

Aus der Abteilung für Kieferorthopädie, Orthodontie
und Kinderzahnmedizin
der Medizinischen Fakultät Charité – Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

Vergleich der Scherhaftfestigkeiten von Adhäsiven für
kieferorthopädische Befestigungselemente nach DIN 13990-1/-2.
Eine Untersuchung verschiedener Adhäsive unter
unterschiedlichen Ätzbedingungen

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

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Christine Richter

aus Stuttgart

Datum der Promotion: 09.12.2016

Inhaltsverzeichnis

1	Zusammenfassungen.....	1
1.1	Zusammenfassung.....	1
1.2	Abstract.....	3
2	Vorwort zum Urheberrecht.....	5
3	Einleitung.....	6
4	Literaturübersicht.....	7
4.1	Der Verbund Schmelz-Adhäsiv-Bracket.....	7
4.1.1	Schmelz-Ätz-Technik.....	7
4.1.2	Adhäsive.....	8
4.1.3	Brackets.....	9
4.2	Verbundfestigkeiten.....	10
4.2.1	Prüfvorschriften.....	11
4.2.2	Prüfverfahren.....	12
4.3	Bracketentfernung.....	12
4.4	Schmelzschäden.....	14
5	Zielsetzung, Hypothesen.....	16
6	Materialien und Methoden.....	18
6.1	Studienaufbau.....	18
6.2	Materialien.....	20
6.3	Methoden.....	27
6.3.1	Herstellung der Prüfkörper.....	27
6.3.2	Herstellung der Silikonscheiben.....	28

6.3.3	Einbetten der Zähne.....	30
6.3.3.1	Aufbringen der Adhäsivzylinder.....	31
6.3.3.2	Aufbringen der Brackets.....	35
6.3.3.3	Abscheren der Adhäsivzylinder und der Brackets.....	36
6.3.4	Einbetten der Brackets.....	39
6.3.4.1	Aufbringen der Adhäsivzylinder.....	39
6.3.4.2	Abscheren der Adhäsivzylinder.....	40
6.4	Probenlagerung.....	40
6.5	Scherhaftfestigkeitsprüfung.....	41
6.6	Auswertung der Bruchflächen und Klassifikation der Bruchart.....	42
6.7	Statistische Auswertung und grafische Darstellung.....	42
7	Ergebnisse.....	45
7.1	Reproduzierbarkeit des Verfahrens.....	45
7.2	Scherhaftfestigkeiten.....	46
7.2.1	Verbundfestigkeit in Abhängigkeit vom Adhäsiv.....	46
7.2.2	Verbundfestigkeit in Abhängigkeit von der Verbundsituation.....	48
7.2.3	Verbundfestigkeit in Abhängigkeit von der Lagerung.....	50
7.2.4	Verbundfestigkeit in Abhängigkeit vom Konditionierungsmodus.....	52
7.2.5	Vergleich der Verbundfestigkeit der Adhäsive im Gesamtverbund Schmelz- Adhäsiv-Bracket in Abhängigkeit vom Konditionierungsmodus.....	53
7.3	Schmelzausrisse.....	55
7.3.1	Schmelzausrisse der einzelnen Adhäsive.....	56
7.3.2	Frakturmuster nach unterschiedlicher Lagerung.....	58
7.3.3	Frakturmuster nach unterschiedlicher Konditionierung.....	59
7.4	Zusammenhang zwischen Scherhaftfestigkeit und Schmelzausriss.....	60

7.5	Bewertung der Ergebnisse anhand klinischer Kriterien.....	61
8	Diskussion.....	63
8.1	Diskussion der Aufgabenstellung.....	63
8.2	Diskussion der untersuchten Materialien.....	64
8.3	Diskussion der Methoden.....	71
8.3.1	Einbettung der Zähne und Brackets.....	71
8.3.2	Reinigung der Schmelzoberfläche.....	73
8.3.3	Konditionierung.....	74
8.3.3.1	Konditionierung bei Transbond XT.....	74
8.3.3.2	Konditionierung bei selbststützenden Adhäsiven.....	75
8.3.3.3	Konditionierung bei kunststoffmodifiziertem Glasionomierzement.....	75
8.3.4	Platzierung der Brackets.....	76
8.3.5	Platzierung der Adhäsivzylinder.....	76
8.3.6	Polymerisation des Adhäsivs.....	78
8.3.7	Thermocycling.....	79
8.3.8	Abscheren der Brackets und Adhäsivzylinder.....	80
8.3.9	Bewertung der Bruchflächen.....	81
8.4	Diskussion der Auswertung.....	82
8.5	Diskussion der Ergebnisse.....	84
8.5.1	Einfluss des verwendeten Adhäsivs auf die Scherhaftfestigkeit.....	84
8.5.2	Einfluss des verwendeten Adhäsivs auf das Risiko von Schmelzausrissen....	85
8.5.3	Zusammenhang zwischen Scherhaftfestigkeit und Schmelzausriss.....	86
8.5.4	Einfluss von Lagerung und Temperaturwechselbelastung auf die Scherhaftfestigkeit und das Risiko von Schmelzausrissen.....	88

