

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

DISSERTATION

Auswirkung unterschiedlicher Vorbehandlungsmaßnahmen von
Restaurationen auf den Haftverbund zu Zahnhartsubstanz unter
besonderer Betrachtung der CoJet-Anwendung

Effect of different pretreatment measures of restorations on the
adhesive bond to the dental hard tissue with special
consideration of the CoJet application

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

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Nadine Diana Wald

Datum der Promotion: 23.03.2024

1 Inhaltsverzeichnis

1	Inhaltsverzeichnis.....	2
2	Tabellenverzeichnis	5
3	Abbildungsverzeichnis.....	6
4	Abkürzungsverzeichnis	7
5	Zusammenfassung.....	9
6	Abstract.....	11
7	Einleitung	13
7.1	Restaurationsreparatur	13
7.2	Vorbehandlungen der Zahnhartsubstanzen.....	14
7.2.1	Mechanische Präparation	14
7.2.2	Phosphorsäureätzung.....	14
7.3	Vorbehandlung an Restaurationsmaterialien.....	15
7.3.1	Mechanische Präparation	15
7.3.2	Sandstrahlen mit Aluminium-Oxidpulver	16
7.3.3	Silikatisierung.....	16
7.4	Einsatz von Adhäsiv/Adhäsivtechnik	17
7.4.1	Etch-and-Rinse-Technik.....	18
7.5	Self-Etch-Technik	18
7.6	Universaladhäsive	18
7.7	Nebenwirkung der mechanischen Restaurationsvorbehandlung an Zahnhartsubstanz.....	20
7.7.1	Sandstrahlen mit Aluminiumoxid.....	20
7.7.2	Silikatisierung.....	20
7.8	Herleitung der Fragestellung	21
8	Ziel und Hypothesen	22
9	Material	23
10	Methoden.....	25

10.1	Studiendesign.....	25
10.2	Herstellung und mechanische Vorbehandlung der Proben.....	26
10.2.1	Probenkörper	26
10.2.2	Probenkörpergröße	26
10.2.3	Herstellung der Dentinproben	27
10.2.4	Herstellung Schmelzproben	27
10.2.5	Vorbereitung der Plexiglastuben	27
10.2.6	Mechanische Vorbehandlung der Proben	29
10.2.7	Applikation des Adhäsivs	29
10.3	Verklebung der Proben.....	30
10.3.1	Axiale Klebevorrichtung	30
10.3.2	Klebevorgang.....	31
10.4	Künstliche Alterung der Proben	32
10.5	Zughafffestigkeitsprüfung	32
10.5.1	Aufbau der Abzugsvorrichtung.....	33
10.5.2	Axialer Zugtest	34
10.6	Analyse des Frakturmodus	35
10.7	Statistische Auswertung	36
11	Ergebnisse	37
11.1	Vergleich der Haftwerte in den Subgruppen	37
11.2	Haftwerte am Dentin nach 3 Tagen WL.....	37
11.3	Haftwerte am Dentin nach 150 Tagen WL + TWB.....	39
11.4	Haftwerte am Schmelz nach 3 Tagen WL	41
11.5	Haftwerte am Schmelz nach 150 Tagen WL + TWB	43
11.6	Analyse des Frakturmodus	45
12	Diskussion.....	50

12.1	Material und Methoden	50
12.1.1	Studiendesign	50
12.1.2	Probenmaterial.....	51
12.1.3	Alterung der Proben	52
12.1.4	Adhäsive und Adhäsivtechniken	53
12.1.5	Mechanische Vorbehandlung.....	54
12.1.6	Zugversuch	55
12.1.7	Frakturmodusanalyse.....	56
12.2	Ergebnisdiskussion.....	57
12.2.1	Haftwerte am Dentin	57
12.2.2	Haftwerte am Schmelz.....	60
12.2.3	Frakturmodi.....	63
13	Schlussfolgerungen.....	65
14	Literaturverzeichnis	66
15	Eidesstattliche Versicherung	72
16	Lebenslauf.....	73
17	Danksagung.....	74
18	Bescheinigung des akkreditierten Statistikers.....	75

2 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Zusammensetzung der Adhäsivsysteme	30
Tabelle 2: Mittels eines generalisierten linearen Modells (GLM) wurde der Einfluss der mechanischen Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik auf den Zielparameter Haftwert (in MPa, 95% Konfidenzintervalle) am Dentin (nach 3 Tagen WL) bestimmt. .	39
Tabelle 3: Mittels eines generalisierten linearen Modells (GLM) wurde der Einfluss von mechanischer Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik auf die Haftwerte (in MPa, 95% Konfidenzintervalle) am Dentin (nach 150 Tagen WL+TWB) bestimmt.....	41
Tabelle 4: Mittels eines generalisierten linearen Modells (GLM) wurde der Einfluss von mechanischer Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik auf den Zielparameter Haftwert (in MPa, 95% Konfidenzintervalle) am Schmelz (nach 3 Tagen WL) bestimmt.	43
Tabelle 5: Mittels eines generalisierten linearen Modells (GLM) wurde der Einfluss von mechanischer Vorbehandlung und Adhäsiv/ Adhäsivtechnik auf den Zielparameter Haftwert (in MPa, 95% Konfidenzintervalle) am Schmelz (nach 150 Tagen WL+TWB) bestimmt.	45

3 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Versuchsaufbau.....	25
Abbildung 2: Versuchsablauf.	26
Abbildung 3: Schematische Darstellung eines Plexiglastubus.....	28
Abbildung 4: Axiale Verklebeapparatur auf der Basis.	31
Abbildung 5: Axiale Verklebeapparatur umgedreht.....	31
Abbildung 6: Darstellung der Positionierung bei Lichthärtung.....	32
Abbildung 7: Fertig verklebte Probe.	32
Abbildung 8: Abzugsvorrichtung.	33
Abbildung 9: Oberteil.	33
Abbildung 10: Unterteil ohne Metallplatte.....	34
Abbildung 11: Apparatur mit eingespannter Schmelzprobe.....	34
Abbildung 12: Eingespannte Abzugsvorrichtung in der Zwick-Maschine.....	35
Abbildung 13: Die Haftwerte für Dentin nach 3 Tagen WL.....	38
Abbildung 14: Die Haftwerte für Dentin nach 150 Tagen WL + TWB.....	40
Abbildung 15: Die Haftwerte für Schmelz nach 3 Tagen WL.	42
Abbildung 16: Die Haftwerte für Schmelz nach 150 Tagen WL + TWB.	44
Abbildung 17: Frakturmodi im Dentin nach 3 Tagen WL.	46
Abbildung 18: Frakturmodi im Dentin nach 150 Tagen WL + TWB.....	47
Abbildung 19: Beispiele Dentin-Proben (REM Bilder).....	47
Abbildung 20: Frakturmodi im Schmelz nach 3 Tagen WL.	48
Abbildung 21: Frakturmodi im Schmelz nach 150 Tagen WL + TWB.....	48
Abbildung 22: Beispiele Schmelz-Proben (REM Bilder).....	49

4 Abkürzungsverzeichnis

Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
cm	Zentimeter
CPD	Critical Point Drying
ER	Etch-and-Rinse-Technik
g	Gramm
GLM	Generalisiert lineare Modelle
Kap	Kapitel
10-MDP	10-Methacryloyloxydecylhydrogenphosphat
mm	Millimeter
MPa	Megapascal
mW	Megawatt
n	Anzahl
N	Newton
nm	Nanometer
OB	Optibond FL
OB-ER	Optibond FL in Etch-and-Rinse-Technik
OB-SE	Optibond FL in Self-Etch-Technik
REM	Rasterelektronenmikroskop
SBU	Scotchbond Universal
SBU-ER	Scotchbond Universal in Etch-and-Rinse-Technik
SBU-SE	Scotchbond Universal in Self-Etch-Technik
SE	Self-Etch-Technik
SiO ₂	Siliziumdioxid
T	Tage
TWB	Temperaturwechselbadbelastung

WL Wasserlagerung

°C Grad Celsius

µm Mikrometer

5 Zusammenfassung

Ziel der Untersuchung: Zur Reparatur zahnärztlicher Restaurationen sind Vorbehandlungsschritte, u.a. der Zahnhartsubstanzen, notwendig. Die vorliegende Studie untersuchte die Auswirkung von Vorbehandlungen (mechanische Vorbehandlung, Adhäsiv/Adhäsivtechnik) auf den Haftverbund von Komposit an Dentin und Schmelz.

Material und Methode: 144 humane Dentin- und 144 Schmelzproben wurden auf 36 Gruppen (n=8) verteilt: Diese unterschieden sich nach ihrer mechanischen Vorbehandlung (Aluminiumoxid-Pulver, CoJet-Pulver, ohne) und Adhäsiv/Adhäsivtechnik (OptiBond FL mit Etch-and-Rinse-Technik (OB-ER), Scotchbond Universal in ER (SBU-ER) oder SBU in Self-Etch-Technik (SBU-SE)). Die Proben wurden mit Komposit (Tetric EvoCeram) verklebt und mittels 3 Tagen Wasserlagerung (WL) oder 150 Tagen WL + Temperaturwechselbadbelastung (WL+TWB) gealtert. In einem Makro-Zugversuch wurde der adhäsive Haftverbund überprüft und mikroskopisch der Frakturmodus (adhäsiv, kohäsiv, gemischt) bestimmt. Der Einfluss der mechanischen Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik auf den Haftverbund wurde mittels Generalisierter Linearer Modelle (GLM) und Dunn's post-hoc Test evaluiert ($p < 0,05$). Zur Bestimmung von Unterschieden im Frakturmodus wurde der Chi-Quadrat-Test eingesetzt.

Ergebnisse: Nach 3 Tagen WL hatte mechanischen Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik nur geringe Auswirkungen auf den Haftverbund unabhängig von der Zahnhartsubstanz. Nach 150 Tagen WL + TWB hatte die mechanische Vorbehandlung mit CoJet im Vergleich mit keiner mechanischen Vorbehandlung im Dentin einen signifikant negativen Einfluss auf die Haftwerte (-4,07 MPa; 95% CI: -7,17 bis -0,96 MPa), wohingegen das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid keinen signifikanten Effekt hatte ($p > 0,05$). Im Vergleich mit OB-ER hatte SBU-ER signifikant erhöhte Haftwerte (3,16 MPa; 0,06 bis 6,27 MPa), SBU-SE hingegen signifikant niedrigere Haftwerte (-5,97 MPa; -9,07 bis -2,86 MPa). Im Schmelz hatte nach 150 Tagen WL + TWB die mechanische Vorbehandlung mit CoJet keinen signifikanten Einfluss, wohingegen das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid zu signifikant erhöhten Haftwerten führte (4,50 MPa; 2,23 bis 6,77 MPa). Im Vergleich mit OB-ER hatte SBU-ER signifikant erhöhte Haftwerte (2,77 MPa; 0,49 bis 5,04 MPa), SBU-SE hingegen signifikant

niedrigere Haftwerte (-10,39 MPa; -12,66 bis -8,12 MPa). Nach 150 Tagen WL + TWB wurden in beiden Zahnhartsubstanzen überwiegend gemischte Brüche zu beobachten.

Schlussfolgerungen: In gealterten Proben konnten signifikante Einflüsse von mechanischer Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik verzeichnet werden. Im Dentin hatte CoJet signifikant negative Auswirkungen auf den Haftverbund. SBU-SE führte zu signifikant niedrigeren Haftwerten, SBU-ER zu teilweise signifikant höheren Haftwerten als OB-ER im Dentin und im Schmelz.

6 Abstract

Objectives: When repairing dental restorations, pretreatment of both the restoration and dental hard tissue is needed. The present study investigated the effect of different pretreatments (mechanical pretreatment, adhesive/adhesive technique) on the adhesive bond of composite to dentin and enamel.

Material and methods: 144 human dentin and 144 enamel specimens were randomly allocated to 36 groups (n=8): These differed according to their mechanical pretreatment (alumina powder, CoJet powder, none) and adhesive/adhesive technique (OptiBond FL with etch-and-rinse technique (OB-ER), Scotchbond Universal in ER (SBU-ER) or SBU in self-etch technique (SBU-SE)). Specimens were bonded with composite (Tetric EvoCeram) and aged using 3 days water storage (WL) or 150 days WL + temperature cycling (WL+TC). Adhesive bond strength was assessed via macro tensile bond strength test and fracture modes (adhesive, cohesive, mixed) determined microscopically. The influence of mechanical pretreatment and adhesive/adhesive technique on adhesive bond strengths was evaluated using Generalized Linear Models (GLM) and Dunn's post-hoc test ($p < 0.05$). Chi-square test was used to determine differences in fracture mode.

Results: After 3 days of WL, mechanical pretreatment and adhesive/adhesive technique had little effect on bond strengths regardless of tooth structure. In dentin and after 150 days of WL + TC, mechanical pretreatment with CoJet had a significant negative effect on bond strengths compared with no mechanical pretreatment (-4.07 MPa; 95% CI: -7.17 to -0.96 Mpa), whereas sandblasting with alumina had no significant effect ($p > 0.05$). Compared with OB-ER, SBU-ER had significantly increased bond strength (3.16 Mpa; 0.06 to 6.27 Mpa), while SBU-SE had significantly lower bond strength (-5.97 Mpa; -9.07 to -2.86 Mpa). In the enamel, after 150 days of WL + TC, mechanical pretreatment with CoJet had no significant effect, whereas sandblasting with alumina resulted in significantly increased bond strengths (4.50 Mpa; 2.23 to 6.77 Mpa). Compared with OB-ER, SBU-ER had significantly increased bond strength (2.77 Mpa; 0.49 to 5.04 Mpa), whereas SBU-SE had significantly lower bond strength (-10.39 Mpa; -12.66 to -8.12 Mpa). After 150 days of WL + TC, mixed fractures were predominantly observed in both tooth hard tissues.

Conclusions: Mechanical pretreatment and adhesive/adhesive technique had significant impact on bond strengths in aged specimens. In dentin, CoJet had significant negative effects on the bond strengths. SBU-SE resulted in significantly lower bond strength, SBU-ER in some cases in significantly higher bond strength than OB-ER in dentin and enamel.

7 Einleitung

7.1 Restaurationsreparatur

Wurde früher eine zahnärztliche Restauration als insuffizient befundet, tauschte man sie standardmäßig in toto aus. Bei guter farblicher Adaptation des Restaurationsmaterials bzw. bei initial großer Ausdehnung der Restauration besteht dann durchaus die Gefahr eines massiven Zahnhartsubstanzverlusts (1, 2) oder sogar einer Pulpaschädigung (3). Die Schwächung des Zahnes erscheint allerdings unnötig, wenn der weitaus größere Teil der Restauration noch völlig intakt und der Defekt gut zugänglich ist. Die lokalisierte Reparatur einer partiell insuffizienten Restauration kann stattdessen die Lebensdauer der Restauration und damit auch des Zahnes verlängern (4-6). Hierbei wird mit einem direkten (plastischen) Restaurationsmaterial (oftmals Komposit) der entstandene Defekt aufgefüllt (repariert) und somit Funktion, Form und Ästhetik von Zahn und Restauration wiederhergestellt (6, 7). Eine Reparatur ist vor allem initial deutlich kostengünstiger für den Patienten im Vergleich zu einer Neuanfertigung (8) und dabei auch weniger zeitintensiv in der Behandlung (1). Die Reparatur ist eine wissenschaftlich anerkannte Behandlungsmethode, die auch an Universitäten gelehrt wird (9) und mittlerweile zu den Standardbehandlungen zählt (6, 10).

Ursächlich für die Notwendigkeit einer Reparatur ist in den meisten Fällen eine Sekundärkaries oder eine Fraktur der Zahnhartsubstanz oder der Restauration (6, 11). Klinisch liegen dann Defekte vor, die selten nur eine einzige Oberfläche (z.B. nur Restaurationsmaterial oder nur Schmelz bzw. Dentin), sondern Oberflächenkombinationen (Hybride) betreffen. Die Reparatur muss also regelmäßig diese verschiedenen Oberflächen umfassen (12, 13); jede Oberfläche muss entsprechend ihrer jeweiligen chemischen und physikalischen Eigenschaften spezifisch vorbehandelt werden, um eine Haftung des Komposit-Reparaturmaterials zu ermöglichen (13-16). Ziel dieser Vorbehandlung ist die Schaffung einer rauen und benetzbaren Oberfläche, die einen adhäsiven Haftverbund zwischen Zahn- bzw. Restauration und Reparaturkomposit ermöglicht. Vor allem in Situationen, in denen kleine Kavitäten vorliegen, ist klinisch die separate und materialspezifische Vorbehandlung einzelner Oberflächen jedoch schwer umsetzbar (17).

Zur Durchführung der Vorbehandlung werden je nach vorliegender Oberfläche (Restaurationsmaterial, Zahnhartsubstanz) verschiedene Verfahren und Materialien

empfohlen (7). Diese umfassen die mechanische Präparation von Zahnhartsubstanzen und Restaurationsmaterialien, die Phosphorsäureätzung der Zahnhartsubstanz(en) und die anschließende Verwendung eines Adhäsivsystems in der sogenannten Etch-and-Rinse-Technik (ER), die Kombination von Ätzung und Adhäsivsystem im selben selbstkonditionierenden (Self-Etch-) Adhäsivsystem (SE) sowie die mechanische Vorbehandlung der Restaurationsmaterialien mittels verschiedener Verfahren wie Sandstrahlen oder Silikatisierung. Im Folgenden sollen diese verschiedenen Schritte detailliert dargelegt werden.

7.2 Vorbehandlungen der Zahnhartsubstanzen

7.2.1 Mechanische Präparation

Bei der Präparation von Schmelz mit einem Diamantschleifer wird die Zahnhartsubstanz oberflächlich nur mäßig angeraut (18) und an der Oberfläche bleibt eine Schmierschicht aus Zahnhartsubstanzresten zurück (19). Die oberflächliche aprismatische Schmelzschicht wird abgetragen und der Schmelzrand der Kavität wird angeschrägt, wodurch der Haftverbund sowohl bei ER als auch bei SE verbessert wird (20).

Auch Dentin wird meistens mit Diamantschleifern bearbeitet (21). Bei der Präparation im Dentin entsteht ein Smearlayer an der Oberfläche, der je nach Körnung und Schärfe des Instruments unterschiedlich dick ist und einen anschließenden Haftverbund erschwert (22).

7.2.2 Phosphorsäureätzung

1955 beschrieb Buonocore erstmals, dass die Schmelzoberfläche durch das Einwirken von Phosphorsäure chemisch verändert wird (23). Die Anwendung der Phosphorsäure schafft an der Schmelzoberfläche durch oberflächliche Demineralisation, also dem Herauslösen von Hydroxylapatit, ein Mikrorelief, (24, 25), dass dann durch Zapfen des ausgehärteten Adhäsivs eine mikromechanische Verankerung ermöglicht. Diese Phosphorsäureätzung stellt im Schmelz in der Adhäsivtechnik einen „Goldstandard“ dar (26, 27). Hierbei werden verlässlich hohe Haftwerte zwischen Schmelz und Adhäsiv erreicht, die klinisch eine zuverlässige Haftung von Restaurationen am Zahnschmelz gewährleisten. (28). Üblich sind Konzentrationen von 35-40 % Phosphorsäure und Ätzzeiten von 30 Sekunden (29).

Schmelz besteht zu mindestens 94-96 % aus anorganischem Material (Kristalle aus Calciumphosphatverbindungen: v.a. Hydroxylapatit, Fluorhydroxylapatit, Karbonat-

hydroxylapatit und Magnesiumhydroxylapatit), während Dentin 50-70 % anorganische Bestandteile enthält (30). Dentin weist mit 20-30 % einen höheren Anteil organischer Bestandteile auf als Schmelz mit 4-5 % (30). Dentin ist zudem hydrophil, weil es einen relativ hohen prozentualen Wasseranteil (10-20 %) aufweist (30). Dieser nimmt zur Pulpa hin zu, weil anteilig mehr Dentintubuli vorhanden sind, in denen sich intratubuläre Flüssigkeit befindet (30).

Die Vorbereitung des Dentins für einen adhäsiven Verbund ist auf Grund dieses komplexen Aufbaus schwieriger als im Schmelz (31). Im Dentin führt die Ätzung mit Phosphorsäure zur Auflösung des bei der Präparation entstandenen aufgelagerten Smearlayers und zur Demineralisierung von inter- und peritubulärem Dentin; es entsteht ein poröses, kollagen-reiches, aber hydroxylapatitkristall-reduziertes Netzwerk (22). Somit ist die Kollagenmatrix in den frei zugänglichen Dentintubuli und im intertubulären Dentin für die adhäsive Verankerung erreichbar (32) und erlaubt die Bildung einer Hybridschicht mit dem Adhäsivsystem (33).

Besonders zu beachten ist hier die Konzentration (37%) und die Applikationsart sowie die Applikationszeit der Phosphorsäure im Dentin (10-15 Sekunden), weil diese die Tiefe der Demineralisation beeinflussen (28, 34). Wird das Kollagengeflecht tiefer freigelegt, als es das Adhäsivsystem anschließend schafft vorzudringen, schwächt dies den adhäsiven Verbund zum Dentin, u.a. weil es langfristig zur hydrolytischen und enzymatischen Degradation des freigelegten, nicht aber durch Kunststoff umhüllten Kollagens kommt (22). Klinisch sind dann postoperative Sensibilitäten möglich. Hierbei entsteht durch den Abriss des Komposits vom Dentin ein Spalt, in den Dentinliquor eindringt. Bei Belastung der Kompositfüllung kommt es anschließend zur Bewegung des ausgetretenen Dentinliquors, welches zur Reizung von A-Delta-Fasern führt.

An Restaurationsmaterialien führt die Ätzung mit Phosphorsäure nicht zu einer Veränderung des Oberflächenreliefs, sondern lediglich zu einer Reinigung (35) und somit zu einer Entfernung von Speichelproteinen. Darum bedürfen die Restaurationsmaterialien anderer Vorbehandlungsmaßnahmen.

7.3 Vorbehandlung an Restaurationsmaterialien

7.3.1 Mechanische Präparation

Die Frakturoberfläche kann mit einem rotierenden Diamantinstrument präpariert und angeraut werden (20). Das Anrauen durch einen Diamantschleifkörper an

Kompositrestaurationen stellt eine effektive Vorbehandlung dar (16, 36). Nachteilig ist jedoch, dass unter sich gehende, enge und spitz zulaufende Bereiche mit Präparierinstrumenten schwer erreichbar sein und unter Umständen nur ungenügend angeraut werden können (3). Außerdem kann es an Keramikoberflächen zu Sprüngen bis hin zu Keramikfrakturen kommen (37).

7.3.2 Sandstrahlen mit Aluminium-Oxidpulver

Black führte 1945 erstmals das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid-Pulver zur Kavitätenpräparation ein (38). Beim Sandstrahlen mit Aluminiumoxid (Al_2O_3) werden die Partikel mit einer Körnung von $50\ \mu\text{m}$ (39) mit 2-3 bar auf die Oberfläche des Werkstücks geschossen. Dabei wird die kinetische Energie genutzt, indem hoch beschleunigte Aluminium-Oxid-Partikel auf die Oberfläche auftreffen und dadurch deren Struktur verändern. Die Restauration wird somit gereinigt und angeraut; dies führt mechanisch zu einer vergrößerten Oberfläche, die dann den mikromechanischen Haftverbund zur Substratoberfläche verbessert (39).

