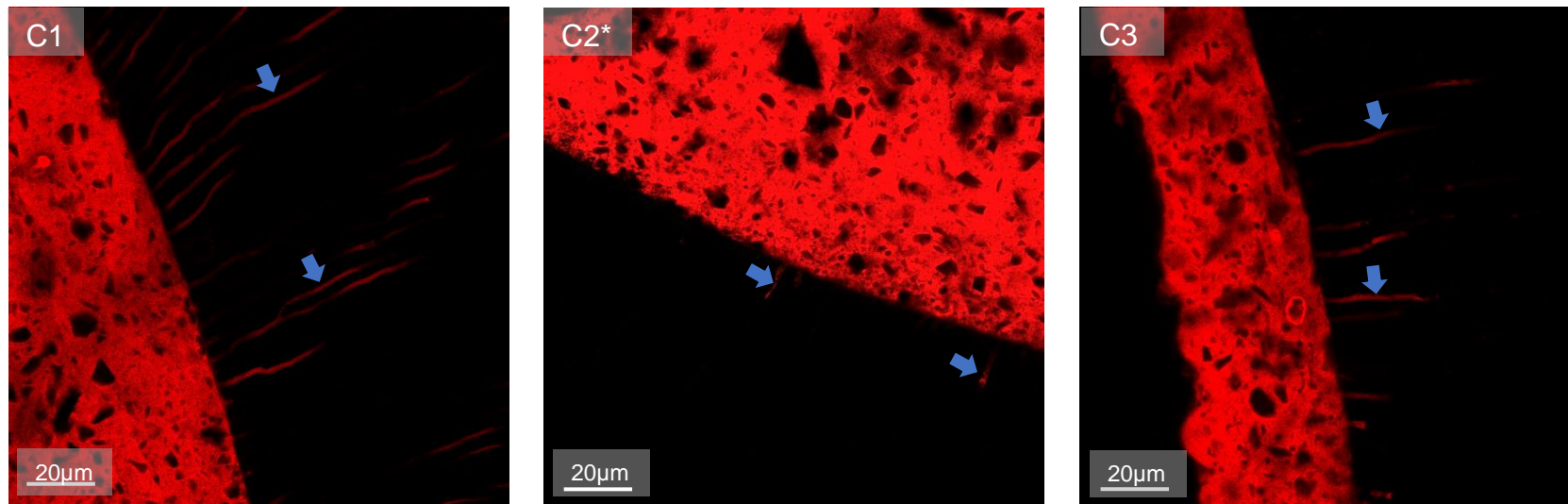
B1: Eine ausgeprägte Hybridschicht (2,3 μm) (weiße Pfeile) mit dicken, langen & homogenen Adhäsivtags (blaue Pfeile).



B2: Eine ausgeprägte Hybridschicht (2,5 μm) (weiße Pfeile) mit vielen längeren partiell inhomogenen Adhäsivtags (blaue Pfeile).



B3: Eine sehr dünne Hybridschicht (0,6 μm) (weiße Pfeile) mit sehr kurzen und vereinzelt längeren Adhäsivtags (blaue Pfeile).



C1: Keine Hybridschicht, aber wenige dünne homogene & lange Tags (blaue Pfeile).

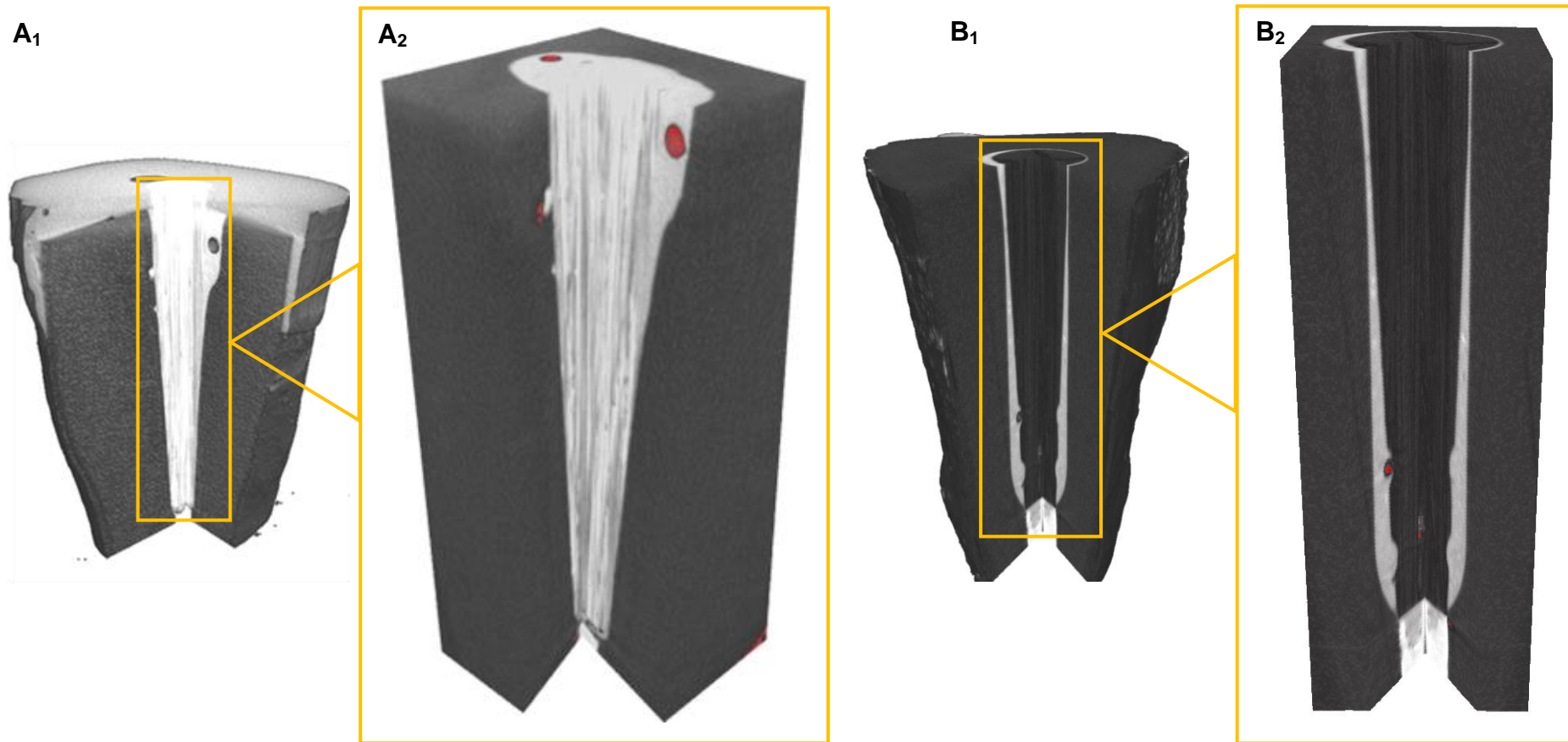
C2*: Keine Hybridschicht und zwei kurze Tags (blaue Pfeile).

C3: Keine Hybridschicht und wenige kürzere & inhomogene Tags (blaue Pfeile).

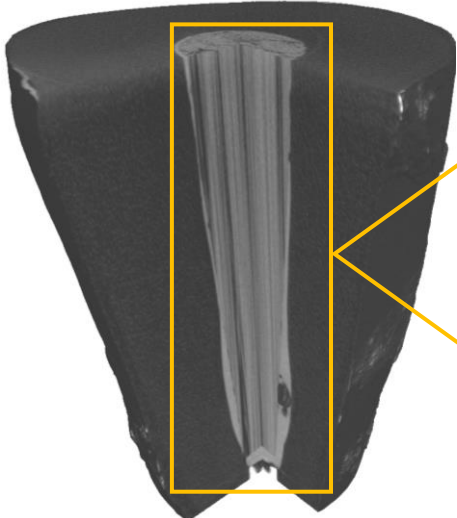
Abbildung 12: Fluoreszenz-CLSM-Bilder aller Befestigungskomposite: **A 1-3:** Gruppe CL; **B 1-3:** Gruppe LU; **C 1-3:** Gruppe RX; 1: VB1 99% Ethanol; 2: VB2 AH Plus Cleaner; 3: VB3 Kontrolle Aqua dest. Die mit einem Sternchen versehenen Abbildungen wurden nach Kosan *et al.*, 2021 (66) modifiziert. Alle übrigen Abbildungen (eigene Darstellung: Esra Kosan). **Grün = Adhäsiv, Rot = Komposit/SAR-Zement.**

3.3 Ergebnisse der qualitativen Analyse mit dem Mikro-CT

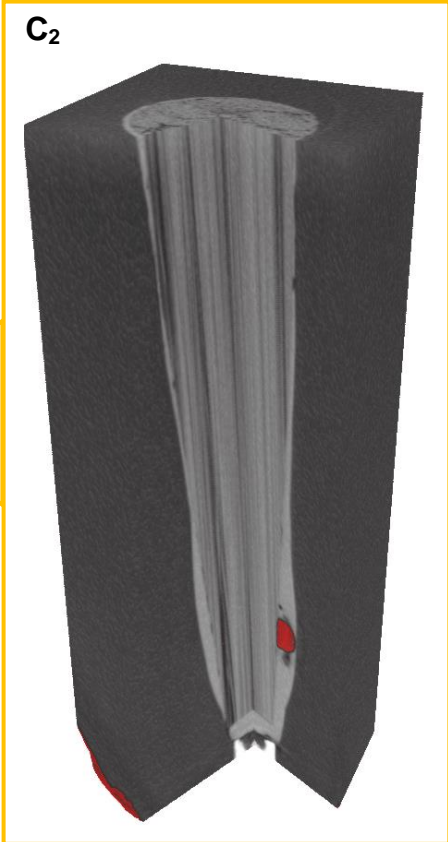
Die Proben aller fünf verwendeten Befestigungssysteme zeichneten sich durch eine variierende Anzahl unterschiedlich großer Lufteinschlüsse innerhalb der Zementfuge aus.



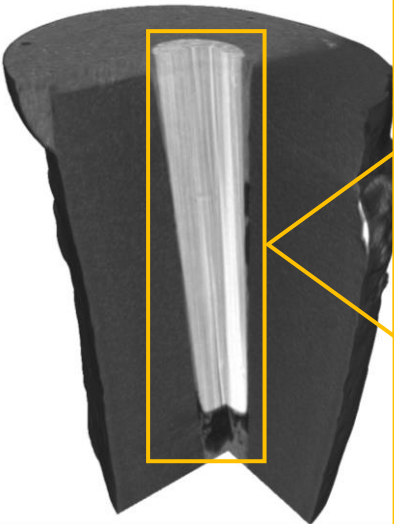
C₁



C₂



D₁



D₂



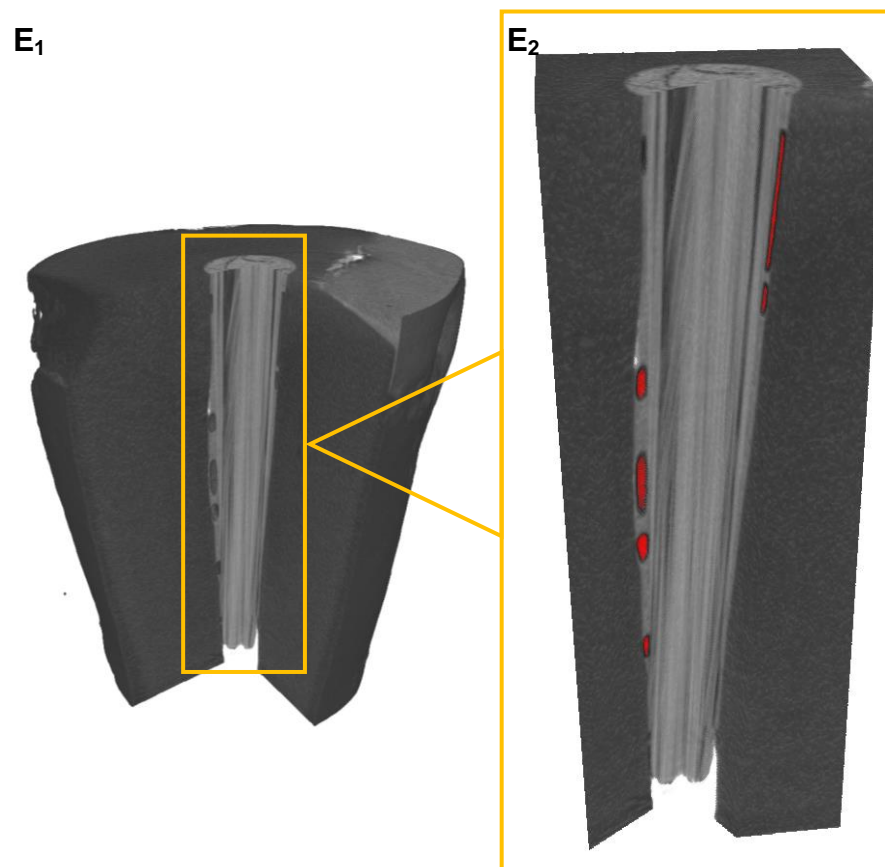


Abbildung 13 (A-E): μ CT-Bilder einer exemplarischen Probe für jedes Befestigungssystem.

A: Gruppe FU, **B:** Gruppe CL, **C:** Gruppe GR, **D:** Gruppe LU, **E:** Gruppe RX. Alle abgebildeten Stifte haben eine Länge von 8 mm.

(Eigene Darstellung: Esra Kosan).

A₁: Vertikaler Ausschnitt der Zahnwurzel mit Ansicht auf das Wurzelkambium (dunkelgrau), den FRC-Stift (weißgrau), das Komposit im Zementspalt und den koronalen Kompositaufbau (beides hellgrau).

A₂: vergrößerter Ausschnitt: Luftschlüsse (rot) befinden sich im zervikalen Drittel des Wurzelkanals. Kleine apikale Luftschlüsse sind durch einen Pfeil gekennzeichnet.

B₁: Vertikaler Ausschnitt der Zahnwurzel mit Ansicht auf das Wurzelkambium (dunkelgrau), den FRC-Stift (schwarz) und das Komposit (hellgrau) im Zementspalt

B₂: vergrößerter Ausschnitt: Luftschlüsse (rot) befinden sich im apikalen Drittel des Wurzelkanals. Kleine apikale Luftschlüsse sind durch einen Pfeil gekennzeichnet.

C₁: Vertikaler Ausschnitt der Zahnwurzel mit Ansicht auf das Wurzelkambium (dunkelgrau), den FRC-Stift (hellgrau mit dunkelgrauen Fasern) und das Komposit (hellgrau) im Zementspalt.

C₂: vergrößerter Ausschnitt: Luftschlüsse (rot) befinden sich im apikalen Drittel des Wurzelkanals.

D₁: Vertikaler Ausschnitt der Zahnwurzel mit Ansicht auf das Wurzelkambium (dunkelgrau), den FRC-Stift (weißgrau), das Komposit im Zementspalt und dem koronalen Kompositaufbau (beides hellgrau).

D₂: vergrößerter Ausschnitt: Luftschlüsse (rot) befinden sich im mittleren Drittel des Wurzelkanals. Apikale Luftschlüsse sind durch Pfeile gekennzeichnet.

E₁: Vertikaler Ausschnitt der Zahnwurzel mit Ansicht auf das Wurzelkambium (dunkelgrau), den FRC-Stift (hellgrau mit dunkelgrauen Fasern), den SAR-Zement im Zementspalt und den koronalen Kompositaufbau (beides hellgrau).

E₂: vergrößerter Ausschnitt: Luftschlüsse (rot) befinden sich im koronalen, mittleren und apikalen Drittel des Wurzelkanals.

4. Diskussion

4.1 Kurze Zusammenfassung der Ergebnisse

Ziel dieser Studie war es den Effekt drei verschiedener Vorbehandlungen, mit und ohne thermomechanische Alterung, auf die Haftwerte von Universal- und SE-Adhäsiven im Vergleich zu einem SAR-Zement zu untersuchen. Bei der Analyse der Ergebnisse wurden die Versagensmuster der Proben, ebenso wie die Hohlraum- und Hybridschichtbildung berücksichtigt.

Im Zusammenhang mit einer 99%igen Ethanolspülung konnten für die Befestigungssysteme LuxaBond Universal und RelyX Unicem 2 signifikant gesteigerte Haftwerte beobachtet werden. Die Kombination aus Clearfil DC Bond und AH Plus Cleaner ergab signifikant niedrigere Retentionswerte als eine Vorbehandlung mit Ethanol (99%).

Nach thermischer Alterung nahmen die Haftwerte der Adhäsivsysteme Futurabond U, Clearfil DC Bond und LuxaBond Universal signifikant ab. Dies stand im Zusammenhang mit einer Veränderung der Versagensmodi beim Push-out.

Die vorliegenden Ergebnisse wiesen außerdem daraufhin, dass das Universaladhäsiv LuxaBond Universal signifikant höhere Haftwerte erzeugte als alle anderen Befestigungssysteme, einschließlich der Kontrollgruppe. Die durchschnittlich niedrigste Retention wies das Universaladhäsiv Futurabond U auf.

4.2 Interpretation der Ergebnisse

Die in diesem Versuch untersuchten Universaladhäsive, LuxaBond Universal und Futurabond U, zeichneten sich durch unterschiedliche Interaktionen mit der Vorbehandlung und durch signifikant verschiedene Haftwerte aus.

LuxaBond Universal erzielte in diesem Experiment die höchsten Haftwerte. Zudem konnte eine positive Wirkung der 99%igen Ethanolspülung auf seine Retention zum Dentin beobachtet werden. Diese Resultate lassen sich mit einer Ethanol induzierten Fixierung des Kollagennetzwerkes (62) in Kombination mit einer erleichterten Infiltration und Polymerisation durch eine zweifache Adhäsivapplikation erklären. Letztere hatte in einer

vorangegangenen Studie einen positiven Einfluss auf die Scherhaftung von Universaladhäsiven (75). Die zusätzliche Lufttrocknung jeder einzelnen Adhäsivschicht sorgte laut Ito *et al.* zusätzlich für eine Erhöhung der Monomerkonzentration im Dentin, welche im Falle eines All-in-one-Adhäsives (1-Komponenten-1-Schritt-SE-Adhäsive) zu einer verbesserten Infiltration und einer ausgeprägten Hybridschicht beitrug (76). Dies spiegelte sich auch in den CLSM-Bildern der hier untersuchten Gruppe wider. Mit der 99%igen Ethanolspülung konnte eine markante Hybridschicht mit langen Adhäsivtags beobachtet werden, während die Aqua-Dest.-Vorbehandlung eine sehr dünne Hybridschicht mit sehr kurzen Tags erzeugte (Abbildung 12, B1 & B3). Auch die Vorbehandlung mit dem AH Plus Cleaner erzielte im Vergleich zur Kontrolle erhöhte Retentionswerte und generierte eine verbreiterte Hybridschicht mit einer Vielzahl an kürzeren und längeren Adhäsivtags (Abbildung 12, B2). Die Anwendung des AH Plus Cleaners sollte in diesem Versuchsaufbau sicherstellen, dass der Verbund zwischen den Adhäsiven/ dem SAR-Zement und der Kanalwand nicht durch Überreste des AH Plus Sealers inhibiert wird, wie zuvor beobachtet wurde (77). Im vorliegenden Versuch wurden grobe Verunreinigungen der Kanalwände mit Sealerresten durch eine Kontrolle unter dem Lichtmikroskop vermieden. Jedoch ergaben rasterelektronenmikroskopische Analysen (REM) von Demiryürek *et al.*, dass nach Stiftbettpräparation ein Smear Layer sowie Guttapercha und Sealerreste die Dentintubuli im μm Bereich verlegen (78). Da die Applikation eines SE-Adhäsivs in vorangegangenen Untersuchungen besagte Dentintubuli partiell freilegen konnte (78), kann angenommen werden, dass die zweifache Applikation des selbstätzenden LuxaBond Universals in Kombination mit dem AH Plus Cleaner ebenfalls mehr Dentintubuli für die adhäsive Infiltration freilegte, als eine Vorbehandlung mit Aqua Dest.