8.5.5	Einfluss der Schmelzkonditionierung auf die Scherhafffestigkeit.....	90
8.5.6	Einfluss des Konditionierungsmodus auf das Risiko von Schmelzausrissen...	93
8.5.7	Eignung von DIN 13990-1/-2.....	93
9	Schlussfolgerungen.....	94
10	Literaturverzeichnis.....	95
11	Materialliste.....	109
12	Tabellenverzeichnis.....	112
13	Abbildungsverzeichnis.....	114
14	Abkürzungsverzeichnis.....	116
15	Danksagungen.....	117
16	Lebenslauf.....	118
17	Publikationsliste.....	119
18	Eidesstattliche Versicherung.....	120

1 Zusammenfassungen

1.1 Zusammenfassung

Für den Kliniker ist die Scherhaftfestigkeit eines Adhäsivs ein wichtiger Parameter, da ein ungewollter vorzeitiger Bracketverlust in der Praxis ein unerwünschtes nicht planbares Ereignis ist. Andererseits darf es beim Entfernen von Brackets nicht zu Schmelzausrissen kommen. Es wird angenommen, dass unterschiedliche Ätzmodi sich auf die Scherhaftfestigkeit auswirken. DIN 13990-1/-2 soll die Scherhaftfestigkeit von kieferorthopädischen Adhäsiven einheitlich und reproduzierbar testen.

Die Ziele der vorliegenden Studie waren:

1. die Praktikabilität von DIN 13990-1/-2 für den Anwender zu untersuchen
2. die Scherhaftfestigkeit der Adhäsive Transbond XT, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC unter unterschiedlichen Ätzbedingungen zu bestimmen

Methode

Die Schmelzoberfläche wurde im ersten Versuchsteil nach Herstellerangaben konditioniert. Im zweiten Versuchsteil wurde die Scherhaftfestigkeit nach zusätzlichem Ätzen oder nach Verwendung eines aggressiveren Ätzmittels bestimmt.

Die Studie umfasste 600 Versuche. Dafür wurden 480 bovine bleibende Schneidezähne und 120 Brackets eingebettet. Jedes Adhäsiv wurde im Einzelverbund Schmelz-Adhäsiv, Adhäsiv-Bracket (DIN 13990-1) und im Gesamtverbund Schmelz-Adhäsiv-Bracket (DIN 13990-2) untersucht. Das Abscheren der Brackets bzw. Prüfkörper erfolgte nach Lagerung für 15 min, 24 h und 24 h mit anschließendem Thermocycling. Jeweils 10 Proben wurden hinsichtlich Adhäsiv, Verbundsituation, Konditionierungsmodus und Lagerung gleich behandelt.

Die Brackets bzw. Prüfkörper wurden in einer Universalprüfmaschine (Zwick Z010, Ulm) bei einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min in okklusogingivaler Richtung abgeschert. Anschließend wurde mit 10-facher Vergrößerung die Bruchfläche bewertet und das Frakturmuster bestimmt.

Die statistische Auswertung und grafische Darstellung der Scherversuche erfolgte mit Hilfe des Statistikprogramms SPSS für Windows (Version 19.0). Die einfaktorielle

ANOVA wurde unter Berücksichtigung der Einflussfaktoren Adhäsiv, Verbundsituation, Konditionierungsmodus und Lagerung angewendet. Zudem wurden t-Tests für unabhängige Stichproben durchgeführt.

Ergebnisse

- Die Prüfung der Scherhaftfestigkeit nach DIN 13990-1/-2 ist ein praktikables Verfahren, das reproduzierbare Ergebnisse liefert.
- Die Scherhaftfestigkeiten der Adhäsive sind in absteigender Reihenfolge am höchsten bei Transbond XT, Beauty Ortho Bond, Fuji Ortho LC.
- 500 Zyklen Thermocycling bewirken bei den untersuchten Produkten keinen signifikanten Unterschied der Scherhaftfestigkeit.
- Aggressiveres Konditionieren führt zu signifikant höheren Scherhaftfestigkeiten als Konditionieren nach Herstellerangaben.
- Die Wahl des Adhäsivs wirkt sich auf die Anzahl der Schmelzausrisse aus. Die meisten Schmelzausrisse traten bei Transbond XT auf. Bei Fuji Ortho LC waren zwei Schmelzausrisse zu verzeichnen. Beauty Ortho Bond ließ keinerlei Schmelzausrisse erkennen.

Schlussfolgerung

Die in dieser Studie untersuchten Adhäsive Transbond XT und Beauty Ortho Bond eignen sich für den klinischen Einsatz. Fuji Ortho LC erfüllte nicht in allen Versuchskonstellationen die – willkürlich festgesetzten – Minimalanforderungen.

1.2 Abstract

Background and Objective

High bond strength is desirable; however, enamel damage during debonding must be avoided. At the same time premature loss of brackets during orthodontic treatment is undesirable. Therefore, adhesive bond strength is an important parameter for clinicians. Different types of enamel conditioning are supposed to affect bond strength. DIN 13990-1/-2 describes standardized tests intended to ensure comparability of results.