Das Bearbeiten mit Aluminiumoxid-Pulver ist sinnvoll an allen Metalloberflächen (39), an glasbasierten (39) und Oxidkeramiken, an Kombinationen der Verblend-Metall-Keramiken (39) sowie an Kompositen (16, 40). Das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid-Pulver gilt auch als Alternative zur risikoreichen intraoralen Flusssäureanwendung (41, 42). Bei letzterer droht nicht nur eine Gewebeschädigung im Falle eines Kontakts zu Schleimhäuten; Flusssäure hat auch eine negative Wirkung auf den adhäsiven Haftverbund an Dentin, da sich in den Dentintubuli und auf der Oberfläche Calciumfluorid (CaF_2) bildet und dieses die Dentintubuli verschließt (43) und die Haftung am Dentin signifikant verschlechtert (44).

7.3.3 Silikatisierung

Die konventionelle Verbindung von Komposit zu Metallen beruhte lange hauptsächlich auf einer makromechanischen Retention, die kritisch beurteilt wurde, sodass alternativ nach einem chemischen Haftverbund gesucht wurde (39). Es kam die Idee auf, für die Metalloberfläche eine andere Vorbehandlung, die Silanisierung, mit einzubeziehen. Silanisieren ist aber nur an Glaskeramiken (41) direkt (z.B. nach Flusssäureätzung oder Sandstrahlen) möglich (45); in anderen Fällen ist ein separater Silikatisierungsschritt vorher notwendig. So entstand das Silikatisierungsverfahren Rocatec (3M, Neuss, Deutschland), bei dem die Oberfläche zunächst mit Aluminiumoxid-Pulver angeraut wird

und anschließend in einem zweiten Strahlgang mit Silikat-Partikeln (SiO_2 -beschichtete Al_2O_3 -Partikel) bearbeitet wird. Dadurch bildet sich auf der Oberfläche eine Silikatschicht, die anschließend mittels eines Silans an Metallen hohe Haftwerte ermöglicht (45). Das Rocatec-Verfahren ist jedoch nur extraoral im Labor anwendbar (46); für die intraorale Anwendung steht heute das CoJet-Verfahren der Firma 3M zur Verfügung (47).

Bei der Anwendung von CoJet (3M) handelt es sich um ein tribochemisches Verfahren, bei dem mechanische Energie genutzt wird, um eine chemische Bindung aufzubauen (48). Nach diesem Prinzip wird hier die Oberfläche mit kiesel säuremodifizierten (mit Silikat beschichteten) $30\ \mu\text{m}$ großen Aluminiumdioxid-Partikeln in einem Winkel von 90° Grad und in einem Abstand von $10\ \text{mm}$ bei $2,3\ \text{bar}$ für 10 bis 15 Sekunden beschossen, um beim Aufprall auf der Oberfläche eine Silikatschicht zu hinterlassen (47, 49). Die Oberfläche wird im selben Strahlgang gereinigt, aufgeraut sowie silikatisiert und ist somit anschließend silanisierbar. CoJet (3M) in Kombination mit einem Silan führt an edlen und unedlen Metallen zu besseren Haftwerten als das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid oder die Präparation mit einem Diamanten in Kombination mit einem Metallprimer (47, 50). Auch an Oxid-Keramiken ist die Anwendung einer solchen tribochemischen Vorbehandlung sinnvoll, wenn die Oberfläche anschließend silanisiert werden soll (51). Die besten Haftwerte bei CoJet wurden erzielt, wenn die Oberfläche senkrecht in einem Abstand von $10\ \text{mm}$ mit $2,3\ \text{bar}$ pulvergestrahlt wurde (39).

7.4 Einsatz von Adhäsiv/Adhäsivtechnik

Der adhäsive Verbund zwischen Zahnoberflächen und kunststoffbasierten Füllungsmaterialien wird durch sogenannte Adhäsive gewährleistet. Adhäsive können in o.g. ER (Phosphorsäure-Ätzung und Abspülen der Säure vor Applikation des Adhäsivs) und in SE (Ätzung der Zahnhartsubstanz durch ein saures Adhäsiv selbst) angewendet werden (30). Oftmals können die Systeme in mehreren Schritten (Applikation eines kurzkettigen hydrophilen Primers für die Durchdringung des hydrophilen Dentins, dann Applikation eines langkettigen, hydrophoben Adhäsives) oder in Kombinationsprodukten (Einflaschenadhäsive) appliziert werden (22, 52, 53). Heute steht eine große Auswahl an Adhäsiven zur Verfügung, wobei dasselbe Adhäsiv teilweise in verschiedenen Adhäsivtechniken einsetzbar ist (54).

7.4.1 Etch-and-Rinse-Technik

Der Einsatz von ER ist – insbesondere bei der Nutzung von Mehrschrittadhäsiven – techniksensibel (52), führt aber im Schmelz zu hohen, langzeitstabilen Haftwerten (55, 56). Der erste Schritt ist die Phosphorsäureapplikation für 30 Sekunden auf dem Zahnschmelz und für 15 Sekunden auf dem Dentin. Die Säure und gelöstes Debris, Zahntrümmer, werden anschließend mindestens 15 Sekunden abgesprüht.

Anschließend wird die Zahnhartsubstanz mit Luft getrocknet und das entstandene Ätzmuster im Schmelz optisch (kreidige Oberfläche) überprüft. Danach wird der Primer aufgebracht und im Dentin aktiv einmassiert. Das enthaltene Lösungsmittel muss anschließend verdunstet werden. Dann erfolgt die Applikation des Adhäsivs auf der Zahnhartsubstanz (33), gefolgt von der Lichtpolymerisation. Für ER gilt das sogenannte Dreischritt-Adhäsivsystem (Ätzung, Primer, Adhäsiv) OptiBond FL (OB, Kerr, Biberach) als ein Goldstandard. Die zuverlässige Haftung zu Zahnhartsubstanzen wurde in vivo und in vitro nachgewiesen (22, 57, 58) und auch an Restaurationsoberflächen wurden verlässlich hohe Haftwerte beobachtet (59). Aus diesem Grund dient OB in zahlreichen Studien als Kontroll-Gruppe (22, 57, 58, 60).

7.5 Self-Etch-Technik

Alternativ kann auch ohne die zusätzliche Anwendung von 37%iger Phosphorsäure mittels SE eine Vorbehandlung der Zahnhartsubstanz erfolgen. Hierbei wird durch saure Monomere im Adhäsiv die Zahnhartsubstanz gleichzeitig angeätzt und konditioniert. Die Anwendung von SE-Adhäsiven ist weniger techniksensibel und etwas zeitsparender als ER (31). Ein weiterer Vorteil von SE liegt darin, dass das Kollagengeflecht im Dentin nur so tief demineralisiert und freigelegt wird, wie es gleichzeitig auch durch das Adhäsivsystem penetriert und ummantelt werden kann und somit ein verlässlicher mikromechanischer Verbund zum Dentin entsteht (22). Hierdurch ergeben sich weniger postoperative Sensitivitäten (28).

7.6 Universaladhäsive

Universaladhäsiven ist eigen, dass sie je nach Bedarf sowohl in ER als auch SE oder mit selektiver Phosphorsäure-Ätzung im Schmelz kombiniert angewendet werden können (22). Die Hersteller versprechen zudem die Anwendungsmöglichkeit als Primer an der Zahnhartsubstanz und an allen Restaurationsoberflächen, was Universaladhäsive insbesondere im Rahmen von Restaurationsreparaturen attraktiv

macht. Gerade für die Haftung im Rahmen von Reparaturen sind die Ergänzung von Silanen (deren Wirkung allerdings in diesem Ansatz begrenzt scheint) sowie 10-Methacryloyloxydecylhydrogenphosphat (10-MDP), welches eine chemische Bindung einerseits zum Calcium des Hydroxylapatits und andererseits zu Metallen und Oxidkeramiken herstellt, in den Universaladhäsiven relevant.

Universaladhäsive können wie dargelegt in verschiedenen Techniken angewendet werden: Bei ER wird vor der Anwendung des Adhäsivs eine 37%ige Phosphorsäure für 30 Sekunden auf den Schmelz und für 15 Sekunden auf das Dentin aufgetragen und anschließend gründlich mit Wasser abgesprüht. Die zusätzliche Anwendung der Phosphorsäure ist im Schmelz von Vorteil, weil sie diesen effektiv demineralisiert und Mikroporositäten schafft. Die im Universaladhäsiv enthaltenen sauren Monomere sind nicht ausreichend sauer genug, um ein vergleichbares Ätzmuster im Schmelz zu erreichen, und führen zu einer schwachen mikromechanischen Verankerung. Außerdem ist die chemische Reaktivität zwischen den funktionellen Monomeren der Universaladhäsive und den Hydroxylapatitkristallen im Schmelz gegenüber Dentin reduziert, weil das für die Bindung nötige Calcium in größeren und stabileren Hydroxylapatit-Kristallen gebunden vorliegt (22). Die Haftwerte im Schmelz werden daher durch eine vorherige Phosphorsäureätzung signifikant verbessert (61-63), während am Dentin mit und ohne Ätzung gleichwertig gute Haftwerte zu erzielen sind (61). Auch bei Komposit-Reparaturen erhöht die Anwendung des Universaladhäsivs in ER die Haftwerte signifikant (40). Bei SE wird auf die separate Ätzung verzichtet und nur mittels der sauren Monomere geätzt. Wie dargestellt scheint dies im Dentin nicht nachteilig; im Schmelz führt der Verzicht auf die Säureätzung womöglich zu geringeren Haftwerten. Im Dentin kommt in SE ein weiterer Vorteil zum Tragen: Durch Verzicht auf die Phosphorsäureätzung wird das Kollagennetzwerk nur unvollständig freigelegt, so dass genügend mit Calcium bedeckte Kollagenfasern vorhanden sind, um eine chemische Bindung mit den funktionellen Gruppen des Universaladhäsivs (vor allem 10-MDP) aufzubauen. Hierdurch ergeben sich bessere und stabilere Langzeithaftwerte (22). Ein übliches und in zahlreichen Studien verwendetes Universaladhäsiv ist Scotchbond Universal (SBU, 3M, Neuss) (63-65).

7.7 Nebenwirkung der mechanischen Restaurationsvorbehandlung an Zahnhartsubstanz

Wie dargelegt ist für die mechanische Vorbehandlung der Restaurationsoberflächen oftmals der Einsatz von Ätzung und Adhäsiv nicht ausreichend zur Herstellung eines adhäsiven Verbundes; stattdessen sind die beschriebenen Verfahren wie Sandstrahlen oder Silikatisierung notwendig. Oftmals ist demnach eine „Kontaminierung“ der benachbart liegenden Zahnhartsubstanzoberflächen durch diese Maßnahmen unvermeidbar; dies hat eine Reihe von Nebenwirkungen.

7.7.1 Sandstrahlen mit Aluminiumoxid

Das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid-Pulver führt am Schmelz zu einer Anrauhung der Oberfläche (66, 67). Die Haftwerte an diesem so aufgerauten Schmelz sind jedoch niedriger als die an Phosphorsäure geätztem Schmelz (26, 29, 68). Die Kombination beider Verfahren (erst Strahlen, dann Ätzen) führt zu ähnlichen oder minimal erhöhten Haftwerten im Schmelz im Vergleich zu einer alleinigen Ätzung. Die zusätzliche mechanische Bearbeitung mit Aluminium-Pulver generiert somit keinen deutlichen Mehrwert (26, 69, 70). Das Sandstrahlen des Schmelzes hat demnach in einer Reparatursituation keinen negativen Einfluss auf die Haftwerte, solange das Ätzen mit Phosphorsäure erfolgt (68).

Im Dentin schafft das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid-Pulver irreguläre Rauigkeiten (66); die nach der Präparation am Dentin entstandene Schmierschicht wird durch die Anwendung von Aluminiumoxid-Pulver reduziert (71), die Dentintubuli bleiben jedoch teilweise verlegt (67, 72). Das Sandstrahlen des Dentins scheint keinen negativen Einfluss auf die Haftwerte von Adhäsiven zum Dentin zu haben (66, 68). Bei Anwendung von SE-Adhäsiven konnten durch vorheriges Sandstrahlen mit Aluminiumoxid die Haftwerte teilweise sogar signifikant gesteigert werden (19, 73, 74).

7.7.2 Silikatisierung

Die Silikatisierung mit CoJet-Pulver scheint keinen positiven (75) oder gar einen signifikant negativen Einfluss auf den Haftverbund von Komposit an anschließend geätztem Schmelz zu haben (76). Am Dentin führte eine Silikatisierung zu einem signifikanten Abfall der Haftwerte zwischen Dentin und Adhäsiv im Vergleich zu keiner Silikatisierung nach thermischer und mechanischer Belastung (75), allerdings ist die

Datenlage hier extrem dünn: Bisher liegt nur eine Studie vor, bei der ein selbstätzendes Adhäsiv eingesetzt wurde (17).

7.8 Herleitung der Fragestellung

Für die Reparatur an Restaurationsmaterialien stehen also, wie oben beschrieben, verschiedene Reparaturprotokolle zur Verfügung, die einen erfolgreichen Haftverbund zwischen Restauration und Reparaturkomposit erzielen. Das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid oder eine Silikatisierung sind hierbei bewährte mechanische Vorbehandlungsmethoden. Jedoch ist nicht abschließend klar, ob eine Kontamination der benachbarten Zahnhartsubstanzen während der mechanischen Vorbehandlung die Haftwerte des Komposits zur Zahnhartsubstanz negativ beeinflussen. Insbesondere für das Silikatisieren mit CoJet verbleibt Unsicherheit: Während diese Behandlung nachweislich einen positiven Effekt auf den adhäsiven Haftverbund zu Restaurationsmaterialien hat (39, 47), ist der Einfluss auf die Haftung zu Schmelz und – mehr noch – Dentin möglicherweise negativ beeinflusst (75). In einer Reparatursituation wird sich jedoch intraoral eine solche „Kontamination“ der Oberflächen beim Pulverstrahlen schwerlich vermeiden lassen (77, 78).

Eine Studie, die das Adhäsiv Syntac Classic (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) im Dentin und Schmelz nutzte, zeigte einen negativen Einfluss einer Silikatisierung im Dentin, jedoch nicht im Schmelz. Die Studie demonstrierte zudem die Effekte einer Alterung auf den Haftverbund; der Haftwertabfall war erst nach einer solchen Alterung detektierbar (72). Unklar bleibt demnach, wie dieser Einfluss der Silikatisierung im Dentin im Vergleich mit dem zum Schmelz zu bewerten ist, inwieweit ähnliche Effekte auch mit einem reinen Sandstrahlen eintreten, und vor allem ob der Einsatz anderer Adhäsive (u.a. Universaladhäsive) die negativen Auswirkungen der Silikatisierung aufheben kann.

8 Ziel und Hypothesen

Ziel dieser Untersuchung war es, den Einfluss verschiedener Vorbehandlungsmaßnahmen auf den adhäsiven Verbund verschiedener Adhäsive/Adhäsivtechniken zu Dentin und Schmelz zu evaluieren. Insbesondere sollte untersucht werden, ob die Anwendung der Silikatisierung mittels CoJet im Vergleich mit keiner mechanischen Vorbehandlung oder der mechanischen Vorbehandlung mit Aluminiumoxid und die Alterung einen Einfluss auf den Haftverbund zwischen Zahnhartsubstanz, Adhäsiv und Komposit haben.

Die primäre Nullhypothese lautete, dass die Art der mechanischen Vorbehandlung (Aluminiumoxid, CoJet, keine) die Haftverbundwerte zu Dentin und Schmelz nicht signifikant beeinflusst.

Sekundäre Nullhypothesen lauteten:

- Das Adhäsivsystem (Optibond FL, Scotchbond Universal) bzw. die Adhäsivtechniken (ER, SE) beeinflussen die Haftverbundwerte zu Dentin und Schmelz nicht signifikant.
- Die Art der Alterung (3 Tage Wasserlagerung bzw. 150 Tage Wasserlagerung und Temperaturwechselbadbelastung) beeinflusst die Haftverbundwerte zu Dentin und Schmelz nicht signifikant.

9 Material

1	Aluminium-Oxid-Pulver	Aluminium-Oxid-Edelkorund, 50µm, Korox 50, Bego, Bremen, Deutschland, LOT 871385
2	Auflichtmikroskop	Technival 2, 5-fache Vergrößerung, Carl Zeiss, Jena, Deutschland
3	Sandstrahlvorrichtung	Medizinisch-Technische Labore, Universitätsmedizin Charité Berlin, Deutschland
4	Axiale Verklebeapparatur	Modell Nr. 5, Steiner-Technology and Diving Services, S-TDS, Rendsburg, Deutschland
5	Bandsäge	Exakt 300, Exakt Advanced Technologies, Norderstedt, Deutschland
6	Chloramin T Trihydrat 0,5 %	Fa. Carl Roth GmbH & Co. KG, Karlsruhe, Deutschland
7	CoJet-Pulver	Beschichtungsstrahlmittel 30 µm, Rocatec Soft, 3M, Neuss, Deutschland
8	Critical Point Drying	CPD 030, Baltec, Pfäffikon, Schweiz
9	Konusbohrer	Ø12,4 mm, 90°HSS GM7, LUX Tools, Bauhaus, Berlin
10	laborgefertigter Platzhalter	Rübeling + Klar, gefräste Platte mit beweglichem Stöpsel mittig, mit einem Durchmesser von 3,1 mm und einer Höhe von 2,5 mm
11	Messdose	Typ: KAF-Z, Xforce Kraftaufnehmer 2,5 N, Zwick, Ulm, Deutschland
12	Mikroprozessor-gst. Motor	Medizinisch-Technische Labore, Universitätsmedizin Charité Berlin, Deutschland
13	OptiBond FL	Kerr, Biberach, Deutschland, LOT 5944511
14	Phosphorsäureätzgel 37%	Orbis Dental, Münster, Deutschland, LOT A0457
15	Plexiglastubus	Steiner-Technology and Diving Services, S-TDS, Rendsburg, Deutschland
16	ProLine Prüfmaschine	Zwick Z010, Zwick/Roell, Ulm, Deutschland

17	Prüfsoftware	testXpert II, Zwick, Ulm, Deutschland
18	R, Version 4.2.1	R Core Team, 2022
19	Rasterelektronenmikroskopie	Phenom XL, Thermo Fischer, Massachusetts, USA;
20	Radiometer	Bluephase Meter II, Ivoclar Vivadent, Ellwangen, Deutschland
21	Schleifgerät	Exakt 400 CS, Exakt Advanced Technologies, Norderstedt, Deutschland
22	Schleifmaschine	Labo Pol 25 Struers GmbH, Willich, Deutschland
23	Schleifpapier	SIC, Buehler, Düsseldorf, Deutschland
24	Scotchbond Universal	3M ESPE, Neuss, Deutschland, LOT 635631 und 628101
25	SPSS/PC	IBM SPSS Statistics 25, Version 25.0.0, New York, USA
26	Sputteranlage	Sputter-Coater SCD 030 Blazers Union, FL-9496 Blazers
27	Stamopurlösung	RD 5, DR-H-Stamm, Berlin, LOT 140612
28	Tauchbecken	Julabo TW12, Julabo GmbH, Seelbach, Deutschland
29	Tetric EvoCeram	Farbe A2, Ivoclar Vivadent, Ellwangen, Deutschland, LOT W39009
30	Ultraschallbad	Sonorex Super RK102 H, Bandelin, Berlin, Deutschland
31	VALO LED-Lichtgerät	Modell Cord, Ultradent, Brunnthal, Deutschland
32	Verarbeitungsprogramm	imageJ, NIH, Bethesda, USA
33	Wärmekammer	Incubat by Melag, Vivadent, Ellwangen, Deutschland
34	Wärmeschrank	Heraeus, Hanau, Deutschland
35	Wasserschraube	IKA RW 20 digital, IKA Werke, Staufen, Deutschland
36	Zugkraftvorrichtung	Abzugsvorrichtung, Steiner-Technology and Diving Services; S-TDS, Rendsburg, Deutschland

10 Methoden

10.1 Studiendesign

Die Studie untersuchte, inwiefern der Einsatz unterschiedlicher Vorbehandlungen (Aluminiumoxid, CoJet, keine mechanische Vorbehandlung) in Kombination mit der Applikation verschiedener Adhäsive/Adhäsivtechniken (OB-ER, SBU-ER, SBU-SE) die Haftwerte von Kompositrestaurationen an Dentin bzw. Schmelz beeinflusste. Zudem wurden unterschiedliche Alterungsstrategien (3 Tage WL, 150 Tage WL+ TWB) eingesetzt, um den Einfluss einer Alterung auf die Haftwerte zu bestimmen. Aus der Fragestellung ergab sich ein faktorielles Studiendesign (Abb. 1).