Die Retentionswerte der LuxaBond-Universal-Gruppe nahmen nach Alterung der Proben signifikant ab, während die Menge an kohäsivem Versagen im Wurzelstift leicht zunahm (Tabelle 2). Die Haftung zwischen Adhäsiv und Dentin sowie Stift und Komposit überstieg in diesem Fall die kohäsiven Kräfte der FRC-Matrix des Wurzelstiftes. Für die LuxaBond-Universal-Proben wurde ein vom Hersteller industriell vorsilanisierter FRC-Stift, der LuxaPost, verwendet (70). Es ist möglich, dass die standardisierten Laborbedingungen einen positiven Effekt auf den Silanhaftverbund hatten. Der Anstieg der kohäsiven Brüche im LuxaPost hingegen ist vermutlich auf eine hydrolytische Degradation des Verbundes zwischen den Glasfasern und der Polymermatrix des Stiftes während der Alterung zurückzuführen. Nach einjähriger Wasserlagerung kam es in einer früheren Studie unter In-vitro-Bedingungen zu einem vermehrten Herauslösen des Silanhaftvermittlers aus einem

FRC-Komposit (79). Angetrieben wurde dies durch eine Wasserabsorption, welche einen Ionenaustausch zwischen den Kationen des Wassers und den negativ geladene Si-O-Si-Ionen des Silans ermöglichte (79). Lassila *et al.* konnten außerdem signifikante Unterschiede zwischen verschiedenen FRC-Stiften bezüglich ihrer mechanischen Stabilität nach TC beobachten, welche mit großer Wahrscheinlichkeit auf die Art und den Gehalt an Glasfasern im FRC-Stift sowie deren Reaktion auf Spannungsstress zurückzuführen sind (80). Die vorliegende Studie ergab dazu kongruente Ergebnisse, da nur der Luxa-Post nach Alterung vermehrt kohäsive Brüche aufwies. Genauere Herstellerangaben über die Art der Glasfasern oder deren Volumenprozentanteil in der FRC-Matrix des LuxaPost liegen nicht vor (70).

Obwohl mit dem μ CT größere Hohlräume im mittleren Abschnitt des Stiftbettes und direkt um den Apex des Wurzelstiftes erkennbar waren (Abbildung 13, D2), hatte die Lokalisation der Proben in dieser Gruppe keinen Einfluss auf die Retention des FRC-Stiftes. Dies spricht zum einen für eine suffiziente Polymerisation des Komposits, bedingt durch eine ausreichende Lichttransmission des LuxaPosts, wie für ähnlich industriell vorsilanisierte Stifte nachgewiesen wurde (81). Zum anderen lässt sich daraus ein ausreichend stabiler adhäsiver Verbund zum Wurzeldentin ableiten.

Im Falle des Universaladhäsives Futurabond U konnte kein signifikanter Einfluss einer Vorbehandlung beobachtet werden. Dieser wurde womöglich durch das beigefügte funktionelle Monomer Hydroxyethylmethacrylat (HEMA) (82) relativiert. HEMA-Monomere zeichnen sich durch eine ausgeprägte Hydrophilie aus, welche dem Adhäsivgemisch eine verbesserte Penetration in feuchtes Dentin ermöglicht und nachweislich in einem stabilen Haftverbund resultierte (83, 84). Durch seine verbesserte Anpassung an feuchtes Dentin konnte Futurabond U vermutlich nur im geringen Maße von der zuvor mehrfach berichteten Ethanol-induzierten Wasservedunstung und Versteifung des Kollagennetzwerkes (58, 61) profitieren.

Die Haftwerte in der Futurabond-U-Gruppe nahmen nach Alterung der Proben signifikant ab, was mit einer Veränderung der Versagensmodi einherging. Initial traten vermehrt Brüche zwischen Dentin und Adhäsiv auf, während sich nach Alterung Frakturen zwischen Stift und Komposit häuften (Tabelle 2). Eine mögliche Ursache dafür liegt in der vom Hersteller empfohlenen (85) rein chemischen Polymerisation des Adhäsivs nach seiner Applikation in den Wurzelkanal. Als Folge dessen polymerisierte das Universaladhäsiv

Futurabond U langsamer als die übrigen drei ebenfalls dual-härtenden Adhäsive. Ähnliches konnten Faria-e-Silva *et al.* für zwei dualhärtende Adhäsive beobachten, welche in den ersten Minuten nach Applikation ohne Lichtpolymerisation eine sehr geringe Konversionsrate aufwiesen (86). Im vorliegenden Versuch wurde das Befestigungskomposit, Rebuilda DC, gemäß den Herstellerangaben, rasch appliziert und nach Stiftinsertion lichtinduziert polymerisiert. Durch die dabei entstehende Polymerisationsschrumpfung des Komposits, verstärkt durch den hohen C-Faktor der Stiftbettkavität (41), könnte sich das noch nicht vollständig konvertierte Futurabond U partiell von der Kanalwand gelöst haben. Vergleichbares beschrieben Davidson *et al.*, denen zufolge die Polymerisationsschrumpfung dual- und lighthärtender Komposite die Haftkraft von Adhäsiven in mehrwandigen Kavitäten leicht übersteigen kann (38). Eine andere Erklärung für einen eingeschränkten adhäsiven Verbund zum Wurzelstift kann die unvollständige Verdunstung des Adhäsiv-Lösungsmittels bieten. Vorangegangene Studien zeigten, dass solche Lösungsmittel selbst durch verlängerte (30 Sek.) Lufttrocknung nicht vollständig verdunsten (87) und die Polymerisation von Adhäsiven negativ beeinträchtigen (87, 88). Aus der Analyse der Bruchmodi lässt sich auch schlussfolgern, dass der durch einen Silanhaftvermittler (Ceramic Bond, VOCO) geschaffene Verbund zwischen Stift und Komposit durch die Alterung deutlich an Haftkraft verlor. Der meistverwendete Haftvermittler in der Zahnmedizin ist das hydrophobe γ -Methacryloxypropyl-Trimethoxysilan (MPS) (89), welches auch in Ceramic Bond enthalten ist (90). Laut Monticelli *et al.* zeigte ein MPS-haltiges Silan unter dem Rasterelektronenmikroskop (REM) nach Alterung (5.000 Zyklen TC, einmonatige Wasserlagerung bei 37°C) weder eine Abnahme der Haftwerte noch einen Verlust der Grenzflächenhaftung zwischen einem FRC-Stift und Rebuilda DC (91). Jedoch konnte eine Delamination der Glasfasern an der Oberfläche des FRC-Stiftes beobachtet werden (91). Durch hydrothermale Alterung von FRC-Stiften kam es außerdem nachweislich zu Rissen (als Folge von osmotischen Prozessen) und zur Auflösung des Haftverbundes an der Grenzfläche von Glasfasern und Polymermatrix (92). Diese Form der hydrolytischen Degradation kann im vorliegenden Versuch ebenfalls einen Teil zum Haftverlust an der Oberfläche des Wurzelstiftes beigetragen haben.

Apikale Futurabond-U-Proben ergaben in dieser Studie signifikant höhere Haftwerte als mittlere, unterschieden sich jedoch kaum von koronalen Proben. Dies könnte im Zusammenhang mit dem Hohlraumvorkommen im Komposit Rebuilda DC stehen, welches sich durch die größte Anzahl an kleinen Lufteinschlüssen auszeichnete, die vermehrt im koronalen und mittleren Abschnitt der Wurzel zu finden waren (Tabelle 3). Zugleich ergab

die exemplarische μ CT-Analyse eine Häufung von Blasen im koronalen Wurzelabschnitt (Abbildung 13, A2). Nachteile von luftgefüllten Hohlräumen innerhalb von Kompositaufbauten sind unter anderem eine größere Abnutzung durch Spannungsspitzen an den Grenzflächen der Hohlräume, eine Abnahme der Biegefestigkeit des Materials und eine unvollständige Adhäsion zum Dentin (93, 94). Daher kann angenommen werden, dass ungünstig gelegene Hohlräume in dieser Gruppe zu einer Abnahme der adhäsiven Haftung beim Push-out beigetragen haben, wie es Silva *et al.* zuvor beobachteten (95).

In der Clearfil-DC-Bond-Gruppe fielen die Haftwerte der AH-Plus-Cleaner-Proben signifikant niedriger aus als die der Ethanol-Proben. Ein signifikanter Unterschied zwischen der Kontrollgruppe und der Ethanolspülung konnte nicht beobachtet werden. Die CLSM-Bilder unterstützen diese Ergebnisse, da die AH-Plus-Cleaner-Proben in dieser Gruppe die dünnste Hybridschicht aufwiesen (Abbildung 12, A2). Der AH Plus Cleaner besteht aus einer Lösung von Ethanol, tertiärem Butanol und Wasser (73) und sollte laut Herstellerangaben sorgfältig aus dem Kanal entfernt werden, um eine Beeinträchtigung der Adhäsion vorzubeugen (73). Daher wurde im vorliegenden Versuch mit 2,5 ml Aqua Dest. nachgespült. Rückstände des Cleaners sind jedoch nicht auszuschließen und könnten durch den niedrigen Dampfdruck des tertiären Butanols (niedriger als Ethanol) (96) die eigene Verdunstung und die des Aqua Dest. aus dem Wurzelentin eingeschränkt haben. Zusätzlich enthält das dualhärtende SE-Adhäsiv Clearfil DC Bond HEMA, welches nachweislich den Dampfdruck von Wasser absenkt (97), was eine Verdunstung zusätzlich behindert. Eine ähnliche Theorie stellten Münchow *et al.* auf, die ebenfalls niedrige Haftwerte für ein HEMA-haltiges Adhäsiv mit einem tert-Butanol-Lösungsmittel beobachteten (98). Jedoch beinhalten auch die beiden Universaladhäsive Futurabond U und LuxaBond Universal HEMA. Das Ausbleiben einer negativen Wechselwirkung zwischen diesen Adhäsiven und dem AH Plus Cleaner im vorliegenden Versuch gründet womöglich in der Zusammensetzung der Adhäsivgemische, welche die Wirkung der einzelnen funktionellen Monomere laut Chen *et al.* entscheidend modifizieren kann (50).

In der vorliegenden Studie traten mit dem Clearfil DC Bond sowohl initial als auch nach Alterung vermehrt Brüche zwischen dem FRC-Stift und dem Komposit Clearfil DC Core Plus auf (Tabelle 2). Der langanhaltend stabile adhäsive Verbund zum Wurzelentin beruht mit hoher Wahrscheinlichkeit auf der Wirkung des in Clearfil DC Bond enthaltenen 10-MDP. Zum einen bildet dieses funktionelle Monomer mit der Zahnhartsubstanz in

wässriger Lösung schwer lösliche Calciumsalze, die nach dem Adhäsions-Dekalzifizierungs-Konzept (45) für eine stabile chemische Bindung sorgen (48). Zum anderen zeichnet es sich durch eine starke Hydrophobie aus (51), wodurch es weniger anfällig für Wasserabsorption und hydrolytische Degradation ist, und somit die Langlebigkeit des adhäsiven Verbundes unterstützt (99). Eine mögliche Erklärung für den verminderten Verbund zum FRC-Stift könnte in einer Interaktion der Bestandteile des Silans Clearfil Ceramic Primer liegen, welches 10-MDP und MPS enthält (100). Yuan *et al.* beobachteten, dass eine solche Mischung die Bildung von 10-MDP-Salzen inhibieren kann, was langfristig in Nanoleakage und einer verminderten Beständigkeit des adhäsiven Verbundes resultierte (101).

Die Proben dieser Gruppe zeigten außerdem einen signifikanten Abfall der Haftwerte im apikalen Anteil der Stiftbettkavität. Neben kleinen Luftschlüssen wurden vermehrt große Hohlräume im apikalen Abschnitt des Wurzelkanals beobachtet (Tabelle 3), was mit den Ergebnissen des μ CTs korreliert (Abbildung 2, c in Kosan *et al.*, 2021 (66)). Im vorliegenden Fall könnten ungünstig gelegene Hohlräume die Haftfläche zum Dentin bzw. dem Wurzelstift reduziert und den Haftverbund vermindert haben. Ähnliches konnte in einer Studie von Silva *et al.* beobachtet werden (95). Ebenso kann eine verringerte Konversionsrate der Monomere im Clearfil DC Core Plus in den tiefen Abschnitten des Wurzelkanals Ursache dieser Beobachtung sein. Forschungsergebnisse wiesen darauf hin, dass die Lichtintensität bei der Zementierung eines transluzenten FRC-Stiftes in den apikalen Arealen deutlich abnimmt (102, 103) und für eine suffiziente Polymerisation nicht ausreichend ist (102). Zudem scheint die Intensität des transmittierten Lichtes vom Stift abhängig zu sein (102). Daher war die Retention der Wurzelstifte in den apikalen Kanalregionen nicht in jeder hier untersuchten Gruppe vermindert.

Die Vorbehandlungen hatte auf die Haftwerte der Gradia-Core-SE-Bond-Proben wahrscheinlich keinen signifikanten Einfluss, da das Adhäsiv verhältnismäßig kurz in das Wurzelzementin einmassiert und anschließend für 30 Sek. im Kanal belassen wurde (104). Vorangegangene Forschungsarbeiten konnten belegen, dass ein Einmassieren von SE-Adhäsiven in einer verbesserten Infiltration und gesteigerten Retention resultierte (105, 106). Ein positiver Einfluss der Ethanol-Vorbehandlung auf die Stabilität des Kollagennetzwerkes und die Reduktion von Wasser aus demselben (58, 61) könnte also durch das kurze Einmassieren vermindert worden sein.

Sowohl initial als auch nach Alterung trat in dieser Gruppe primär ein Versagen zwischen dem GC Fiber Post und dem Gradia-Core-Komposit auf (Tabelle 2). In einer anderen Studie (107) wurde die Biegefestigkeit des GC Fiber Posts nach Applikation des Silans GC Ceramic Primer (ein Vorgänger des Ceramic Primer II, der in der vorliegenden Studie Anwendung fand) untersucht. Dabei zeigte sich, ähnlich zu den vorliegenden Ergebnissen, ein gehäuftes adhäsives Versagen an der Oberfläche des FRC-Stiftes (107). Der verhältnismäßig stabile Verbund des Gradia Core SE Bond zum Dentin könnte in seinen funktionellen Monomeren begründet sein, welche einen zusätzlichen chemischen Verbund zum HAp des Dentins herstellen können (48).

In der Gradia-Core-SE-Bond-Gruppe konnten signifikant höhere Haftwerte im koronalen Wurzelabschnitt im Vergleich zu den mittleren und apikalen Arealen beobachtet werden. Da ein aktives Einmassieren von Adhäsiven laut Amaral *et al.* zur Verdunstung ihrer Lösungsmittel beiträgt (108), könnte ein kurzes Einmassieren des Gradia Core SE Bond zu vermehrten Rückständen von Wasser beigetragen haben, welches für die selbststützende Funktion von SE-Adhäsiven beigefügt wird (109). In den apikalen Anteilen des Stiftbettes könnte sich überschüssiges Wasser gesammelt haben, welches, wie von Mjör *et al.* berichtet, durch die Enge der Kavität schwerer zu entfernen ist (110). Dadurch kam es sicherlich zu einer Beeinträchtigung der Polymerisation und zu einem Herauslösen von Monomeren aus der sich formenden Hybridschicht. Andere Studien konnten belegen, dass diese hydrolytische Degradation in einer verminderten Adhäsion zum Wurzelzementin resultierte (57, 111). Darüber hinaus kann eine eingeschränkte Transmission des Polymerisationslichtes entlang des GC Fiber Posts zu einer verminderten Polymerisation des Gradia-Core-Komposits beigetragen haben. Goracci *et al.* beobachteten eine Abnahme der Lichtintensität von koronal nach apikal entlang eines GC Fiber Posts, wobei lediglich das Areal um die Spitze des Stiftes eine hohe Lichtintensität aufwies (81). Im vorliegenden Experiment wurden die GC Fiber Posts jedoch bis zu einer Tiefe von 10 mm in den Wurzelkanal inseriert und in jeweils 6 Scheiben (1 mm Durchmesser) für den Push-out-Test zersägt. Folglich wurde das Areal direkt um die Spitze des GC Fiber Posts in diesem Versuchsaufbau nicht untersucht.

Auch in dieser Gruppe konnten mit dem μ CT größere Hohlräume um das apikale Drittel des Wurzelstiftes beobachtet werden. Dies lässt sich vermutlich auf einen deutlich verbreiterten Zementspalt in diesem Wurzelareal zurückführen (Abbildung 13, C2), da Beobachtungen darauf hinwiesen, dass sich Lufteinschlüsse vermehrt in dicken Zement-

schichten häufen (112). Laut einer Studie über SAR-Zemente, kann eine breitere Zementschicht durch einen höheren Schrumpfstress des Materials und den hohen C-Faktor im Wurzelkanal (41) in niedrigeren Haftwerten resultieren als ein schmaler Zementspalt (113). Es kann davon ausgegangen werden, dass die genannten Faktoren synergistisch zu den niedrigen Haftwerten im apikalen Abschnitt des Wurzelkanals beitragen.

In der Kontrollgruppe RelyX Unicem 2 zeigte sich ein signifikant positiver Effekt der Ethanol-Vorbehandlung auf die Haftwerte im Vergleich zu der Kontrolle mit Aqua Dest. Dies spiegelte sich auch in den CLSM-Bildern wider. Die 99%ige Ethanolspülung trug zu einer Versteifung des Kollagennetzwerkes (62) im Wurzelentin bei, wodurch sich, verglichen mit der Aqua-Dest.-Spülung, prominente und lange Tags aus SAR-Zement formierten (Abbildungen 12, C1 & C3). Ein ähnlich positiver Einfluss einer 60-sekündigen 99%igen Ethanolspülung auf die Haftwerte von RelyX Unicem 2 konnte im Vergleich zu einer 2%igen Chlorhexidinspülung beobachtet werden (114). Nachfolgende Forschungsergebnisse konnten den positiven Einfluss von Ethanol auf die Haftkraft des Materials jedoch nur im apikalen Abschnitt des Wurzelkanals nachweisen (115).

Die Adhäsion des SAR-Zementes zum Dentin beruht neben einer mikromechanischen Verzahnung auch auf einer Interaktion seiner sauren Monomere mit dem HAp des Dentins (116). In der vorliegenden Arbeit blieb dieser Verbund daher ungeachtet der Probenalterung stabil. Dies ist kongruent zu den Ergebnissen einer Studie mit RelyX Unicem, welches 5.000 Zyklen TC ausgesetzt wurde (117).

Die Versagensmodi waren in dieser Gruppe initial überwiegend gemischt, nach Lagerung zeigte sich jedoch ein merklicher Anstieg des Versagens zwischen SAR-Zement und Stift (Tabelle 2). Eine mögliche Ursache für das Versagen an dieser Haftfläche ist der rein mikromechanische Verbund zwischen FRC-Stift und RelyX Unicem 2. Eine zusätzliche Silanisierung konnte im Rahmen einer anderen Studie hingegen nachweislich zu einer Steigerung der Haftung zwischen FRC-Stift und SAR-Zement beitragen (118). Mit der Aqua-Dest.-Vorbehandlung traten initial und nach Alterung vermehrt Brüche am Dentin auf, während die mit Ethanol vorbehandelten Proben häufig zwischen Stift und Komposit brachen (Tabelle 3). Ähnliches stellten Bitter *et al.* für das gleiche Befestigungsmaterial in Kombination mit derselben Vorbehandlung fest (114). Diese Beobachtungen unterstützen die These, dass der adhäsive Verbund des RelyX Unicem 2 zum Wurzelentin von einer Ethanolapplikation profitierte.

Die Haftwerte der RelyX-Unicem-2-Gruppe fielen in den mittleren und apikalen Arealen der Stiftbettkavität signifikant höher aus als im koronalen Anteil. Im Hinblick auf neue Erkenntnisse über eine Abnahme der Konversionsrate von SAR-Zementen in tieferen Arealen des Wurzelkanals (119) erscheint dieses Ergebnis zunächst paradox. Andere Forschungsgruppen kamen jedoch zu ähnlichen Ergebnissen (113, 120-122). Laut derer profitiere die Haftung von SAR-Zementen zum Wurzeldentin weniger von der Anzahl an Dentintubuli, die in den apikalen Regionen des Wurzelkanals vermindert ist (52), sondern beruhe auf dem Vorkommen von kompaktem Dentin (121, 122). Dies basiert vermutlich auf einer Interaktion der sauren Monomere des SAR-Zements mit dem HAp des Dentins (116). Unterstützt wird diese Theorie durch eine vergleichsweise geringe Infiltration des SAR Zementes in die Dentintubuli, wie die CLSM-Bilder der vorliegenden Arbeit veranschaulichen (Abbildung 12, C1-3). Als hydrophiles Polymer zeichnet sich RelyX Unicem 2 außerdem durch eine erhöhte Toleranz gegenüber Wasser aus (116), welches häufig im apikalen Stiftbett zurückbleibt (110). Zusätzlich wurde im Rahmen einer anderen Studie eine sog. „hygroskopische Expansion“ (Ausdehnung aufgrund der Absorption von Feuchtigkeit) des SAR-Zementes bei Wasserlagerung beobachtet (123), welche laut anderer Autoren zu vermehrter Friktion und dadurch zu höheren Haftwerten bei Push-out führte (124, 125). Daneben kommt es beim Push-out zu einem Friktionswiderstand durch eine Poisson'sche Expansion der Proben unter Kompression (125), welche potenziell zu einer Steigerung der apikalen Haftwerte beitragen kann.