The aims of this study were:

1. to get information about the suitability of DIN 13990-1/-2 and its recommendations
2. to test the bond strength of the adhesives Transbond XT, Beauty Ortho Bond and Fuji Ortho LC with various conditioning regimes

Material and Methods

In the first part of the study the enamel surface conditioning was performed as recommended by the manufacturers. In the second part of the study shear bond strength was tested after additional conditioning or after using a stronger etching substance.

A total of 600 experiments were carried out, with groups of 10 specimens each subjected to identical treatments. Shear bond strengths of all adhesives were evaluated separately at the bracket-adhesive and adhesive-enamel interface (DIN 13990-1), as well as at the total (enamel-adhesive-bracket) interface (DIN 13990-2). Shear bond strength (SBS) was tested after storage for 15 min, after storage in distilled water at 37 °C for 24 h and after 24 h followed by thermocycling.

After storage, the bonded specimens were tested for SBS using a universal testing machine (Zwick Z010; Ulm, Germany) at a crosshead speed of 1 mm/min in occluso-gingival direction. After debonding the fracture pattern was determined using an optical microscope at 10x magnification and the failure pattern was assessed.

Statistical software (SPSS, v.19.0; IBM, Armonk, NY, USA) was used for analysis and graphical presentation of the shear experiments. Analysis of variance (ANOVA) was

performed. Consideration was given to the different adhesives, enamel conditioning, interface types and storage modes. T-tests for independent samples were used.

Results

- DIN 13990-1/-2 is suitable to test shear bond strength. Results are reproducible.
- The highest shear bond strengths were measured with Transbond XT, followed by Beauty Ortho Bond and Fuji Ortho LC.
- 500 cycles thermocycling did not have a significant influence on the adhesives tested.
- Shear bond strength after stronger etching than recommended by the manufacturer led to significantly higher shear bond strengths.
- Most enamel damages occurred with Transbond XT.

Conclusion

Transbond XT and Beauty Ortho Bond are suitable adhesives for clinical needs. Fuji Ortho LC does not meet our (arbitrarily defined) minimum requirements.

2 Vorwort zum Urheberrecht

Zur besseren Übersichtlichkeit wurde in der vorliegenden Arbeit auf die Verwendung von eingetragenen Markenzeichen wie beispielsweise TM, © und ® verzichtet. Ausnahmen wurden nur gemacht, sofern dies durch den Inhaber der Marke ausdrücklich gefordert wurde.

Verwendete Markennamen und Produktbezeichnungen sind Eigentum bzw. eingetragene Markenzeichen der jeweiligen Personen, Firmen oder Einrichtungen.

3 Einleitung

In den 1970er Jahren wurde die adhäsive Befestigung von Brackets auf säurevorbehandeltem Zahnschmelz zu einem klinisch akzeptierten Verfahren entwickelt^{84,169}. Die Verantwortung für das Aufbringen und schadlose Entfernen von Brackets obliegt dem Kieferorthopäden. Ein bedeutender Faktor im Verbundsystem Zahnschmelz-Adhäsiv-Bracket ist die Verbundfestigkeit des Adhäsivs.

Die Haftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente wurde bereits in einer Vielzahl von Studien untersucht^{12,15,22,33,41,142}. Das breite Spektrum der angewendeten Testverfahren führte zu Ergebnissen unterschiedlicher Qualität und mangelhafter Vergleichbarkeit. Seitens der Hersteller, die ihr eigenes Adhäsiv testen und mit einem reproduzierbaren Wert für die Haftfestigkeit auf dem Markt präsentieren möchten, besteht der Wunsch nach einem standardisierten Testverfahren. Auch Kieferorthopäden vermissen oftmals eine einheitliche Produktkennzeichnung, um beim Einkauf bewusst vergleichen zu können. Aus dieser Notwendigkeit heraus wurde im Deutschen Institut für Normung e. V. vom Normenausschuss Dental (Nadent), DIN 13990-1/-2 erarbeitet und im Mai des Jahres 2009 publiziert^{57,58}. Die Norm legt das Prüfverfahren für die Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente fest. DIN 13990 besteht aus zwei Teilen: Teil 1 bezieht sich auf den Einzelverbund zwischen Adhäsiv und Befestigungselement sowie Adhäsiv und Zahnschmelz, Teil 2 regelt die Untersuchung des Gesamtverbundes: Befestigungselement-Adhäsiv-Zahnschmelz.

Die vorliegende Studie soll aufzeigen, inwieweit das in der Norm beschriebene Prüfverfahren geeignet ist, reproduzierbare Werte zu liefern. Zu diesem Zweck sollen die Scherhaftfestigkeiten verschiedener Adhäsive auf der Grundlage von DIN 13990-1/-2 untersucht und verglichen werden. Weiterhin soll geklärt werden, ob sich die Scherhaftfestigkeiten der einzelnen Adhäsive unter unterschiedlichen Konditionierungsbedingungen ändern.