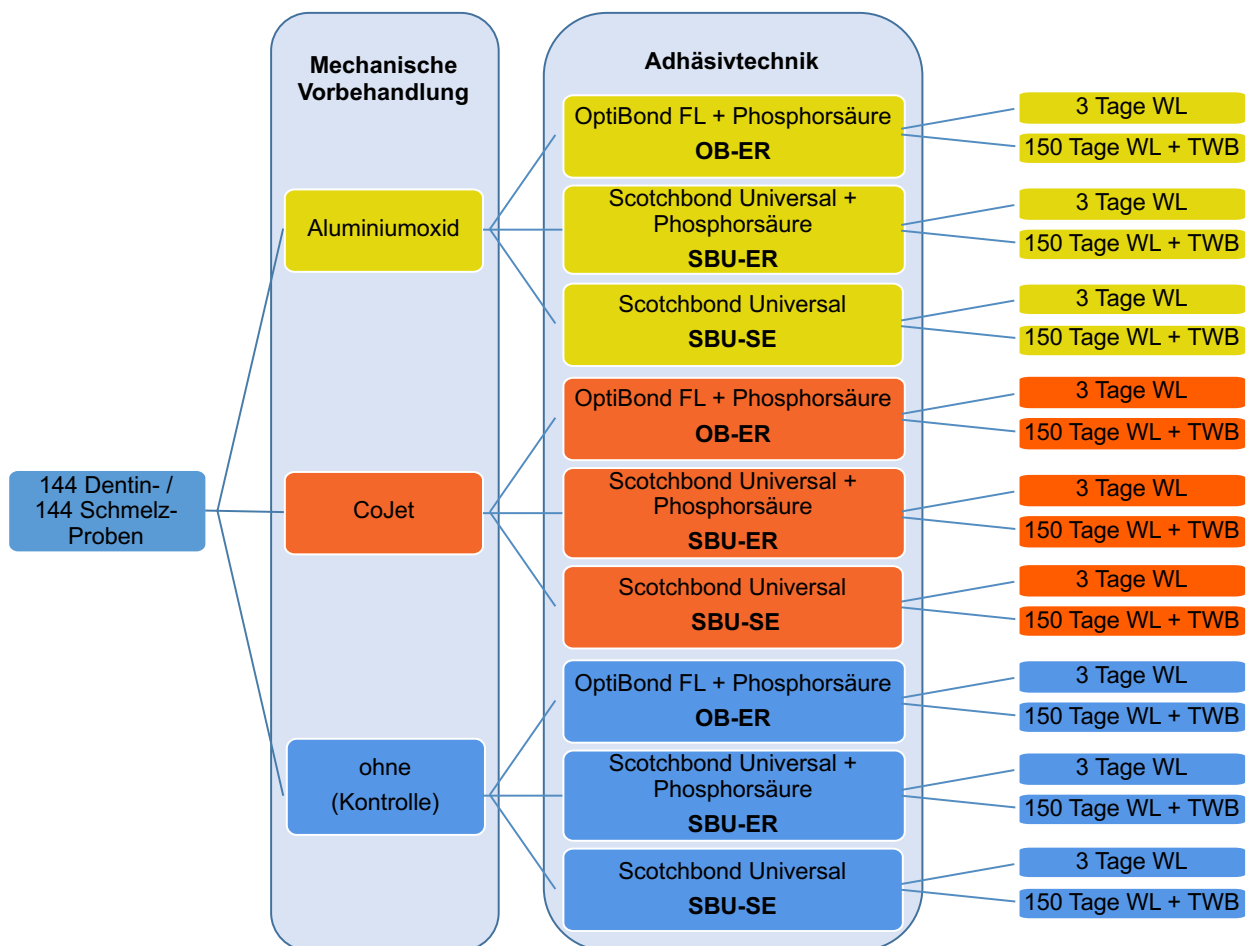


Abbildung 1: Versuchsaufbau. Die Proben wurden unterschiedlich mechanisch vorbehandelt (Sandstrahlen mit Aluminiumoxid-pulver, mit CoJet-Pulver, ohne mechanische Vorbehandlung) und es wurden unterschiedliche adhäsive Protokolle angewendet (OptiBond FL mit Etch-and-Rinse-Technik (OB-ER), Scotchbond Universal mit Self-Etch-Technik (SBU-SE), Scotchbond Universal mit Etch-and-Rinse-Technik (SBU-ER)). Die Proben wurden für 3 Tage in Wasser gelagert (WL) oder durch 150 Tage WL plus Temperaturwechselbad (TWB) gealtert. n= 8/ Gruppe.

10.2 Herstellung und mechanische Vorbehandlung der Proben

Die Herstellung der Proben ist schematisch in Abbildung 2 dargestellt. Die verwendeten Materialien und Geräte sind im Kapitel 9 zusammengestellt und werden mit der entsprechenden Nummerierung im Text erwähnt.

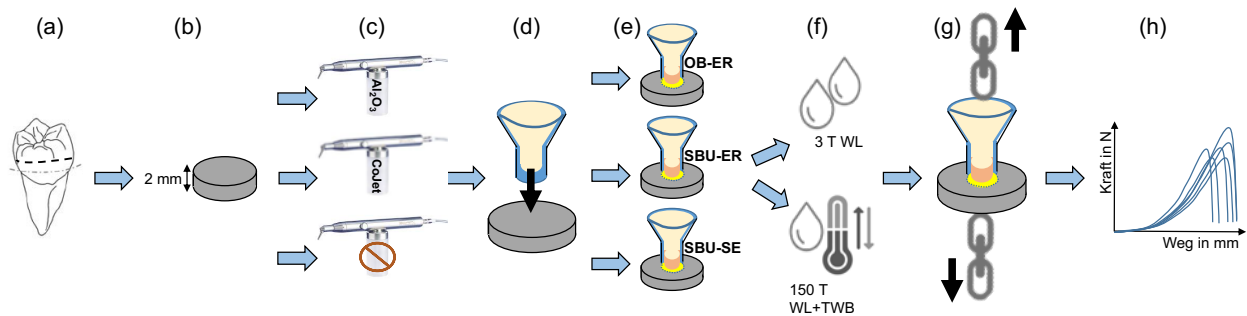


Abbildung 2: Versuchsablauf. (a) 144 Zähne wurden (b) in 2 mm dicke Dentin- bzw. Schmelzscheiben präpariert und einer (c) mechanischen Vorbehandlung (Aluminiumoxid-Pulver (Al₂O₃), CoJet-Pulver oder ohne mechanische Vorbehandlung) unterzogen. Dann erfolgte (d) eine axiale Verklebung (e) mittels folgender Adhäsiv/Adhäsivtechnik (OptiBond FL mit Phosphorsäure-Ätzung (OB-ER), Scotchbond Universal mit Phosphorsäure-Ätzung (SBU-ER) oder Scotchbond Universal ohne Phosphorsäure-Ätzung (SBU-SE)) und Tetric EvoCeram. Die Proben wurden dann mittels (f) Wasserlagerung (WL) mit oder ohne Temperaturwechselbad (TWB) gealtert. In einer (g) axialen Abzugsvorrichtung erfolgte (h) die Bestimmung des Haftverbundes.

10.2.1 Probenkörper

Für die Proben wurden extrahierte menschliche Zähne verwendet, die Sammlung der Zähne wurde durch die Ethikkommission der Charité – Universitätsmedizin Berlin (EA 1/034/06) genehmigt. Zur Zeit der Probenherstellung haben die Zähne maximal 6 Monate in einer 0,5-prozentigen Chloramin T-Lösung⁶ gelegen. Für die Schmelzproben wurden möglichst große kariesfreie und unbeschädigte Oberkiefer-Frontzähne verwendet. Für die Dentinproben wurden möglichst große kariesfreie und unbeschädigte Molaren ausgewählt.

10.2.2 Probenkörpergröße

Die Zähne wurden so bearbeitet, dass eine plane Oberfläche in der Zahnhartsubstanz geschaffen werden konnte. Die Größe des Probenkörpers richtete sich einerseits nach den Platzverhältnissen in den Aussparungen der Pulverstrahlkammer³ und zum anderen nach den Maßen in der Abzugsvorrichtung³⁶. Es sollte eine Klebefläche von mind. 16 mm² (Durchmesser des Tubus) zur Verfügung stehen, gleichzeitig durften die Proben nicht länger und breiter als 1 cm sein, um in die Messapparatur³⁶ zu passen.

10.2.3 Herstellung der Dentinproben

Die kariesfreien Molaren wurden an der Okklusalfäche auf Poliertellern²² mit Schleifpapier²³ (80er Grit) so bearbeitet, bis die gesamte Schmelzschicht abgetragen wurde und nur noch Dentin vorhanden war. Das Pulpakammerdach sollte dabei nicht freigelegt werden. Die plane Dentinoberfläche wurde auf Objektträgern mit doppelseitigem Klebeband befestigt, um an der Exakt-Bandsäge⁵ etwa > 2 mm dicke Dentinscheiben zu erhalten. Anschließend wurde mit dem Exakt-Schleifgerät²¹ und grobem Schleifpapier²³ (80er Körnung) eine Dicke von 2 mm erreicht. Abschließend wurde die Seite, die für den Versuch benötigt wird, mit 120er Grit Schleifpapier²³ bearbeitet.

10.2.4 Herstellung Schmelzproben

Die Frontzähne wurden an der Vestibulär-Fläche auf Poliertellern²² mit Schleifpapier²³ (80er Grit) so bearbeitet, dass eine plane Fläche entstand. Dabei wurde auf eine genügende Schmelzschichtstärke geachtet, so dass Dentin nicht durch die Schmelzschicht durchschimmerte oder Dentin frei lag. Die Zähne wurden mit der planen Fläche auf einer Glasplatte mit doppelseitigem Klebeband befestigt, danach wurden an der Exakt-Bandsäge⁵ Zahnhartsubstanz-Scheiben von knapp > 2 mm Dicke geschliffen. Diese wurden anschließend an dem Exakt-Schleifgerät²¹ auf der Rückseite mit grobem Schleifpapier²³ (80er Grit) auf eine Dicke von etwa 2 mm gebracht. Anschließend wurde die Vorderseite mit Schleifpapier²³ (120er Körnung) bearbeitet. Damit wurde am Schmelz eine präparierte Oberfläche simuliert.

10.2.5 Vorbereitung der Plexiglastuben

Zur Aufnahme des Komposits wurden Plexiglastuben verwendet, die ein Widerlager gegen Abzug bildeten. Die genormten Tuben¹⁵ bestanden aus Plexiglas und wurden industriell hergestellt. Die standardisierten Maße betragen 14 mm Länge, bei einem Durchmesser an der Basis von 15 mm. Der Tubus¹⁵ hatte einen Außendurchmesser von 4,2 mm, der Innendurchmesser betrug 3,2 mm (Abb. 3).

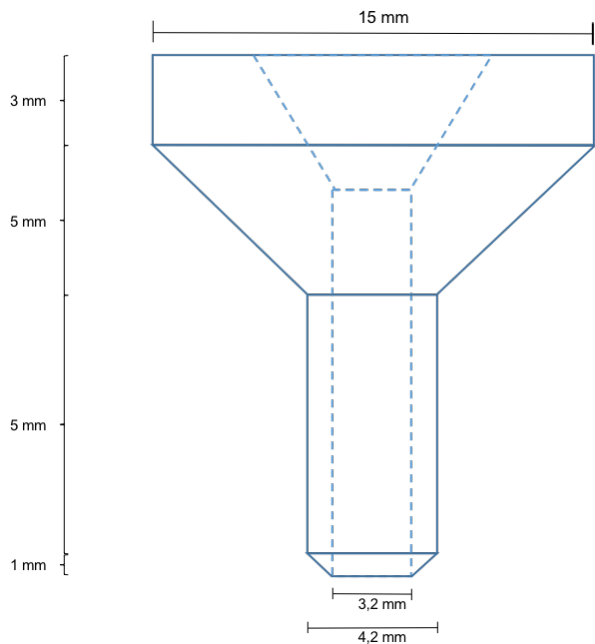


Abbildung 3: Schematische Darstellung eines Plexiglastubus.

Die Innenfläche des Tubus¹⁵ war parallelwandig und glatt. Deshalb wurde zur Retention an der Tubenbasis eine trichterförmige Vertiefung (5 mm) mit einem Konusbohrer⁹ gebohrt. Die Späne wurden mit Druckluft entfernt und die Tuben¹⁵ wurden für 45 Minuten bei 50 Grad Celsius in ein Ultraschallbad³⁰ mit einer 3%igen Stamopurlösung²⁷ gereinigt. Anschließend wurden die Tuben¹⁵ unter klarem Wasser abgespült und für 5 Stunden in einer Wärmekammer³³ bei 55 Grad Celsius erhitzt und dann zum Abbau interner Spannungen langsam auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Tuben¹⁵ wurden mit ca. 2 Compulen des Komposits Tetric EvoCeram²⁹ (Farbe A2) befüllt. Hierzu wurde der Tubus¹⁵ mit dem schmalen Ende auf einen laborgefertigten Platzhalter¹⁰ (individuell gefräste Platte mit beweglichem Stöpsel mittig, der einen Durchmesser von 3,1 mm und eine Höhe von 2,5 mm hat) gesteckt. Dieser sorgte dafür, dass der letzte Millimeter des Tubus¹⁵ nicht mit Komposit gefüllt wurde. Der Platzhalter¹⁰ wurde vom Tubus¹⁵ abgedreht und anschließend das Komposit mit einem LED-Lichtgerät³¹ an drei, jeweils um 120 Grad abweichenden Positionen mit einer Lichtintensität von 1400 mW/cm² (geprüft mit einem dentalen Radiometer²⁰) aus 10 mm Abstand polymerisiert. Zur Standardisierung wurde der Tubus¹⁵ dabei mit der Basis auf einen Silikonschlüssel mit drei Markierungen gelegt, um das Komposit gleichmäßig mit je 20 Sekunden pro Position zu härten. Die breite Basis wurde bis knapp unter den Rand mit Komposit gefüllt, um keine Unebenheiten an der Basis entstehen zu lassen. Anschließend wurde

das Komposit mit einer Lichtleistung von 3200 mW/cm² für 3 Sekunden noch einmal von der Basis lichtgehärtet.

10.2.6 Mechanische Vorbehandlung der Proben

Je ein Drittel der Zahnhartsubstanzproben wurde in einer automatisierten Sandstrahlvorrichtung³ mit Aluminiumoxid-Pulver¹ (50 µm) oder CoJet-Pulver⁷ (30 µm) sandgestrahlt. Dabei befanden sich maximal 9 Probenkörper in einer Halterung auf einem Führungsschlitten. Die Proben wurden jeweils in eine separate Aussparung (12 mm × 10 mm) gelegt und mit dem jeweiligen Pulver in einem Abstand von 1 cm mit 2,3 bar automatisiert sandgestrahlt, indem die Proben meanderförmig unter der Sprühdüse mit einer Geschwindigkeit von 1 mm/Sekunde entlanggeführt wurden. Anschließend wurde das überschüssige Pulver im Druckluftstrahl entfernt.

10.2.7 Applikation des Adhäsivs

Die Schmelzproben wurden entsprechend der Einteilung in die verschiedenen Gruppen mit 37%igem Phosphorsäureätzgel¹⁴ für 30 Sekunden und die Dentinproben für 15 Sekunden geätzt. Anschließend wurden die geätzten Proben 30 Sekunden mit dem Luft-Wasser-Spray einer Mehrfunktionsspritze abgesprüht und kurz mit Luft getrocknet. Je nach Gruppe wurde der Primer des OptiBond FL-Systems¹³ für 20 Sekunden auf der Zahnhartsubstanz mit einem Applikatortip einmassiert und für 15 Sekunden mit Luft verblasen. Anschließend wurde das OB¹³ Adhäsiv auf der Probenoberfläche gleichmäßig verteilt und für 20 Sekunden mit einer Lichtintensität von 1400 mW/cm² bei einem Abstand von 3 mm polymerisiert. In den Gruppen unter Verwendung von SBU²⁴ wurden die Proben mit oder ohne Phosphorsäureätzung vorbehandelt. Anschließend wurde das Adhäsivsystem 20 Sekunden auf der Zahnhartsubstanz einmassiert und 5 Sekunden sanft verblasen, bis sich die aufgetragene Lösung nicht mehr bewegte. Abschließend erfolgte die Lichthärtung wie oben beschrieben. Die Zusammensetzung der Adhäsivsysteme (79) ist in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: Zusammensetzung der Adhäsivsysteme (79)

Komponente	Bestandteile
Primer OptiBond FL	Hydroxyethylmethacrylat, Glycerinphosphatdimethacrylat, Mono-2-(Methacryloyloxy)ethylphtalat, Wasser, Ethanol, Kampferchinon, Butylhydroxytoluol
Adhäsiv OptiBond FL	Bisphenol-A-Diglycidylmethacrylat, Hydroxyethylmethacrylat, Glyceryldimethacrylat, Glycerinphosphatdimethacrylat, Kampferchinon, Dinatrium- Hexafluorosilikat, Barium-Aluminium-Borosilikat-Glas, SiO ₂
Adhäsiv Scotchbond Universal	Methacryloyloxydecyldihydrogenphosphat Phosphat Monomer, Dimethacrylat- Kunststoffe, Vitrebond Copolymer, Füller, Ethanol, Wasser, Initiatoren, Silan

10.3 Verklebung der Proben

10.3.1 Axiale Klebevorrichtung

Um einheitliche Klebebedingungen zu schaffen, wurden alle Probenkörper mittels einer axialen Verklebeapparatur⁴ verbunden (Abb. 4 und 5), die auf der Apparatur aus dem Jahre 1993 von Kern und Thompson beruhte (80). Damit konnten die Zahnhartsubstanzproben durch Komposit (Tetric EvoCeram²⁹, Farbe A2) rechtwinklig mit dem vorbereiteten Komposit²⁹ im Tubus¹⁵ adhäsiv verbunden werden. Die Metall-Apparatur⁴ bestand aus einer Basis-Platte und zwei parallelen Metallstäben, an denen das Oberteil vertikal beweglich, aber auch fixierbarer war (Abb. 4 und 5). Die Metallplatte des Oberteils hatte ein Eigengewicht von 750 g, sodass ein einheitlicher Anpressdruck gegeben war. Auf der Unterseite des Oberteils befand sich eine Vertiefung mit einem Durchmesser von 15 mm und einer Tiefe von 3 mm zur eindeutigen Positionierung der Tubenbasis.

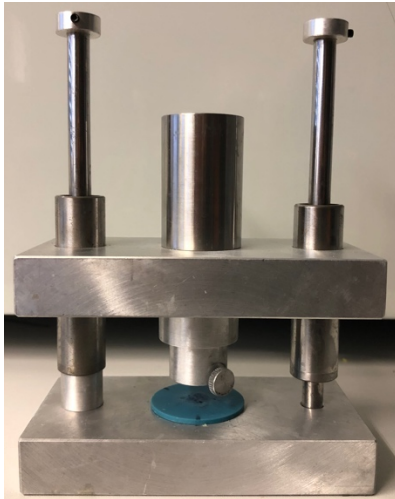


Abbildung 4: Axiale Verklebeapparatur auf der Basis.

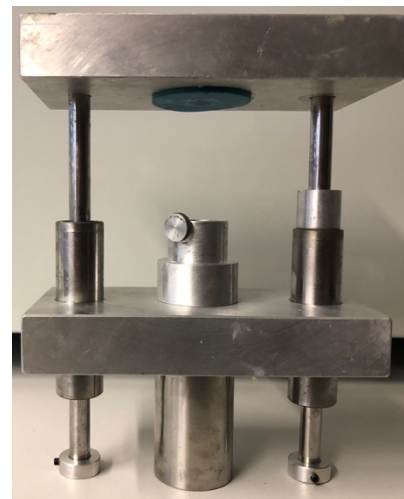


Abbildung 5: Axiale Verklebeapparatur umgedreht.

10.3.2 Klebevorgang

Die Klebevorrichtung⁴ wurde anfangs auf die Oberseite gedreht (Abb. 5). In die Vertiefung wurde die Basis des Tubus¹⁵ eingelegt und mittels Feststellschraube wurde der Tubus¹⁵ darin arretiert. In den letzten Millimeter des schmalen Endes des Tubus¹⁵ wurde Komposit²⁹ im Überschuss appliziert. Die Apparatur wurde dann vorsichtig zurück auf die Basis gedreht und der bewegliche Teil oben fixiert gehalten. Die Probenkörper wurden mit der vorbehandelten Oberfläche nach oben mittig auf die Silikonauflage der Basis gelegt. Dann wurde das Oberteil langsam abgesenkt. Der Komposit²⁹-Überschuss wurde anschließend mit einer Sonde sorgfältig entfernt. Die Klebefuge wurde jeweils an drei gleichweit voneinander entfernten Positionen mit einer Lichtintensität von 1400 mW/cm^2 aus ca. 10 mm Abstand für jeweils 20 Sekunden polymerisiert (VALO-LED-Lichtgerät³¹) (Abb. 6). Anschließend wurde die Feststellschraube an der Basis des Tubus gelöst und die verklebte Probe konnte aus der Apparatur⁴ genommen werden (Abb. 7).

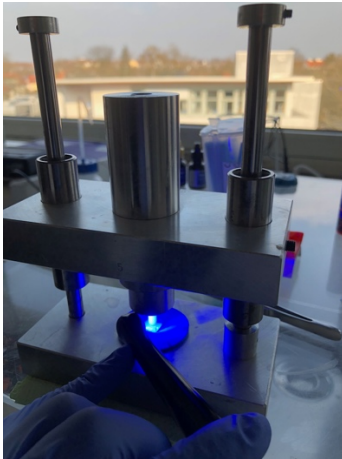


Abbildung 6: Darstellung der Positionierung bei Lichthärtung.

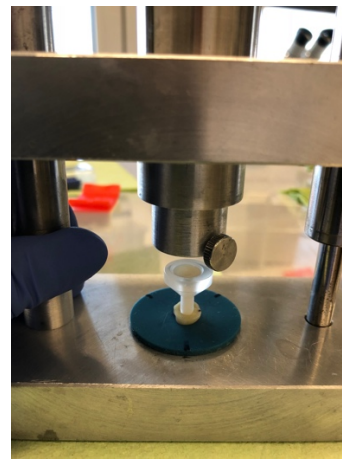


Abbildung 7: Fertig verklebte Probe.

10.4 Künstliche Alterung der Proben

Die Hälfte der verklebten Probenkörper wurden in destilliertes Wasser gelegt und im Wärmeschrank³⁴ für 3 Tage bei 37 Grad Celsius gelagert. Die andere Hälfte wurde innerhalb von 150 Tagen abwechselnd im Wärmeschrank³⁴ wassergelagert und in einer Temperaturwechselbad-Anlage (TWB) thermisch belastet. Die Proben tauchten dabei abwechselnd für 30 Sekunden in ein beheizbares Tauchbecken²⁸, in dem das destillierte Wasser auf 55 Grad Celsius erwärmt wurde, und für 30 Sekunden in einen Styroporbehälter, in dem das destillierte Wasser auf 5 Grad Celsius gekühlt wurde, ein. Die Transferzeit zwischen beiden Tauchbecken²⁸ betrug dabei 15 Sekunden. Dazu wurde das Wasser mit einem Kühlstab konstant bei einer Temperatur von 5 Grad Celsius gehalten und kontinuierlich mit einer motorgetriebenen Wasserschraube³⁵ gleichmäßig durchmischt. Ein mikroprozessor-gesteuerter Motor¹² schwenkte einen Metallarm, an dem ein Korb für die Aufnahme der Proben befestigt war, abwechselnd in das Kälte-²⁸ und Wärmebad²⁸. Insgesamt wurden 37.500 Zyklen durchlaufen, indem sich die Proben fünfmal jeweils für 7.500 Zyklen in der Temperaturwechselbad-Anlage²⁸ (8 Tage und 3,15 Stunden) befanden und zwischendurch bei 37 Grad Celsius im Wärmeschrank³⁴ wassergelagert (21 Tage, 20,45 Stunden) wurden. Die Temperatur und der Wasserstand des Wärme-²⁸ und des Kältebeckens²⁸ wurden täglich zwei- bis dreimal mittels eines digitalen Thermometers überprüft und bei Bedarf korrigiert.

10.5 Zughaffestigkeitsprüfung

Zur Ermittlung der Klebeverbundfestigkeit wurden alle Proben nach entsprechender Vorbehandlung und Lagerung einer Zughaffestigkeitsprüfung unterzogen. Dieser Zugtest wies eine axiale Richtung zur Probenoberfläche auf und wurde mit einer

speziellen Abzugsvorrichtung³⁶ durchgeführt, die auf der von Kern und Thompson aus dem Jahre 1993 basierte (80).