In der vorliegenden Studie bildete sich eine Vielzahl an größeren Hohlräumen im Material RelyX Unicem 2 (Tabelle 3). Diese waren laut der μ CT-Analyse auf allen drei Arealen des Wurzelkanals verteilt (Abbildung 13, E2) und traten auch direkt unterhalb des Wurzelstiftes sowie um seine Spitze herum auf (Fig. 2, i in Kosan *et al.*, 2021 (66)). Dennoch zeichnete sich diese Gruppe durch die zweit höchsten Haftwerte beim Push-out aus. Somit korrelierten die Anzahl und Verteilung der Hohlräume in dieser Gruppe nicht mit ihren Retentionswerten. Ähnliches wurde durch vorangegangene Untersuchungen bestätigt (126, 127), die zusätzlich daraufhin wiesen, dass das Blasenvorkommen in SAR-Zementen von der Applikationsmethode abhängig ist (127).

4.3 Einbettung der Ergebnisse in den bisherigen Forschungsstand

In der vorliegenden Studie war der Einfluss einer Dentinvorbehandlung (99% Ethanol/AH Plus Cleaner) auf die adhäsive Verankerung von FRC-Wurzelstiften von den verwendeten Befestigungssystemen abhängig. Diese Beobachtung ist kongruent zu den Ergebnissen eines aktuellen systematischen Reviews (128), welches jedoch auch zu dem Schluss kam, dass die Haftung von Stiften zum Wurzelentin unabhängig von der Befestigungsstrategie (SE- /ER-Adhäsive oder SAR-Zement), von einer Ethanolvorbehandlung (70-100%) im Vergleich zu einer Kontrollgruppe (0,9% NaCl / Aqua Dest./ keine VB) profitierte (128).

Ein anderes systematisches Review untersuchte die Retention von Universaladhäsiven auf Dentin basierend auf In-vitro-Ergebnissen und schlussfolgerte, dass u.a. ein Ethanol Wet-Bonding, eine verlängerte Lufttrocknung (> 10 S) sowie eine Mehrfachapplikation (2 oder mehr Schichten) für die Anwendung dieser Adhäsivklasse, unabhängig von den Herstellerangaben, zu empfehlen sind (129). Diese Erkenntnisse überschneiden sich nur zum Teil mit denen der vorliegenden Studie, in der das LuxaBond Universal durch eine zweifache Applikation und in Kombination mit einer 99%igen Ethanolspülung signifikant höhere Haftwerte erzielte als das einmal applizierte Futurabond U.

In der vorliegenden Arbeit korrelierte die Ausprägung der Hybridschichten der untersuchten SE-Adhäsive und des SAR-Zementes nur in einigen Fällen mit den *in vitro* erzeugten Haftwerten, was durch Ergebnisse von Perdigão et al. (130) unterstützt wird. Vielmehr hatte die Ethanolvorbehandlung im Vergleich zu der Aqua-Dest.-Spülung in vielen Gruppen einen positiven Effekt auf die Dicke der Hybridschicht und die Ausprägung bzw. die Kontinuität der Adhäsivtags. Dies lässt sich mit einer Ethanol assoziierten Verdunstung von Wasser aus dem Wurzelentin erklären (61), da eine Reduktion von intrinsischem Wasser aus dem Dentin die Ausprägung von Hybridschichten von ER- und SE-Adhäsiven nachweislich positiv beeinflussen konnte (131).

Ein Einfluss von Lufteinschlüssen auf die Haftung der FRC-Stifte zum Wurzelentin konnte im vorliegenden Versuch nicht eindeutig bestätigt werden. Die aktuelle Literatur liefert ebenfalls widersprüchliche Ergebnisse (95, 126, 132). Besonders die Wirkung von Hohlräumen, die sich um die Spitze des Wurzelstiftes bildeten, konnte mit dem vorliegenden Versuchsaufbau nicht ausreichend untersucht werden. Moshonov *et al.* beobachteten eine hohe Prävalenz für das Auftreten von Hohlräumen zwischen Wurzelstift und Gut-

tapercha und leiteten daraus negative Konsequenzen für die Stabilität des Stift-Stumpfaufbaus ab (133). Der begrenzte Raum des apikalen Stiftbettes biete wenig Ausweichmöglichkeiten für unter Belastung hervorgerufene Spannungen. In Kombination mit Lufteinschlüssen komme es daher zu einer Abnahme der Retentionskraft im apikalen Wurzelabschnitt (95).

4.4 Stärken und Schwächen der Studie

Zu den Stärken der vorliegenden Studie gehört unter anderem das gewählte Studiendesign. Durch die Anwendung von sog. Mikro-Push-outs (Probendicke 1 mm), konnten die Retentionswerte in verschiedenen Regionen des Wurzelkanals getestet werden (134). Im Gegensatz zu Mikrozugversuchen zeichnen sich diese Push-out-Versuche durch eine geringere Datenvariabilität aus und sind in der Lage, auch niedrigere Haftwerte zuverlässig aufzuzeichnen (134, 135). Die dabei entstehenden Scherkräfte erzeugen außerdem Spannungen, die auch unter klinischen Bedingungen zu beobachten waren (136). Bei diesem Versuchsdesign entsteht jedoch ein Friktionswiderstand durch die Poisson'sche Expansion des Stiftes unter Kompression (125), der bei der Bewertung der Ergebnisse berücksichtigt werden sollte.

Um die Langlebigkeit der ausgewählten Materialien zu untersuchen, wurde eine artifizielle Alterung der Proben durchgeführt. Neben der Simulation einer Speichlexposition der Materialien durch die Lagerung in 0,9%igem NaCl (137) sollte die thermische Wechsellast eine klinische Beanspruchung simulieren (122). Dabei wurden die Proben durch wiederholte thermische Expansion und Kontraktion Stress ausgesetzt, der primär die Adhäsion zwischen dem Wurzelentin und den Befestigungsmaterialien belastet (50). Bei einem TC von 10.000 Zyklen kann davon ausgegangen werden, dass die Proben einer klinischen Belastung von ca. 1 Jahr ausgesetzt werden (138). Demnach konnten die für diese Studie gewählten 6.000 Zyklen eine physiologische Alterung von ca. 6 Monaten simulieren.

Daneben zeichnet sich die vorliegende Studie durch qualitative Untersuchungen mit der CLSM und dem μ CT aus. Die visuelle Darstellung der Hybridschichten und der Hohlraumverteilung der einzelnen Befestigungsmaterialien konnte, wenn auch exemplarisch, zum Verständnis der Interaktion zwischen den Befestigungsmaterialien und dem Dentin beitragen und gab die Möglichkeit, den Zusammenhang zwischen Hohlraumformierung

und Haftung näher zu beleuchten. Für die CLSM wurden fluoreszierende Farbstoffe verwendet, die preiswert, wasserfest und außerdem in der Lage sind, die Lokalisation eines Probenbestandteils auch im verdünnten Zustand korrekt darzustellen (138, 139). Eine wichtige Voraussetzung für die Fluoreszenzmikroskopie ist die Auswahl von Farbstoffen, welche unterschiedliche Exzitations- und auseinanderliegende Emissions-Spektren besitzen (140), wie es für das FITC und das RITC in diesem Versuch der Fall war. Die Anwendung des μ CT zur Untersuchung der Proben auf ihr Blasenvorkommen bietet ebenfalls mehrere Vorteile. Zum einen können die Proben auf eine non-invasive Art und Weise mehrmals gescannt und die Innen- und Außenflächen der Proben separat betrachtet werden (141). Zum anderen ist es möglich, mit Hilfe von Verarbeitungssoftware wie CTVox die Opazität der einzelnen Strukturen zu regulieren und basierend auf ihren unterschiedlichen Dichten die luftgefüllten Hohlräume im Stift-Stumpfaufbau farblich darzustellen (142).

Eine mögliche Schwäche der vorliegenden Arbeit ist die Anwendung von verschiedenen Adhäsiven, Stiften und Befestigungskompositen. Durch die hohe Anzahl an Variablen kam es zu Interaktionen, welche jedoch bei der Datenanalyse besonderes berücksichtigt und anschließend ausführlich diskutiert wurden. Außerdem sind die Befestigungssysteme in sich kompatibel und ihre einzelnen Komponenten laut der Hersteller aufeinander abgestimmt. Daher wurde im vorliegenden Versuch darauf verzichtet, die untersuchten Adhäsive mit ein und demselben Komposit oder Wurzelstift zu kombinieren. Vielmehr sollte durch das strikte Einhalten der Herstellervorgaben die Wirkung unterschiedlicher Dentinvorbehandlungen auf die Befestigungsmaterialien unter praxisnahen Bedingungen untersucht werden.

Der experimentelle Charakter der vorliegenden Studie lässt trotz der ausführlichen Beschreibung und transparenten Darstellung der Methodik keine 100%ige Reproduzierbarkeit zu. Zudem ist die Übertragung von In-vitro-Ergebnissen auf klinische Fragestellungen nur in eingeschränktem Maße möglich. Auch dies könnte als Kritikpunkt gewertet werden.

4.5 Implikationen für Praxis und/oder zukünftige Forschung

Eine ein-minütige Vorbehandlung der Stiftbettkavität mit 99% Ethanol kann wegen ihrer schnellen und unkomplizierten Handhabung auf Basis der vorliegenden Ergebnisse für alle untersuchten Materialien, einschließlich der zwei Universaladhäsive, empfohlen werden. Eine Reinigung der Stiftbettkavität mit dem AH Plus Cleaner vor Stiftzementierung kann zum Beispiel bei unter dem Operationsmikroskop erkennbaren AH-Plus-Sealer-Überresten Anwendung finden. Dabei sollte jedoch durch ein großzügiges Nachspülen mit einem neutralen Medium, wie Wasser, sichergestellt werden, dass keine Überreste des Cleaners im Kanal verbleiben und die Adhäsion beeinträchtigen. Die genauen Mechanismen der Interaktion des AH Plus Cleaners mit einigen Adhäsivbestandteilen, wie HEMA, bedürfen weiterer Untersuchungen.

Aus klinischer Sicht lässt sich ein Versagen des Verbundes zwischen FRC-Stift und Wurzelkanalentin häufig auf einen unvollständigen oder unzureichenden adhäsiven Verbund zurückführen (27, 28). Dies konnte durch die Analyse der Frakturmuster in der vorliegenden Arbeit überwiegend bestätigt werden. Jedoch kam es bei den LuxaBond-Universal-Proben nach Alterung vermehrt zu einem kohäsiven Versagen innerhalb des Wurzelstiftes. Daraus lässt sich folgern, dass die Stiftmatrix einiger FRC-Stifte anfällig für eine Wasserabsorption und Degradation ihres adhäsiven Verbundes ist. Eine längere direkte Exposition des Stift-Stumpfaufbaus mit Speichel oder flüssigen Medien sollte daher durch klinische Maßnahmen vermieden werden.

Im vorliegenden Versuch spielten außerdem Faktoren wie die funktionellen Monomere der Befestigungsmaterialien, Dauer und Art ihrer Applikation und der Aushärtungsmodus für die Langzeithaftung der FRC-Stifte eine wichtige Rolle. Neben der Applikation einer zweiten Adhäsivschicht und einer lichtinduzierten Aushärtung, erwies sich ein längeres Einmassieren als förderlich für die Haftung selbstkonditionierender Adhäsive zum Wurzelentin. Aus klinischer Sicht sind verlängerte oder zusätzliche Arbeitsschritte zeit- und damit indirekt kostenintensiver. Daher sollte ein Kompromiss gefunden werden, die Handhabung so einfach wie möglich und dadurch weniger fehleranfällig zu gestalten, ohne die adhäsive Haftung des FRC-Stiftes zu reduzieren.

Zusätzlich sollten weitere klinische Studien zur Überprüfung der Ergebnisse unter In-vivo-Bearbeitung durchgeführt werden.

5. Schlussfolgerungen

Die Nullhypothese der Studie lautete: Weder die Vorbehandlung, das Befestigungssystem noch die Alterung haben einen Einfluss auf die Haftkraft und die Versagensmodi der Proben. Es besteht außerdem keine Korrelation zwischen den Lufteinschlüssen und der Retention der Wurzelstifte.

Diese konnte in mehreren Fällen widerlegt werden. Eine 99%ige Ethanol-Vorbehandlung hatte einen positiven Einfluss auf die Haftwerte eines selbstkonditionierten Universaladhäsives (LuxaBond Universal), kombiniert mit einem Core Build-Up Material, ebenso wie auf die eines SAR-Zements (RelyX Unicem 2). Beide zeichneten sich durch einen sehr stabilen Verbund zum Dentin aus, welcher sich in hohen Haftwerten, sogar in den apikalen Anteilen des Stiftbettes, widerspiegelte. Eine zusätzliche Entfernung von Sealerresten mit dem AH Plus Cleaner konnte in Kombination mit dem LuxaBond Universal ebenfalls erhöhte Haftwerte erzielen. Diese Beobachtungen beruhen wahrscheinlich auf der Mehrfachapplikation des Universaladhäsives. Bei den übrigen Adhäsivsystemen zeichnete sich weder ein positiver noch ein negativer Effekt der Ethanol-Vorbehandlung ab. Die Wirkung einer 60 Sekunden langen Applikation von 99%igem Ethanol scheint daher vom verwendeten Adhäsivsystem abhängig zu sein.

Die artifizielle Alterung der Proben erzeugte in einigen Gruppen einen signifikanten Abfall der Haftwerte. Dieser Effekt trat im Falle der beiden Universaladhäsive auf und ging mit einem Verlust des adhäsiven Verbundes zum Dentin (Futurabond U) bzw. des kohäsiven Verbundes im FRC-Stift (LuxaBond Universal) einher. Unter klinischen Bedingungen wird es wahrscheinlich nicht zu einer vergleichbar langen Exposition des Stift-Stumpf-Aufbaus mit Speichel kommen, da die koronalen Restaurationen der Zähne dies vermeiden sollen. Dennoch empfiehlt es sich die Langzeitperformance dieser Materialien unter In-vivo-Belastung weiter zu erforschen.

Die qualitative Analyse der Hybridschichten gab Aufschluss über die Penetrationstiefen der Adhäsive bzw. des SAR-Zementes in das Wurzel dentin. Auf der einen Seite konnte bei der doppelten Applikation des LuxaBond Universals eine deutlich verbreiterte Hybridschicht beobachtet werden. Auf der anderen Seite zeichnete sich die Kontrollgruppe, RelyX Unicem 2, durch eine fehlende Hybridschicht und eine sehr geringe Infiltration in das Wurzel dentin aus, obwohl diese Gruppe die zweithöchsten Haftwerte erzielte. Hier lässt

sich schlussfolgern, dass die Ausprägung der Hybridschicht nicht immer mit der Haftkraft des Befestigungssystems beim Push-out korreliert.

Der Vergleich der dreidimensionalen und zweidimensionalen Analyse der Blasenvorkommen ergab, dass das Auftreten und die Position luftgefüllter Hohlräume nur in einigen Fällen mit einer Abnahme der Retentionwerte einherging. Ein allgemein negativer Effekt von Lufteinschlüssen auf die Haftung von FRC-Stiften lässt sich davon nicht ableiten. Welche langfristigen Konsequenzen die Blasenbildung auf die Retention eines FRC-Stiftes im Wurzelkanal hat, sollte durch weitere klinische Studien untersucht werden.

Mit Rücksicht auf den In-vitro-Charakter der Studie, kann der Einsatz einer 99%igen Ethanolspülung als Vorbehandlung für alle untersuchten Materialien empfohlen werden.

Literaturverzeichnis

1. Gillen BM, Looney SW, Gu L-S, Loushine BA, Weller RN, Loushine RJ, Pashley DH, Tay FR. Impact of the quality of coronal restoration versus the quality of root canal fillings on success of root canal treatment: a systematic review and meta-analysis. *Journal of endodontics*. 2011;37(7):895-902.
2. Barsness BD, Roach SH. Endodontic Considerations for the Restoration of Endodontically Treated Teeth. In: Perdigão J, editor. *Restoration of Root Canal-Treated Teeth: An Adhesive Dentistry Perspective*. Cham, Springer International Publishing; 2016. p. 1-24.
3. Soares CJ, Soares PV, Santos-Filho PCF, Castro CG, Magalhaes D, Versluis A. The Influence of Cavity Design and Glass Fiber Posts on Biomechanical Behavior of Endodontically Treated Premolars. *Journal of Endodontics*. 2008;34(8):1015-1019.
4. Tang W, Wu Y, Smales RJ. Identifying and Reducing Risks for Potential Fractures in Endodontically Treated Teeth. *Journal of Endodontics*. 2010;36(4):609-617.
5. Stockton LW. Factors affecting retention of post systems: A literature review. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 1999;81(4):380-385.
6. Hayashi M, Takahashi Y, Imazato S, Ebisu S. Fracture resistance of pulpless teeth restored with post-cores and crowns. *Dental Materials*. 2006;22(5):477-485.
7. Al-Wahadni AM, Hamdan S, Al-Omiri M, Hammad MM, Hatamleh MM. Fracture resistance of teeth restored with different post systems: in vitro study. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology*. 2008;106(2):e77-e83.
8. Eichner K, Kappert HF. Eigenschaften der NEM-Legierungen. In: Kappert HF, editor. *Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung*. 8 ed. Stuttgart, Georg Thieme Verlag; 1983. p. 314.
9. Naumann M, Sterzenbach G, Pröschel P. Evaluation of load testing of postendodontic restorations in vitro: Linear compressive loading, gradual cycling loading and chewing simulation. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*. 2005;74B(2):829-834.
10. Kinney JH, Marshall SJ, Marshall GW. The Mechanical Properties of Human Dentin: a Critical Review and Re-evaluation of the Dental Literature. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine*. 2003;14(1):13-29.
11. Maccari PC, Conceição EN, Nunes MF. Fracture resistance of endodontically treated teeth restored with three different prefabricated esthetic posts. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al]*. 2003;15(1):25-30; discussion 31.
12. Santos-Filho PCF, Veríssimo C, Raposo LHA, Noritomi MPY, Marcondes Martins LR. Influence of Ferrule, Post System, and Length on Stress Distribution of Weakened Root-filled Teeth. *Journal of Endodontics*. 2014;40(11):1874-1878.
13. Nakamura T, Ohyama T, Waki T, Kinuta S, Wakabayashi K, Mutobe Y, Takano N, Yatani H. Stress Analysis of Endodontically Treated Anterior Teeth Restored with Different Types of Post Material. *Dental materials journal*. 2006;25(1):145-150.
14. Fokkinga WA, Kreulen CM, Vallittu PK, Creugers NH. A structured analysis of in vitro failure loads and failure modes of fiber, metal, and ceramic post-and-core systems. *The International journal of prosthodontics*. 2004;17(4):476-482.
15. Martínez-Insua A, da Silva L, Rilo B, Santana U. Comparison of the fracture resistances of pulpless teeth restored with a cast post and core or carbon-fiber post with a composite core. *J Prosthet Dent*. 1998;80(5):527-532.

16. Akkayan B, Gülmez T. Resistance to fracture of endodontically treated teeth restored with different post systems. *J Prosthet Dent.* 2002;87(4):431-437.
17. Dean JP, Jeanson BG, Sarkar N. In vitro evaluation of a carbon fiber post. *J Endod.* 1998;24(12):807-810.
18. 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. *Journal of prosthodontics : official journal of the American College of Prosthodontists.* 2001;10(1):26-36.
19. Jung RE, Kalkstein O, Sailer I, Roos M, Hämmerle CH. A comparison of composite post buildups and cast gold post-and-core buildups for the restoration of nonvital teeth after 5 to 10 years. *The International journal of prosthodontics.* 2007;20(1):63-69.
20. Sterzenbach G, Franke A, Naumann M. Rigid versus Flexible Dentine-like Endodontic Posts—Clinical Testing of a Biomechanical Concept: Seven-year Results of a Randomized Controlled Clinical Pilot Trial on Endodontically Treated Abutment Teeth with Severe Hard Tissue Loss. *Journal of Endodontics.* 2012;38(12):1557-1563.
21. Sarkis-Onofre R, Jacinto RC, Boscato N, Cenci MS, Pereira-Cenci T. Cast metal vs. glass fibre posts: a randomized controlled trial with up to 3 years of follow up. *J Dent.* 2014;42(5):582-587.
22. Naumann M, Preuss A, Frankenberger R. Reinforcement effect of adhesively luted fiber reinforced composite versus titanium posts. *Dental Materials.* 2007;23(2):138-144.
23. 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. *Journal of Endodontics.* 2017;43(11):1770-1775.
24. Wang X, Shu X, Zhang Y, Yang B, Jian Y, Zhao K. Evaluation of fiber posts vs metal posts for restoring severely damaged endodontically treated teeth: a systematic review and meta-analysis. *Quintessence international (Berlin, Germany : 1985).* 2019;50(1):8-20.
25. Sarkis-Onofre R, Amaral Pinheiro H, Poletto-Neto V, Bergoli CD, Cenci MS, Pereira-Cenci T. Randomized controlled trial comparing glass fiber posts and cast metal posts. *J Dent.* 2020;96:103334.
26. Bruhnke M, Wierichs RJ, von Stein-Lausnitz M, Meyer-Lückel H, Beuer F, Naumann M, Sterzenbach G. Long-term Survival of Adhesively Luted Post-endodontic Restorations. *J Endod.* 2022;48(5):606-613.
27. Rasimick BJ, Wan J, Musikant BL, Deutsch AS. A Review of Failure Modes in Teeth Restored with Adhesively Luted Endodontic Dowels. *Journal of Prosthodontics.* 2010;19(8):639-646.
28. Soares CJ, Versluis A, Tantbirojn D, Kim H-C, Veríssimo C, Santos-Filho PCF. Biomechanical Principles of Root Canal-Treated-Teeth Restored with Fiber-Reinforced Resin Posts. In: Perdigão J, editor. *Restoration of Root Canal-Treated Teeth: An Adhesive Dentistry Perspective.* Cham, Springer International Publishing; 2016. p. 87-100.
29. Eick JD, Cobb CM, Chappell RP, Spencer P, Robinson SJ. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. *Quintessence international (Berlin, Germany : 1985).* 1991;22(12):967-977.
30. Eick JD, Wilko RA, Anderson CH, Sorensen SE. Scanning Electron Microscopy of Cut Tooth Surfaces and Identification of Debris by Use of the Electron Microprobe. *Journal of Dental Research.* 1970;49(6):1359-1368.
31. Boyde A, Switsur VR, Stewart ADG. An assessment of two new physical methods applied to the study of dental tissues. *Archives of Oral Biology.* 1962;7:185-193.