4 Literaturübersicht

Die Literaturübersicht stellt einen Überblick über das Themengebiet der Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven dar. Grundlagen, frühere Untersuchungen sowie der aktuelle Forschungsstand werden kurz dargelegt, um den Einstieg in die vorliegende Studie zu erleichtern.

4.1 Der Verbund Schmelz-Adhäsiv-Bracket

4.1.1 Schmelz-Ätz-Technik

Die Anfänge der Schmelz-Ätz-Technik gehen zurück auf Buonocore. Dieser zeigte 1955, dass Acrylharz auf Schmelz haftet, nachdem der Schmelz für 30 s mit 85%iger Phosphorsäure vorbehandelt wurde³⁸. Zahlreiche Autoren verwenden bei der konventionellen Säure-Ätz-Technik 30-40%ige Orthophosphorsäure, bei einer Einwirkzeit von ca. 30 s^{1,2,5,19,20,21,23,45,50,54,68,72,95,141,152,172}. Weiterhin können zur Konditionierung Zitronensäure, Salpetersäure, Maleinsäure und der Komplexbildner EDTA eingesetzt werden^{67,91}.

Durch die Schmelzkonditionierung sollen die Voraussetzungen für eine stabile Verbundsituation zwischen Schmelz und Adhäsiv geschaffen werden³³. Dieser Verbund ist vorwiegend mechanischer Natur³⁰. Das Ätzen zuvor gereinigten Schmelzes mit einer Säure führt zum Lösen von Schmelzprismen bzw. interprismatischer Substanz. Dadurch entsteht ein retentives Ätzmuster mit vergrößerter Oberfläche und besserer Benetzbarkeit³⁰. In die entstandenen Porositäten dringen Monomere des Primers ein, die durch Polymerisation mikromechanisch am Schmelz haften⁵⁴.

Herkömmliche Etch-and-Rinse-Systeme beinhalten vier Arbeitsschritte. Nach dem Auftragen und Einwirken der Säure werden die durch die Säure herausgelösten Kalziumphosphate weggespült³⁰. Es folgt das separate Applizieren von Primer und Adhäsiv⁵⁴.

Bei Adhäsivsystemen mit selbstätzendem Primer besteht der Primer aus kurzkettigen, sauren Monomeren, die den Schmelz im selben Schritt demineralisieren und in die entstandenen Zwischenräume vordringen³⁰. Somit ist die Tiefe des Ätzmusters identisch mit der Infiltrationstiefe des Primers und das Abspülen entfällt^{30,54,180}. Herausgelöste Kalziumphosphate werden zum Teil in das anschließend aufgetragene Adhäsiv eingebettet³⁰.

4.1.2 Adhäsive

Das Befestigen von Brackets am Zahnschmelz kann mit verschiedenen Adhäsivsystemen erfolgen. Neben den vorwiegend eingesetzten Kompositen^{1,5,15,20,24,44,91,92,104,110,141,142} stehen kunststoffmodifizierte Glasionomerzemente^{1,44,110,141,142} und Cyanoacrylate^{18,22,104} zur Verfügung. Komposite können lichthärtend, autopolymerisierend, druckpolymerisierend oder dualhärtend sein¹⁷⁷. Lichthärtende Komposite bieten eine durch den Behandler steuerbare Verarbeitungszeit. Die Brackets sind in Ruhe positionierbar und Kunststoffreste können leicht entfernt werden. Die Scherhaftfestigkeit ist bei einigen Produkten höher als bei autopolymerisierenden Adhäsiven^{8,85}. Weiterhin verfügen lichthärtende Komposite über eine hohe Farb- und Lagerstabilität⁶. Alle Komposite enthalten verschiedene Monomere und einen Initiator. Der Initiator bildet unter Energiezufuhr (Licht, Druck, Temperaturerhöhung) Radikale, die die Polymerisationsreaktion auslösen. Lichthärtende Komposite enthalten als Initiator meist Campherchinon, das Licht im Wellenlängenbereich von ca. 360 nm bis 510 nm absorbiert¹⁷⁷. In der Regel werden Komposite in Form von Einkomponentenmaterialien verwendet. Das generell erhöhte Kariesrisiko im Bracketumfeld, der beim Ätzen entstehende Schmelzverlust und die Feuchtigkeitsempfindlichkeit der Komposite verleihen Glasionomerzementen Bedeutung als alternative Materialien. Ein weiterer Punkt ist die Fluoridfreisetzung. Diese ist bei Kompositen geringer als bei Glasionomerzementen¹⁶⁶.