10.5.1 Aufbau der Abzugsvorrichtung

Die Abzugsvorrichtung³⁶ bestand aus zwei Teilen und ermöglichte eine über Ketten bewegliche und vertikal gerichtete Aufhängung (Abb. 8). Durch diese Aufhängung konnte der Tubus¹⁵ exakt senkrecht zur Klebefläche bis zum Abriss belastet werden. In der oberen Haltevorrichtung befand sich eine vorgefertigte genormte Öffnung von 13 mm Durchmesser (Abb. 9). Die verklebte Probe wurde von oben in die Öffnung eingefädelt und führte zum Halt der Tubenbasis (15 mm). Der untere Teil der Aufhängung wurde am Tubusrohr oberhalb der Zahnhartsubstanzprobe mittig in einer passend ausgesparten Metallplatte arretiert. Diese Metallplatte war in der Mitte teilbar (Abb. 10), so dass das schmale Ende des Tubus¹⁵ mittig eingespannt und mit einer Metallnut fixiert werden konnte (Abb. 11). Es wurde darauf geachtet, dass die jeweilige Probe spannungsfrei in der Halterung lag, um ein Verkanten zu verhindern, das zu einer Vor- oder Fehlbelastung geführt hätte.



Abbildung 8: Abzugsvorrichtung

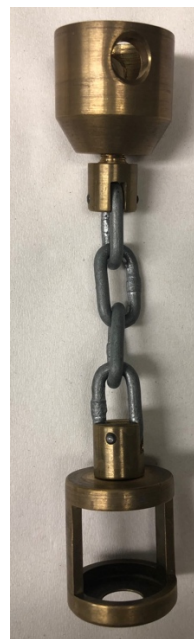


Abbildung 9: Oberteil



Abbildung 10: Unterteil ohne Metallplatte.

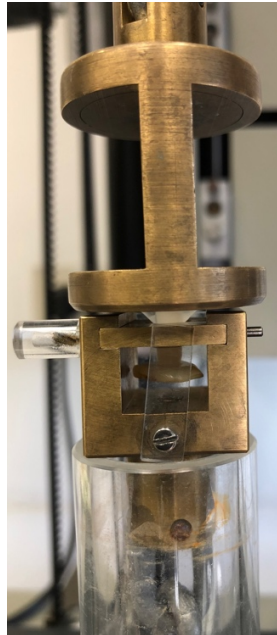


Abbildung 11: Apparatur mit eingespannter Schmelzprobe.

10.5.2 Axialer Zugtest

Der axiale Zugtest wurde mit einer Zwick-Universal-Prüfmaschine¹⁶ durchgeführt, in die die Abzugsvorrichtung³⁶ eingespannt wurde (Abb. 12). Die Zwick-Maschine¹⁶ wurde über einen Computer angesteuert. Die Kraftmessung erfolgte über eine 2,5-N-Messdose¹¹. In der verwendeten Prüfsoftware testXpert II¹⁷ wurden festgelegte Parameter eingestellt. Gestartet wurde die Maschine mit einer Vorkraft von 2 N. Die Vorschubgeschwindigkeit wurde auf 2 mm/Minute, die Geschwindigkeit der Vorkraft auf 10 mm/Minute und die Prüfgeschwindigkeit auf 2 mm/Minute festgelegt. Es wurde keine Haltezeit eingestellt. Die Zugkraft erhöhte sich kontinuierlich bis es zum initialen Abriss der Probe kam. Die Zwick-Maschine¹⁶ kam zum Stillstand, die Zugvorrichtung³⁶ entspannte sich und die Probenteile konnten entnommen werden. Die registrierte Zugkraft, die zum initialen Abriss führte, wurde von der Prüfsoftware testXpert II¹⁷ aufgezeichnet und in einem Kraft-Weg-Diagramm (N/mm) grafisch dargestellt. Der Haftfestigkeitswert wurde in MPa angegeben. In zwei Gruppen kam es auch zu sog. Zero Bonds, also spontanen Verlusten des Haftverbundes ohne mechanische Belastung (Dentin: 150 Tage WL + TWB, CoJet + SBU-SE; n=3 Zero Bonds; Schmelz: 150 Tagen WL + TWB, ohne Vorbehandlung + SBU-SE; n=6 Zero Bonds). Diese wurden mit 0,01 MPa erfasst und in die statistische Auswertung mit einbezogen.



Abbildung 12: Eingespannte Abzugsvorrichtung in der Zwick-Maschine.

10.6 Analyse des Frakturmodus

Jede Probenoberfläche wurde nach Abzug unter dem Lichtmikroskop² in 5-facher Vergrößerung betrachtet und nach der Art der Fraktur in drei Gruppen eingeteilt: (1) adhäsive, (2) kohäsive oder (3) gemischte Brüche. Die Fraktur wurde als adhäsiv angenommen, wenn der überwiegende Anteil der Bruchfläche adhäsiv (Fraktur zwischen Komposit-Zahn) und maximal 25% kohäsiv (innerhalb des Komposits oder einer Zahnhartsubstanzprobe) war. Bei einem kohäsiven Bruch lagen > 75% kohäsive und maximal 25% adhäsive Bruchflächen vor. Gemischte Brüche lagen vor, wenn zwischen 25-75% der Bruchflächen kohäsiv bzw. adhäsiv frakturiert waren. Die Erfassung des Bruchtyps (Bruchfläche) wurde für die überwiegende Zahl der Proben, bei denen die Beurteilung eindeutig war, geschätzt. Für Proben, bei denen durch Schätzung Unsicherheit bestand, wurde die Fläche mittels eines Bildverarbeitungsprogramm³² durch Segmentierung entsprechender Bildareale metrisch bestimmt. Die Frakturmodi wurden entsprechend der dreigliedrigen Einteilung in einem Säulendiagramm dargestellt, stratifiziert nach Zahnhartsubstanz und WL bzw. WL/TWB. Zur exemplarischen Verifikation der lichtmikroskopischen Bewertungen wurden an einzelnen Proben elektronenmikroskopische Auswertungen durchgeführt. Hierbei wurden Bilder mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM¹⁹) in 310-facher Vergrößerung aufgenommen. Dafür wurden einzelne Proben jeder Frakturart kritisch-Punkt-getrocknet (Critical Point Drying, CPD 030, Baltec, Pfäffikon, Schweiz⁸). Die feucht gelagerten Proben wurden in einer ansteigenden Konzentrationsreihe in bis zu 100% Ethanol vorbereitet. Das Ethanol wurde anschließend unter Druck gegen Kohlenstoffdioxid

ausgetauscht und die Proben erwärmt, um ihnen Feuchtigkeit zu entziehen (im REM¹⁹ wurde ein Vakuum erzeugt). Anschließend wurden die Proben auf Metallobjektträgern befestigt und in einer Sputteranlage²⁶ mit einer sehr dünnen (wenige nm dicken) Goldschicht besputtert, damit die Oberflächenveränderung so dargestellt werden konnte (gebündelter Elektronenstrahl tastete die Oberfläche ab).

10.7 Statistische Auswertung

Für die Haftwertanalyse wurden die Haftwerte in MPa angegeben. Zur Analyse der Haftwertdaten wurde zunächst die Normalverteilung mit Hilfe des Shapiro-Wilk-Tests geprüft. Für Dentin und Schmelz wurden jeweils stratifizierte Analysen durchgeführt; ebenso wurden die verschiedenen Alterungsstrategien getrennt. Im Ergebnis wurden vier separate (Subgruppen-)Analysen durchgeführt (Dentin 3 Tage WL; Dentin 150 Tage WL+TWB; Schmelz 3 Tage WL, Schmelz 150 Tage WL+TWB). Vergleiche der Subgruppen erfolgten mittels des Mann-Whitney-U-Tests.

Nach vorläufigen deskriptiven Statistiken wurde mit Hilfe von generalisierten linearen Modellen (GLM) der Einfluss der mechanischen Vorbehandlung (Sandstrahlen mit Al₂O₃/ Silikatisierung mit CoJet/ keine mechanische Vorbehandlung (ohne)) und Adhäsiv/Adhäsivtechnik (OB-ER/ SBU-SE/ SBU-ER) auf die Ergebnisvariable Haftwert in MPa bewertet. Wie beschrieben, wurden insgesamt vier GLM eingesetzt (jeweils ein Modell pro Subgruppe). Die Modelle enthielten die Konstante und alle Haupteffekte, die als Beta-Koeffizienten (in MPa), 95%-Konfidenzintervalle und entsprechende p-Werte angegeben wurden. Anschließend wurden für alle vier Modelle paarweise Post-hoc-Vergleiche zwischen den Kombinationen der verschiedenen mechanischen Vorbehandlungen und Adhäsiven/Adhäsivtechniken mit dem Dunn-Test unter Verwendung der Benjamini-Hochberg-Korrektur durchgeführt (81, 82).

Mögliche Unterschiede der Verteilung der Frakturmodi wurden mittels Chi-Quadratstest getestet. Alle p-Werte <0,05 wurden als statistisch signifikant angesehen. Die deskriptive Statistik und die grafische Darstellung der Statistik wurde mit der SPSS Software²⁵, Version 25.0.0 erstellt. Die inferentielle Statistik wurden mit R, Version 4.2.1¹⁸ durchgeführt.

11 Ergebnisse

11.1 Vergleich der Haftwerte in den Subgruppen

Die gepoolten Haftwerte unterschieden sich nicht signifikant zwischen Dentin (Median: 18,3 MPa, 25%/75% Perzentile: 13,0/ 22,9 MPa) und Schmelz (Median: 18,0 MPa, 25%/75% Perzentile: 13,5/ 21,9 MPa; $p > 0,05$ / Mann-Whitney), allerdings gab es innerhalb von Dentin und Schmelz signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Gruppen, die auch zahnhartsubstanzspezifisch waren (siehe unten).

Die Alterung hatte sowohl im Dentin als auch im Schmelz einen statistisch signifikanten Einfluss ($p < 0,001$ / Mann-Whitney-Test). Im Dentin zeigten sich nach 150 Tagen WL+ TWB (14,5 MPa; 25%/75% Perzentile: 11,2/19,5 MPa) signifikant niedrigere Haftwerte als nach 3 Tagen WL (Median: 20,4 MPa; 25%/75% Perzentile: 17,9/25,1 MPa; $p < 0,001$). Auch im Schmelz zeigten sich statistisch signifikante Unterschiede ($p < 0,005$) beim Vergleich der Werte nach 3 Tagen WL (Median: 19,7 MPa; 25%/ 75% Perzentile: 16,5/ 23,4 MPa) mit denen nach 150 Tagen WL + TWB (Median: 15,0 MPa; 25%/ 75% Perzentile: 9,7/ 19,5 MPa). Der alterungsbedingte Haftwertabfall an beiden Zahnhartgeweben war insbesondere in der Gruppe SBU-SE zu verzeichnen.

11.2 Haftwerte am Dentin nach 3 Tagen WL

Nach 3 Tagen WL zeigten sich im Dentin keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den Gruppen ($p > 0,05$; Dunn/Benjamini-Hochberg) (Abb. 13).

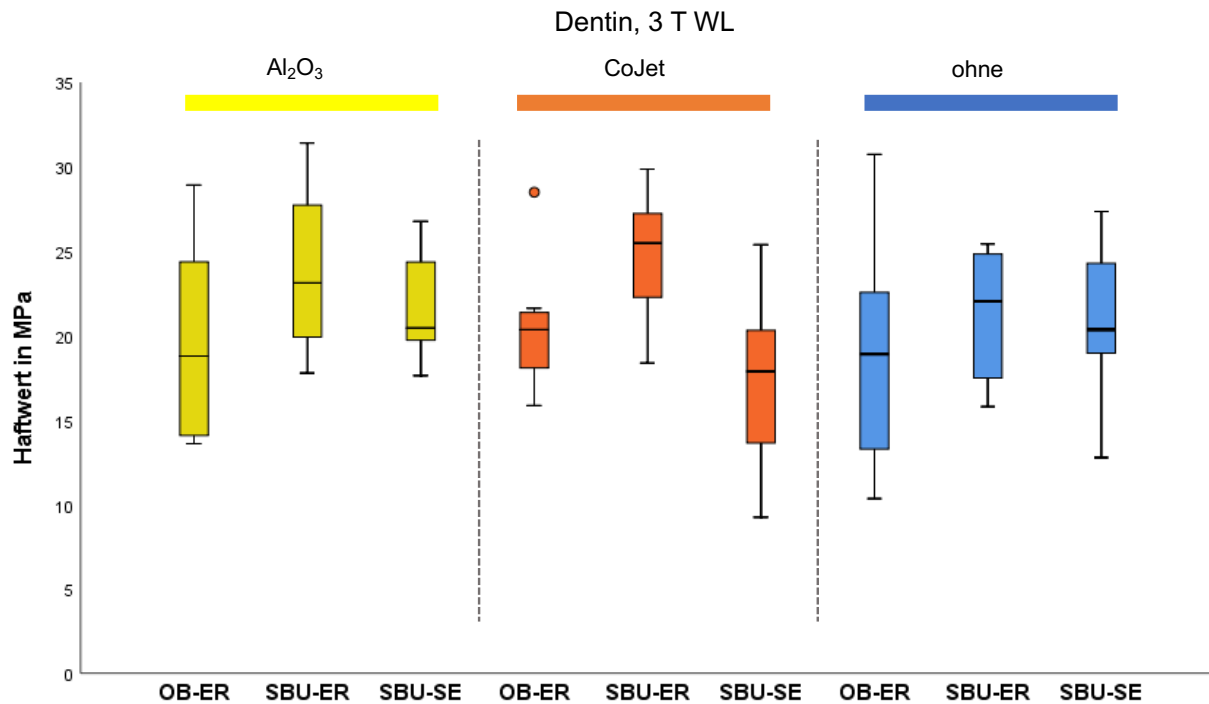


Abbildung 13: Die Haftwerte für Dentin nach 3 Tagen WL. Die Haftwerte (MPa) nach unterschiedlichen mechanischen Vorbehandlungen (gelb: Al₂O₃, orange: CoJet, blau: ohne) und der Applikation verschiedener Adhäsive/Adhäsivtechnik (OB-ER: OptiBond FL mit Etch-and-Rinse-Technik, SBU-ER: Scotchbond Universal mit Etch-and-Rinse-Technik, SBU-SE: Scotchbond Universal mit Self-Etch-Technik) nach 3 Tagen WL im Dentin dargestellt. Linie: Median; Box: 25% Perzentil/75% Perzentil; Antennen: Minimum/Maximum; Kreise: extreme Ausreißer. Es wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den Gruppen detektiert ($p > 0,05$; Dunn-Test; Benjamini-Hochberg-Korrektur).

Mittels eines generalisierten linearen Modells (GLM) konnten die Einflüsse von mechanischer Vorbehandlung und Adhäsivsystem/-technik auf die Haftwerte analysiert werden (Tabelle 2). Im Vergleich mit den Referenzgruppen (ohne mechanische Vorbehandlung, OB-ER) zeigte sich, dass einzig der Einsatz von SBU-ER die Haftwerte statistisch signifikant steigerte (im Mittel um 3,64 MPa; 95% CI: 0,89 bis 6,38 MPa); weder SBU-SE noch der Einsatz von Aluminiumoxid oder CoJet hatten einen signifikanten Einfluss.

Tabelle 2: Mittels eines generalisierten linearen Modells (GLM) wurde der Einfluss der mechanischen Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik auf den Zielparameter Haftwert (in MPa, 95% Konfidenzintervall) am Dentin (nach 3 Tagen WL) bestimmt.

Variable	Gruppe	Differenz in MPa (95% CI)	p-Wert
Intercept	-	19,009 (16,504; 21,514)	<0,001
Mechanische Vorbehandlung	Ref.: Ohne	-	-
	Aluminiumoxid	1,390 (-1,354; 4,134)	0,324
	CoJet	0,527 (-2,217; 3,271)	0,708
Adhäsivsystem/ technik	Ref: OB-ER	-	-
	SBU-SE	0,313 (-2,431; 3,058)	0,824
	SBU-ER	3,635 (0,891; 6,379)	0,012

OB-ER: OptiBond FL Etch-and-Rinse; SBU-SE: Scotchbond Universal Self-Etch; SBU-ER: Scotchbond Universal Etch-and-Rinse. **Fett** hervorgehobene p-Werte zeigen statistisch signifikante Einflüsse ($p < 0,05$) an.

11.3 Haftwerte am Dentin nach 150 Tagen WL + TWB

Nach 150 Tagen WL + TWB zeigten sich im Dentin statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen ($p < 0,05$; Dunn/Benjamini-Hochberg) (Abb. 14). Insbesondere der kombinierte Einsatz von CoJet und SBU-SE führte zu niedrigeren Haftwerten (bei drei Proben kam es zu Zero Bonds) im Vergleich mit der Kombination ohne mechanische Vorbehandlung oder Aluminiumoxid und SBU-ER oder OB-ER.

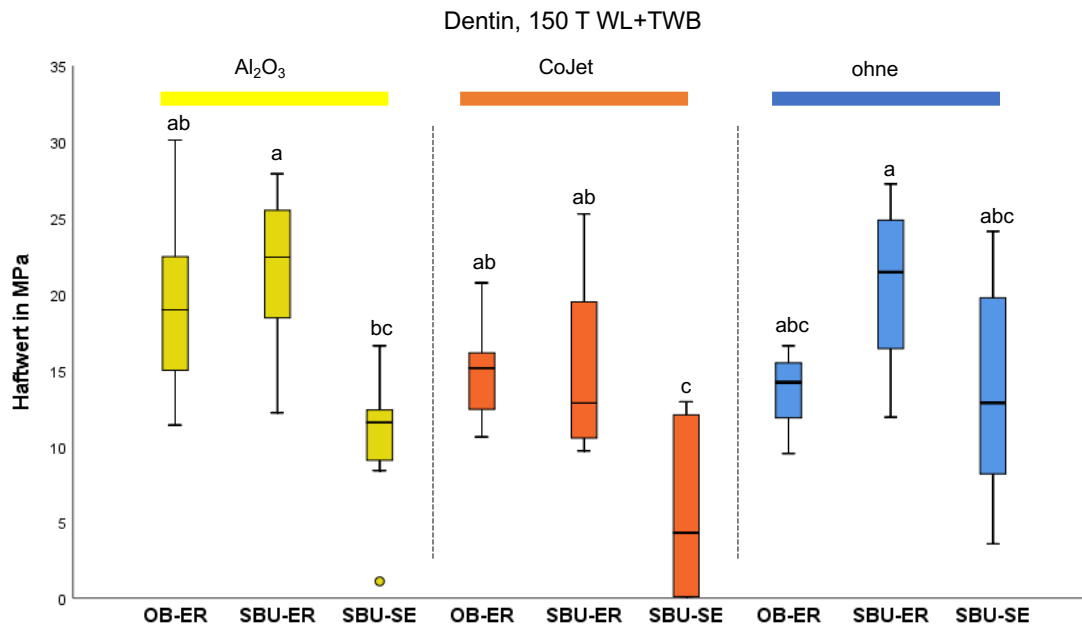


Abbildung 14: Die Haftwerte für Dentin nach 150 Tagen WL +TWB. Die Haftwerte (MPa) nach unterschiedlichen mechanischen Vorbehandlungen (gelb: Al₂O₃, orange: CoJet, blau: ohne) und der Applikation verschiedener Adhäsive/Adhäsivtechnik (OB-ER: OptiBond FL mit Etch-and-Rinse-Technik SBU-ER: Scotchbond Universal mit Etch-and-Rinse-Technik, SBU-SE: Scotchbond Universal mit Self-Etch-Technik) nach 150 Tagen WL + TWB im Dentin dargestellt. Linie: Median; Box: 25% Perzentil/75% Perzentil; Antennen: Minimum/Maximum; Kreise: extreme Ausreißer. Statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen werden durch unterschiedliche Buchstaben angezeigt ($p < 0,05$; Dunn-Test; Benjamini-Hochberg-Korrektur).

In dem GLM (Tabelle 3) zeigte sich, dass die mechanische Vorbehandlung mit CoJet im Vergleich mit keiner mechanischen Vorbehandlung (ohne) einen signifikant negativen Einfluss auf die Haftwerte hatte (im Mittel -4,07 MPa; 95% CI: -7,17 bis -0,96 MPa), wohingegen das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid keinen signifikanten Effekt hatte ($p > 0,05$). Im Vergleich mit OB-ER hatte SBU-ER signifikant höhere Haftwerte (3,16 MPa; 0,06 bis 6,27 MPa), SBU-SE hingegen signifikant niedrigere Haftwerte (-5,97 MPa; -9,07 bis -2,86 MPa).

Tabelle 3: Mittels eines generalisierten linearen Modells (GLM) wurde der Einfluss von mechanischer Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik auf die Haftwerte (in MPa, 95% Konfidenzintervall) am Dentin (nach 150 Tagen WL+TWB) bestimmt.

Variable	Gruppe	Differenz in MPa (95% CI)	p-Wert
Intercept	-	16,886 (14,053; 19,719)	<0,001
Mechanische Vorbehandlung	Ref.: Ohne	-	-
	Aluminiumoxid	1,165 (-1,939; 4,268)	0,465
	CoJet	-4,067 (-7,171; -0,964)	0,012
Adhäsivsystem/ technik	Ref: OB-ER	-	-
	SBU-SE	-5,967 (-9,070; -2,863)	<0,001
	SBU-ER	3,161 (0,058; 6,265)	0,049

OB-ER: OptiBond FL Etch-and-Rinse; SBU-SE: Scotchbond Universal Self-Etch; SBU-ER: Scotchbond Universal Etch-and-Rinse. **Fett** hervorgehobene p-Werte zeigen statistisch signifikante Einflüsse ($p < 0,05$) an.

11.4 Haftwerte am Schmelz nach 3 Tagen WL

Nach 3 Tagen WL wurden im Schmelz keine signifikanten Unterschiede der Haftwerte zwischen den Gruppen festgestellt (Abb. 15).