32. Lester KS, Boyde A. Scanning electron microscopy of instrumented, irrigated and filled root canals. *British dental journal*. 1977;143(11):359-367.
33. Brännstrom M. Smear layer: pathological and treatment considerations. *Operative dentistry Supplement*. 1984;3:35-42.
34. Wang Z, Shen Y, Haapasalo M. Effect of smear layer against disinfection protocols on *Enterococcus faecalis*-infected dentin. *J Endod*. 2013;39(11):1395-1400.
35. Pashley DH. Smear layer: physiological considerations. *Operative dentistry Supplement*. 1984;3:13-29.
36. Gwinnett AJ. Smear layer: morphological considerations. *Operative dentistry Supplement*. 1984;3:3-12.
37. Odian G. *Principles of Polymerization*. 4th ed. Hoboken, New Jersey, USA: John Wiley & Sons Inc.; 2004. 810 p.
38. Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res*. 1984;63(12):1396-1399.
39. Davidson CL, de Gee AJ. Relaxation of Polymerization Contraction Stresses by Flow in Dental Composites. *Journal of Dental Research*. 1984;63(2):146-148.
40. Davidson CL. Resisting the curing contraction with adhesive composites. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1986;55(4):446-447.
41. Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer J-M, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. *Dental Materials*. 2003;19(3):199-205.
42. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003;28(3):215-235.
43. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of biomedical materials research*. 1982;16(3):265-273.
44. Sezinando A. Looking for the ideal adhesive – A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*. 2014;55(4):194-206.
45. Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Yoshioka M, Snauwaert J, Abe Y, Lambrechts P, Vanherle G, Okazaki M. Adhesion to and Decalcification of Hydroxyapatite by Carboxylic Acids. *Journal of Dental Research*. 2001;80(6):1565-1569.
46. Van Meerbeek B, Yoshida Y. Grundlagen der Adhäsivtechnik. In: Meyer-Lückel H, Paris S, Ekstrand KR, editors. *Karies. ZMK Praxis*. 2012 ed. Stuttgart, Georg Thieme Verlag; 2012. p. 231-248.
47. Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Operative Dentistry*. 2001;26:119-144.
48. 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. *Journal of Dental Research*. 2004;83(6):454-458.
49. Alex G. Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? *Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, NJ : 1995)*. 2015;36(1):15-26.
50. Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, Chen JH, Pashley DH, Tay FR. Bonding of universal adhesives to dentine – Old wine in new bottles? *Journal of Dentistry*. 2015;43(5):525-536.

51. Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Torii Y, Osaka A, Suzuki K, Minagi S, Van Meerbeek B, Van Landuyt KL. Self-etch Monomer-Calcium Salt Deposition on Dentin. *Journal of Dental Research*. 2011;90(5):602-606.
52. Carvalho CA, Cantoro A, Mazzoni A, Goracci C, Breschi L, Ferrari M. Effect of ethanol application on post-luting to intraradicular dentine. *International Endodontic Journal*. 2009;42(2):129-135.
53. Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C, Rueggeberg FA, Foulger S, Saito T, Nishitani Y, Yoshiyama M, Tay FR, Pashley DH. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials*. 2005;26(33):6449-6459.
54. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G. Four-year Water Degradation of Total-etch Adhesives Bonded to Dentin. *Journal of Dental Research*. 2003;82(2):136-140.
55. Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, Biasotto M, Contardo L, Breschi L. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *European Journal of Oral Sciences*. 2005;113(6):525-530.
56. Tay FR, Pashley DH. Water treeing - a potential mechanism for degradation of dentin adhesives. *American journal of dentistry*. 2003;16(1):6-12.
57. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res*. 2000;79(6):1385-1391.
58. 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. *American journal of dentistry*. 2007;20(1):7-20.
59. Yiu CKY, King NM, Carrilho MRO, Sauro S, Rueggeberg FA, Prati C, Carvalho RM, Pashley DH, Tay FR. Effect of resin hydrophilicity and temperature on water sorption of dental adhesive resins. *Biomaterials*. 2006;27(9):1695-1703.
60. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dental Materials*. 2008;24(1):90-101.
61. Sadek FT, Pashley DH, Nishitani Y, Carrilho MR, Donnelly A, Ferrari M, Tay FR. Application of hydrophobic resin adhesives to acid-etched dentin with an alternative wet bonding technique. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2008;84A(1):19-29.
62. Tay FR, Pashley DH, Kapur RR, Carrilho MRO, Hur YB, Garrett LV, Tay KCY. Bonding BisGMA to Dentin—a Proof of Concept for Hydrophobic Dentin Bonding. *Journal of Dental Research*. 2007;86(11):1034-1039.
63. Carvalho RM, Mendonça JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FCP, Tay FR, Pashley DH. Effects of HEMA/Solvent Combinations on Bond Strength to Dentin. *Journal of Dental Research*. 2003;82(8):597-601.
64. Hosaka K, Nishitani Y, Tagami J, Yoshiyama M, Brackett WW, Agee KA, Tay FR, Pashley DH. Durability of resin-dentin bonds to water- vs. ethanol-saturated dentin. *J Dent Res*. 2009;88(2):146-151.
65. Sauro S, Toledano M, Aguilera FS, Mannocci F, Pashley DH, Tay FR, Watson TF, Osorio R. Resin–dentin bonds to EDTA-treated vs. acid-etched dentin using ethanol wet-bonding. *Dental Materials*. 2010;26(4):368-379.
66. Kosan E, Prates-Soares A, Blunck U, Neumann K, Bitter K. Root canal pre-treatment and adhesive system affect bond strength durability of fiber posts ex vivo. *Clinical Oral Investigations*. 2021;25(11):6419-6434.
67. https://www.voco.dental/de/portaldata/1/resources/products/folders/de/rebilda-dc-post-system_fol_de.pdf (last accessed: 02.09.2021, 18:07)

68. <https://www.kuraraynoritake.eu/pub/media/pdfs/panavia-post-instructions-for-use-it-nl-de.pdf> (last accessed: 05.09.2022, 18:50)
69. https://cdn.gceurope.com/v1/PID/fiberpost/ifu/IFU_Fiber_Post_W.pdf (last accessed: 08.09.2022, 17:02)
70. https://www.dmg-dental.com/fileadmin/user_upload/International/Instructions_for_use/GI_LuxaPost_0917_19_int_01.pdf (last accessed: 09.09.2022, 17:33)
71. <http://multimedia.3m.com/mws/media/402777O/relyx-fiber-post-tech-profile-german.pdf> (last accessed: 09.09.2022, 19:43)
72. <https://www.kuraraynoritake.eu/pub/media/pdfs/panavia-post-guide-book-de.pdf> (last accessed: 05.09.2022, 18:42)
73. <https://dentsply.de/bausteine.net/file/showfile.aspx?downdaid=8825&sp=E&domid=1042&fd=2> (last accessed: 10.09.2022, 18:45)
74. www.wikipedia.org. Kegelstumpf 2004 <https://de.wikipedia.org/wiki/Kegelstumpf>. Accessed 17.04.2022
75. Zecin-Deren A, Sokolowski J, Szczesio-Wlodarczyk A, Piwonski I, Lukomska-Szymanska M, Lapinska B. Multi-Layer Application of Self-Etch and Universal Adhesives and the Effect on Dentin Bond Strength. *Molecules*. 2019;24(2):345.
76. Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, Waller JL, Pashley DH. Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *The Journal of Adhesive Dentistry*. 2005;7(2):133-141.
77. Roberts S, Kim JR, Gu LS, Kim YK, Mitchell QM, Pashley DH, Tay FR. The efficacy of different sealer removal protocols on bonding of self-etching adhesives to AH plus-contaminated dentin. *J Endod*. 2009;35(4):563-567.
78. Demiryürek EÖ, Külünk Ş, Yüksel G, Saraç D, Bulucu B. Effects of Three Canal Sealers on Bond Strength of a Fiber Post. *Journal of Endodontics*. 2010;36(3):497-501.
79. Soderholm KJM, Mukherjee R, Longmate J. Filler Leachability of Composites Stored in Distilled Water or Artificial Saliva. *Journal of Dental Research*. 1996;75(9):1692-1699.
80. Lassila LV, Tanner J, Le Bell AM, Narva K, Vallittu PK. Flexural properties of fiber reinforced root canal posts. *Dent Mater*. 2004;20(1):29-36.
81. Goracci C, Corciolani G, Vichi A, Ferrari M. Light-transmitting Ability of Marketed Fiber Posts. *Journal of Dental Research*. 2008;87(12):1122-1126.
82. https://www.voco.dental/de/portaldata/1/resources/products/safety-data-sheets/de/futurabond-u_sds_de.pdf (last accessed: 02.09.2022, 17:55)
83. Hasegawa T, Manabe A, Itoh K, Wakumoto S. Investigation of self-etching dentin primers. *Dental Materials*. 1989;5(6):408-410.
84. Nakabayashi N, Takarada K. Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dental Materials*. 1992;8(2):125-130.
85. VOCOGmBH. Futurabond U, Dualhärtendes Universal-Adhäsiv 2019 <https://www.voco.dental/in/products/direct-restoration/bonding/futurabond-u.aspx>. Accessed 28.11.2022
86. Faria-e-Silva AL, Casselli DS, Lima GS, Ogliari FA, Piva E, Martins LR. Kinetics of conversion of two dual-cured adhesive systems. *J Endod*. 2008;34(9):1115-1118.
87. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. *Dental Materials*. 2005;21(11):1051-1058.
88. Nunes TG, Ceballos L, Osorio R, Toledano M. Spatially resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives. *Biomaterials*. 2005;26(14):1809-1817.

89. Matinlinna JP, Lassila LV, Ozcan M, Yli-Urpo A, Vallittu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *The International journal of prosthodontics*. 2004;17(2):155-164.
90. https://www.voco.dental/de/portaldata/1/resources/products/instructions-for-use/e1/ceramic-bond_ifu_e1.pdf (last accessed: 03.09.2022, 16:35)
91. Monticelli F, Osorio R, Toledano M, Tay FR, Ferrari M. In Vitro Hydrolytic Degradation of Composite Quartz Fiber-post Bonds Created by Hydrophilic Silane Couplings. *Operative Dentistry*. 2006;31(6):728-733.
92. Gautier L, Mortaigne B, Bellenger V. Interface damage study of hydrothermally aged glass-fibre-reinforced polyester composites. *Composites Science and Technology*. 1999;59(16):2329-2337.
93. Opdam NJ, Roeters JJ, Peters TC, Burgersdijk RC, Teunis M. Cavity wall adaptation and voids in adhesive Class I resin composite restorations. *Dent Mater*. 1996;12(4):230-235.
94. Purk JH, Dusevich V, Glaros A, Eick JD. Adhesive analysis of voids in Class II composite resin restorations at the axial and gingival cavity walls restored under in vivo versus in vitro conditions. *Dent Mater*. 2007;23(7):871-877.
95. Silva NRd, Aguiar GCR, Rodrigues MdP, Bicalho AA, Soares PBF, Veríssimo C, Soares CJ. Effect of Resin Cement Porosity on Retention of Glass-Fiber Posts to Root Dentin: An Experimental and Finite Element Analysis. *Brazilian Dental Journal*. 2015;26:630-636.
96. Teagarden DL, Baker DS. Practical aspects of lyophilization using non-aqueous co-solvent systems. *European Journal of Pharmaceutical Sciences*. 2002;15(2):115-133.
97. Pashley EL, Zhang Y, Lockwood PE, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater*. 1998;14(1):6-10.
98. Münchow EA, Valente LL, Bossardi M, Priebe TC, Zanchi CH, Piva E. Influence of surface moisture condition on the bond strength to dentin of etch-and-rinse adhesive systems. *Brazilian Journal of Oral Sciences*. 2014;13(3):182-186.
99. Hashimoto M, Ito S, Tay FR, Svizero NR, Sano H, Kaga M, Pashley DH. Fluid Movement across the Resin-Dentin Interface during and after Bonding. *Journal of Dental Research*. 2004;83(11):843-848.
100. <https://www.kuraraynoritake.eu/pub/media/pdfs/clearfil-ceramic-primer-plus-instructions-for-use-en-fr-es-it-nl-de-sv-no-fi-da-pt-el-tr.pdf> (last accessed: 05.09.2022, 19:02)
101. Yuan X, Wang Q, Han F, Chen C, Xie H. Chemical interaction between 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and methacryloxypropyltrimethoxysilane in one-bottle dental primer and its effect on dentine bonding. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2021;121:104610.
102. dos Santos Alves Morgan LF, Peixoto RTRdC, de Castro Albuquerque R, Santos Corrêa MF, de Abreu Poletto LT, Pinotti MB. Light Transmission through a Translucent Fiber Post. *Journal of Endodontics*. 2008;34(3):299-302.
103. Ramos MB, Pegoraro TA, Pegoraro LF, Carvalho RM. Effects of curing protocol and storage time on the micro-hardness of resin cements used to lute fiber-reinforced resin posts. *J Appl Oral Sci*. 2012;20(5):556-562.
104. https://www.gcamerica.com/products/operator/GC_Gradia_Core/GCA_GRADIA_CORE_Bro.pdf (last accessed: 06.09.2022, 12:05)
105. Gruber YL, Bakaus TE, Gomes OMM, Reis A, Gomes GM. Effect of Dentin Moisture and Application Mode of Universal Adhesives on the Adhesion of Glass Fiber Posts to Root Canal. *The Journal of Adhesive Dentistry*. 2017;19(5):385-393.

106. do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD. Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. *J Dent.* 2009;37(1):82-90.
107. Davis P, Melo LSD, Foxtton RM, Sherriff M, Pilecki P, Mannocci F, Watson TF. Flexural strength of glass fibre-reinforced posts bonded to dual-cure composite resin cements. *European Journal of Oral Sciences.* 2010;118(2):197-201.
108. 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. *Operative Dentistry.* 2010;35(2):211-219.
109. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, J DM, K.L VL. State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials.* 2011;27(1):17-28.
110. Mjör IA, Smith MR, Ferrari M, Mannocci F. The structure of dentine in the apical region of human teeth. *International Endodontic Journal.* 2001;34(5):346-353.
111. Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? *The Journal of Adhesive Dentistry.* 2002;4(4):255-269.
112. Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Borracchini A, Ferrari M. SEM evaluation of the cement layer thickness after luting two different posts. *The Journal of Adhesive Dentistry.* 2005;7(3):235-240.
113. Jha P, Jha M. Retention of fiber posts in different dentin regions: An in vitro study. *Indian Journal of Dental Research.* 2012;23(3):337-340.
114. 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? *Clinical Oral Investigations.* 2014;18(3):927-934.
115. 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;19(3):245-252.
116. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic Z, Ferrari M. Self-adhesive Resin Cements: A literature review. *The Journal of Adhesive Dentistry.* 2008;10:251-258.
117. Fernandes VV, Jr., Rodrigues JR, da Silva JM, Pagani C, Souza RO. Bond strength of a self-adhesive resin cement to enamel and dentin. *The international journal of esthetic dentistry.* 2015;10(1):146-156.
118. Leme AA, Pinho AL, de Gonçalves L, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA. Effects of silane application on luting fiber posts using self-adhesive resin cement. *The Journal of Adhesive Dentistry.* 2013;15(3):269-274.
119. Khabeer A, Ahmed SZ, Zubair M, Faridi MA, Al-Harathi MA. Degree of conversion of two self-adhesive resin luting cements through different lengths of fiber post. *J Oral Sci.* 2021;63(2):125-128.
120. Kahnamouei MA, Mohammadi N, Navimipour EJ, Shakerifar M. Push-out bond strength of quartz fibre posts to root canal dentin using total-etch and self-adhesive resin cements. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2012;17(2):e337-344.
121. Gaston BA, West LA, Liewehr FR, Fernandes C, Pashley DH. Evaluation of regional bond strength of resin cement to endodontic surfaces. *J Endod.* 2001;27(5):321-324.
122. 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. *International Endodontic Journal.* 2006;39(10):809-818.
123. Kirsten M, Matta RE, Belli R, Lohbauer U, Wichmann M, Petschelt A, Zorzin J. Hygroscopic expansion of self-adhesive resin cements and the integrity of all-ceramic crowns. *Dent Mater.* 2018;34(8):1102-1111.

124. Goracci C, Fabianelli A, Sadek FT, Papacchini F, Tay FR, Ferrari M. The contribution of friction to the dislocation resistance of bonded fiber posts. *J Endod.* 2005;31(8):608-612.
125. Goracci C, Grandini S, Bossù M, Bertelli E, Ferrari M. Laboratory assessment of the retentive potential of adhesive posts: A review. *Journal of Dentistry.* 2007;35(11):827-835.
126. Uzun I, Keleş A, Arslan H, Güler B, Keskin C, Gündüz K. Influence of oval and circular post placement using different resin cements on push-out bond strength and void volume analysed by micro-CT. *International Endodontic Journal.* 2016;49(12):1175-1182.
127. Pedreira APRdV, D'Alpino PHP, Pereira PNR, Chaves SB, Wang L, Hilgert L, Garcia FCP. Effects of the application techniques of self-adhesive resin cements on the interfacial integrity and bond strength of fiber posts to dentin. *J Appl Oral Sci.* 2016;24(5):437-446.
128. Jurema ALB, Correia AMdO, Spinola MdS, Bresciani E, Caneppele TMF. Influence of different intraradicular chemical pretreatments on the bond strength of adhesive interface between dentine and fiber post cements: A systematic review and network meta-analysis. *European Journal of Oral Sciences.* 2022;130(4):e12881.
129. Hardan L, Bourgi R, Kharouf N, Mancino D, Zarow M, Jakubowicz N, Haikel Y, Cuevas-Suárez CE. Bond Strength of Universal Adhesives to Dentin: A Systematic Review and Meta-Analysis. *Polymers.* 2021;13(5):814.
130. Perdigão J, May KN, Jr., Wilder AD, Jr., Lopes M. The effect of depth of dentin demineralization on bond strengths and morphology of the hybrid layer. *Oper Dent.* 2000;25(3):186-194.
131. Sartori N, Peruchi LD, Phark J-H, Duarte S. The influence of intrinsic water permeation on different dentin bonded interfaces formation. *Journal of Dentistry.* 2016;48:46-54.
132. Carvalho MFF, Yamauti M, Magalhães CS, Bicalho AA, Soares CJ, Moreira AN. Effect of ethanol-wet bonding on porosity and retention of fiberglass post to root dentin. *Braz Oral Res.* 2020;34:e020.
133. Moshonov J, Slutzky-Goldberg I, Gottlieb A, Peretz B. The Effect of the Distance Between Post and Residual Gutta-Percha on the Clinical Outcome of Endodontic Treatment. *Journal of Endodontics.* 2005;31(3):177-179.
134. 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. *European Journal of Oral Sciences.* 2004;112(4):353-361.
135. Soares CJ, Santana FR, Castro CG, Santos-Filho PCF, Soares PV, Qian F, Armstrong SR. Finite element analysis and bond strength of a glass post to intraradicular dentin: Comparison between microtensile and push-out tests. *Dental Materials.* 2008;24(10):1405-1411.
136. Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A. Fatigue behaviour of different dentin adhesives. *Clinical Oral Investigations.* 1999;3(1):11-17.
137. Matsuki Y, Sato H, Kajimoto N, Uyama E, Horiuchi S, Sekine K, Tanaka E, Hamada K. Effect of immersion in NaCl solution on the electrical conductivity and the reduction of the shear bond strength of resin-modified glass-ionomer-cements after current application. *Dental materials journal.* 2022;41(3):487-494.
138. Going RE. 'Think microleakage' for better prevention. *Dental survey.* 1972;48(9):42-43.
139. Petit JM, Denis-Gay M, Ratinaud MH. Assessment of fluorochromes for cellular structure and function studies by flow cytometry. *Biology of the cell.* 1993;78(1-2):1-13.