Der Einsatz von Glasionomerzementen wurde 1972 erstmalig von Wilson und Kent¹⁸⁵ beschrieben. Glasionomerzemente bestehen aus Pulver und Flüssigkeit. Moderne Glasionomerzemente enthalten im Pulver gefriergetrocknete Säure (Polyacrylsäure) und Kalzium-Aluminium-Silikat-Gläser. Die Flüssigkeit besteht aus destilliertem Wasser oder wässriger Weinsäure. Nach Mischen der Komponenten kommt es durch eine Säure-Basen-Reaktion zur Aushärtung⁹⁴. Glasionomerzemente haben den Vorteil, einen so genannten selbst-adhäsiven Verbund mit Zahnhartgewebe einzugehen¹⁸⁸. Durch die Diffusion von Ionen, die dem Zahnhartgewebe und dem Glasionomerzement entstammen, kommt es zu einer Hybridisierung¹¹³. Zusätzlich entsteht ein chemischer Verbund zwischen Carboxylgruppen der Polyacrylsäure und Kalziumionen des Hydroxylapatits¹⁸⁸. Verschiedene Eigenschaften der Glasionomerzemente machen ihre Anwendung in der Orthodontie attraktiv. Glasionomerzemente setzen kontinuierlich Fluoride frei¹⁶³ und reabsorbieren freigesetzte oder extern, beispielsweise über

Zahnpasten, zugeführte Fluoride⁸⁸. Die thermische Expansion der Glasionomerezemente ist ähnlich der thermischen Expansion der Zahnhartsubstanzen¹²⁵ und das adhäsive Befestigen in einem feuchten Milieu ist bei Glasionomerezementen problemlos möglich¹⁸⁵. Ein Nachteil der Glasionomerezemente gegenüber Kompositen ist deren geringere Scherhaftfestigkeit¹⁷¹.

Kunststoffmodifizierte Glasionomerezemente sind eine Verbesserung der herkömmlichen Glasionomerezemente. Kunststoffmodifizierte Glasionomerezemente vereinigen die Eigenschaften von Kompositen und Glasionomerezementen und bieten so neben den Vorteilen konventioneller Glasionomerezemente verbesserte physikalische und mechanische Eigenschaften. Kunststoffmodifizierte Glasionomerezemente sind lighthärtend. Sie enthalten in der Flüssigkeit zusätzlich Monomere, zum Beispiel Hydroxyethylmethacrylat und Fotoakzeleratoren⁹⁴. Die Verwendung von 10%iger Polyacrylsäure zur Schmelzkonditionierung ist üblich¹²⁰. Die Polyacrylsäure stellt Carboxylgruppen zur Verfügung, die den chemischen Verbund zwischen Glasionomerezement und Zahnhartsubstanz stärken und fördern¹⁸⁸. Zusätzlich reinigt die Polyacrylsäure den Schmelz vor der Applikation des Glasionomerezements und entfernt eventuell vorhandene Schmierschichten⁵⁵. Die Kombination von Polyacrylsäure und Glasionomerezement minimiert den Schmelzverlust gegenüber herkömmlichem Ätzen mit Phosphorsäure und Komposit.

4.1.3 Brackets

Heutzutage werden Brackets aus verschiedensten Materialien verwendet. Metallbrackets können aus rostfreiem Stahl, Titan oder Gold bestehen¹³. Daneben gibt es zahnfarbene Keramikbrackets aus Zirkonoxid oder Aluminiumoxid¹⁵³ und Kunststoffbrackets aus Polycarbonat. Kunststoffbrackets sind Keramikbrackets in vielen werkstoffkundlichen Eigenschaften deutlich unterlegen und kommen daher weniger häufig zum Einsatz¹⁵³.

Retentive Bracketbasen ermöglichen einen mechanischen Verbund zwischen Adhäsiv und Bracketbasis. Um bei Metallbrackets mechanische oder chemische Retention zu erzielen, gehen die Hersteller unterschiedliche Wege. So werden neben Brackets mit konventioneller Netzbasis auch Brackets mit laserkonditionierter oder gefräster Bracketbasis hergestellt¹⁸⁹. Bei Brackets, die im aufwändigen MIM-Verfahren (Metal Injection Molding) hergestellt werden, können bedingt durch das Verfahren sehr

detaillierte Oberflächenstrukturen erzielt werden. Bei dieser Technik wird Metallpulver durch Zusätze von thermoplastischen Kunststoffen und Wachsen fließfähig gemacht und in einem herkömmlichen Spritzgussprozess verarbeitet. Nach dem Verbrennen der organischen Komponenten wird das Werkstück dicht gesintert¹⁸⁹.

Durch Silanisierung kommt ein chemischer Verbund zwischen Bracketbasis und Adhäsiv zustande. Faltermeier und Behr⁷², Atsü et al.¹² sowie Akin et al.³ zeigten, dass chemisch retentive Brackets höhere Verbundfestigkeiten erreichen als Brackets mit mechanischen Retentionen.

4.2 Verbundfestigkeiten

Die angestrebten Verbundfestigkeiten in der Orthodontie stellen einen Kompromiss zwischen möglichst fester Brackethaftung und dem Vermeiden von Schmelzschäden beim Entfernen der Brackets dar. Der Verbund muss so stark sein, dass sich die Brackets bei alltäglicher Kaubelastung nicht vom Schmelz lösen und er muss den orthodontischen Kräften der Behandlung standhalten⁸². Unter Laborbedingungen kann die Kraft F , die zum Bruch führt, mittels Zug, Scherung oder Torsion appliziert werden.