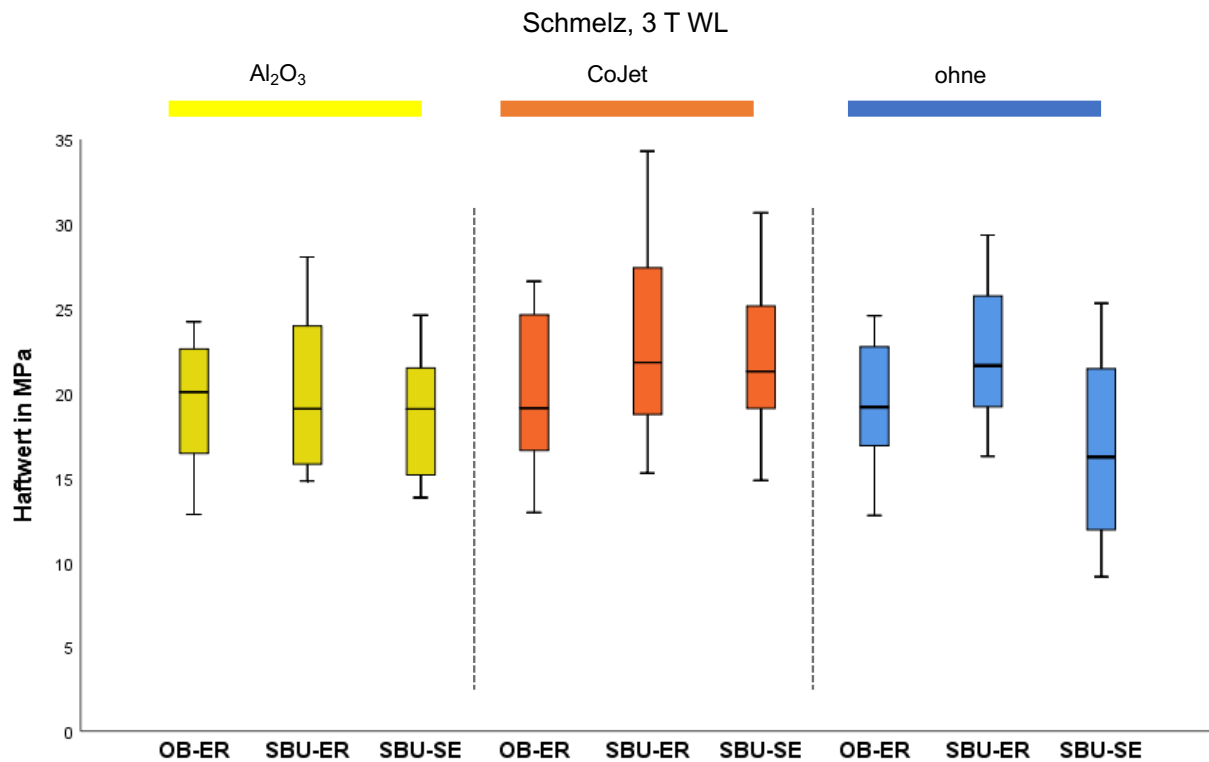


Abbildung 15: Die Haftwerte für Schmelz nach 3 Tagen WL. Die Haftwerte (MPa) nach unterschiedlichen mechanischen Vorbehandlungen (gelb: Al₂O₃, orange: CoJet, blau: ohne) und der Applikation verschiedener Adhäsive/Adhäsivtechnik (OB-ER: OptiBond FL mit Etch-and-Rinse-Technik, SBU-ER: Scotchbond Universal mit Etch-and-Rinse-Technik, SBU-SE: Scotchbond Universal mit Self-Etch-Technik) nach 3 Tagen WL im Schmelz dargestellt. Linie: Median; Box: 25% Perzentil/75% Perzentil; Antennen: Minimum/Maximum; Kreise: extreme Ausreißer. Es wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den Gruppen detektiert ($p > 0.05$; Dunn-Test; Benjamini-Hochberg-Korrektur).

Auch in dem GLM (Tabelle 4) hatten im Vergleich mit den Kontrollgruppen (ohne mechanische Vorbehandlung, OB-ER) weder die mechanische Vorbehandlung noch das Adhäsiv/die Adäsivtechnik einen signifikanten Einfluss auf die Haftwerte.

Tabelle 4: Mittels eines generalisierten linearen Modells (GLM) wurde der Einfluss von mechanischer Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik auf den Zielparameter Haftwert (in MPa, 95% Konfidenzintervall) am Schmelz (nach 3 Tagen WL) bestimmt.

Variable	Gruppe	Differenz in MPa (95% CI)	p-Wert
Intercept	-	18,855 (16,336; 21,374)	<0,001
Mechanische Vorbehandlung	Ref.: Ohne	-	-
	Aluminiumoxid	-0,069 (-2,828; 2,691)	0,961
	CoJet	2,291 (-0,469; 5,050)	0,108
Adhäsivsystem/ technik	Ref: OB-ER	-	-
	SBU-SE	-0,436 (-3,195; 2,324)	0,758
	SBU-ER	2,263 (-0,496; 5,023)	0,113

OB-ER: OptiBond FL Etch-and-Rinse; SBU-SE: Scotchbond Universal Self-Etch; SBU-ER: Scotchbond Universal Etch-and-Rinse. **Fett** hervorgehobene p-Werte zeigen statistisch signifikante Einflüsse ($p < 0,05$) an.

11.5 Haftwerte am Schmelz nach 150 Tagen WL + TWB

Nach 150 Tagen WL + TWB konnten signifikant unterschiedliche Haftwerte zwischen den Gruppen festgestellt werden ($p < 0,05$, Abbildung 16). Der Einsatz von SBU-SE in Kombination mit CoJet oder keiner mechanischen Vorbehandlung führte zu statistisch signifikant niedrigeren Haftwerten als nahezu alle anderen Kombinationen (bei letzterer Gruppe, also keine Vorbehandlung und SBU im SE Modus, kam es zu sechs Zero Bonds). Auch die Kombination von Aluminiumoxid und SBU-SE zeigte signifikant niedrigere Haftwerte als beispielsweise der Einsatz von Aluminiumoxid oder keiner mechanischen Vorbehandlung und SBU-ER.

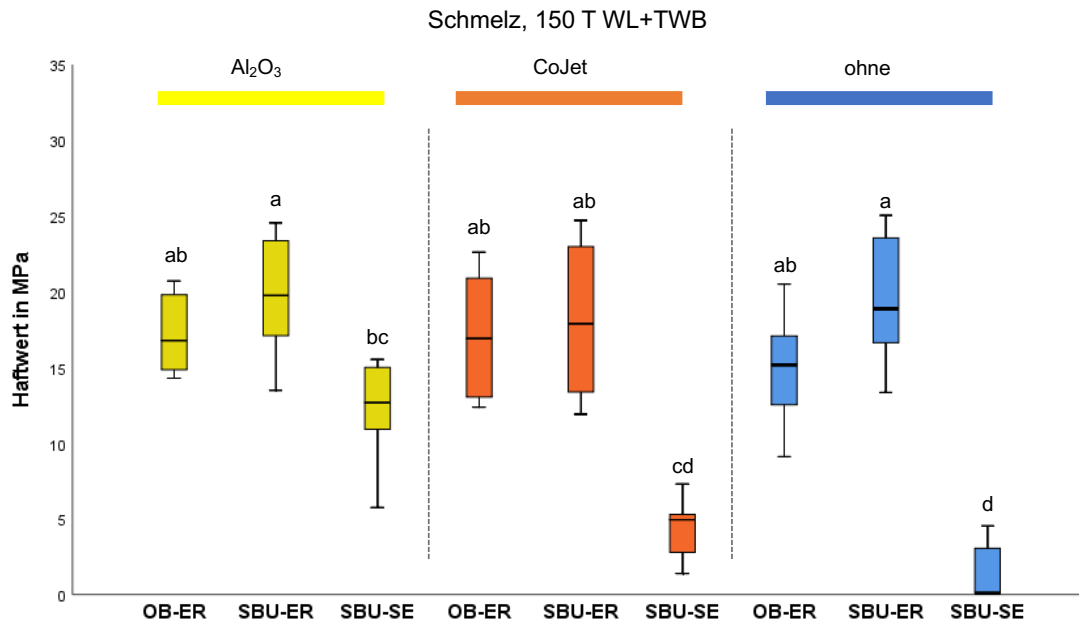


Abbildung 16: Die Haftwerte für Schmelz nach 150 Tagen WL + TWB. Die Haftwerte (MPa) nach unterschiedlichen mechanischen Vorbehandlungen (gelb: Al₂O₃, orange: CoJet, blau: ohne) und der Applikation verschiedener Adhäsive/Adhäsivtechnik (OB-ER: OptiBond FL mit Etch-and-Rinse-Technik, SBU-ER: Scotchbond Universal mit Etch-and-Rinse-Technik, SBU-SE: Scotchbond Universal mit Self-Etch-Technik) nach 150 Tagen WL + TWB im Schmelz dargestellt. Linie: Median; Box: 25% Perzentil/75% Perzentil; Antennen: Minimum/Maximum; Kreise: extreme Ausreißer. Statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen werden durch unterschiedliche Buchstaben angezeigt ($p < 0,05$; Dunn-Test; Benjamini-Hochberg-Korrektur).

In dem GLM (Tabelle 5) zeigte sich, dass die mechanische Vorbehandlung mit CoJet im Vergleich mit keiner mechanischen Vorbehandlung (ohne) keinen signifikant negativen Einfluss auf die Haftwerte hatte ($p > 0,05$), wohingegen das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid zu signifikant erhöhten Haftwerten führte (4,50 MPa; 2,23 bis 6,77 MPa). Im Vergleich mit OB-ER hatte SBU-ER signifikant höhere Haftwerte (2,77 MPa; 0,49 bis 5,04 MPa), SBU-SE hingegen signifikant niedrigere Haftwerte (-10,39 MPa; -12,66 bis -8,12 MPa).

Tabelle 5: Mittels eines generalisierten linearen Modells (GLM) wurde der Einfluss von mechanischer Vorbehandlung und Adhäsiv/ Adhäsivtechnik auf den Zielparameter Haftwert (in MPa, 95% Konfidenzintervalle) am Schmelz (nach 150 Tagen WL+TWB) bestimmt.

Variable	Gruppe	Differenz in MPa (95% CI)	p-Wert
Intercept	-	14,495 (12,420; 16,570)	<0,001
Mechanischer Vorbehandlung	Ref.: Ohne	-	-
	Aluminiumoxid	4,498 (2,225; 6,771)	<0,001
	CoJet	1,240 (-1,033; 3,513)	0,289
Adhäsivsystem/ technik	Ref: OB-ER	-	-
	SBU-SE	-10,389 (-12,663; -8,116)	<0,001
	SBU-ER	2,766 (0,493; 5,039)	0,020

OB-ER: OptiBond FL Etch-and-Rinse; SBU-SE: Scotchbond Universal Self-Etch; SBU-ER: Scotchbond Universal Etch-and-Rinse. **Fett** hervorgehobene p-Werte zeigen statistisch signifikante Einflüsse ($p < 0,05$) an.

11.6 Analyse des Frakturmodus

Die Abbildungen 17, 18, 20 und 21 fassen die relativen Häufigkeiten der verschiedenen Frakturmodi (adhäsiv: grün, kohäsiv: rot, gemischt: grau) gruppiert nach Zahnhartsubstanz und 3 Tagen WL bzw. 150 Tagen WL/TWB sowie für die Parameter mechanische Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik zusammen. Es bestanden signifikante Unterschiede in der Verteilung der Frakturmodi zwischen Dentin und Schmelz ($p < 0,001$ / Chi-Quadrat-Test), 3 Tagen WL und 150 Tagen WL + TWB ($p < 0,001$) sowie für den Parameter Adhäsiv/Adhäsivtechnik ($p < 0,05$).

Innerhalb der Dentinproben waren nach 3 Tagen WL überwiegend kohäsive Brüche zu beobachten (Abb. 17). Nach 150 Tagen WL + TWB wurden vermehrt gemischte Brüche registriert (Abb. 18). Exemplarische REM-Bilder finden sich in Abbildung 19.

Innerhalb der Schmelzproben waren sowohl nach 3 Tagen WL als auch nach 150 Tagen WL + TWB hauptsächlich gemischte Brüche zu beobachten (Abb. 20-21). Exemplarische REM-Bilder finden sich in Abbildung 22.

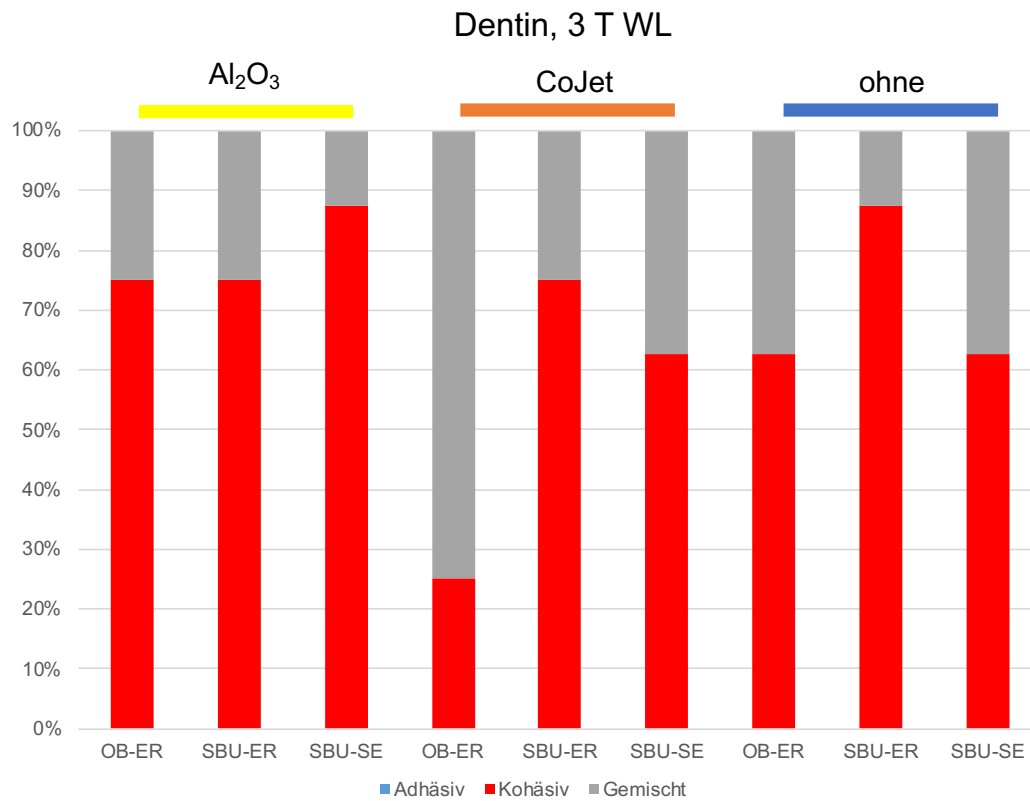


Abbildung 17: Frakturmodi je Gruppe im Dentin nach 3 Tagen Wasserlagerung (WL). Dargestellt werden die relativen Häufigkeiten von adhäsiven (grün, hier nicht vorkommend), kohäsiven (rot) und gemischten (grau) Frakturen, stratifiziert nach unterschiedlichen mechanischen Vorbehandlungen und Adhäsiven/Adhäsivtechniken.

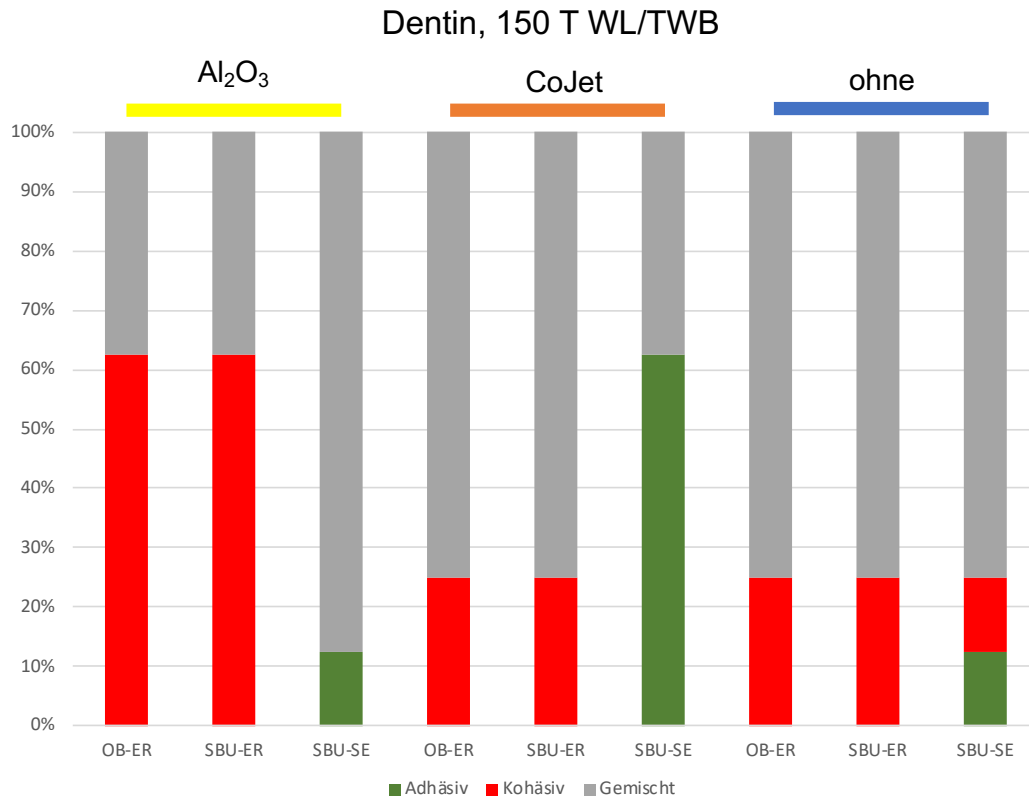


Abbildung 18: Frakturmodi je Gruppe im Dentin nach 150 Tagen Wasserlagerung (WL) + TWB. Dargestellt werden die relativen Häufigkeiten von adhäsiven (grün), kohäsiven (rot) und gemischten (grau) Frakturen, stratifiziert nach unterschiedlichen mechanischen Vorbehandlungen und Adhäsiven/Adhäsivtechniken.

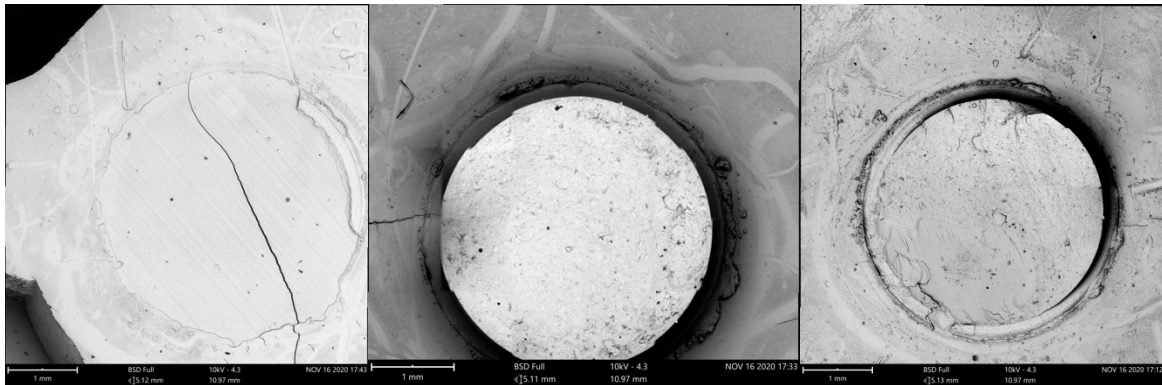


Abbildung 19: Beispiele Dentin-Proben mit adhäsiven (a), kohäsiven (b) und gemischten Brüchen (c). REM, 310-fache Vergrößerung. Die in den Abbildungen zu erkennenden Frakturlinien sind durch die Vorbereitung der Proben für die REM-Untersuchung durch die Trocknungsmethode bzw. im REM selber entstanden.

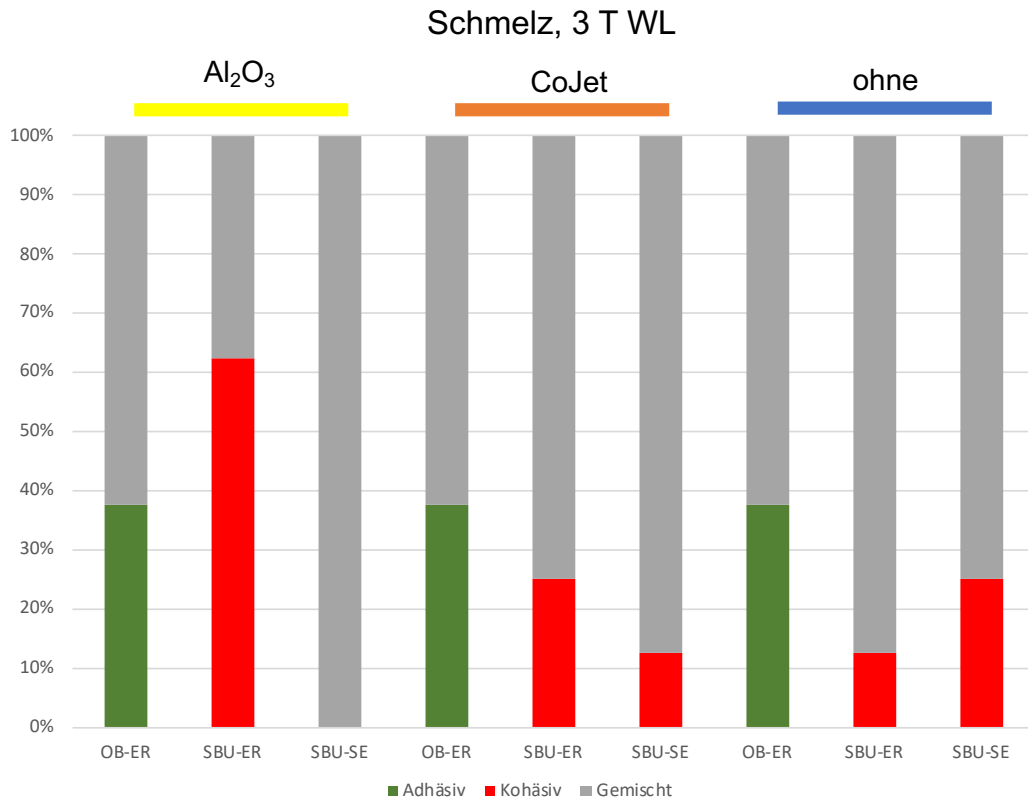


Abbildung 20: Frakturmodi je Gruppe im Schmelz nach 3 Tagen Wasserlagerung (WL). Dargestellt werden die relativen Häufigkeiten von adhäsiven (grün), kohäsiven (rot) und gemischten (grau) Frakturen, stratifiziert nach unterschiedlichen mechanischen Vorbehandlungen und Adhäsiven/Adhäsivtechniken.