140. D'Alpino PH, Pereira JC, Svizero NR, Rueggeberg FA, Pashley DH. Use of fluorescent compounds in assessing bonded resin-based restorations: a literature review. *J Dent.* 2006;34(9):623-634.
141. Jiang Y, Zhao J, White DL, Genant HK. Micro CT and Micro MR imaging of 3D architecture of animal skeleton. *Journal of musculoskeletal & neuronal interactions.* 2000;1(1):45-51.
142. Meleo D, Manzon L, Pecci R, Zuppante F, Bedini R. A proposal of microtomography evaluation for restoration interface gaps. *Annali dell'Istituto superiore di sanita.* 2012;48(1):83-88.

Eidesstattliche Versicherung

„Ich, Esra Kosan, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema: „Kann die Haftung von Universaladhäsiven im Wurzelkanal durch Oberflächenvorbehandlung optimiert werden? Can the adhesion of universal adhesives to the root canal be optimized by surface pre-treatment?“ 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.

Ich versichere ferner, dass ich die in Zusammenarbeit mit anderen Personen generierten Daten, Datenauswertungen und Schlussfolgerungen korrekt gekennzeichnet und meinen eigenen Beitrag sowie die Beiträge anderer Personen korrekt kenntlich gemacht habe (siehe Anteilserklärung). Texte oder Textteile, die gemeinsam mit anderen erstellt oder verwendet wurden, habe ich korrekt kenntlich gemacht.

Meine Anteile an etwaigen Publikationen zu dieser Dissertation entsprechen denen, die in der untenstehenden gemeinsamen Erklärung mit dem/der Erstbetreuer/in, 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 den erfolgten Publikationen

Zunächst habe ich, Esra Kosan, anhand von Vorversuchen ein Protokoll für die Versuchsdurchführung erarbeitet. Die Durchführung der Push-out Tests und die Auswertung der Versagensmodi erfolgten ebenfalls selbstständig durch mich. Zusätzlich führte ich die qualitativen Analysen der Hohlraumbildung mit dem Mikro-CT und die Untersuchungen der Hybridschichten mit dem CLSM durch. Anschließend wurden alle von mir gesammelten Daten statistisch analysiert. Dabei stand mir Dr. Neumann beratend zur Seite.

Die Anfertigung aller Tabellen und Abbildungen in der Publikation geschah in selbstständiger Arbeit durch mich. Das Manuskript der Publikation (Einleitung, Material und Methode, Ergebnisse und Diskussion) wurde von mir erstellt. In Zusammenarbeit mit Prof. Dr. Bitter wurde anschließend die endgültige Publikationsschrift verfasst und diese nach Abstimmung mit unseren Ko-Autoren beim Journal „Clinical Oral Investigations“ eingereicht. Die Revision der Publikation habe ich ebenfalls in Abstimmung mit Prof. Dr. Bitter vorgenommen.

Esra Kosan hatte folgenden Anteil an den folgenden Publikationen:

Publikation: Esra Kosan, Ana Prates Soares, Uwe Blunck, Konrad Neumann, Kerstin Bitter, Root Canal pre-treatment and adhesive system affect bond strength durability of fiber posts ex vivo, Clinical Oral Investigations, 2021

Beitrag im Einzelnen:

Erstellung des Versuchsprotokolls, Durchführung der Vorversuche und Versuche, Datengewinnung und statistische Auswertung, Diskussion der Ergebnisse und Erstellung der Publikationsschrift als Erstautorin (inklusive aller Abbildungen und Tabellen), Einreichung und Revision der Publikation.

Unterschrift, Datum und Stempel des/der erstbetreuenden Hochschullehrers/in

Unterschrift des Doktoranden/der Doktorandin

Auszug aus der Journal Summary List

Journal Data Filtered By: **Selected JCR Year: 2019** Selected Editions: SCIE,SSCI
 Selected Categories: **“DENTISTRY, ORAL SURGERY and MEDICINE”**
 Selected Category Scheme: WoS
Gesamtanzahl: 91 Journale

Rank	Full Journal Title	Total Cites	Journal Impact Factor	Eigenfactor Score
1	PERIODONTOLOGY 2000	5,159	7.718	0.006370
2	JOURNAL OF CLINICAL PERIODONTOLOGY	14,785	5.241	0.013030
3	JOURNAL OF DENTAL RESEARCH	20,557	4.914	0.019860
4	DENTAL MATERIALS	15,316	4.495	0.013450
5	ORAL ONCOLOGY	10,286	3.979	0.015760
6	INTERNATIONAL ENDODONTIC JOURNAL	7,453	3.801	0.006650
7	JOURNAL OF PERIODONTOLOGY	16,306	3.742	0.010140
8	CLINICAL ORAL IMPLANTS RESEARCH	14,178	3.723	0.013940
9	Clinical Implant Dentistry and Related Research	4,496	3.396	0.008270
10	JOURNAL OF DENTISTRY	9,650	3.242	0.011300
11	JOURNAL OF ENDODONTICS	16,951	3.118	0.012280
12	International Journal of Oral Science	1,204	3.047	0.002020
13	JOURNAL OF PERIODONTAL RESEARCH	4,315	2.926	0.004240
14	Molecular Oral Microbiology	993	2.905	0.001720
15	Clinical Oral Investigations	6,849	2.812	0.011470
16	JOURNAL OF THE AMERICAN DENTAL ASSOCIATION	6,967	2.803	0.004990
17	Journal of Prosthodontic Research	1,283	2.662	0.002150
18	European Journal of Oral Implantology	1,227	2.619	0.002230
19	ORAL DISEASES	4,463	2.613	0.005080

Druckexemplar der Publikation



Root canal pre-treatment and adhesive system affect bond strength durability of fiber posts ex vivo

Esra Kosan¹ · Ana Prates-Soares² · Uwe Blunck² · Konrad Neumann³ · Kerstin Bitter²

Received: 11 November 2020 / Accepted: 12 April 2021 / Published online: 14 June 2021
 © The Author(s) 2021

Abstract

Objectives To investigate the effect of different pre-treatments on the long-term bond strength of fiberglass posts luted either with dual-curing self-etch adhesives and core build-up composites or with a self-adhesive resin (SAR) cement.

Materials and methods In total, 180 human root-filled teeth received post-space preparations and three different dentin pre-treatments (PTs): PT1, ethanol (99%); PT2, ethanol-tertiary-butanol-water-solution (AH Plus Cleaner, Dentsply Sirona; York, USA); and PT3, distilled water (control). Five luting systems were used: FU, Futurabond U (Voco; Cuxhaven, Germany); CL, Clearfil DC Bond (Kuraray Noritake; Okayama, Japan); GR, Gradia Core SE Bond (GC Europe NV; Leuven, Belgium); LU, LuxaBond Universal (DMG; Hamburg, Germany); and RX, RelyX Unicem 2 (3M; Minnesota, USA). Roots were cut into six slices (1 mm thick). From each root canal region, three slices were submitted to immediate and three to post-storage push-out testing. The latter were subjected to thermocycling (5–55°C, 6,000 cycles) and stored for six months in saline solution (0.9%, 37°C). Data were analysed using repeated measures ANOVA and chi-square tests (MV±SD).

Results Bond strength was significantly affected by material ($p<0.0005$), pre-treatment ($p=0.016$), and storage ($p<0.0005$; repeated-measures ANOVA). LU (18.8±8.1MPa) revealed significantly higher bond strength than RX (16.08±6.4MPa), GR (15.1±4.6MPa), CL (13.95±5.2MPa), and FU (13.7±6.3MPa). PT1 (16.5±6.9MPa) revealed significantly higher bond strength than PT3 (14.5±5.7MPa).

Conclusions A universal adhesive in self-etch mode combined with a core build-up material revealed higher bond strength than a SAR cement, both interacted positively with Ethanol pre-treatment.

Clinical relevance statement Ethanol (99%) rinsing can be recommended as part of post and core pre-treatment for the investigated luting systems.

Keywords Self-etch adhesives · Root canal dentin · Ethanol pre-treatment · Push-out bond strength · Thermocycling

Introduction

The latest research highlighted the strong effect of a sufficient coronal restoration on the long-term survival of root canal-treated teeth [1]. In cases of high coronal substance loss, root canal posts are indicated to provide retention for the coronal restoration; and clinical research [2] suggests that teeth with extended tissue loss (no coronal walls above 2-mm gingival level) benefit from post placement. Concerning the selection of post material, a recent meta-analysis by Wang et al. indicates that fiber posts demonstrate a significantly higher mid-term survival rate than metal posts [3]. From a clinical perspective, the debonding of fiber-reinforced root canal posts was the most common mode of failure [4]. A finite element analysis (FEA) revealed that debonding of an adhesively luted fiber post transfers higher amounts of stress onto the tooth

✉ Esra Kosan
 esra-celin.kosan@charite.de

¹ Department of Oral Diagnostics and Digital Health and Health Services Research, Charité – Universitätsmedizin Berlin, corporate member of Freie Universität Berlin and Humboldt-Universität zu Berlin, Berlin, Germany

² Department of Operative and Preventive Dentistry, Charité – Universitätsmedizin Berlin, corporate member of Freie Universität Berlin und Humboldt-Universität zu Berlin, Berlin, Germany

³ Institute of Biometry and Clinical Epidemiology, Charité – Universitätsmedizin Berlin, corporate member of Freie Universität Berlin and Humboldt-Universität zu Berlin, Berlin, Germany

than a metal post [5]. Consequently, successful restoration of root canal-treated teeth using fiber posts is strongly dependent on a stable adhesive bond to root canal dentin [6]. This is often compromised due to irregular morphology of root canal dentin [8], limited visibility into the canal and lower numbers of dentinal tubules, complicating the adhesive luting procedure [9]. In addition, moisture control of the root canal dentine after post-space preparation and etching is extremely difficult to achieve [10]. Consequently, protocols for adhesive luting to root dentin have been adapted according to the “ethanol wet bonding” strategy that was introduced as a pre-treatment for etch-and-rinse (ER) adhesives in order to facilitate the evaporation of residual water on coronal dentin and to stabilize the etched collagen matrix for resin infiltration [11]. For root canal, dentin rinsing with 100% ethanol for 60 s was suggested [9], aiming to simplify the procedure for clinical operations. Final ethanol rinsing resulted in higher immediate bond strength and lower nanoleakage in root canals [12]. However, there are conflicting results regarding the effects, which seem to strongly depend on the type of adhesive system applied [9, 13]. A meta-analysis by Sarkis-Onofre et al. [14] found evidence that simplified bonding systems like self-adhesive resin (SAR) cements revealed increased bond strength inside the root canal, since they are less technique-sensitive and easier to handle as they do not require etching or adhesive steps [15]. They are less susceptible to hydrolytic degradation than self-etch (SE) or ER systems according to a review by Ferracane et al. [15]. Nonetheless, SAR cements proved to be less suitable as core build-up materials, due to their insufficient marginal integrity [16]. Consequently, post-and-core systems have clinical advantages because post luting and core build-up can be performed in one step.

The latest approach to adhesive luting is the so-called universal or multimode adhesives. Manufacturers of universal adhesives often advertise them as applicable in total-etching, self-etching, or selective-etching mode [17] [18]. The performance of universal adhesives inside the root canal has only been investigated recently. So far, researchers have explored the effects of dentin moisture and application mode [19] on the bond strength of different universal adhesives inside the root canal. Studies comparing universal adhesives with other established luting agents are rare [20]. Therefore, the present study aims to compare the long-term bond strength of fiber posts luted with simplified dual-curing SE adhesives (part of which declared as “universal adhesives”) and a SAR cement while investigating the effect of three different pre-treatments on their bond strength to the canal walls. Additionally, the dentin–adhesive interface of each luting system was visualized and analysed to compare the hybrid layer formation. The null hypotheses of the present study were threefold: (1) pre-treatment does not affect bond strength, (2) there is no difference in bond strength among the tested materials, (3) storage and location do not affect bond strength inside the root canal.

Materials and methods

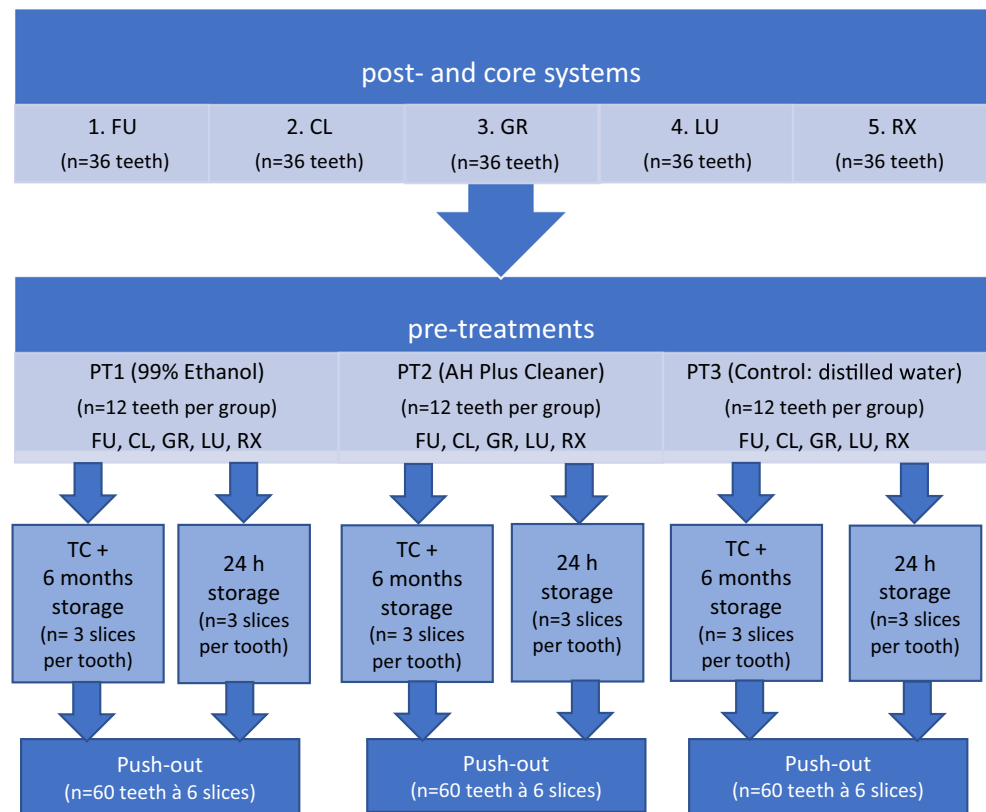
A total of 180 caries-free human anterior teeth were obtained with written informed consent under an ethics-approved protocol (EA4/102/14) by the Ethical Review Committee of the Charité - Universitätsmedizin Berlin, Germany, and stored in 0.5% chloramine T solution for a maximum of 1 year after extraction until use. The minimum root length of selected teeth was 16 mm. Teeth were decoronated and received root canal treatment at working length 1 mm before the anatomical apex after initial scouting of the canal with a Flexicut file of ISO 10–20 and marked with a silicone stopper. A reciprocating file system (Wave one Gold, Dentsply Sirona; York, USA) was used for preparation until size 45.05. After every change of file, irrigation was performed with 2.5 ml NaOCl 1% solution. For root filling, standardized master points (Wave one Gold, size 45.05, Dentsply Sirona; York, USA) were used with warm vertical compaction technique (Calamus Dual, Dentsply Sirona; York, USA) and AH plus sealer (Dentsply Sirona; York, USA).

The teeth were divided into groups according to the flowchart displayed in Fig. 1. Post space preparation was performed with slow-speed drills provided by the manufacturers of the fiber post system. The depth of post-space preparation was 10 mm leaving 6 mm of gutta-percha as an apical sealing. In group 3, the post was luted at a depth of 12 mm, because of apical retentions which were excluded from the push-out test. Following post-space preparation, root canals were checked for remnants of gutta-percha and sealer using a stereomicroscope (Wild M5A, Wild Heerbrugg, Gais, Switzerland). After ensuring the cleanliness of each root canal, three different pre-treatments (PTs) were applied (Fig. 1).

For all groups, 5 ml of 1 % NaOCl (Aug. Hedinger GmbH & Co. KG; Stuttgart, Germany) was applied and ultrasonically activated twice, after 2.5 ml of the irrigant, according to the intermittent flush technique. This was performed with an ultrasonically oscillating file (Irri S File, VDW; Munich, Germany) for 2 × 30 s at 25–30 kHz using passive ultrasonic irrigation. In PT1, the canal was rinsed with 2.5 ml distilled water followed by rinsing with 2.5 ml 99% ethanol for 60 s (Ethanol Absolute, 99,9%, J.T. Baker, Avantor Performance Materials; Deventer, the Netherlands). In PT2, 2.5 ml distilled water was applied into the canal and subsequently dried using paper points followed by an ethanol-tertiary butanol-water solution (AH Plus Cleaner, Dentsply Sirona; York, USA), which was applied twice with a fully sucked microbrush for 30 s each. Afterwards, the canal was again rinsed with distilled water (2.5 ml), following the manufacturer’s instruction. In control group PT3, the root canal was solely rinsed with 5 ml distilled water.

After drying every root canal with paper points, post and core systems were applied according to the manufacturer’s instructions (Table 1). In two of the five groups, universal

Fig. 1 Flowchart of the experimental design



adhesives in dual-curing mode were used: Futurabond U (FU) (Voco; Cuxhaven, Germany) and LuxaBond Universal (LU) (DMG; Hamburg, Germany). Clearfil DC Bond (CL) (Kuraray Noritake Dental Inc.; Tokyo, Japan) and Gradia Core SE Bond (GR) (GC Europe NV; Leuven, Belgium) are self-etch, dual-curing adhesives. RelyX Unicem 2 (RX) (3M; Minnesota, USA), a self-adhesive resin (SAR) cement, was used as a control. Except for Futurabond U, all adhesives were light-cured according to Table 1 using a Valo broadband LED light (WL: 395–480nm, 1.00/1.400–3.200 mW/cm, Ultradent Dental Medizinische Geräte GmbH & Co. KG; Brunnenthal, Germany).

After 24 h storage, roots were embedded in cold polymerising resin (Technovit 4071 “the fast,” Heraeus Kulzer, Wehrheim, Germany) and cut into six slices (thickness: 1.0 mm) perpendicular to the long axis of the root, starting from the coronal part of the root. This procedure resulted in two slices from the coronal post space, two slices from the middle post space, and two slices from the apical post space. The coronal and apical radiuses of the post in each slice were measured at a $\times 100$ –150 magnification using a digital multi-focus stereo microscope (Keyence Digitalmikroskop VHX - 500, Keyence Corporation, Keyence Deutschland GmbH; Neu-Isenburg, Germany). Occasionally entrapped

voids were also documented, and slices were categorized into three groups: (1) void-free, (2) smaller voids (<0.2 mm diameter), and (3) numerous or larger voids (>0.2 mm diameter). From each root one slice each from the coronal, the middle and the apical regions were subjected to thermocycling (TC) and storage before push-out, while bond strengths of the remaining three slices were tested immediately. TC included 6.000 cycles between 5.0 and 55.0°C in deionised water, for 30 s each, using a thermocycler (self-construction). Subsequently, the samples were stored in isotonic saline solution (NaCl 0,9%, B. Braun Melsungen AG; Melsungen, Germany) for 6 months at 37°C which was changed weekly.