Die Scherhaftfestigkeit berechnet sich nach folgender Formel: $R_s = \frac{F}{A}$

Dabei gilt:

R_s = Scherhaftfestigkeit in MPa (N/mm²)

F = Bruchscherkraft in N

A = Bruchfläche des Verbundes in mm²

Jähmig und Henkel⁹⁷ erachten nach In-vitro-Versuchen mit Glasionomercement Werte von im Mittel 2,76 MPa als am unteren Rande dessen liegend, was unter Praxisbedingungen akzeptiert werden kann. Laut Gittner⁸¹ sollte die Scherfestigkeit, um klinisch akzeptabel zu sein, mindestens 7 MPa betragen. Gittner orientierte sich dabei an Reynolds¹⁴⁷, der mindestens 5,9 bis 7,8 MPa fordert. Retief¹⁴⁶ stellte fest, dass bei einer Scherfestigkeit ab 9,7 MPa zwar geringe, aber elektronenmikroskopisch sichtbare Schmelzschäden auftreten. Bishara et al.²¹ rieten 1994 dazu, Scherfestigkeiten über 13,5 MPa zu vermeiden. Weiterhin sind nach Bishara et al.²¹ in vitro gemessene Scherfestigkeiten signifikant höher als Kräfte, die ähnlich der klinischen Situation beim

Entfernen von Brackets mittels Zangen appliziert werden. Der Versuchsaufbau bei Bishara war folgendermaßen: Die klinische Situation wurde imitiert anhand einer mit den Branchen in die Zugschermaschine eingespannten Bracketentfernungszange. Die Branchen der Zange fassten ein adhäsiv befestigtes Keramikbracket an der Schmelz-Adhäsiv-Grenze gingivoinzisal. Die Kraft beim Schervorgang wurde auf die Zangenbranchen übertragen, so dass auf die Schmelz-Adhäsiv-Grenze diametrale Kräfte wirkten. In der In-vitro-Vergleichsgruppe setzte ein in die Zugschermaschine gespannter spezieller Stempel inzisal an der Schmelz-Adhäsiv-Grenze an. Die Kraft wirkte somit nur aus einer Richtung auf den Verbund und nicht diametral. Die Ergebnisse von Bishara et al. verdeutlichen, dass beim Vergleich von Messwerten immer auch die Methode – in vivo, in vitro und der Versuchsaufbau – berücksichtigt werden muss. In verschiedenen Studien^{19,24,71,41,50,68,77,136} liegen die gemessenen Scherfestigkeiten im Bereich von 5 MPa bis ca. 30 MPa. Generell ist festzustellen, dass sich die in den jeweiligen Untersuchungen ermittelten Werte nur eingeschränkt miteinander vergleichen lassen, da die Materialien und Methoden nicht einheitlich sind.

4.2.1 Prüfvorschriften

Oftmals variieren die Ergebnisse von Scherfestigkeitsprüfungen des gleichen Adhäsivs verschiedener Arbeitsgruppen oder Autoren stark. Van Meerbeek et al.¹⁷⁹ sehen die Ursache dafür in den nicht einheitlichen Prüfvorschriften und Prüfprotokollen. Die unterschiedlichen Testbedingungen wirken sich auf die Resultate der Scherfestigkeitsprüfungen aus. So reduzieren Wasserlagerung^{75,118} und Thermocycling¹¹⁸ der Proben die Scherfestigkeit, während zunehmende Photopolymerisationszeit und höhere Abschergeschwindigkeit die Scherhaftfestigkeit steigern⁷⁵. Die mangelnde Standardisierung der wachsenden Anzahl von In-vitro-Studien führt dazu, dass die Ergebnisse der Studien jeweils individuell beurteilt werden müssen⁷⁵.

Seit der Ausgabe von DIN 13990-1/-2 im Mai 2009 können Scherhaftfestigkeitsprüfungen nach dem in der Norm beschriebenen standardisierten Verfahren durchgeführt werden. Die Norm gibt die Prüfeinrichtungen vor und enthält genaue Maßangaben für die Herstellung der Prüfeinrichtungen. Neben der Art und Qualität der Materialien, aus denen die Prüfeinrichtungen hergestellt werden sollen, ist auch die Qualität der zusätzlich zur Prüfung benötigten Verbrauchsmaterialien festgelegt. Zu diesen gehören beispielsweise Wasser, Druckluft, Zähne und Kunststoff zum Einbetten

der Zähne. Das Prüfverfahren, die Auswertung der Prüfungen und der zu erstellende Prüfbericht sind vorgeschrieben^{57,58}.