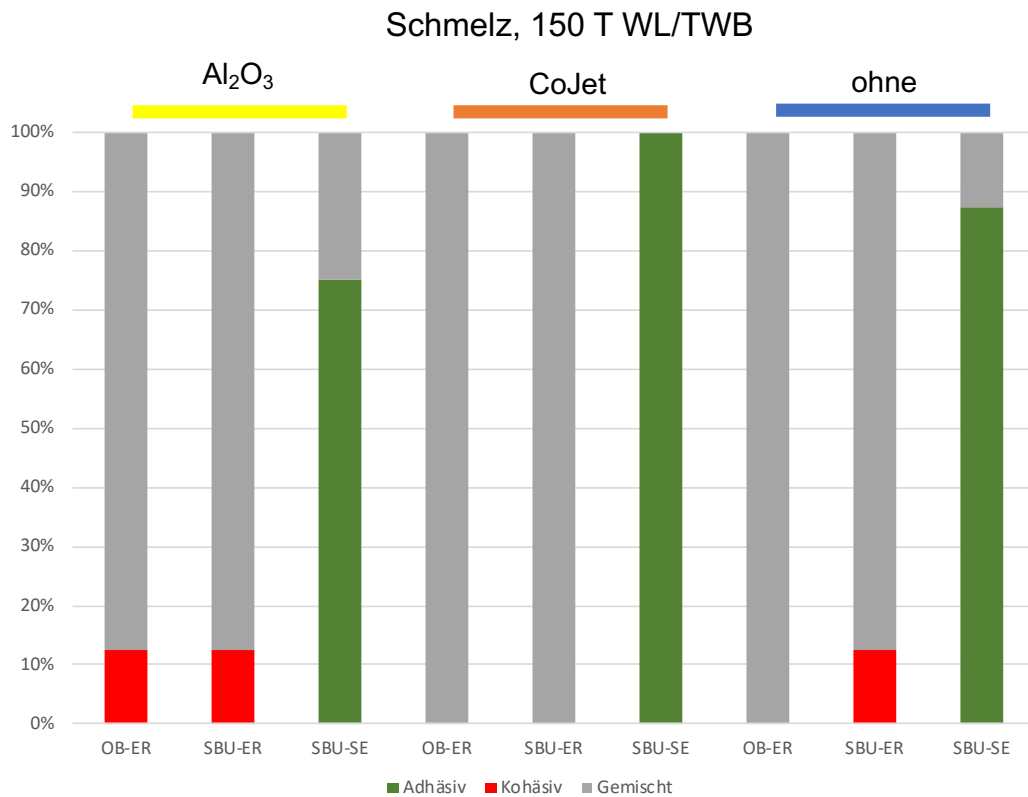


Abbildung 21: Frakturmodi je Gruppe im Schmelz nach 150 Tagen Wasserlagerung (WL) + TWB. Dargestellt werden die relativen Häufigkeiten von adhäsiven (grün), kohäsiven (rot) und gemischten (grau) Frakturen, stratifiziert nach unterschiedlichen mechanischen Vorbehandlungen und Adhäsiven/Adhäsivtechniken.

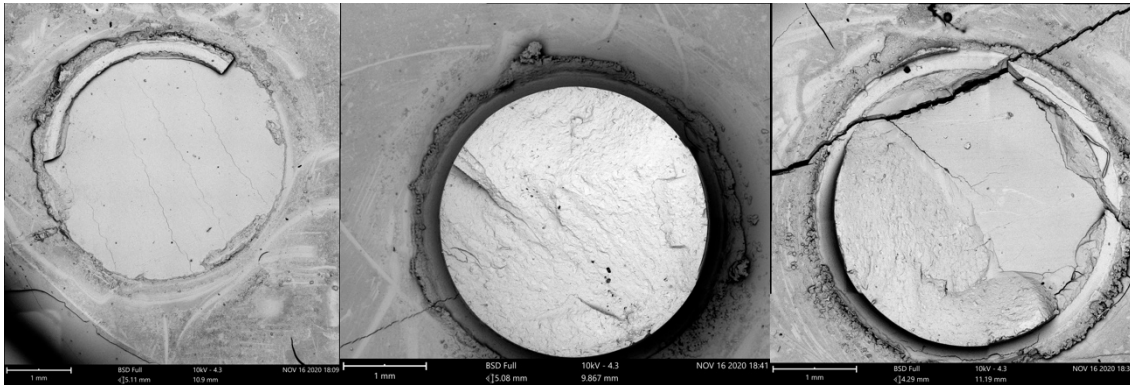


Abbildung 22: Beispiele Schmelz-Proben mit adhäsiven (a), kohäsiven (b) und gemischten Brüchen (c). REM, 310-fache Vergrößerung. Die in den Abbildungen zu erkennenden Frakturlinien sind durch die Vorbereitung der Proben für die REM-Untersuchung durch die Trocknungsmethode bzw. im REM selber entstanden.

Am Dentin traten adhäsive Brüche erst nach 150 Tagen WL und nur nach Applikation von SBU-SE auf; die Kombination aus CoJet-Vorbehandlung und SBU-SE führte sogar überwiegend zu adhäsiven Brüchen; teilweise hatten sich die Proben schon im TWB gelöst. Im Schmelz traten adhäsive Brüche nach 3 Tagen WL nur in OB-ER auf. Nach 150 Tagen WL + TWB wurden in den Gruppen mit SBU-SE sogar überwiegend adhäsive Brüche registriert.

12 Diskussion

Ziel der vorliegenden Studie war es, den Einfluss unterschiedlicher Vorbehandlungsmaßnahmen (mechanische Vorbehandlung, Adhäsiv/Adhäsivtechnik) auf den adhäsiven Verbund von Komposit zu Schmelz und Dentin zu evaluieren. Insbesondere sollte untersucht werden, ob die Anwendung einer Silikatisierung mittels CoJet einen Einfluss auf den Haftverbund zwischen Zahnhartsubstanz (im Speziellen Dentin), Adhäsiv und Komposit hat. Unsere (primäre und sekundären) Nullhypothesen, dass eine mechanische Vorbehandlung (insbesondere die CoJet-Anwendung) sowie der Einsatz unterschiedlicher Adhäsive bzw. Adhäsivtechniken keinen statistisch signifikanten Einfluss auf die Haftwerte an Dentin haben, wurden widerlegt. Es zeigten sich signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen, wenn die Proben zuvor Alterungsbelastungen unterzogen worden waren; die Alterung hatte einen signifikanten Einfluss. Die Silikatisierung mittels CoJet reduzierte den Haftverbund am Dentin signifikant, während am Schmelz der Einsatz von Aluminiumoxid zu höheren Haftwerten führte. Der Einsatz des Universaladhäsivs Scotchbond Universal (SBU) im Self-Etch-Modus führte generell zu niedrigeren Haftwerten im Vergleich mit dem Referenzadhäsiv OptiBond FL (OB), während eine vorherige Ätzung der Oberfläche in Kombination mit SBU vor allem im Schmelz zu höheren Haftwerten führte.

Ausgehend von den genutzten Methoden sowie den erzielten Ergebnissen sollen im Folgenden einige Punkte detaillierter besprochen werden. Zunächst sollen Material und Methoden diskutiert werden; auf die Ergebnisse wird anschließend eingegangen.

12.1 Material und Methoden

12.1.1 Studiendesign

Die vorliegende Studie nutzte ein faktorielles Design in einem In-vitro-Ansatz zur Überprüfung des Einflusses verschiedener Faktoren auf die Haftwerte von Komposit an Dentin und Schmelz im Rahmen einer Reparatursituation. Das gewählte Design ist geeignet, die verschiedenen Faktoren systematisch auf ihren Einfluss hin zu überprüfen; die genutzte experimentelle Methodik (inkl. der Alterungsstrategien) und die eingesetzten Tests (Zugversuch, Frakturmodusanalyse) sind akzeptierte Standards im Feld. Allerdings muss einschränkend klargestellt werden, dass sowohl der primäre Zielparameter „Haftwert“ als auch die eingesetzte Methodik nur bedingt einen Rückschluss auf die klinische Performance der verschiedenen Strategiekombinationen

zulassen; eine Korrelation von (Zug-)Haftwerten und Überlebensdauer von Restaurationen ist nur bedingt möglich (83). Ebenso muss kritisch angemerkt werden, dass die Kombination der Vielzahl an Einflussfaktoren eine komplexe statistische Analyse verlangte und demnach die Interpretation der Daten erschwerte.

12.1.2 Probenmaterial

Diese Untersuchung wurde vorgenommen, um den Effekt von unterschiedlichen Reparaturprotokollen auf die Adhäsion an Schmelz bzw. Dentin zu untersuchen. Um einheitliche und vergleichbare Untersuchungsbedingungen zu schaffen, wurde humanes Zahnmaterial verwendet. Insbesondere bei der Probenpräparation für Dentinoberflächen war die Herausforderung, eine ausreichend große Dentinoberfläche aus peripherem Dentin von Molaren zu gewinnen (84). Der strukturelle Aufbau innerhalb des Dentins ist komplexer als der des Zahnschmelzes (28), u.a. weil Dentin einen höheren organischen Anteil hat, der von peripher nach pulpal hin zunimmt. Pulpanah sind anteilig mehr Dentintubuli im Querschnitt getroffen; die Dentintubuli haben einen größeren Durchmesser und der Anteil des Dentinliquors nimmt wie beschrieben zu (30). Das periphere Dentin zeigt zudem eine höhere Festigkeit als pulpanahes Dentin (85). Der Anteil organischer Komponenten sowie die Festigkeit des Dentins könnten die Haftwerte beeinflussen.

Andererseits sollte jede Dentinscheibe eine Mindestschichtstärke von 2 mm aufweisen. Dadurch wurde vermieden, dass sich die Dentinprobe während des Zugversuchs unter Belastung verbiegt und die Haftwerte des Dentin-Komposit-Verbundes auf Grund des Elastizitätsmoduls des Dentins negativ beeinflusst (80). Ein Verbiegen könnte zudem ein Abschälen des Tubus von der Probe hervorrufen und die Ergebnisse zusätzlich verzerren (80).

Für die Schmelz-Probenherstellung wurde eine genügend große plane Schmelzoberflächen benötigt, um eine adhäsive Befestigung allein im Schmelz zu gewährleisten. Auf Grund der benötigten Zahnhartsubstanzoberfläche war die Auswahl der humanen Zähne begrenzt, weil diese relativ groß sein mussten. Es wurden daher obere mittlere Inzisiven ausgewählt, weil diese von vestibulär die größte ebene Schmelzfläche boten. Durch die unterschiedliche vestibuläre Konvexität mussten sie plan geschliffen werden und dabei darauf geachtet werden, dass kein Dentin zum Vorschein kam. Alternativ hätten auch bovine Schmelzproben verwendet werden

können, weil damit die Herstellung einer ausreichend großen Schmelzscheibe einfacher gewesen wäre. Die Haftwerte, die mit Proben von bovinem oder humanem Schmelz erzielt werden, sind vergleichbar, es gibt jedoch widersprüchliche Haftwerte beim Vergleich von bovinen und humanen Dentinproben (84). Zur Gewährleistung einheitlicher experimenteller Bedingungen in Schmelz und Dentin kam daher der Einsatz boviner Zahnhartsubstanz für die vorliegende Untersuchung nicht in Frage. Grundsätzlich gilt, dass biologisches Material wie Zahnhartsubstanz interindividuell unterschiedlich ist (84). Jede in dieser Studie hergestellte Zahnhartsubstanzprobe stammte von einem anderen humanen Zahn; die sich daraus ergebenden Unterschiede zwischen den Proben sollten allerdings gleichmäßig zwischen den Gruppen verteilt sein. Die Größe der Gruppen wurde mit einer Anzahl von acht Proben je Gruppe orientierend an vergleichenden Studien, u.a. (62, 80), angelehnt. Einschränkend muss hervorgehoben werden, dass keine formale Fallzahlberechnung vorgenommen wurde. Allerdings konnten signifikante Unterschiede zwischen den verschiedenen Gruppen aufgezeigt werden, was für eine ausreichende Gruppengröße spricht.

Die Proben wurden während der Probenherstellung stetig in Wasser gelagert, damit die Zahnhartsubstanz, vor allem das Dentin, nicht austrocknete und sich keine strukturellen Veränderungen ergaben und somit keine Auswirkungen auf den adhäsiven Haftverbund bedingten.

12.1.3 Alterung der Proben

Die Zähne sind in der Mundhöhle einer natürlichen Temperaturschwankung ausgesetzt. So kann unter Umständen im Alltag, beispielsweise bei dem Verzehr eines Eises und eines Tees, eine Temperaturdifferenz innerhalb kürzester Zeit von bis zu 60 Kelvin auftreten (86). Diese Temperaturschwankungen wirken sich sowohl auf die natürlichen Zahnhartsubstanzen als auch auf die adhäsiv befestigten Restaurationen aus (86). Zudem sind Zähne und Restaurationen in der Mundhöhle einem dauerhaft feuchten Milieu ausgesetzt.

Um die Proben unter mundhöhlenartigen Bedingungen zu altern, werden die humiden und thermischen Einflussfaktoren üblicherweise im Zeitraffer durch kombinierte Wasserlagerung und Temperaturwechselbelastung simuliert (86, 87). Hierfür haben sich standardisierte Alterungsverfahren durchgesetzt (88). Die ISO Norm TR 11405 (89) aus dem Jahre 1994 fordert eine 24-stündige Wasserlagerung der Proben bei 37 Grad

Celsius. Zusätzlich sollen die Proben für 500 Zyklen abwechselnd im Wasser bei 5 und 55 Grad Celsius künstlich gealtert werden (87). Kern und Thompson forderten 1994, den adhäsiven Verbund in einem feuchten Milieu und bei einer Temperaturwechselbelastung von 5 Grad bis 55 Grad in 150 Tagen mit 37.500 Zyklen auf dessen Langzeitstabilität hin zu überprüfen (88). Stabile Langzeithaftwerte werden allgemein hin als wichtiger angesehen als initiale Haftwerte (25).

Die Wasserlagerung führt durch Hydrolyse zur Degradation des Adhäsivs bzw. des Kollagens und zum fortlaufenden Risswachstum und somit zu reduzierten Haftfestigkeitswerten (64, 87). Die Temperaturwechselbelastung reduziert die Haftwerte nochmals mehr als eine reine Wasserlagerung (86), da aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der beteiligten Materialien Spannungen an der Grenzfläche des adhäsiven Verbundes entstehen und es an der Klebefuge zur Rissbildung kommen kann (80, 86-88). Während der Wasserlagerung der Proben kann eindringendes Wasser die chemische Bindung des Komposits zur Zahnhartsubstanz spalten, jedoch ist an angerauten Oberflächen noch eine gewisse mikromechanische Verankerung vorhanden (88).

Die Einordnung der vorgenommenen Alterung in den klinischen Kontext ist schwierig, u.a. da Alterungsmethoden (thermische Alterung, mechanische Alterung) und Randbedingungen (u.a. Medium, Belastungsführung, Probenkörpersubstrat und -design) in der Literatur stark variabel sind (90). Für eine thermische Belastung von 10.000 bzw. 20.000 Zyklen zwischen 5°C und 55°C wurde angegeben, dass diese einer klinischen Alterung um 1 bzw. 2 Jahre entspräche (91).

12.1.4 Adhäsive und Adhäsivtechniken

In dieser Studie wurde als Referenz-Adhäsivsystem OB ausgewählt und nach Phosphorsäureätzung auf den Schmelz oder das Dentin (ER-Technik) appliziert. Dieses 3-Schritt-Adhäsivsystem wurde gewählt, weil es als „Goldstandard“ in der Adhäsivtechnik gilt (21, 62, 63, 92), da es seit vielen Jahren in zahlreichen Studien die höchsten Haftwerte zeigte und daher als Kontrollsystem häufig mit untersucht wurde (62, 87, 92-94).

Zusätzlich wurde das Universaladhäsiv SBU als Testmaterial eingesetzt. SBU ist ein mildes Einkomponenten-Universal-Adhäsiv mit einem pH-Wert von 2,7 (61) und enthält 10-MDP für die chemische Haftung an Metall- und Zirkonoxid-Oberflächen sowie ein

Silan für die chemische Haftung an Glaskeramiken. SBU kann sowohl mit der ER- als auch in der SE-Technik eingesetzt werden; vorherige Studien bestätigen jedoch den Vorteil einer separaten Phosphorsäure-Ätzung des Zahnschmelzes (61, 63). Im Dentin konnte eine Übersichtsarbeit keine signifikanten Unterschiede der Haftwerte von SBU nach SE- und ER-Technik feststellen (61). Ausgehend von den positiven Ergebnissen von SBU-ER gegenüber OB im Dentin sowie klinischen Ergebnissen einer kürzlich publizierten randomisiert-kontrollierten Studie, die ebenso eine geringere Versagensrate von SBU-ER gegenüber OB berichtete (95), kann insbesondere im Dentin auch SBU-ER als Referenzmaterial angesehen werden. Eine detaillierte Diskussion der Haftwerte unterschiedlicher Adhäsive bzw. Adhäsivtechniken findet sich in den Abschnitten 12.2.1 und 12.2.2.

12.1.5 Mechanische Vorbehandlung

An Restaurationsoberflächen sind mechanische Vorbehandlungen, wie die Präparation mit einem Diamantschleifer, das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid-Pulver oder mit CoJet-Pulver, indiziert. Diese Oberflächenveränderungen bedingen alle eine Vergrößerung der Oberfläche durch Aufrauung. Über dieses Mikrorelief wird eine bessere mechanische Verankerung von adhäsiven Restaurationen erreicht. Das Anrauen der Oberfläche mit einem Diamantschleifkörper ist dabei die einfachste Möglichkeit und wurde durch die Bearbeitung der Probenoberflächen mit Siliziumcarbid-Papier (120 Grit) simuliert. Diese Gruppe stellte damit die Referenz dar (ohne weitere mechanische Vorbehandlung).

In der vorliegenden Studie wurden zur mechanischen Vorbehandlung zudem Aluminiumoxid- und CoJet-Pulver eingesetzt. Beide Anwendungen nutzen zur Applikation Sandstrahlen (36, 78, 96), welches nicht exakt lokal begrenzt werden kann. Was bei einer ungeplanten „Kontamination“ der Zahnhartsubstanz durch CoJet-Pulver passiert, ist nicht gut untersucht, weil eine solche Vorbehandlung durch den Hersteller nicht vorgesehen ist.

Die Anwendung von CoJet-Pulver führt zu optimalen Haftwerten an edlen bzw. unedlen Metallen und an Oxid-Keramiken (50). Durch Vorbehandlung mit CoJet-Pulver entsteht eine silikatisierte Restaurations-Oberfläche, die laut Hersteller dann mit ölfreier Luft von nicht adhärierten Pulverpartikeln gereinigt werden soll (96). Anschließend wird ein Silan appliziert, welches chemisch unter Abspaltung von Wasser an der Silizium-

Hydroxylgruppe haftet. Auf die Anwendung eines zusätzlichen Silans an der Zahnhartsubstanz wurde in der vorliegenden Untersuchung verzichtet, weil eine solche Silanisierung an Zahnhartsubstanz keinen separaten Haftwerteffekt zu haben scheint, sondern nur für die Haftung an Restaurationsmaterialien relevant ist (13). Letzterer Aspekt stand nicht im Vordergrund dieser Untersuchung.

12.1.6 Zugversuch

In dieser Studie wurde für den adhäsiven Haftverbund als Testmethode ein Makro-Zugversuch gewählt, der entsprechend der von Kern und Thompson 1993 entwickelten „einfachen Versuchsanordnung zur universellen Prüfung des Klebeverbundes“ durchgeführt wurde (80). Zur Ermittlung der vor allem adhäsiv wirkenden Kräfte zwischen zwei Materialien muss bei der Durchführung des axialen Zugtestes streng darauf geachtet werden, dass die Proben beim Abzugsversuch nicht verkanten, sondern exakt senkrecht zur Probenoberfläche abgezogen werden (80). Bei der Testung der Haftung an spröden Materialien wie Schmelz kann es beim axialen Abzugstest zu Verzerrungen kommen: Wenn die adhäsiven Kräfte zwischen Zahnschmelz und Komposit die Kohäsionskräfte innerhalb der Zahnhartsubstanzprobe übersteigen, kommt es zu Schmelzausrissen (80). Außerdem muss beachtet werden, dass am Rand keine Kompositüberschüsse bei der Verklebung der Probenkörper mit dem Tubus verbleiben, weil es sonst lokal zu einem unilateralen Abschäl-effekt kommen und der adhäsive Verbund nur bedingt gemessen werden kann (80). Bei der entwickelten Apparatur konnten die Proben ohne Belastung eingespannt und über Kettenaufhängungen oben und unten entgegengesetzt und somit axial auseinandergezogen werden.

Als alternative Verfahren kommen u.a. Scherverfahren (Shear bond strength) und Mikrozugversuche (Micro tensile bond strength) in Frage. Der Nachteil des Scherversuchs gegenüber dem Makrozugversuch liegt in dem einseitigen Angriffspunkt bei Belastung, welcher zu einer ungleichmäßigen Verteilung der Spannungen an der Klebefläche führt und von der Entfernung des Auflagepunktes des Stempels von der Klebefläche abhängig ist (97, 98). Dies schränkt die Reproduzierbarkeit des Tests ein. Zudem werden vermehrt die Kohäsionskräfte der beteiligten Materialien abgebildet (99); bei gleicher Spannung werden durch den Schertest vermehrt kohäsive Brüche generiert (98, 99). Auch ist zu beachten, dass eine Oberflächenaufrauung von beteiligten Materialien zu Verzerrungen der Scherwertergebnisse führt, u.a. weil diese Aufrauung

eine vermehrte laterale Verzahnung zwischen Zahn und Komposit induziert, was im Scherverfahren zu übermäßig erhöhten Haftwerten führen kann.

Mikrozugversuche sind mittlerweile populär, u.a. weil sie eine größere Zahl an Probekörpern pro eingesetztem Zahnmaterial ermöglichen, aber auch, weil sie in der Lage sind, kleinere Unterschiede in der Adhäsionskraft zum Schmelz oder Dentin zu detektieren als Makrozugversuche. Zudem reflektieren sie vor allem das Adhäsionsverhalten und weniger die Kohäsion innerhalb der verschiedenen Materialien. Mikrozugversuche sind allerdings deutlich aufwändiger in Probenvorbereitung und Durchführung; zudem weisen die Ergebnisse des Mikrozugversuchs oft eine größere Varianz auf, was auf die Probenpräparation zurückgeführt wird (100-103).

Abschließend charakterisieren die unterschiedlichen Tests verschiedene Eigenschaften des Haftverbundes und der eingesetzten Materialien. Zudem beschreiben die diversen Verfahren jeweils klinisch relevante Szenarien (z.B. Abzug und Abscherung von Restaurationen) und ergänzen sich in ihrer Aussagekraft. Die Vorhersage der klinischen Performance dentaler Adhäsivsysteme auf der Basis einzelner Haftversuche bleibt jedoch unabhängig vom Versuchstyp schwierig (83, 102). Ein Vergleich der Haftwerte über die diversen Testmethoden hinweg ist nicht zulässig, da diese sich in verschiedenen Größenordnungen bewegen.

12.1.7 Frakturmodusanalyse

Die Frakturanalyse wurde unter dem Licht-Mikroskop durchgeführt und exemplarisch mittels REM verifiziert. Nur wenige Gruppen zeigten rein adhäsive Brüche zwischen der Zahnhartsubstanz und dem Adhäsiv bzw. Komposit. Nur bei adhäsiven Frakturmodi ist eine direkte Aussage über die adhäsive Haftkraft zwischen Zahnhartsubstanz und Adhäsiv möglich. Bei kohäsiven Brüchen wird nicht der adhäsive Verbund des Adhäsivs bzw. Komposits zur Zahnhartsubstanz gemessen, sondern die Zughaltfestigkeit bzw. die Eigenfestigkeit innerhalb der Zahnhartsubstanz bzw. des Komposits (84). Diese ist wiederum abhängig vom jeweiligen Elastizitätsmodul des Materials. Daraus kann dann nur geschlussfolgert werden, dass bei kohäsiven Brüchen die Haftkraft oberhalb der gemessenen Haftwerte der Zahnhartsubstanz bzw. des Adhäsiv bzw. Komposits liegen müsste. Die kohäsiven Brüche im Dentin überwogen auch in einer vorangegangenen Studie mit OB und SBU (appliziert in SE-Technik) und wurden mit dem fortschreitenden

Risswachstum im Dentin begründet. Auch hier wurde darauf geschlossen, dass die realen Haftwerte oberhalb der gemessenen liegen müssten (21).