Push-out tests were performed with a universal testing machine (Zwick Roell Z010, Zwick GmbH & Co. KG; Ulm, Germany). The load was applied in apical-coronal direction at a crosshead speed of 0.5 mm min⁻¹ using a 2.5 kN load cell. The load at debonding (F_{max}) was recorded and bond strength was calculated (MPa) for F_{max} (N) per bonded area (A [in square millimetre]). Area A was calculated using the formula $A = \pi(R_1 + R_2) \sqrt{(R_1 - R_2)^2 + h^2}$ with R₁ for the coronal and R₂ for the apical radius of the post segment, while h was the thickness of each slice [21]. Afterwards, the fracture patterns of each sample were classified with the Keyence digital microscope VHX - 500 (with $\times 100$ –150 magnification) as

Table 1 All post-and-core systems used in the present investigation and the application mode of each system

Adhesive (LOT#)	Luting agent (LOT#)	Post (LOT#)	Manufacturers	Preparation	Application
		Post		Post	Adhesive
Futurabond U (1601051)	Rebilda DC (1605499)	Rebilda Post yellow (1549361) (cor. diam.: 2.0 mm, ap. diam.: 1.0 mm)	Voco; Cuxhaven, Germany	Clean post surface using 99% Ethanol; apply Ceramic Bond (#1439468) for 60 s; air dry	Activate the blister and mix with applicator tip; rub into root canal dentine for 20 s and air dry for 5 s; remove excess with paper points <i>NO LIGHT CURING!</i>
Clearfil DC Bond A (39007)	Clearfil DC Core Plus (AG0175)	Panavia Post No. 6 (5K004) (cor. diam.: 1.64mm, ap. diam.: 0.8 mm)	Kuraray Noritake Dental Inc.; Okayama, Japan	Clean post surface using 99% Ethanol; apply K-Etchant Gel (#940018) for 5 s; rinse with water; apply Clearfil Ceramic Primer Plus (# AX0039) on surface; air dry	Mix liquid A and B using application tip; Rub into root canal dentine for 20 s and air dry for 5 s; remove excess with paper points; light cure for 20 s
Gradia Core SE Bond A (1601081)	Gradia Core (1611151)	GC Fiber Post blue (1512154) (cor. diam.: 1.6 mm, ap. diam.: 0.7 mm)	GC Europe NV; Leuven, Belgium	Clean post surface using 99% Ethanol; apply Ceramic Primer II (#1808061) on surface; air dry	Mix liquid A and B using application tip; Rub into root canal dentine and leave for 30 s; air dry for 10 s; remove excess with paper points; light cure for 10 s
Gradia Core SE Bond B (1601191)	LuxaCore Z Dual (747682)	LuxaPost green (752745) (cor. diam.: 1.5 mm, ap.diam.:0.9 mm)	DMG; Hamburg, Germany	Clean post surface using 99% Ethanol; the post surface is pre-silantized	Mix liquid A and B using application tip; Rub into root canal dentine for 20 s and air dry for 10 s; remove excess with

Table 1 (continued)

Adhesive (LOT#)	Luting agent (LOT#)	Post (LOT#)	Manufacturers	Preparation		Application	
				Post	Adhesive	Adhesive	Luting agent
RelyX Unicem 2 (658710)		RelyX Fiber-post size 2 (342291702) (cor. diam.: 1.6 mm, ap. diam.: 0.8 mm)	3M; Minnesota, USA	Clean post surface using 99% Ethanol; microporous post surface for resin retention	Apply self-adhesive resin (SAR) cement using application tip provided by the manufacturer; During application: position application tip at the bottom of post space cavity and move it slowly from apical to coronal; insert post into canal and remove access; light cure for 20 s	paper points; repeat step 2–4; light cure for 20 s	space cavity and move it slowly from apical to coronal; insert post into canal and remove access; light cure for 20 s

follows: (1) cohesive failure of the post; (2) adhesive failure between root dentin and luting material; (3) adhesive failure between luting material and post; (4) mixed failure [2].

Additionally to the 180 teeth, two representative samples for each luting system were analysed using confocal laser scanning microscopy (CLSM) to visualize the adhesive interface of the different post- and core systems after the respective pre-treatment procedures. Therefore, samples were prepared as follows: The adhesives were mixed with 1% fluorescein isothiocyanate (FITC, Merck KGaA; Darmstadt, Germany) and the luting materials were mixed with 1% rhodamine B isothiocyanate (RITC, Merck KGaA). Afterwards, the materials were applied according to Table 1 and cut horizontally into four 2-mm-thick discs, so that each area of the root canal was visualized. The discs were glued onto slides and polished with silicon carbide papers up to 4.000 grit using a polishing machine (Exakt Mikroschleifsystem, Exakt; Norderstedt, Germany). Subsequently, samples were analysed using the LSM 700 (Carl Zeiss Microscopy GmbH; Jena, Germany) in dual fluorescence mode using a $\times 50$ objective and $\times 0.8$ electronic zoom. Scanning of both dyes was performed with FITC (excitation: 488; emission: 516) and RITC (excitation: 555; emission: 580). The image size was $160 \times 160 \mu\text{m}^2$ with a resolution of 1.024×1.024 pixels.

Furthermore, two additional intact samples from each group were scanned with a laboratory μCT (SKYSCAN 1275, Bruker; Billerica, USA) at 8- μm resolution and 55-ms exposure time in order to detect voids inside the luting material. Reconstruction was performed using NRecon 1.7 (Bruker; Billerica, USA). The samples were 3D rendered using CTvox software (Bruker; Billerica, USA) and analyzed qualitatively by one single operator.

Statistical analysis was performed using IBM SPSS statistics (IBM Corp. Released 2017. IBM SPSS Statistics for Windows, Version 25.0. Armonk, NY: IBM Corp.). Group means were compared using one-way ANOVA (UNI-ANOVA) and repeated measures ANOVA with Tukey's post hoc tests. For metrical variables, means and standard deviations were reported (mean (SD)). For categorical variables, frequencies and percentages were calculated. Failure modes and void occurrences were analyzed using crosstabs and Pearson's Chi-square test. The two-sided level of significance was $\alpha=0.05$.

Results

Mean push-out bond strengths were significantly affected by pre-treatment ($p=0.016$), storage ($p<0.0005$), and luting material ($p<0.0005$), but not by location ($p=0.185$; repeated measures ANOVA). Interactions between pre-treatment and luting material ($p=0.011$), storage and luting material ($p<0.0005$), and location and luting material ($p<0.0005$; repeated measures ANOVA) could be observed.

Overall, PT1 revealed significantly higher mean bond strength (16.5 ± 6.9 MPa) than control group PT3 (14.5 ± 5.7 MPa) ($p < 0.05$; Tukey). PT2 (15.5 ± 6.67 MPa) revealed no significant differences in mean bond strength compared to PT1 ($p = 0.332$) and PT3 ($p = 0.293$; Tukey). Initially tested samples (16.4 ± 6.6 MPa) had an overall significantly higher mean bond strength compared to samples tested after TC and storage (14.6 ± 6.2 MPa). Including the data before and after storage, samples of group LU (18.8 ± 8.1 MPa) revealed significantly higher mean bond strength than those of RX (16.08 ± 6.4 MPa), GR (15.1 ± 4.6 MPa), CL (13.95 ± 5.2 MPa), and FU (13.7 ± 6.3 MPa; repeated measures ANOVA), which did not differ significantly from each other.

Regarding the interaction between luting material and pre-treatment, a stratified analysis revealed that CL ($p = 0.043$), LU ($p < 0.0005$), and RX ($p < 0.005$; stratified UNI-ANOVA 1) were significantly affected by pre-treatment (Table 3). In group CL, PT1 revealed significantly higher mean bond strength compared to PT2 ($p < 0.05$). In group LU, PT1 ($p < 0.0005$) and PT2 ($p < 0.005$) revealed significantly higher mean bond strength than PT3. In group RX, PT1 revealed significantly higher mean bond strength than PT3 ($p < 0.005$; stratified UNI-ANOVA 1).

Another stratified analysis revealed that the materials FU ($p < 0.05$), CL ($p < 0.0005$), and LU ($p < 0.05$) were significantly affected by storage (stratified UNI-ANOVA 2) (Table 3).

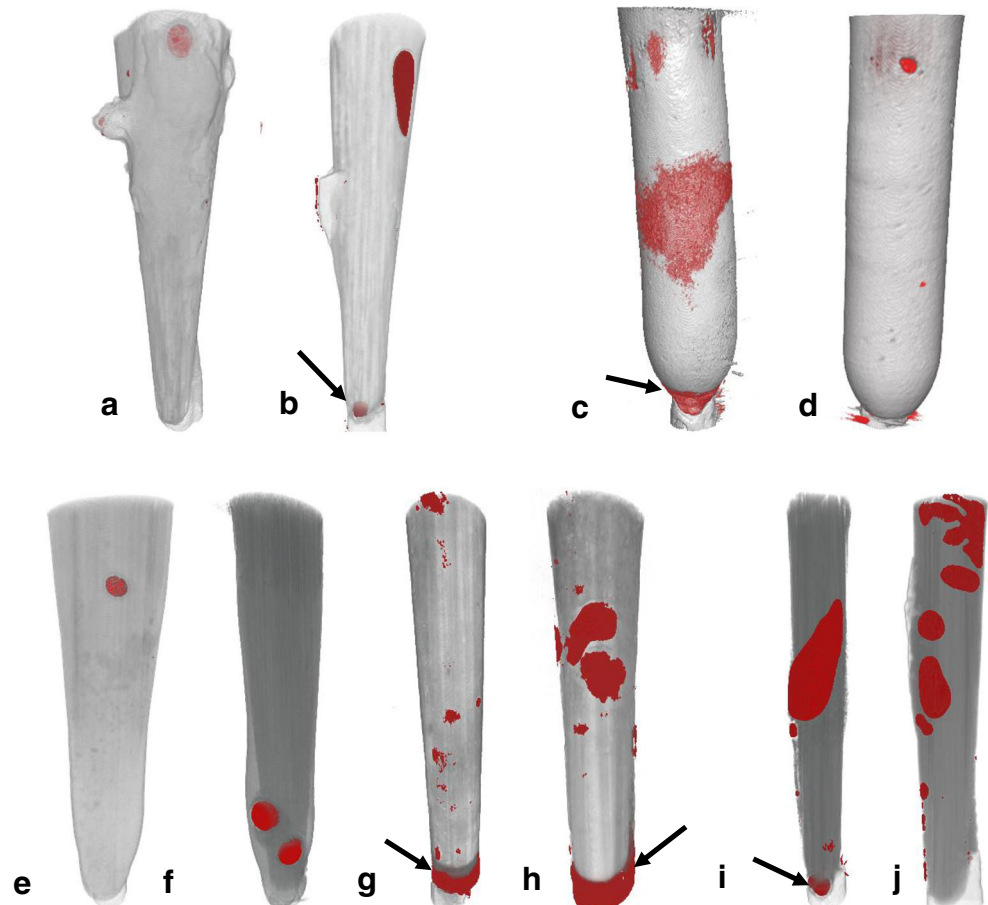
Although the factor location overall had no significant influence on bond strength, a stratified analysis revealed a significant interaction between “location” and “luting material” in groups FU ($p < 0.05$), CL ($p < 0.0005$), GR ($p < 0.0005$), and RX ($p < 0.0005$; stratified UNIANOVA 3) (Table 3). All mentioned groups revealed decreasing or stable (FU) tendencies from coronal to apical root parts, while RX revealed a significant increase in bond strength from coronal to middle/apical areas ($p < 0.0005$; Tukey) (Table 3).

Failure modes were significantly affected by luting material ($p < 0.0005$) (Table 4) and storage ($p < 0.0005$, chi-square test). In group LU, the majority of samples revealed mixed failure initially and after storage cohesive failure increased slightly. Group RX revealed an equal distribution of failure between adhesive and dentin, post and luting material, and mixed failure, which drifted to a majority of failure between post and composite after storage.

The occurrence of voids inside the luting resin was significantly affected by luting material and location ($p < 0.0005$, chi-square test) (Table 5). All materials revealed an occurrence of smaller and larger voids in over 90% of the samples.

The volumes acquired with μ CT (Fig. 2) revealed the presence of voids in every sample of all groups varying only in size and location. In group GR as well as in group

Fig. 2 μ CT images of two samples for each luting system (a–j): FU (a,b), CL (c,d), GR (e,f), LU (g,h), RX (i,j). Voids are depicted as red areas, while black arrows additionally mark voids between post and gutta-percha



LU, the size and pattern of voids were comparable among the two samples tested in each group. One GR sample revealed a middle to large void, while the other contained two larger voids in the apical region (red). Both LU samples contained many large and smaller voids and one large void between post and gutta-percha each. In group FU, both samples contained one larger void each and a few smaller voids, while the second sample incorporated a void between post and gutta-percha. In group CL, the first sample revealed one large void and a void between post and gutta-percha as well as several large voids in the coronal area, while the second one revealed only small voids. In group RX, the first sample incorporated a very

large void as well as few smaller voids, while the second one contained several larger ones which are distributed from the coronal to the apical area. In this group, both samples revealed a void between post and gutta-percha.

The CLSM images revealed a prominent hybrid layer in groups FU, CL, GR, and LU, while group RX showed no hybrid layer. In some groups, the infiltration depths and thickness of adhesive tags differed depending on the pre-treatment used (Figs. 3, 4 and 5). LU revealed a thicker hybrid layer with PT1 compared to PT3. RelyX Unicem 2 revealed more and longer resin tags with PT1 that reached deeper into the dentinal tubules compared to those with PT2 and PT3.

Fig. 3 Fluorescence CLSM pictures, PT1: Ethanol (99%). **a** A very thick hybrid layer (3.3 μm) (white arrows) with a few long adhesive tags (blue arrows), that reach deep into the dentinal tubules. **b** A thin hybrid layer (1.7 μm) (white arrows) with fewer thin and long tags of adhesive and composite that reach deep into the dentinal tubules (blue arrows). **c** A clearly visible hybrid layer (2.4 μm) (white arrows) with mostly long adhesive tags (blue arrows). **d** A clearly visible hybrid layer (1.9 μm) (white arrows) with a few thick and long, but mostly shorter adhesive tags that were partially infiltrated by composite (blue arrows). **e** No hybrid layer and fewer thin and long tags that reach deep into the dentinal tubules (blue arrows). Green = adhesive; red = composite/resin cement

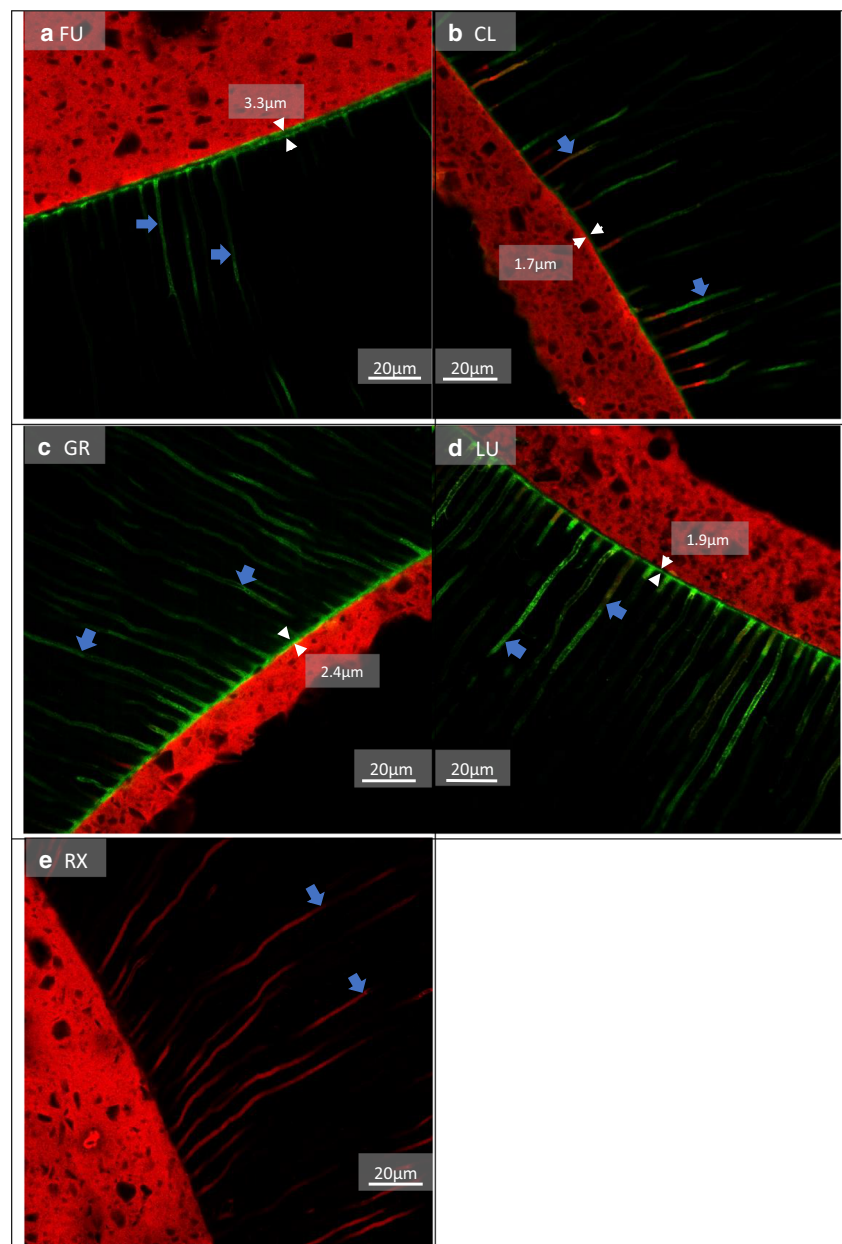
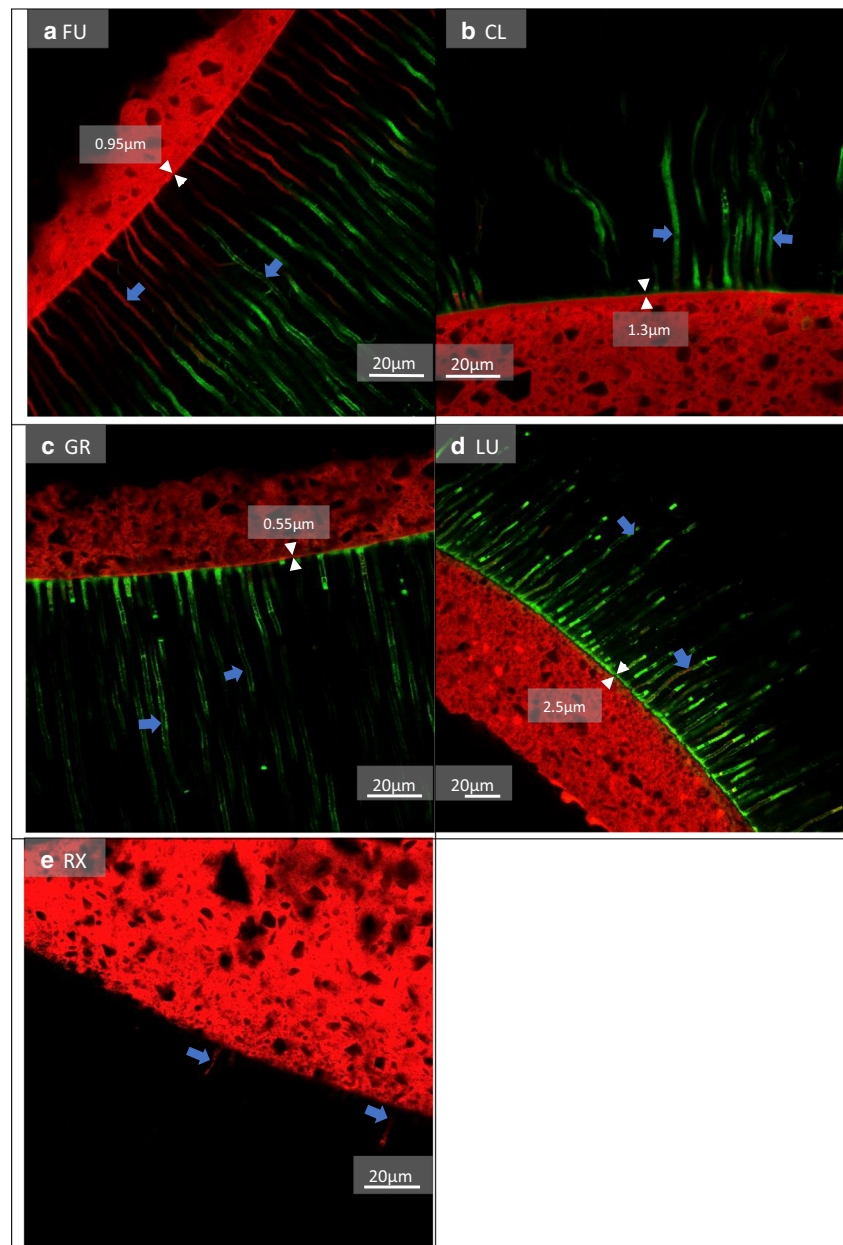


Fig. 4 Fluorescence CLSM pictures, PT2: AH Plus Cleaner. **a** A very thin hybrid layer (0.95 μm) (white arrows) with many thin long composite and adhesive tags (blue arrows). **b** A thin hybrid layer (1.3 μm) (white arrows) with only a few longer adhesive tags positioned in bundles close to each other (blue arrows). **c** A very thin hybrid layer (0.55 μm) (white arrows) with long and short adhesive tags (blue arrows). **d** A thick and clearly visible hybrid layer (2.5 μm) (white arrows) with many longer adhesive tags and little composite infiltrations (blue arrows). **e** No hybrid layer and two short tags (blue arrows). Green = adhesive; red = composite/resin cement