4.2.2 Prüfverfahren

In den bislang durchgeführten In-vitro-Untersuchungen zur Ermittlung der Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente fand eine große Bandbreite unterschiedlicher Prüfverfahren Anwendung. So überprüften verschiedene Autoren die Scherfestigkeit des Gesamtverbundes Zahnschmelz-Adhäsiv-Bracket^{12,15,19,24,23,50,72,136}. Andere Forschergruppen ermittelten die Scherfestigkeit der Einzelverbundsituationen Zahnschmelz-Adhäsiv^{33,67,77,117} und Adhäsiv-Bracket⁵¹. Die Aufteilung der komplexen Verbundsituation in Einzelverbundsituationen findet sich in der Literatur schon bei Diedrich⁶¹.

Auch DIN 13990 besteht gemäß den verschiedenen Verbundsituationen aus zwei Teilen^{57,58}.

Ein weiterer Aspekt der unterschiedlichen Prüfverfahren ist die Frage nach dem verwendeten Zahnmaterial. Die Beschaffung menschlicher Zähne in ausreichender Anzahl und Qualität kann schwierig sein, Rinderzähne sind dagegen in der Regel einfacher zu beschaffen. Der Frage nach der Übertragbarkeit von an Rinderzähnen ermittelten Resultaten auf menschliche Zähne gingen schon in den siebziger Jahren Lee et al.¹⁰⁵ nach. Sie stellten fest, dass bei der Verwendung von Rinderzähnen und menschlichen Zähnen keine signifikanten Unterschiede der Scherhaftfestigkeit auftraten. Dieser Sachverhalt wurde in weiteren Studien bestätigt^{77,117,128,144}.

Eine große Vielfalt findet sich auch hinsichtlich der unter Laborbedingungen durchgeführten Bracketentfernung. In Universalprüfmaschinen können Brackets oder Prüfkörper durch Scherung^{45,75,117,175}, Zug^{45,75,114,175} oder Torsion^{45,114,175} entfernt werden. Zur Kraftübertragung dienen Zangen^{21,25}, Bügel⁴⁵, Haken⁷⁷, Ketten⁷⁷ oder Stempel²¹, die in eine Prüfmaschine eingespannt werden. Unterschiede finden sich auch bei der gewählten Traversengeschwindigkeit^{15,18,115,136} und der Probenlagerung vor der Haftfestigkeitsprüfung^{42,86,121}.

4.3 Bracketentfernung

Am Ende einer kieferorthopädischen Behandlung steht die Bracketentfernung. Hierfür stehen dem Behandler unterschiedliche Verfahren und Instrumente zur Verfügung²⁶.

Mittels spezieller Zangen und Abzugsinstrumente ist es möglich, Brackets mechanisch zu entfernen. In Abhängigkeit vom Ort, an dem die applizierte Kraft wirkt, soll der Verbund an den verschiedenen Grenzflächen gelöst werden¹⁷. So empfehlen Bennett et al.¹⁷ mit einer Weingartzange Druck auf die Außenkanten der mesialen und distalen metallenen Bracketfügel auszuüben, um die Verbindung zwischen Adhäsiv und Schmelz zu lösen. Um den Patienten vor Aspiration oder Verschlucken des entfernten Brackets zu schützen, soll das Verfahren am einligierten Bracket angewandt werden, um anschließend den Bogen mitsamt Brackets im Ganzen zu entnehmen.

Mit einer Bracketabnehmzange wird das Bracket in der Adhäsivfuge gegriffen. Durch Zusammendrücken hebt sich der Rand der Bracketbasis, wodurch sich das Bracket löst¹⁰². Ein mittelgroßer Seitenschneider kann angewendet werden, indem er inzisal/okklusal und gingival zwischen Bracketbasis und Schmelz angesetzt wird. Durch leichtes Zusammendrücken und eine Drehung wird das Bracket abgeschert¹⁰². Eine weitere Möglichkeit zur Bracketentfernung stellen mit Druckluft arbeitende Geräte dar, wie zum Beispiel das CoronaFlex (Kavo, Biberach, Deutschland)¹⁰². Üblicherweise wird das CoronaFlex in der Prothetik zum Abnehmen von Kronen und Brücken verwendet.

Knösel et al. empfehlen die Anwendung der Bracketabnehmzange (Dentaurum, Ispringen, Deutschland) ebenso wie das CoronaFlex, da die Untersucher nach dem Entfernen von Brackets mit diesen beiden Geräten weniger Schmelzausrisse konstatierten als mit einem Seitenschneider¹⁰².

Weiterhin können zur Bracketentfernung Ultraschall²⁶, Laser² und thermische Verfahren²⁶ eingesetzt werden.

Bishara und Trulove^{26,27} stellten fest, dass Keramikbrackets bei herkömmlicher mechanischer Entfernung häufiger frakturieren als beim Ultraschall- oder Thermodebonding. Unterschiede bemerkten sie auch hinsichtlich des Zeitaufwands. So dauerte die Bracketentfernung mittels Ultraschall am längsten, verglichen mit Thermodebonding und herkömmlicher Entfernung. Schmelzausrisse waren bei allen Verfahren gleich häufig.

Das Laserdebonding ähnelt in seinem Prinzip dem Thermodebonding. Bei beiden Verfahren wird das Adhäsiv erwärmt und erweicht², um das Entfernen der Brackets zu erleichtern.