Die Frakturmodusanalyse dient der Triangulation der Haftwertdaten und kann Einsichten liefern, warum sich die Haftwerte entsprechend darstellten. Auch in der vorliegenden Studie kam es weitgehend zur Konsistenz der Haftwerte und der Frakturmodi; zudem bestätigten die Frakturmodi die Relevanz der verschiedenen Einflussfaktoren, wie später noch diskutiert wird.

12.2 Ergebnisdiskussion

Im Folgenden sollen die erzielten Ergebnisse diskutiert werden. Dabei sollen zunächst und vor allem die Ergebnisse der Haftwertanalyse besprochen werden.

12.2.1 Haftwerte am Dentin

Die Ergebnisse der vorliegenden Studie zeigten, dass das Adhäsivsystem bzw. die unterschiedlichen Adhäsivtechniken (ER oder SE) nach 3 Tagen Wasserlagerung sowie 150 Tagen Wasserlagerung und Temperaturwechselbadbelastung einen statistisch signifikanten Einfluss auf den adhäsiven Haftverbund im Dentin hatten. Über alle Gruppen hinweg betrachtet, war SBU-ER den anderen Strategien, SBU-SE und OB-ER, überlegen. Die Vorbehandlung mit CoJet hatte nach Langzeitalterung einen negativen Einfluss auf die Haftwerte, der durch die Ätzung in den SBU-ER- und OB-ER-Gruppen aufgehoben wurde.

In der durchgeführten Untersuchung zeigte die zusätzliche vorherige Anwendung einer 37%igen Phosphorsäureätzung im Dentin in Kombination mit dem verwendeten Universaladhäsiv SBU die besten Haftwerte. Die Literatur zur Haftung von Universaladhäsiven an Dentin nach ER- bzw. SE-Technik ist widersprüchlich. In verschiedenen Reviews konnten keine signifikanten Unterschiede bei den Haftwerten im Dentin mit und ohne vorherige Phosphorsäure-Anwendung bei Applikation eines milden Universaladhäsivs festgestellt werden (25, 61). Im Speziellen zeigten sich für SBU in Mikro-Zugversuchen keine signifikanten Unterschiede der Haftwerte am Dentin nach ER- und SE-Technik nach Kurzzeitwasserlagerung (61). In den Proben, die nicht mit Strahlgut vorbehandelt wurden, scheint die separate Ätzung des Dentins beim Einsatz von SBU auch in der vorliegenden Studie keinen deutlichen Effekt auf die Haftwerte auszuüben.

In einigen wenigen Untersuchungen reduzierte das vorherige Ätzen am Dentin die Haftwerte von Universaladhäsiven sogar (64). Durch die separate Ätzung mit Phosphorsäure wird an der Dentinoberfläche der Smearlayer entfernt (34, 104); die Säurewirkung führt sodann zu einer im Vergleich mit der Ätzwirkung milder SE-Adhäsive relativ tiefen Freilegung des Kollagengeflechts. Problematisch ist dieses Freilegen, wenn die anschließende Durchdringung dieses Geflechts mit den Monomeren des Adhäsivs unvollständig bzw. ungenügend tief erfolgt, weil dann Kollagenfasern freiliegen und hydrolyseanfällig sind (22). Da hydrolytische Aktivitäten über einen längeren Zeitraum wirken, werden die sich ergebenden negativen Haftwerteffekte erst nach Langzeitwasserlagerung bemerkbar machen (22). Durch das tiefe Demineralisieren mittels Phosphorsäure wird zudem Calciumphosphat aus der Dentinoberfläche herausgelöst; hierdurch wird die Zahl chemischer Bindungen funktioneller Monomere an Calcium reduziert und der adhäsive Verbund vermehrt nur über mikromechanische Verankerung realisiert (22, 64).

Solche reduzierten Langzeithaftwerte im Dentin beim Einsatz von SBU in ER-Technik widersprechen den Ergebnissen der vorliegenden Studie – hier waren die Langzeithaftwerte von SBU nach Phosphorsäure-Ätzung besser als in der SE-Technik. Das könnte daran liegen, dass die Dentin-Oberflächen in der vorliegenden Studie in zwei von drei Untergruppen zuvor durch Sandstrahlen mit Aluminiumoxid-Pulver oder CoJet-Pulver vorbehandelt worden waren. Die Phosphorsäure-Anwendung kompensiert dabei vermutlich die Effekte der mechanischen Vorbehandlung mit Strahlgut (17, 105). Eine Ätzung entfernt beispielsweise Partikelrückstände, die den Aufbau eines adhäsiven Verbundes zur Dentinoberfläche stören könnten (105). Die Ätzung hätte somit einen Reinigungseffekt; das Kollagengeflecht stünde nach der Entfernung der Strahlgutpartikel wieder für die Penetration des Adhäsivs zur Verfügung (17).

Generell hatte die mechanische Vorbehandlung mit Strahlgut einen signifikanten Einfluss auf den adhäsiven Haftverbund zum Komposit. Hierbei waren die Langzeithaftwerte am Dentin am höchsten nach Applikation von Aluminiumoxid-Pulver oder ohne Vorbehandlung und anschließender Anwendung von SBU-ER. Die Anwendung von CoJet-Pulver führte hingegen zu signifikant schlechteren Haftwerten nach Langzeitalterung in der SBU-SE Gruppe; teilweise kam es wie beschrieben zu Zero Bonds. Wie dargelegt ist die Anwendung von CoJet-Pulver an der Zahnhartsubstanz nicht umfassend untersucht, weil der Hersteller ausschließlich den Einsatz an

Restaurationsoberflächen vorsieht. Jedoch kann eine Kontamination der benachbart liegenden Zahnhartsubstanz in einer intraoralen Reparatursituation mit engen Platzverhältnissen nicht ausgeschlossen werden. Dabei könnte die Dentinoberfläche unterschiedlich von dem CoJet-Pulver tangiert werden. Je nach Aufprallwinkel könnte das Sandstrahlen mit CoJet-Pulver verschiedene Auswirkungen auf den adhäsiven Verbund haben. Ein indirektes Sandstrahlen (CoJet Aufprall auf das Restaurationsmaterial, Abprallen und Aufrieseln auf die Zahnhartsubstanz) führt zu einer reinen „Bedeckung“ der umgebenden Dentinoberfläche mit Pulverpartikeln, was in einer vorherigen Untersuchung keinen signifikanten Einfluss auf den adhäsiven Verbund hatte (106). Wird das CoJet-Pulver hingegen direkt auf die Oberfläche geschossen, kommt es zu einem signifikant schlechteren Langzeit-Haftverbund; dabei scheint der Strahlwinkel (45-90°) unerheblich (106), wenn eine ausreichend große Fläche bestrahlt wird (75, 78). Die negativen Effekte einer solchen Bestrahlung sind allerdings vor allem nach Langzeitalterung zu verzeichnen (21), was die vorliegende Studie bestätigt. Eine mögliche Erklärung für diesen alterungsabhängigen Effekt könnte sein, dass die Oberfläche durch das Sandstrahlen mit CoJet-Pulver zunächst mechanisch aufgeraut wurde und somit ein Mikrorelief entstanden ist, welches eine initiale gute Haftung unterstützt. Da sich jedoch keine vollständige Hybridschicht und auch kein zusätzlicher chemischer Haftverbund ausgebildet haben, sinken die Haftwerte nach Alterung ab. Die Entstehung einer Silikatschicht auf der Dentinoberfläche nach Vorbehandlung mit CoJet-Pulver könnte ebenfalls ursächlich für einen Haftwertabfall sein, sollte diese die Oberfläche bedecken. Diese Auflagerung könnte einen direkten Kontakt und somit die Benetzung des Adhäsivs zur Dentinoberfläche verhindern und den Haftverbund negativ beeinflussen (75).

Morphologische Untersuchungen der Oberflächen nach Silikatisierung (z.B. unter Einsatz rasterelektronenmikroskopischer Verfahren) oder der histologischen Haftzone könnten helfen, die Auswirkungen der CoJet-Bestrahlung besser zu verstehen.

Der besagte Ätzschritt scheint die vermuteten negativen Effekte von CoJet auf den Dentinhaftverbund wie beschrieben aufzuheben. Ein Ätzen mit Phosphorsäure ist jedoch an kleinen Dentindefektflächen wiederum problematisch, kann doch eine Kontamination der angrenzenden Restaurationsoberflächen (z.B. Metall und Zirkonoxid-Keramik) nicht zuverlässig vermieden werden. Die so geätzten Flächen werden bei den genannten Materialien durch Phosphatgruppen der Phosphorsäure besetzt; eine

spätere chemische Haftung zum in SBU enthaltenen 10-MDP wird dann erschwert (107). Sind also im Rahmen einer Reparatur Restaurationsmaterialien wie Metalle oder Oxidkeramiken (deren Reparatur stark auf die 10-MDP-Haftung angewiesen ist) *und* Zahnhartsubstanz beteiligt, dann ist ein zweizeitiges Vorgehen sinnvoll: Im ersten Schritt könnte die Zahnhartsubstanz mit Komposit, wie beschrieben, versorgt werden; im zweiten Schritt kann eine Silikatisierung der angrenzenden Restaurationsoberfläche und der neu geschaffenen Kompositoberfläche erfolgen.

In der vorliegenden Studie wurde u.a. ein Universaladhäsiv angewendet, welches auch ein Silan enthält und damit an tribochemisch vorbehandelten Oberflächen die Haftwerte signifikant verbessern soll (54, 78). Allerdings ist bekannt, dass das in SBU enthaltene Silan nicht hydrolysestabil ist – was ebenso die Verschlechterung der Haftwerte nach Langzeitlagerung erklären könnte. In der vorliegenden Studie wurde nicht untersucht, ob eine zusätzliche Silan-Anwendung nach CoJet-Vorbehandlung einen haftwertsteigernden Effekt auf die Zahnhartsubstanz aufweist. Da in einer vorherigen Studie die Kontamination mit einem Silan weder in der SE- noch in der ER-Technik einen negativen Einfluss auf die Haftwerte am Dentin zeigte (13) und die Anwendung eines Silans an Restaurationsmaterialien nach Silikatisierung die Haftwerte signifikant steigert (36), könnte eine solche Kombination sinnvoll sein. Dieser Aspekt könnte in einer weiteren Untersuchung überprüft werden.

12.2.2 Haftwerte am Schmelz

Am Schmelz hatte die Alterung der Proben einen noch größeren Einfluss als am Dentin: Nach 3 Tagen WL konnten noch keine signifikanten Unterschiede zwischen den mechanischen Vorbehandlungen oder den Adhäsiven/Adhäsivtechniken festgestellt werden; nach 150 Tagen WL + TWB zeigten beide Faktoren einen signifikanten Einfluss. Vor allem der Verzicht auf den Säureätzschritt reduzierte die Haftwerte deutlich; dieser Effekt war unabhängig von der mechanischen Vorbehandlung zu verzeichnen. Bei geätzten Proben zeigten sich nur moderate Unterschiede zwischen den mechanischen Vorbehandlungen und Adhäsiven. Unsere Nullhypothesen, dass mechanische Vorbehandlung oder der Einsatz unterschiedlicher Adhäsive bzw. die Adhäsivtechniken keinen statistisch signifikanten Einfluss auf die Haftwerte an Schmelz haben, wurden teilweise widerlegt. Die Nullhypothese, dass die Alterung keinen Einfluss auf die Haftwerte hat, muss ebenso abgelehnt werden.

Der Vorteil des Säureätzschrittes am Schmelz (auch bei Einsatz eines selbstätzenden Universaladhäsivs) für die Haftung des Komposits deckt sich mit den Ergebnissen in der Literatur (24, 26, 28, 64). Durch die Phosphorsäureanwendung entsteht eine raue Oberfläche, ein retentives Mikrorelief, welches als Ätzmuster sichtbar ist und die Benetzbarkeit der Schmelzoberfläche für das Adhäsiv erhöht (17). Das in dieser Studie verwendete SBU gehört, wie erwähnt, mit einem pH-Wert von 2,7 zu den milden Universaladhäsiven. Mittels der enthaltenen sauren Monomere kann die Schmelzoberfläche nicht so tief demineralisiert werden wie bei der Ätzung mit 37%iger Phosphorsäure (25), was sich negativ auf die Haftwerte auswirkt (24, 61-64). Dieser Effekt wurde auch für andere Universaladhäsive gezeigt (63). Die Anwendung einer Phosphorsäure-Ätzung bleibt demnach der Goldstandard bei der Schmelzvorbereitung (26).

An den gealterten Schmelzproben führte auch die mechanische Vorbereitung mit Aluminiumoxid-Pulver zu höheren Haftwerten im Vergleich zur mechanischen Vorbereitung mit CoJet-Pulver oder dem Verzicht auf eine solche Vorbereitung; der positive Effekt war jedoch insgesamt in seiner Höhe begrenzt. Das Sandstrahlen der Schmelzoberfläche mit Aluminiumoxid-Pulver reinigt die Oberfläche und raut sie auf, wodurch die Kontaktfläche für den adhäsiven Verbund vergrößert wird (70, 108). Die resultierende Oberfläche ist allerdings so rau, dass vor allem eine makromechanische Retention ermöglicht wird; zudem bleiben Partikelrückstände auf der Oberfläche zurück (17, 70). Die resultierenden Haftwerte nach einer solchen Sandstrahlung ohne weiteres Ätzen sind demnach geringer als die einer alleinigen Phosphorsäure-Ätzung (26, 29), u.a. weil eine Ätzung, nicht aber das Sandstrahlen alleine zur Erhöhung der Oberflächenenergie und Benetzbarkeit führt. Daher wird empfohlen, nach dem Sandstrahlen zusätzlich mit Phosphorsäure zu ätzen. Auch in der vorliegenden Studie wurden die Haftwerte nach dem Sandstrahlen mit Aluminiumoxid-Pulver durch die zusätzliche Anwendung der Phosphorsäure im Vergleich mit der reinen SE-Anwendung signifikant gesteigert. Ob die Aluminiumoxid-Partikelgröße einen Einfluss auf den adhäsiven Verbund nehmen könnte, wird kontrovers diskutiert; bisher zeigten Studien entweder keinen (69) oder einen moderaten Einfluss der Partikelgröße, wobei größere Partikel die Haftwerte steigerten (109). In der vorliegenden Studie wurde für das Aluminiumoxid-Pulver die gängigste Partikelgröße von 50 µm verwendet; zukünftige

Untersuchungen mit größeren Partikeln könnte möglicherweise weitere Haftwertsteigerungen durch Sandstrahlen demonstrieren.

Liegt eine Reparatursituation an Metall- oder Oxidkeramikoberflächen vor, dann ist die zusätzliche Anwendung von Phosphorsäure zur mechanischen Vorbehandlung dieser Oberflächen, wie bereits besprochen, kontraindiziert, weil Phosphorsäure eine hohe Affinität zu Metalloxiden aufweist und die sich anlagernden Phosphatgruppen die Bindungsstellen für die während des Adhäsivschritts (SBU) mitapplizierten MDP-haltigen Monomere blockieren (107). Unter anderem deshalb wurde in der vorliegenden Untersuchung auch am Schmelz in der SBU-SE-Gruppe auf eine Ätzung verzichtet. In dieser Gruppe zeigte die mechanische Vorbehandlung initial keinen signifikanten Einfluss; nach 150 Tagen WL + TWB führte jedoch die Anwendung von SBU-SE ohne zusätzliche mechanische Vorbehandlung zu sehr geringen Haftwerten und teilweise auch zu Zero Bonds. Auch die zusätzliche Vorbehandlung mit CoJet-Pulver bewirkte keine signifikante Verbesserung der Haftwerte. Nur das vorherige Sandstrahlen mit Aluminiumoxid-Partikeln konnte die Haftwerte bei Anwendung von SBU-SE moderat verbessern, was sich mit den Ausführungen oben, aber auch vorhergehenden Untersuchungen deckt (74, 109). Wie bereits aufgeführt, werden jedoch in dieser Kombination trotz des zusätzlichen Sandstrahlschrittes nicht die Haftwerte am Schmelz erreicht, die bei zusätzlicher Ätzung mit Phosphorsäure erzielt werden. In einer kombinierten Reparatursituation unter Beteiligung von Metalloxid-Oberflächen sollte dieser Aspekt Berücksichtigung finden; wie diskutiert, könnte auch der Einsatz größerer Partikel zur weiteren Haftwertsteigerung erwogen werden.

Die vorliegende Studie zeigt, dass die Anwendung von CoJet-Pulver die Haftwerte nach Langzeitalterung der Schmelzproben signifikant reduziert, wenn SBU in SE-Technik eingesetzt wird. Eine Schmelzätzung nach der CoJet-Anwendung hebt diesen Effekt wieder auf. Diese Wirkung des Ätzschrittes wurde auch in anderen Studien gezeigt (17, 75) und geht vermutlich auf die beschriebenen Reinigungseffekte zurück. Wird hingegen erst geätzt und dann CoJet appliziert, verbleibt der negative Effekt der Silikatisierung auf die Haftwerte am Schmelz (17); teilweise wurde dies sogar nach nur geringer Alterung der Proben gezeigt (76). Daher wäre auch im Schmelz das zweizeitige Vorgehen für eine Reparatursituation sinnvoll, indem erst der Schmelz mit Phosphorsäure optimal vorbehandelt wird und im nachfolgenden Schritt die gelegte Kompositrestauration zusammen mit der Restaurationsoberfläche mit CoJet-Pulver.

12.2.3 Frakturmodi

Die Analyse der Frakturmodi im Dentin zeigte, dass nur die Gruppe mit CoJet-Vorbehandlung in Kombination mit SBU ohne Phosphorsäure-Ätzung (SBU-SE) überwiegend adhäsiv versagt hatte; die meisten anderen Gruppen versagten kohäsiv (im Komposit oder im Dentin) oder gemischt. Im Schmelz wiesen die meisten Gruppen gemischte Frakturen auf; nur nach der Anwendung von SBU-SE wurden mehrheitlich adhäsive Brüche aufgefunden. In der Kombination SBU-SE mit CoJet-Pulver kam es selbst am Schmelz zu Zero Bonds.

Auch vorherige Studien fanden überwiegend kohäsive oder gemischte Brüche bei der Applikation moderner Adhäsive an Schmelz oder Dentin (21). Dies kann auf die hohen Haftwerte der Adhäsive zu beiden Zahnhartsubstanzen zurückgeführt werden (78). Bei exzellenter Haftung – wie sie üblicherweise durch intakte adhäsive Verbunde, die noch nicht gealtert wurden, anzutreffen ist – wird demnach durch einen Zugtest weniger die Haftung gemessen, sondern, wie bereits besprochen, die kohäsiven Eigenschaften der beteiligten Materialien: Bei der Evaluation des Haftverbunds zwischen Zahnhartgeweben und Kompositen kommt es überwiegend zu kohäsiven Rissen in den weniger elastischen Zahnhartgeweben; bei der Evaluation von Verbunden von Zementen zu Zahnhartsubstanz brechen vor allem die spröden Zemente. In beiden Fällen wird nicht mehr die adhäsive Haftung bewertet, die wahren Haftwerte liegen wie diskutiert über jenen, die gemessen wurden. Unter anderem aus diesem Grund werden in der überwiegenden Zahl der Studien heute intensive Alterungsprotokolle angewandt, um den adhäsiven Verbund zu stressen und auch durch Abzugstest etc. Haftwertmessungen des Verbundes und nicht Materialeigenschaften der beteiligten Materialien zu bestimmen (86, 87).

Die Relevanz dieser Alterung wurde in der vorliegenden Studie demonstriert, wenn die Haftwerte und Frakturmodi von SBU-SE betrachtet werden: Dieses Adhäsivprotokoll führte nach 3 Tagen WL nicht zu reduzierten Haftwerten verglichen mit anderen Protokollen, jedoch nach 150 Tagen WL + TWB zu signifikant niedrigeren Haftwerten und vermehrt adhäsiven Brüchen. Die Alterung war also in der Lage, den qualitativ eingeschränkten Verbund, der auf die mangelnde Ätzung zurückzuführen war, aufzuzeigen, und ermöglichte schließlich die Bewertung des Haftverbundes durch den applizierten Test. Eine sofortige Testung oder Testung nach nur kurzzeitiger Alterung ist

möglicherweise nicht in der Lage, die unterschiedliche Güte moderner Adhäsivsysteme – die weitgehend alle initial hohe Haftwerte aufweisen – zu beschreiben.

13 Schlussfolgerungen

Die durchgeführte Studie analysierte den Einfluss verschiedener mechanischer Vorbehandlungen und Adhäsive/Adhäsivtechniken auf den Haftverbund zwischen Reparaturkomposit und Schmelz bzw. Dentin nach zwei unterschiedlich intensiven Alterungsprozessen. In den intensiv gealterten Proben konnten signifikante Einflüsse von mechanischer Vorbehandlung und Adhäsiv/Adhäsivtechnik verzeichnet werden. Im Dentin führte der Einsatz von CoJet zu einem signifikant niedrigerem Haftverbund im Vergleich mit keiner oder einer Aluminiumoxidvorbehandlung. Die Anwendung von SBU in Self-Etch-Technik führte überwiegend zu niedrigeren Haftwerten im Vergleich mit OB-ER sowohl im Schmelz als auch im Dentin. Im Etch-and-Rinse-Modus konnten mit SBU hingegen teilweise signifikant höhere Haftwerte als mit OB-ER erzielt werden. Innerhalb der Einschränkungen einer In-vitro-Studie kann abgeleitet werden, dass die Kontamination der Zahnhartsubstanzoberfläche durch eine Silikatisierung vermieden werden sollte, weil sie teilweise negative Effekte auf die Haftwerte ausübt. Wenn die Oberfläche durch eine Silikatisierung kontaminiert wurde, kann dieser negative Effekt durch eine Reinigung mit Phosphorsäure aufgehoben werden. Die vorliegende Untersuchung unterstützt die Empfehlung einer separaten Ätzung des Schmelzes beim Einsatz von SBU.