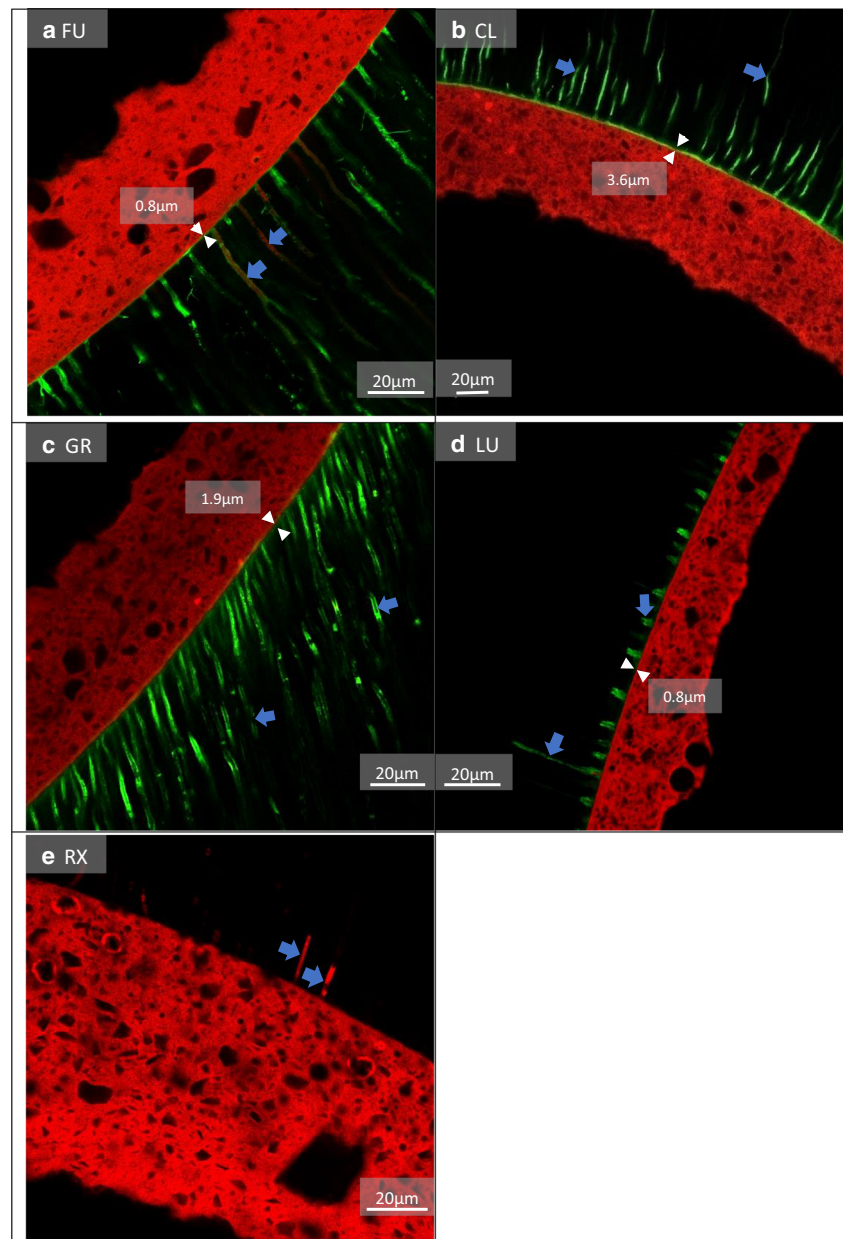
Discussion

The present study shows that pre-treatment, storage, and luting materials significantly affected bond strength. Interactions between the factors pre-treatment and luting material, storage, and luting material as well as location and luting material could be observed.

Aging of the adhesive–dentin interface is a synergistic process caused by the degradation of each component [22]. Degradation of collagen fibrils and a leakage of adhesive from the hybrid layer are two important factors during this process [23]. An entrapment of water inside the adhesive resin is supposed to be one of the main causes for collagen and subsequently occurring hybrid layer degradation [22, 24]. Ethanol

is able to facilitate water evaporation from dentin, therefore reducing its intrinsic wetness [9]. In our study, rinsing of the root canal using ethanol had a positive effect on the bond strength of one SE resp. universal adhesive system (LuxaBond Universal) and the investigated SAR cement (RelyX Unicem 2). In combination with the ethanol pre-treatment, LuxaBond Universal reached the highest bond strength among all groups (Table 3). CLSM analyses of LuxaBond Universal's hybrid layer formation with ethanol pre-treatment (Fig. 3) (approximately 3.3 μm) revealed an improved adhesive infiltration compared to the control group (Fig. 5) (approximately 1.9 μm) using distilled water. Similar results were found in the RelyX Unicem 2 group, where the infiltration depth of the SAR cement was improved

Fig. 5 Fluorescence CLSM pictures, PT3: control, distilled water. **a** A very thin hybrid layer ($0.8\ \mu\text{m}$) (white arrows) with many longer and shorter adhesive tags (blue arrows). **b** A thick hybrid layer ($3.6\ \mu\text{m}$) (white arrows) with many longer adhesive tags (blue arrows). **c** A clearly visible hybrid layer ($1.9\ \mu\text{m}$) (white arrows) with a few long and many shorter adhesive tags (blue arrows). **d** A very thin hybrid layer ($0.8\ \mu\text{m}$) (white arrows) with very short adhesive tags (blue arrows). **e** No hybrid layer and few shorter tags (blue arrows). Green = adhesive; red = composite/resin cement



using ethanol. Previous research [20] corroborated the present data demonstrating beneficial effects of ethanol pre-treatment on RelyX Unicem 2 in the apical parts of the root canal. The same effect was also observed on Futurabond U (in self-etch mode) [20], another universal adhesive, which does not align with the results of our study. The effects of ethanol pre-treatment on bond strength have been shown to be highly dependent on the luting material [9]. Although ethanol irrigation did not improve bond strengths in groups Futurabond U, Clearfil DC Bond and Gradia Core SE Bond, it also did not hamper bonding, which corresponds to results by Bronzato et al. [25]. Therefore, it can be speculated that other factors overshadowed the pre-treatment's effect. Similar to our study design, Cecchin et al. [13] applied ethanol for 60 s onto root

canal dentin and did not achieve improved bond strengths. The authors argued that residual water might take longer to be evaporated completely. Thus, an application of ethanol longer than 60 s might increase bond strengths of these adhesives, as well. Futurabond U was not light-cured before the application of Rebuilda DC; Gradia Core SE Bond was rubbed into the root canal walls very shortly, both according to the manufacturer's instructions (Table 1). Since active application of SE and universal adhesives into root canal dentin proved to increase bond strength [19, 26], a very short active application could hamper the effect of ethanol pre-treatment on bond strength. Tezvergil-Mutluay et al. [27] observed that tert-butanol, which is included in AH Plus Cleaner (PT2), is able to deactivate matrix metalloproteinases (MMPs) inside human

Table 2 Composition of all five luting systems according to manufacturers' information

Futurabond U	Clearfil DC Bond	Gradia Core SE Bond	LuxaBond Universal	RelyX Unicem 2
<p><i>Liquid I:</i> bisphenol-a-(di)-methacrylate (bis-GMA), 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA), hydroxyl-ethyl-di-methacrylate (HEDMA), sour adhesive monomers, urethane-di-methacrylate (UDMA) catalyst.</p> <p><i>Liquid II:</i> catalyst and initiator solvent: ethanol</p>	<p><i>Liquid A:</i> HEMA, bis-GMA, 10-Methacryloyl oxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP), DL-campherchinon, benzoyl peroxide, polyethylene glycol, silanized silica filler</p> <p><i>Liquid B:</i> solvent: water and ethanol</p>	<p><i>Liquid A:</i> 2-hydroxy-1,3-dimethacryloxypropane, 2,2'-ethylendiodi-diethyl-dimethacrylate, 7,7,9 (or 7,9,9,) -trimethyl-4,13-dioxo-3,14-dioxa-5,12-diazahexadecane-1,16--diylbismethacrylate</p> <p>solvent: ethanol</p> <p><i>Liquid B:</i> solvent: ethanol & 2,2'-[(4-methylphenyl) imino] bis-ethanol</p>	<p>Bond A: HEMA, bis-GMA based hydrophilic and hydrophobic and sour resin matrix, di-benzoyl peroxide/benzoyl peroxide and additives</p> <p>Bond B: starter solvent: ethanol and water</p>	<p><i>Base:</i> methacrylates with phosphor acid groups, other methacrylates silanized fillers, initiators stabilisators, rheological additives</p>
<p>Rebilda DC</p> <p><i>Base:</i> UDMA, 1,10-decandioldimethacrylate (DDDMA), bis-GMA</p> <p><i>Catalyst:</i> UDMA, DDDMA, bis-GMA, benzoyl peroxide</p>	<p>Clearfil DC Core</p> <p><i>Paste A:</i> bis-GMA, hydrophobic/hydrophilic aliphatic/aromatic dimethacrylate, DL-campherchinon, initiators, and fillers</p> <p><i>Paste B:</i> tri-ethylene-glycol-di-methacrylate (TEGDMA), other di-methacrylates and accelerators</p>	<p>Gradia Core</p> <p><i>Base:</i> 7,7,9 (or 7,9,9,) -trimethyl-4,13-dioxo-3,14-dioxa-5,12-diazahexadecane-1,16--diylbismethacrylate, 2,2'-ethylendiodi-diethyl-dimethacrylate, 2,2'-dimethyl-1,3-propanediylobismethacrylate</p> <p><i>Catalyst:</i> 7,7,9 (or 7,9,9,) -trimethyl-4,13-dioxo-3,14-dioxa-5,12-diazahexadecane-1,16-diylobismethacrylate, 2-hydroxy-1,3-dimethacryloxypropane, di-benzoyl-peroxide, 1,6-di-tert-butyl-p-cresole</p>	<p>LuxaCore Z Dual</p> <p>di-methacrylate, barium glass, pyrogenic silica, nano filler zirconia dioxide inside a bis-GMA based matrix</p>	<p><i>Catalyst:</i> methacrylates, alkaline fillers, initiators, stabilisators, pigments, rheological additives</p>

Table 3 Mean bond strength values (MPa) plus standard deviation of the five post and core systems divided by pre-treatment, location, and storage

Adhesives	PT	Region inside the root canal											
		Coronal mean (SD)				Middle mean (SD)				Apical mean (SD)			
		Initial	TC	Initial	TC	Initial	TC	Initial	TC	Initial	TC	Initial	TC
1. FU	Ethanol	15.6 (7.4)	11.8 (5.3)	12.9 (6.5)	10.7 (4.8)	15.5 (9.9)	12.9 (5.8)	14.7 (7.9)	11.8 (5.2)	13.2 (6.8)			
	AH ⁺ - Cleaner	17.1 (4.8)	13.7 (4.8)	13.6 (6.7)	11.9 (5.2)	16.2 (10.0)	11.8 (6.3)	15.6 (7.4)	12.5 (5.4)	14.0 (6.6)			
	Control	15.2 (7.3)	11.9 (2.8)	12.85 (5.7)	11.1 (4.6)	14.8 (4.5)	17.5 (4.1)	14.3 (5.9)	13.5 (4.7)	13.9 (5.3)			
	Σ	15.97 (6.5)	12.5 (4.4)	13.1 (6.1)	11.2 (4.8)	15.5 (8.3)	14.0 (5.9)	14.9 (7.1)	12.6 (5.1)				
	Σ	14.2 (5.7)		12.2 (5.5)		14.7 (7.2)		14.9 (7.1)					
	Σ												
2. CL	Ethanol	20.2 (2.9)	13.9 (3.4)	17.6 (2.7)	14.8 (4.8)	13.9 (3.5)	9.7 (2.2)	17.2 (4.0)	12.8 (4.2)	15.0 (4.6)			
	AH ⁺ - Cleaner	16.1 (3.2)	13.3 (4.5)	15.99 (3.3)	11.98 (3.0)	14.0 (5.0)	5.9 (3.9)	15.4 (4.0)	10.4 (5.0)	12.8 (5.1)			
	Control	16.9 (5.1)	14.6 (5.1)	14.8 (4.3)	12.9 (4.7)	13.8 (7.4)	10.7 (5.5)	15.2 (5.7)	12.7 (5.2)	13.95 (5.6)			
	Σ	17.7 (4.2)	13.9 (4.3)	16.1 (3.6)	13.2 (4.3)	13.9 (5.4)	8.8 (4.5)	15.9 (4.7)	11.97 (4.9)				
	Σ	15.8 (4.6)		14.7 (4.2)		11.3 (5.8)		14.7 (5.2)					
	Σ												
3. GR	Ethanol	17.9 (5.9)	16.7 (5.1)	13.7 (3.5)	13.0 (2.1)	12.7 (4.9)	12.7 (5.3)	14.7 (5.2)	14.1 (4.6)	14.4 (4.9)			
	AH ⁺ - Cleaner	17.0 (3.6)	20.7 (4.8)	13.3 (2.3)	13.0 (2.6)	13.95 (2.9)	16.9 (4.9)	14.7 (3.3)	16.9 (5.2)	15.8 (4.4)			
	Control	16.9 (5.6)	17.4 (5.1)	15.6 (4.8)	13.1 (2.0)	12.7 (2.8)	15.3 (2.1)	15.1 (4.8)	15.3 (3.7)	15.2 (4.3)			
	Σ	17.3 (5.0)	18.2 (5.2)	14.2 (3.7)	13.0 (2.2)	13.1 (3.6)	14.98 (4.5)	14.8 (4.5)	15.4 (4.6)				
	Σ	17.7 (5.1)		13.6 (3.1)		14.0 (4.2)		14.8 (4.5)					
	Σ												
4. LU	Ethanol	23.8 (8.1)	19.7 (5.6)	25.7 (9.7)	23.1 (9.9)	21.2 (5.4)	18.6 (7.6)	23.6 (7.9)	20.5 (7.9)	22.0 (8.0)			
	AH ⁺ - Cleaner	20.3 (9.2)	16.2 (6.0)	18.8 (7.5)	18.5 (8.1)	21.2 (7.6)	21.3 (7.9)	20.1 (8.0)	18.6 (7.5)	19.4 (7.7)			
	Control	18.7 (7.6)	15.4 (5.7)	15.3 (7.5)	14.4 (7.1)	14.1 (6.5)	11.7 (5.8)	16.0 (7.3)	13.8 (6.2)	14.9 (6.8)			
	Σ	20.9 (7.6)	17.1 (5.7)	19.9 (7.5)	18.7 (7.1)	18.8 (6.5)	17.2 (5.8)	19.9 (7.3)	17.6 (6.2)				
	Σ												
	Σ												

Table 3 (continued)

Adhesives	PT	Region inside the root canal						Σ mean (SD)	
		Coronal mean (SD)		Middle mean (SD)		Apical mean (SD)		Initial	TC
		Initial	TC	Initial	TC	Initial	TC		
5. RX	Σ	(8.4) 19.0 (7.5)	(5.9)	(9.2) 19.3 (9.0)	(9.0)	(7.2) 18.0 (7.7)	(8.1)	(8.3)	(7.7)
	Ethanol	16.6 (3.5)	14.2 (3.6)	18.7 (5.2)	20.1 (8.5)	19.5 (5.2)	19.1 (4.4)	18.2 (4.7)	17.8 (6.3)
	AH ⁺ - Cleaner	11.9 (6.7)	9.8 (3.7)	19.7 (7.7)	19.1 (7.2)	19.6 (6.8)	13.9 (4.0)	17.0 (7.8)	14.3 (6.4)
Control	Σ	11.8 13.5 (6.0)	11.4 (5.8)	15.1 (4.3)	16.4 (5.0)	17.2 (6.9)	15.5 (5.8)	14.7 (6.2)	14.4 (5.8)
	Σ	12.6 (5.4)	11.8 (4.7)	18.2 (6.5)	18.5 (7.0)	18.7 (6.3)	16.2 (5.1)	16.7 (6.5)	15.5 (6.3)
	Σ	12.6 (5.4)	11.8 (4.7)	18.2 (6.5)	18.5 (7.0)	18.7 (6.3)	16.2 (5.1)	16.7 (6.5)	15.5 (6.3)

All results in form of sums were highlighted in bold

dentin. These MMPs can be released and activated during dentin bonding leading to a thinning and disappearance of collagen fibrils in aged dentin [28] which has been confirmed to occur in vivo at the deepest part of the hybrid layer [29]. However, MMPs inside the collagen matrix can only be activated if enough collagen fibers are exposed. Since SE adhesives do not expose collagen and the attached MMPs to the same extent as ER adhesives, they are less likely to activate MMPs [30]. We observed no significant difference in PT2's bond strength compared to ethanol (PT1) or distilled water (PT3). Therefore, it can be concluded that an overall possible positive effect of tert-butanol pre-treatment on bond strength durability could not be shown in the present study set-up. Nonetheless, Gradia Core SE Bond samples treated with AH Plus Cleaner revealed an increase in bond strength after TC and storage (Table 3).

The push-out tests revealed higher mean bond strengths for one universal adhesive system (LuxaBond Universal) compared to the other tested systems, including an often-investigated SAR cement (RelyX Unicem 2). Previous research showed significantly higher bond strength values for posts luted with SAR cements compared to the application of ER or SE adhesives in combination with core build-up materials [14]. According to Wang et al., SE adhesives contain different types and concentrations of functional monomers that interact variously with dental hard tissue resulting in adhesive interfaces with different characteristics [31]. Universal adhesives chemically bond to dental hard tissue via functional monomers such as 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP) which forms insoluble calcium salts with hydroxylapatite resulting in stable bonds [32, 33]. A very recent study revealed that the self-assembled nanolayering effect of 10-MDP contributed to the mechanical properties of an adhesive, possibly increasing its bonding durability to dentin [34]. According to the manufacturer's information (Table 2) Clearfil DC Bond contains MDP monomers, but revealed a significant decrease in bond strength after TC and storage (Table 3). Futurabond U, LuxaBond Universal, Gradia Core SE Bond, and RelyX Unicem 2 also contain adhesion-promoting functional monomers, albeit not all are named specifically by their manufacturers (Table 2). LuxaBond Universal's bond strength to root dentin might have benefited more from the adhesive interface formed by its functional monomers compared to the other luting agents. The two investigated universal adhesives, LuxaBond Universal and Futurabond U, as well as the SE adhesive Clearfil DC Bond all contain 2-Hydroxyethyl methacrylate (HEMA) (Table 2), a functional monomer which is able to facilitate adhesion to wetted surfaces, because of its hydrophilic nature [18]. It was shown that an adequate concentration of HEMA improves monomer diffusion, infiltration, and hybrid layer formation resulting in increased immediate

Table 4 Crosstab comparing the five different post and core systems before and after TC and storage based on their failure modes after push-out (pooled data for location)

Adhesives	Failure modes after push-out (initial and stored)							
	Adhesive dentin		Post and composite		Cohesive post		Mixed failure	
	Initial	Stored	Initial	Stored	Initial	Stored	Initial	Stored
1. FU	30.1%	23.1%	8.8%	16.2%	0	0	11.1%	10.6%
2. CL	3.7%	5.6%	32.9%	36.1%	0.9%	0	12.5%	8.3%
3. GR	14.4%	9.3%	27.8%	33.3%	0	0	7.9%	7.4%
4. LU	15.7%	13.4%	12.5%	11.1%	1.9%	11.1%	19.9%	14.4%
5. RX	17.1%	19.9%	13.4%	17.6%	0	0	19.4%	12.5%

bond strengths [35]. The CLSM images (Figs. 3, 4, and 5) of this study partially support these findings as they revealed a prominent hybrid layer for all adhesives containing HEMA. A disadvantage when including this monomer is its affinity to water sorption [18], because it contributes to a degradation of the hybrid layer [36] and higher concentrations might decrease the adhesive's mechanical properties [18].

LuxaBond Universal was the only adhesive applied in two coats possibly improving its immediate dentin bond strength as research suggests that multiple coats of universal adhesives resulted in higher immediate bond strengths to dentin [37]. Adhesive layering may improve etching and a thicker adhesive layer should increase bond strength against stress concentrations [38]. This could further explain how LuxaBond Universal maintained its high bond strengths in the coronal, middle, and apical parts of the root canal.

As studies have shown that immediate dentin bond strength can differ significantly from long-term bond strength values [39], we decided to include aging and storage of samples. Futurabond U, Clearfil DC Bond, and LuxaBond Universal showed a decrease in bond strength after TC and storage which correlated to a change in failure modes. Futurabond U and Clearfil DC Bond revealed more failures between post and luting cement after storage indicating a change in the weak link of this interface (Table 4). Post cement bonding depends on micro-mechanical interlocking affected by post-surface topography as well as chemical bonding [40]. A silanization was recommended by the manufacturers for all posts except for LuxaPost (pre-silanized) and RelyX Fiber Post which relies on micromechanical interlocking. Silanization is supposed to create a chemical interaction between organic matrices on one hand and inorganic structures, e.g. glass fibers inside fiber posts, on the other [41]. If and how the effect of silanization improves bond strength of fiber posts is still a controversial topic [42]. Benefits of silane application are mostly attributed to a higher wettability of silanized post surfaces and depend on the type of post and luting agent [40]. An incomplete chemical bond could lead to gap formation at the post surface and easier infiltration of water during storage resulting in increased failure and decreased bond strength at the post surface. LuxaBond Universal on the other hand revealed six times more cohesive failure inside the post

after TC and storage (Table 4) possibly caused by a very stable bond between adhesive and dentin as well as post and cement. Moreover, research indicates that TC and water storage resulted in a decreased fracture load of fiber posts [43]. Although hydrolytic degradation is considered to be the main mechanism in decreasing bond strength over time [22], the experimental set-up of our study has to be considered a worst-case scenario, because clinically, it is very unlikely that every bonding surface of the post and core build-up will be directly exposed to water

The interaction between location and the luting materials Futurabond U, Clearfil DC Bond, and Gradia Core SE Bond revealed an overall decreasing trend in bond strength from the coronal to the apical region. It was proven that dentinal tubules decrease in size and number from the cervical to the apical area [44] possibly compromising bonding. An entrapment of solvent inside the hybrid layer caused by incomplete solvent evaporation [46] could have also caused the decrease in bond strength. Although all adhesives of this study have been dried with air, some have been air-dried longer than others (Table 1). Moreover, it was proven that thorough air drying is not effective enough to remove all excess solvent [47]. All adhesives used in this study were dual-curing and Futurabond U was the only one used without additional light polymerisation, as instructed by the manufacturer. Therefore, it could be assumed that complete polymerisation of this adhesive in the apical parts of the post space might be impeded or solely relies on the chemical curing mode. RelyX Unicem 2 revealed lower coronal bond strengths that increased in the middle and apical thirds (Table 3). Jha and Jha [48] found similar results for RelyX cement inside the root canal and

Table 5 Crosstab comparing the five different post and core systems based on the quantity and size of voids in the luting material

Voids	Post- and core systems				
	1. FU	2. CL	3. GR	4. LU	5. RX
Void-free	9.3%	7.9%	8.3%	4.6%	4.2%
Small voids	82.9%	79.2%	76.4%	72.7%	70.4%
Bigger/numerous voids	7.9%	13.0%	15.3%	22.7%	25.5%

argued that the narrow space of the apical post space leads to a thinner cement layer compared to that of the coronal region resulting in less polymerizing shrinkage and higher bond strength.

In the present study, the void formation was significantly affected by the luting material. The number of voids was comparable among groups, but the size of voids differed. One possible explanation could be related to the flow properties of each material which depend on their composition. The composites Rebuilda DC, Clearfil DC Core Plus, and LuxaCore Z dual contained di-methacrylates, such as UDMA, TEGDMA, and Bis-GMA, among other substances (Table 2). The amount of TEGDMA, which serves as a diluent, was proven to be inversely correlated to the viscosity of an UDMA mixture [49]. Gradia Core had to be applied with an application gun provided by the manufacturer, since it only flows under pressure due to its high filler content (75%) and thixotropic character [50]. In the current study, most voids, especially the larger ones, occurred at the apical third of the root which is in concordance with results by Chang et al. [51]. The authors explained that apical parts of the post space are narrow and harder to clean which could foster void formation by impeding proper adaption of the adhesive. The occurrence of voids inside the resin in this study was observed using a digital microscope (Table 5) as well as a laboratory μ CT (Fig. 2). Note that the μ CT samples solely analyzed two samples per group exemplary. However, both methods revealed concordant results in the number and sizes of entrapped voids. Although it is very time-consuming to produce μ CT images, a clear advantage of this technique is its non-destructive or non-invasive nature [52]. The highlight of voids within the cement layer was achieved by separating different phases of restoration based on their density (segmentation).

Voids and inhomogeneities can occur due to mixing or during application of the resin/cement into the root canal [53] as a result of air entrapment [54]. There is no consensus among researchers regarding the influence of voids inside post and core build-ups. Uzun et al. found no correlation between bond strength and occurrence of voids [55]. Others concluded that the presence of voids is disadvantageous, since they change stress concentrations on the surface between dentin and resin which leads to reduced bond strengths of fiber posts [53]. However, Lorenzoni et al. [54] speculated that these voids could serve as free surfaces for resin cement contraction and could therefore lead to stress release during polymerization shrinkage which could improve bond strength. This could explain why LuxaCore Z dual revealed higher bond strengths despite larger void formation. Note, however, that Clearfil DC Core Plus as well as LuxaCore Z dual also revealed large voids in the apical area directly below the post or around the post tip (Fig. 2; c,d and g,h). According to Silva et al. [53], this

phenomenon is caused by air entrapment in the confined apical post space leading to a larger distance between post and gutta-percha and potentially resulting in unfavourable outcomes [56].

Conclusion

The current study revealed that SE dual-curing adhesives are equally reliable for post cementation as SAR cement. While the universal adhesive LuxaBond Universal revealed higher bond strength than RelyX Unicem 2, both benefitted from root canal pre-treatment using ethanol. The immediate- and long-term bond strengths were increased and remained stable, while penetration into the dentinal tubules was facilitated. LuxaBond Universal revealed the highest immediate bond strength values which remained stable from the coronal to the apical region. It is apparent that the materials reacted differently to water exposure during TC and storage. This suggests that hydrolytic degradation decreased bonding performances of only some materials. The void formation was observed in all materials despite a standardized application method; its clinical implication must be investigated further.

Acknowledgements This study was co-funded by DMG, Hamburg, Germany.

Funding Open Access funding enabled and organized by Projekt DEAL. The work was supported by the Department of Operative and Preventive Dentistry of the Charité – Universitätsmedizin Berlin in Berlin, Germany. The work was partially financially supported by DMG Hamburg, Germany.

Declarations

Ethical approval This article does not contain any studies with human participants or animals performed by any of the authors. Human tissue (teeth) was obtained with written informed consent under an ethics-approved protocol (EA4/102/14) by the Ethical Review Committee of the Charité - Universitätsmedizin Berlin.

Informed consent For this type of study, formal consent is not required.

Conflict of Interest The authors declare no competing interests

Disclaimer The funders had no role in design, conduct, evaluation, or interpretation of the study, or writing the paper.

Open Access This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons licence, and indicate if changes were made. The images or other third party material in this article are included in the article's Creative Commons licence, unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons licence and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain

permission directly from the copyright holder. To view a copy of this licence, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

References

- Taha NA, Messer HH (2016) Restoration of the Root-Filled Tooth. *Primary Dental Journal* 5(2):29–35. <https://doi.org/10.1308/205016816819304178>
- Bitter K, Noetzel J, Stamm O, Vaudt J, Meyer-Lueckel H, Neumann K, Kielbassa AM (2009) Randomized clinical trial comparing the effects of post placement on failure rate of postendodontic restorations: preliminary results of a mean period of 32 months. *J Endod* 35(11):1477–1482. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2009.07.026>
- Wang X, Shu X, Zhang Y, Yang B, Jian Y, Zhao K (2019) Evaluation of fiber posts vs metal posts for restoring severely damaged endodontically treated teeth: a systematic review and meta-analysis. *Quintessence Int* 50(1):8–20. <https://doi.org/10.3290/j.qi.a41499>
- Marchionatti AME, Wandscher VF, Rippe MP, Kaizer OB, Valandro LF (2017) Clinical performance and failure modes of pulpless teeth restored with posts: a systematic review. *Brazilian Oral Research* 31:e64. <https://doi.org/10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0064>
- Santos AFV, Meira JBC, Tanaka CB, Xavier TA, Ballester RY, Lima RG, Pfeifer CS, Versluis A (2010) Can fiber posts increase root stresses and reduce fracture? *J Dent Res* 89(6):587–591. <https://doi.org/10.1177/0022034510363382>
- Soares CJ, Versluis A, Tantbirojn D, Kim H-C, Verissimo C, Santos-Filho PCF (2016) Biomechanical principles of root canal-treated-teeth restored with fiber-reinforced resin posts. In: Perdigão J (ed) *Restoration of Root Canal-Treated Teeth: An Adhesive Dentistry Perspective*, first edn. Springer International Publishing, Switzerland, pp 87–100. https://doi.org/10.1007/978-3-319-15401-5_5
- Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B (2008) Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater* 24(7):967–977. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.11.011>
- Ferrari M, Mannocci F (2000) A ‘one-bottle’ adhesive system for bonding a fibre post into a root canal: an SEM evaluation of the post–resin interface. *Int Endod J* 33(4):397–400. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2591.2000.00310.x>
- Carvalho CA, Cantoro A, Mazzoni A, Goracci C, Breschi L, Ferrari M (2009) Effect of ethanol application on post-luting to intraradicular dentine. *Int Endod J* 42(2):129–135. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2591.2008.01491.x>
- Mjör IA, Smith MR, Ferrari M, Mannocci F (2001) The structure of dentine in the apical region of human teeth. *Int Endod J* 34(5):346–353. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2591.2001.00393.x>
- Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, Rueggeberg FA, Agee KA, Carrilho M, Donnelly A, Garcia-Godoy F (2007) 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* 20(1):7–20
- Pei D, Huang X, Huang C, Wang Y, Ouyang X, Zhang J (2012) Ethanol-wet bonding may improve root dentine bonding performance of hydrophobic adhesive. *J Dent* 40(5):433–441. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.02.005>
- Cecchin D, de Almeida JFA, Gomes BPFA, Zaia AA, Ferraz CCR (2011) 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* 37(9):1310–1315. <https://doi.org/10.1016/j.joen.2011.05.004>
- Sarkis-Onofre R, Skupien J, Cenci M, Moraes R, Pereira-Cenci T (2014) 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* 39(1):E31–E44. <https://doi.org/10.2341/13-070-lit>
- Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJT (2011) Self-adhesive resin cements – chemistry, properties and clinical considerations. *J Oral Rehabil* 38(4):295–314. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.2010.02148.x>
- Bitter K, Schubert A, Neumann K, Blunck U, Sterzenbach G, Rüttermann S (2016) Are self-adhesive resin cements suitable as core build-up materials? Analyses of maximum load capability, margin integrity, and physical properties. *Clin Oral Investig* 20(6):1337–1345. <https://doi.org/10.1007/s00784-015-1623-0>
- Perdigão J, Loguercio AD (2014) Universal or multi-mode adhesives: why and how? *J Adhes Dent* 16(2):193–194. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a31871>
- Alex G (2015) Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? *Compendium of continuing education in dentistry* (Jamesburg, NJ : 1995) 36(1):15–26
- Gruber YL, Bakaus TE, Gomes OMM, Reis A, Gomes GM (2017) Effect of Dentin Moisture and Application Mode of Universal Adhesives on the Adhesion of Glass Fiber Posts to Root Canal. *J Adhes Dent* 19(5):385–393. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a38998>
- Bitter K, Polster L, Askar H, von Stein-Launsitz M, Sterzenbach G (2017) Effect of final irrigation protocol and etching mode on bond strength of a multimode adhesive in the root canal. *J Adhes Dent* 19(3):245–252. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a38415>
- Bitter K, Aschendorff L, Neumann K, Blunck U, Sterzenbach G (2014) Do chlorhexidine and ethanol improve bond strength and durability of adhesion of fiber posts inside the root canal? *Clin Oral Investig* 18(3):927–934. <https://doi.org/10.1007/s00784-013-1040-1>
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano DE (2008) Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater* 24(1):90–101. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.02.009>
- Breschi L, Maravic T, Cunha SR, Comba A, Cadenaro M, Tjäderhane L, Pashley DH, Tay FR, Mazzoni A (2018) Dentin bonding systems: from dentin collagen structure to bond preservation and clinical applications. *Dent Mater* 34(1):78–96. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.11.005>
- Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, Biasotto M, Contardo L, Breschi L (2005) Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci* 113(6):525–530. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2005.00251.x>
- Bronzato J, Cecchin D, Miyagaki D, de Almeida JF, Ferraz C (2016) Effect of cleaning methods on bond strength of self-etching adhesive to dentin. *J Conserv Dent* 19(1):26–30. <https://doi.org/10.4103/0972-0707.173189>
- do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD (2009) Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. *J Dent* 37(1):82–90. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.09.010>
- Tezvergöl-Mutluay A, Agee KA, Hoshika T, Uchiyama T, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, Thompson JM, McCracken CE, Looney SW, Tay FR, Pashley DH (2011) Inhibition of MMPs by alcohols. *Dent Mater* 27(9):926–933. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.05.004>
- Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, Ito S (2004) Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 83(3):216–221. <https://doi.org/10.1177/154405910408300306>

29. Koshiro K, Inoue S, Sano H, De Munck J, Van Meerbeek B (2005) In vivo degradation of resin–dentin bonds produced by a self-etch and an etch-and-rinse adhesive. *Eur J Oral Sci* 113(4):341–348. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2005.00222.x>
30. De Munck J, Van den Steen PE, Mine A, Van Landuyt KL, Poitevin A, Opendakker G, Van Meerbeek B (2009) Inhibition of enzymatic degradation of adhesive–dentin interfaces. *J Dent Res* 88(12):1101–1106. <https://doi.org/10.1177/0022034509346952>
31. Wang R, Shi Y, Li T, Pan Y, Cui Y, Xia W (2017) Adhesive interfacial characteristics and the related bonding performance of four self-etching adhesives with different functional monomers applied to dentin. *J Dent* 62:72–80. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2017.05.010>
32. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B (2004) Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 83(6):454–458. <https://doi.org/10.1177/154405910408300604>
33. Muñoz M, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha N, Loguercio A (2015) In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Oper Dent* 40(3):282–292. <https://doi.org/10.2341/14-055-l>
34. Yoshihara K, Nagaoka N, Nakamura A, Hara T, Yoshida Y, Van Meerbeek B (2020) Nano-Layering Adds Strength to the Adhesive Interface. *Journal of Dental Research*:22034520979133. <https://doi.org/10.1177/0022034520979133>
35. Van Landuyt KL, Snauwaert J, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2008) The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dent Mater* 24(10):1412–1419. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.02.018>
36. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G (2003) Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 82(2):136–140. <https://doi.org/10.1177/154405910308200212>
37. Fujiwara S, Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Imai A, Watanabe H, Erickson RL, Latta MA, Nakatsuka T, Miyazaki M (2018) Effect of double-layer application on bond quality of adhesive systems. *J Mech Behav Biomed Mater* 77:501–509. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2017.10.008>
38. Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, Waller JL, Pashley DH (2005) Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent* 7(2):133–141. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a10285>
39. Makishi P, André CB, Ayres A, Martins AL, Giannini M (2016) Effect of storage time on bond strength and nanoleakage expression of universal adhesives bonded to dentin and etched enamel. *Oper Dent* 41(3):305–317. <https://doi.org/10.2341/15-163-l>
40. Zicari F, De Munck J, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B (2012) Factors affecting the cement–post interface. *Dent Mater* 28(3):287–297. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.11.003>
41. Matinlinna JP, Lassila LV, Ozcan M, Yli-Urpo A, Vallittu PK (2004) An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont* 17(2):155–164
42. Bitter K, Noetzel J, Neumann K, Kielbassa AM (2007) Effect of silanization on bond strengths of fiber posts to various resin cements. *Quintessence international* (Berlin, Germany : 1985) 38(2):121–128
43. Lassila LVJ, Tanner J, Le Bell A-M, Narva K, Vallittu PK (2004) Flexural properties of fiber reinforced root canal posts. *Dent Mater* 20(1):29–36. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(03\)00065-4](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(03)00065-4)
44. Ferrari M, Mannocci F (2000) A ‘one-bottle’ adhesive system for bonding a fibre post into a root canal: an SEM evaluation of the post–resin interface. *Int Endod J* 33(4):397–400. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2591.2000.00310.x>
45. Ferrari M, Coniglio I, Magni E, Cagidiaco MC, Gallina G, Prati C, Breschi L (2008) How Can Droplet Formation Occur in Endodontically Treated Teeth During Bonding Procedures? *J Adhes Dent* 10(3):211–218. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a13571>
46. Aksornmuang J, Nakajima M, Foxton RM, Tagami J (2005) Regional bond strength of four self-etching primer/adhesive systems to root canal dentin. *Dent Mater J* 24(2):261–267. <https://doi.org/10.4012/dmj.24.261>
47. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2005) Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer–adhesive mixture. *Dent Mater* 21(11):1051–1058. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.03.010>
48. Jha P, Jha M (2012) Retention of fiber posts in different dentin regions: An *in vitro* study. *Indian J Dent Res* 23(3):337–340. <https://doi.org/10.4103/0970-9290.102219>
49. Silikas N, Watts DC (1999) Rheology of urethane dimethacrylate and diluent formulations. *Dent Mater* 15(4):257–261. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(99\)00043-3](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(99)00043-3)
50. GCEurope Gradia Core und Fiber Post Broschüre. https://cdn.gceurope.com/v1/PID/fiberpost/leaflet/LFL_Gradia_Core_&Fiber_Post_de.pdf. Accessed 06.09.2019 2019
51. Chang Y-H, Wang H-W, Lin P-H, Lin C-L (2018) Evaluation of early resin luting cement damage induced by voids around a circular fiber post in a root canal treated premolar by integrating micro-CT, finite element analysis and fatigue testing. *Dent Mater* 34(7):1082–1088. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.04.006>
52. Jiang Y, Zhao J, White DL, Genant HK (2000) Micro CT and Micro MR imaging of 3D architecture of animal skeleton. *J Musculoskelet Neuronal Interact* 1(1):45–51
53. Silva NR, Aguiar GCR, Rodrigues MP, Bicalho AA, Soares PBF, Verissimo C, Soares CJ (2015) Effect of resin cement porosity on retention of glass-fiber posts to root dentin: an experimental and finite element analysis. *Braz Dent J* 26:630–636. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201300589>
54. Lorenzoni FC, Bonfante EA, Bonfante G, Martins LM, Witek L, Silva NRFA (2013) MicroCT Analysis of a Retrieved Root Restored with a Bonded Fiber-Reinforced Composite Dowel: A Pilot Study. *J Prosthodont* 22(6):478–483. <https://doi.org/10.1111/jopr.12045>
55. Uzun İH, Malkoç MA, Keleş A, Öğreten AT (2016) 3D micro-CT analysis of void formations and push-out bonding strength of resin cements used for fiber post cementation. *J Adv Prosthodont* 8(2):101–109. <https://doi.org/10.4047/jap.2016.8.2.101>
56. Moshonov J, Slutzky-Goldberg I, Gottlieb A, Peretz B (2005) The effect of the distance between post and residual gutta-percha on the clinical outcome of endodontic treatment. *J Endod* 31(3):177–179. <https://doi.org/10.1097/01.don.0000137646.07662.8e>

Publisher's note Springer Nature remains neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.

Lebenslauf

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

Komplette Publikationsliste

Kosan, E., Prates Soares, A., Blunck, U., Neumann, K., Bitter, K. Root canal pre-treatment and adhesive system affect bond strength durability of fiber posts ex vivo. Clin Oral Invest, 2021; 25(11):6419-6434.

Kosan, E., Krois, J., Wingenfeld, K., Deuter, E.C., Gaudin, R., Schwendicke, F. Patients' Perspectives on Artificial Intelligence in Dentistry: A Controlled Study. J Clin Med, 2022; 11(8):2143.

Kosan, E., Schwendicke, F., Herbst, S.R. Pulpotomie nach traumatischer Kronen-Wurzel-Fraktur. Zahnärztliche Mitteilungen, 2023; 2023(3):70-73.

Danksagung

Ich möchte mich besonders bei meiner Erstbetreuerin und Ansprechpartnerin Frau Prof. Dr. Kerstin Bitter für die Überlassung des Themas und die freundliche Betreuung bedanken. Meinem Zweitbetreuer Herr Priv.-Doz. Dr. Sterzenbach danke ich ebenfalls für die fachliche Beratung und Unterstützung.

Ich bedanke mich außerdem bei Herr Priv.-Doz. Dr. rer. nat. habil. Prof. (UH) Wolf-Dieter Müller, Herr OA Dr. Uwe Blunck, Herr Dr. Haitham Askar und Frau Ana Prates Soares für den fachlichen Austausch und die Zusammenarbeit.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herr Dipl.-Biol. Dr. Herbert Renz sowie bei Herr Rainer Toll, Frau Carola Schweynoch, Frau Anette Steinke und Frau Christiane Schöpf, die mich bei der Umsetzung meiner Arbeit unterstützten.

Mein Dank gilt insbesondere meiner Familie, die mich bei meiner wissenschaftlichen und akademischen Arbeit stets bestärkt hat.