14 Literaturverzeichnis

1. Krejci I, Lieber CM, Lutz F. Time required to remove totally bonded tooth-colored posterior restorations and related tooth substance loss. *Dent Mater.* 1995;11(1):34-40.
2. Gordan VV, Mondragon E, Shen C. Replacement of resin-based composite: evaluation of cavity design, cavity depth, and shade matching. *Quintessence Int.* 2002;33(4):273-8.
3. Manhart J. Intraorale Reparatur von Keramikeinlagefüllungen. *ZMK.* 2019;3/2019:94-103.
4. Frankenberger R. Darf's ein bisschen weniger sein? Oder: was bedeutet eigentlich „minimalinvasiv“ in der Zahnheilkunde? *Quintessence Zahnmedizin.* 2014;2014(65):541 - 5.
5. Casagrande L, Laske M, Bronkhorst EM, Huysmans M, Opdam NJM. Repair may increase survival of direct posterior restorations - A practice based study. *Journal of dentistry.* 2017;64:30-6.
6. Opdam NJ, Bronkhorst EM, Loomans BA, Huysmans MC. Longevity of repaired restorations: a practice based study. *J Dent.* 2012;40(10):829-35.
7. Kanzow P, Wiegand A, Schwendicke F, Gostemeyer G. Same, same, but different? A systematic review of protocols for restoration repair. *Journal of dentistry.* 2019;86:1-16.
8. Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J.* 2011;56 Suppl 1:84-96.
9. Hickel R, Brushaver K, Ilie N. Repair of restorations--criteria for decision making and clinical recommendations. *Dent Mater.* 2013;29(1):28-50.
10. Haller B. Reparatur indirekter Restaurationen. *ZM online.* 2020;04/2020.
11. Manhart J, Chen H, Hamm G, Hickel R. Buonocore Memorial Lecture. Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. *Operative dentistry.* 2004;29(5):481-508.
12. Frankenberger R. Reparatur zahnärztlicher Restaurationen. *Zahnmedizin up2date* 4. 2015:297 - 309.
13. Chen L, Hammond BD, Alex G, Suh BI. Effect of silane contamination on dentin bond strength. *J Prosthet Dent.* 2017;117(3):438-43.
14. Kimmich M, Stappert CF. Intraoral treatment of veneering porcelain chipping of fixed dental restorations: a review and clinical application. *J Am Dent Assoc.* 2013;144(1):31-44.
15. Ozcan M. Surface conditioning protocol for multiple substrates in repair of cervical recessions adjacent to ceramic. *J Adhes Dent.* 2014;16(4):394.
16. Brosh T, Pilo R, Bichacho N, Blutstein R. Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *J Prosthet Dent.* 1997;77(2):122-6.
17. Kanzow P, Piecha L, Biermann J, Wiegand A. Repair Surface Conditioning Measures Affect Enamel and Dentin Bond Strength. *Operative dentistry.* 2020;45(6):643-54.
18. Shamsudeen SM, Thavarajah R, Joshua E, Rao UDK, Kannan R. Evaluating and comparing the morphological and histopathological changes induced by erbium:yttrium-aluminum-garnet laser and diamond bur on enamel, dentin and pulp tissue. *J Investig Clin Dent.* 2019;10(4):e12475.
19. Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Operative dentistry.* 2003;28(5):647-60.

20. Patanjali S, Arora A, Arya A, Grewal MS. An In Vitro Study of Effect of Beveling of Enamel on Microleakage and Shear Bond Strength of Adhesive Systems in Primary and Permanent Teeth. *Int J Clin Pediatr Dent.* 2019;12(3):205-10.
21. Flury S, Peutzfeldt A, Lussi A. Two pre-treatments for bonding to non-carious cervical root dentin. *American journal of dentistry.* 2015;28(6):362-6.
22. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent.* 2020;22(1):7-34.
23. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955;34(6):849-53.
24. Erhardt MC, Cavalcante LM, Pimenta LA. Influence of phosphoric acid pretreatment on self-etching bond strengths. *J Esthet Restor Dent.* 2004;16(1):33-40; discussion 1.
25. Cuevas-Suárez CE, da Rosa WLO, Lund RG, da Silva AF, Piva E. Bonding Performance of Universal Adhesives: An Updated Systematic Review and Meta-Analysis. *J Adhes Dent.* 2019;21(1):7-26.
26. Brauchli L, Muscillo T, Steineck M, Wichelhaus A. Influence of enamel conditioning on the shear bond strength of different adhesives. *J Orofac Orthop.* 2010;71(6):411-20.
27. Swift EJ, Jr., Perdiggao J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int.* 1995;26(2):95-110.
28. Swift EJ, Jr. Dentin/enamel adhesives: review of the literature. *Pediatr Dent.* 2002;24(5):456-61.
29. Olsen ME, Bishara SE, Damon P, Jakobsen JR. Comparison of shear bond strength and surface structure between conventional acid etching and air-abrasion of human enamel. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1997;112(5):502-6.
30. Sofan E, Sofan A, Palaia G, Tenore G, Romeo U, Migliau G. Classification review of dental adhesive systems: from the IV generation to the universal type. *Ann Stomatol (Roma).* 2017;8(1):1-17.
31. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011;27(1):17-28.
32. Ceballos L, Toledano M, Osorio R, Tay FR, Marshall GW. Bonding to Er-YAG-laser-treated dentin. *J Dent Res.* 2002;81(2):119-22.
33. Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent.* 1991;3(4):133-8.
34. Wang Y, Spencer P. Effect of acid etching time and technique on interfacial characteristics of the adhesive-dentin bond using differential staining. *Eur J Oral Sci.* 2004;112(3):293-9.
35. Skupien JA, Sarkis-Onofre R, Cenci MS, Moraes RR, Pereira-Cenci T. A systematic review of factors associated with the retention of glass fiber posts. *Braz Oral Res.* 2015;29.
36. Zaghoul H, Elkassas DW, Haridy MF. Effect of incorporation of silane in the bonding agent on the repair potential of machinable esthetic blocks. *Eur J Dent.* 2014;8(1):44-52.
37. Kesler H. Die flusssäurefreie Praxis. *ZWP.* 2014;5/2014:70-3.
38. Black R. Technic for nonmechanical preparation of cavities and prophylaxis. *Jour ADA.* 1945;32:955 - 65.
39. Ozcan M. Evaluation of alternative intra-oral repair techniques for fractured ceramic-fused-to-metal restorations. *J Oral Rehabil.* 2003;30(2):194-203.

40. Sismanoglu S. Efficiency of self-adhering flowable resin composite and different surface treatments in composite repair using a universal adhesive. *Niger J Clin Pract.* 2019;22(12):1675-9.
41. Puppini-Rontani J, Sundfeld D, Costa AR, Correr AB, Puppini-Rontani RM, Borges GA, Sinhoretto M, Correr-Sobrinho L. Effect of Hydrofluoric Acid Concentration and Etching Time on Bond Strength to Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Operative dentistry.* 2017;42(6):606-15.
42. Grewal Bach GK, Torrealba Y, Lagravere MO. Orthodontic bonding to porcelain: a systematic review. *Angle Orthod.* 2014;84(3):555-60.
43. Saracoglu A, Ozcan M, Kumbuloglu O, Turkun M. Adhesion of resin composite to hydrofluoric acid-exposed enamel and dentin in repair protocols. *Operative dentistry.* 2011;36(5):545-53.
44. Loomans BA, Mine A, Roeters FJ, Opdam NJ, De Munck J, Huysmans MC, Van Meerbeek B. Hydrofluoric acid on dentin should be avoided. *Dent Mater.* 2010;26(7):643-9.
45. Fonseca RG, Martins SB, de Oliveira Abi-Rached F, Dos Santos Cruz CA. Effect of different airborne-particle abrasion/bonding agent combinations on the bond strength of a resin cement to a base metal alloy. *J Prosthet Dent.* 2012;108(5):316-23.
46. Matinlinna JP, Lassila LV, Kangasniemi I, Vallittu PK. Isocyanato- and methacryloxysilanes promote Bis-GMA adhesion to titanium. *J Dent Res.* 2005;84(4):360-4.
47. Proano Pea. Shear bond strength of repair resin using an intraoral tribochemical coating on ceramometal, ceramic, and resin surfaces. *Journal of Adhesion Science and Technology.* 1998;12(1998 - 10):1121-35.
48. Kajdas C. Importance of the triboemission process for tribochemical reaction. *Tribology International.* 2005;38(2005):337-53.
49. Ho GaM, JP. Insights on Ceramics as Dental Materials. Part II: Chemical Surface Treatments. *Silicon.* 2011;2011(3):117-23.
50. Cobb DS, Vargas MA, Fridrich TA, Bouschlicher MR. Metal surface treatment: characterization and effect on composite-to-metal bond strength. *Operative dentistry.* 2000;25(5):427-33.
51. Pilo R, Dimitriadi M, Palaghia A, Eliades G. Effect of tribochemical treatments and silane reactivity on resin bonding to zirconia. *Dent Mater.* 2018;34(2):306-16.
52. Hashimoto M, Tay FR, Svizero NR, de Gee AJ, Feilzer AJ, Sano H, Kaga M, Pashley DH. The effects of common errors on sealing ability of total-etch adhesives. *Dent Mater.* 2006;22(6):560-8.
53. Hayashi M. Adhesive Dentistry: Understanding the Science and Achieving Clinical Success. *Dent Clin North Am.* 2020;64(4):633-43.
54. Passia N, Lehmann F, Freitag-Wolf S, Kern M. Tensile bond strength of different universal adhesive systems to lithium disilicate ceramic. *J Am Dent Assoc.* 2015;146(10):729-34.
55. Van Dijken JW, Sunnegardh-Gronberg K. A four-year clinical evaluation of a highly filled hybrid resin composite in posterior cavities. *J Adhes Dent.* 2005;7(4):343-9.
56. Blunck U, Knitter K, Jahn KR. Six-month clinical evaluation of XP BOND in noncarious cervical lesions. *J Adhes Dent.* 2007;9 Suppl 2:265-8.
57. Delbons FB, Perdigo J, Araujo E, Melo Freire CA, Caldas DD, Cardoso JL, Pagani M, Borges GA, Lima RB. Randomized clinical trial of four adhesion strategies in posterior restorations-18-month results. *J Esthet Restor Dent.* 2015;27(2):107-17.
58. Tjan AH, Castelnovo J, Liu P. Bond strength of multi-step and simplified-step systems. *American journal of dentistry.* 1996;9(6):269-72.

59. Blunck U, Fischer S, Hajto J, Frei S, Frankenberger R. Ceramic laminate veneers: effect of preparation design and ceramic thickness on fracture resistance and marginal quality in vitro. *Clin Oral Investig.* 2020;24(8):2745-54.
60. Kaczor K, Krasowski M, Lipa S, Sokolowski J, Nowicka A. How Do the Etching Mode and Thermomechanical Loading Influence the Marginal Integrity of Universal Adhesives? *Operative dentistry.* 2020;45(3):306-17.
61. Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent.* 2015;43(7):765-76.
62. Frankenberger R, Tay FR. Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dent Mater.* 2005;21(5):397-412.
63. Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "Universal" is Adhesion? Shear Bond Strength of Multi-mode Adhesives to Enamel and Dentin. *J Adhes Dent.* 2019;21(1):87-95.
64. Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Scheidel DD, Watanabe H, Erickson RL, Latta MA, Miyazaki M. Influence of water storage on fatigue strength of self-etch adhesives. *Journal of dentistry.* 2015;43(12):1416-27.
65. Yoshihara K, Nagaoka N, Sonoda A, Maruo Y, Makita Y, Okihara T, Irie M, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Effectiveness and stability of silane coupling agent incorporated in 'universal' adhesives. *Dent Mater.* 2016;32(10):1218-25.
66. Nikaido T, Kataumi M, Burrow MF, Inokoshi S, Yamada T, Takatsu T. Bond strengths of resin to enamel and dentin treated with low-pressure air abrasion. *Operative dentistry.* 1996;21(5):218-24.
67. Laurell KA, Hess JA. Scanning electron micrographic effects of air-abrasion cavity preparation on human enamel and dentin. *Quintessence Int.* 1995;26(2):139-44.
68. Roeder LB, Berry EA, 3rd, You C, Powers JM. Bond strength of composite to air-abraded enamel and dentin. *Operative dentistry.* 1995;20(5):186-90.
69. Robles-Ruiz JJ, Ciamponi AL, Medeiros IS, Kanashiro LK. Effect of lingual enamel sandblasting with aluminum oxide of different particle sizes in combination with phosphoric acid etching on indirect bonding of lingual brackets. *Angle Orthod.* 2014;84(6):1068-73.
70. Baumgartner S, Koletsi D, Verna C, Eliades T. The Effect of Enamel Sandblasting on Enhancing Bond Strength of Orthodontic Brackets: A Systematic Review and Meta-analysis. *J Adhes Dent.* 2017;19(6):463-73.
71. 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. *Operative dentistry.* 2003;28(3):215-35.
72. Rafael CF, Quinelato V, Morsch CS, DeDeus G, Reis CM. Morphological Analysis of Dentin Surface after Conditioning with Two Different methods: Chemical and Mechanical. *J Contemp Dent Pract.* 2016;17(1):58-62.
73. D'Amario M, Piccioni C, Di Carlo S, De Angelis F, Caruso S, Capogreco M. Effect of Airborne Particle Abrasion on Microtensile Bond Strength of Total-Etch Adhesives to Human Dentin. *Biomed Res Int.* 2017;2017:2432536.
74. Mujdeci A, Gokay O. The effect of airborne-particle abrasion on the shear bond strength of four restorative materials to enamel and dentin. *J Prosthet Dent.* 2004;92(3):245-9.
75. Onisor I, Bouillaguet S, Krejci I. Influence of different surface treatments on marginal adaptation in enamel and dentin. *J Adhes Dent.* 2007;9(3):297-303.

76. Hannig C, Hahn P, Thiele PP, Attin T. Influence of different repair procedures on bond strength of adhesive filling materials to etched enamel in vitro. *Operative dentistry*. 2003;28(6):800-7.
77. Ozcan M, Salihoglu-Yener E. A technical report on repair of amalgam-dentin complex. *Oper Dent*. 2011;36(5):563-6.
78. Ozcan M, Pekkan G. Effect of different adhesion strategies on bond strength of resin composite to composite-dentin complex. *Operative dentistry*. 2013;38(1):63-72.
79. Grimm P. Wie universell einsetzbar sind Universaladhäsive? In-vitro-Untersuchungen zur Kompatibilität zwischen Bondingsystemen und Kompositen in Abhängigkeit vom Polymerisationsmechanismus. 2018.
80. Kern M, Thompson VP. Eine einfache Versuchsanordnung zur universellen Prüfung des Klebeverbundes im axialen Zugtest. *Dtsch Zahnärztl Z*. 1993;48:769-72.
81. Dunn O. Multiple Comparisons Using Rank Sums. *Technometrics*. 1964;6:241-52.
82. Benjamini Y, Hochberg Y. Controlling the False Discovery Rate: A Practical and Powerful Approach to Multiple Testing. *Journal of the Royal Statistical Society: Series B (Methodological)*. 1995;57(1):289-300.
83. Heintze SD, Rousson V, Mahn E. Bond strength tests of dental adhesive systems and their correlation with clinical results - A meta-analysis. *Dent Mater*. 2015;31(4):423-34.
84. Fowler CS, Swartz ML, Moore BK, Rhodes BF. Influence of selected variables on adhesion testing. *Dent Mater*. 1992;8(4):265-9.
85. Tichy A, Brabec M, Bradna P, Hosaka K, Chiba A, Tagami J. Influence of central and peripheral dentin on micro-tensile bond strength estimated using a competing risk model. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2021;115:104295.
86. Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater*. 2010;26(2):e17-23.
87. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005;84(2):118-32.
88. Kern M, Thompson VP. Influence of prolonged thermal cycling and water storage on the tensile bond strength of composite to NiCr alloy. *Dent Mater*. 1994;10(1):19-25.
89. ISO. Norm TR 11405: Dental materials - Guidance on testing of adhesion to tooth structure <https://www.sis.se/api/document/preview/610063/> (letzter Zugriff 26.02.2023, 16.47 Uhr), 1994.
90. Lima VP, Machado JB, Zhang Y, Loomans BAC, Moraes RR. Laboratory methods to simulate the mechanical degradation of resin composite restorations. *Dent Mater*. 2022;38(1):214-29.
91. Irie M, Maruo Y, Nishigawa G, Yoshihara K, Matsumoto T. Flexural Strength of Resin Core Build-Up Materials: Correlation to Root Dentin Shear Bond Strength and Pull-Out Force. *Polymers (Basel)*. 2020;12(12).
92. Blunck U, Zaslansky P. Enamel margin integrity of Class I one-bottle all-in-one adhesives-based restorations. *J Adhes Dent*. 2011;13(1):23-9.
93. Peschke A, Blunck U, Roulet JF. Influence of incorrect application of a water-based adhesive system on the marginal adaptation of Class V restorations. *American journal of dentistry*. 2000;13(5):239-44.
94. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*. 2010;26(2):e100-21.

95. Haak R, Hähnel M, Schneider H, Rosolowski M, Park KJ, Ziebolz D, Häfer M. Clinical and OCT outcomes of a universal adhesive in a randomized clinical trial after 12 months. *Journal of dentistry*. 2019;90:103200.
96. Cattani Lorente M, Scherrer SS, Richard J, Demellayer R, Amez-Droz M, Wiskott HW. Surface roughness and EDS characterization of a Y-TZP dental ceramic treated with the CoJet Sand. *Dent Mater*. 2010;26(11):1035-42.
97. Ozcan M, Barbosa SH, Melo RM, Galhano GA, Bottino MA. Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions. *Dent Mater*. 2007;23(10):1276-82.
98. El Mourad AM. Assessment of Bonding Effectiveness of Adhesive Materials to Tooth Structure using Bond Strength Test Methods: A Review of Literature. *Open Dent J*. 2018;12:664-78.
99. Marx R. Zug- oder Schertest - welcher Test ist für den Verbund Metall/ Kunststoff aussagekräftiger? *Deutsche Zahnärztliche Zeitung*. 1992;47:165 - 8.
100. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*. 1999;1(4):299-309.
101. Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater*. 2010;26(2):e78-93.
102. De Munck J, Mine A, Poitevin A, Van Ende A, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Peumans M, Van Meerbeek B. Meta-analytical review of parameters involved in dentin bonding. *J Dent Res*. 2012;91(4):351-7.
103. Fernandes VVB, Oliani MG, Nogueira L, Silva JMF, Araújo RM. Analysis and Comparison of Different Bond Strength Tests. *JSM Dentistry*. 2016;4(5):1076.
104. Pioch T, Jakob H, Garcia-Godoy F, Gotz H, Dorfer CE, Staehle HJ. Surface characteristics of dentin experimentally exposed to hydrofluoric acid. *Eur J Oral Sci*. 2003;111(4):359-64.
105. Ozcan M, Schoonbeek G, Gokce B, Comlekoglu E, Dundar M. Bond strength comparison of amalgam repair protocols using resin composite in situations with and without dentin exposure. *Operative dentistry*. 2010;35(6):655-62.
106. Argiriou N. Untersuchungen zum Etablieren einer intraoralen Reparaturmethode an defekten Keramikrestaionen mittels COJET. 2007.
107. Takahashi A, Takagaki T, Wada T, Uo M, Nikaido T, Tagami J. The effect of different cleaning agents on saliva contamination for bonding performance of zirconia ceramics. *Dent Mater J*. 2018;37(5):734-9.
108. Lambrechts P, Mattar D, De Munck J, Bergmans L, Peumans M, Vanherle G, Van Meerbeek B. Air-abrasion enamel microsurgery to treat enamel white spot lesions of traumatic origin. *J Esthet Restor Dent*. 2002;14(3):167-87.
109. Halpern RM, Rouleau T. The effect of air abrasion preparation on the shear bond strength of an orthodontic bracket bonded to enamel. *Eur J Orthod*. 2010;32(2):224-7.

15 Eidesstattliche Versicherung

„Ich, Nadine Diana Wald, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema: „Auswirkung unterschiedlicher Vorbehandlungsmaßnahmen von Restaurationen auf den Haftverbund zu Zahnhartsubstanz unter besonderer Betrachtung der CoJet-Anwendung“ / „Effect of different pretreatment measures of restorations on the adhesive bond to the dental hard tissue with special consideration of the CoJet application“ 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

16 Lebenslauf

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

17 Danksagung

Ich möchte mich ganz herzlich bei Dr. Uwe Blunck für sein ständig offenes Ohr, seinen stets zeitnahen Einsatz und seine anhaltende Hilfsbereitschaft und Unterstützung bedanken.

Außerdem danke ich meinem Betreuer Professor Sebastian Paris für seine Hilfestellungen und Anregungen und zeitnahe Bearbeitung.

Des Weiteren bedanke ich mich bei Annette Steinke und Professor Paul Zaslansky für ihre Unterstützung bei allen labortechnischen Einweisungen und Fragestellungen.

Ein ganz besonderer Dank gilt meinem Sohn Maxi, der mir immer unendlich viel Liebe, Kraft und unbeschreibliche Freude bringt und mich immer wieder mit Energie tankt.

Mein Dank gilt insbesondere meinen Eltern Petra und Rainer, die mich immer mit voller Tatkraft und all ihrer Güte und Liebe in allen Dingen unterstützen und immer an mich glauben.

Außerdem danke ich vor allem meinem Lebensgefährten für all seine Liebe, unendliche Treue und verlässliche liebevolle Unterstützung.

18 Bescheinigung des akkreditierten Statistikers



Charité | Orale Diagnostik, Digitale Zahnheilkunde und Versorgungsforschung
Charité CC33 | Almannhauser Str. 4-6 | 14197 Berlin

Name, Vorname: Wald, Diana
Emailadresse: diana.wald@charite.de
Matrikelnummer: 208808
PromotionsbetreuerIn: Prof. Paris
Promotionsinstitution / Klinik: Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde

Bescheinigung

Hiermit bescheinige ich, dass Frau Diana Wald innerhalb der Service Unit Biometrie des Instituts für Biometrie und klinische Epidemiologie (iBikE) bei mir eine statistische Beratung zu einem Promotionsvorhaben wahrgenommen hat.

Folgende Beratungstermine wurden wahrgenommen:

- Termin 1: 11.11.2019
- Termin 2: 17.06.2020

Folgende wesentliche Ratschläge hinsichtlich einer sinnvollen Auswertung und Interpretation der Daten wurden während der Beratung erteilt:

- Skalierung und Verteilung der Daten berücksichtigen
- Paarweises Testen reduzieren, alpha-Inflation
- Modellbasierten Ansatz nutzen zur Analyse

Diese Bescheinigung garantiert nicht die richtige Umsetzung der in der Beratung gemachten Vorschläge, die korrekte Durchführung der empfohlenen statistischen Verfahren und die richtige Darstellung und Interpretation der Ergebnisse. Die Verantwortung hierfür obliegt allein dem Promovierenden. Das Institut für Biometrie und klinische Epidemiologie übernimmt hierfür keine Haftung.

Datum: 25.01.2023

Dr. Joachim Krois

Unterschrift BeraterIn, Institutsstempel

CHARITÉ –
UNIVERSITÄTSMEDIZIN
BERLIN

Körperschaft des öffentlichen Rechts
Gliederung der Freien Universität
Berlin, der Humboldt-Universität
zu Berlin und des Berliner Instituts
für Gesundheitsforschung

Charitéplatz 1 | 10117 Berlin
Telefon +49 30 450 450 50
www.charite.de

Berlin, 09. Januar 2023

ABTEILUNG FÜR ORAL
DIAGNOSTIK, DIGITALE
ZAHNHEILKUNDE UND
VERSORGUNGSFORSCHUNG

DIREKTOR
Prof. Dr. Falk Schwendicke

Almannhauser Str. 4-6
14197 Berlin

Telefon +49 30 450 662556
Fax +49 30 450 7562556
falk.schwendicke@charite.de
www.charite.de



GUTES-TUN.CHARITE.DE