4.4 Schmelzschäden

Beim Entfernen von Brackets können Schmelzschäden unterschiedlicher Größe und unterschiedlichen Ausmaßes entstehen. Selbst geringe Schäden zeigen Folgen: Auf rauen Schmelzoberflächen kommt es zu Plaqueakkumulation und Verfärbungen⁴⁵. Die Frage, ob die Art und Weise der Bracketentfernung das Risiko für Schmelzschäden beeinflusst, war Gegenstand mehrerer Studien. Chen et al.⁴⁵ untersuchten die Stressentwicklung an der Verbundfläche, da Schmelzschäden beim Entfernen von Stahlbrackets mittels Zug, Torsion oder Scherung an typischen Stellen des beklebten Schmelzareals zu finden sind. Die Autoren stellten fest, dass bei Einwirken einer Zugkraft senkrecht zur Bracketbasis die größte Belastung in den Ecken des beklebten Areals liegt⁴⁵. Drei von 10 untersuchten Zähnen zeigten Schmelzschäden nach der Bracketentfernung durch Zugkraft. Die hier gemessene maximale Verbundfestigkeit betrug 15,67 MPa, die Ausdehnung des Defekts machte maximal 2,7 % des beklebten Areals aus. Beim Scheren von mesial nach distal waren mehr und größere Schäden zu verzeichnen als durch Zugkräfte. Vier von 10 Zähnen wiesen Schmelzschäden auf. Die Schmelzdefekte waren im Bereich der mesialen Bracketkanten lokalisiert. Die maximale Festigkeit betrug 55,49 MPa. Maximal 5,6 % des beklebten Schmelzes wiesen Schäden auf. Die meisten Schmelzschäden traten bei Torsion auf. Sechs von 10 Zähnen zeigten Schmelzschäden. Diese lagen im Bereich der distalen und okklusalen Bracketkanten. Maximal 7,7 % des beklebten Areals waren schadhaft. Die maximal gemessene Verbundfestigkeit betrug 43,6 MPa. Die statistische Auswertung der Ergebnisse zeigte allerdings keinen signifikanten Unterschied zwischen Zug, Scherung und Torsion. Die Autoren kommen zu der Schlussfolgerung, dass es von untergeordneter Wichtigkeit ist, ob Brackets mittels Zug, Scherung oder Torsion entfernt werden. Sie empfehlen jedoch die jeweiligen in ihrer Studie festgestellten Prädilektionsstellen nach der Entfernung von Brackets besonders gründlich auf Schmelzschäden zu kontrollieren.

Rossouw und Terblanche¹⁵⁰ stellten indes fest, dass im Hinblick auf Schmelzausrisse die Anwendung von Scherkräften sicherer ist als das Anwenden von Zugkräften.

Relativ häufig sind Schmelzausrisse nach dem Debonding von Keramikbrackets zu verzeichnen^{2,20,21,25,26,27,45,46,62}. Bei Keramikbrackets mit mechanisch retentiver Basis versagt der Verbund an der Grenzfläche zwischen Adhäsiv und Bracket^{20,25,46}, wohingegen die Bruchfläche chemisch retentiver Brackets im Schmelz-Adhäsiv-Bereich liegt²⁰. Um Letztere mechanisch zu entfernen, sind höhere Abscherkräfte erforderlich,

die mit einem erhöhten Risiko für Schmelzschäden verbunden sind²⁰. Eine Alternative stellt hier das Laserdebonding dar, das weniger häufig Schmelzschäden hervorruft^{2,62}.

5 Zielsetzung, Hypothesen

In der vorliegenden Studie sollte die Scherhaftfestigkeit der Adhäsive Transbond XT (3M Unitek), Beauty Ortho Bond (Shofu) und Fuji Ortho LC (GC Europe) nach den Vorgaben von DIN 13990-1/-2 bestimmt werden. Das Adhäsiv Transbond XT sollte in Kombination mit zwei verschiedenen Primern untersucht werden: Transbond XT Light Cure Adhesive Primer (3M Unitek) und Transbond Plus Self Etching Primer (3M Unitek). Als kieferorthopädische Befestigungselemente dienten Discovery Stahlbrackets der Firma Dentaurum. Es war das Ziel der vorliegenden Arbeit, zu klären, ob das Prüfverfahren zu reproduzierbaren Werten führt.

Getestet werden sollte die Scherhaftfestigkeit im Einzelverbund zwischen Zahnschmelz und Adhäsiv sowie im Einzelverbund zwischen Bracket und Adhäsiv. Ebenso sollte der Gesamtverbund zwischen Zahnschmelz, Adhäsiv und Bracket untersucht werden.

Ferner sollte die Verbundfestigkeit nach unterschiedlichem Konditionieren bestimmt werden. Hierbei war zu klären, ob sich ein veränderter Konditionierungsmodus, wie zweimaliges Ätzen oder Anwenden eines anderen Ätzmittels, im Gegensatz zu einmaligem Konditionieren nach Herstellerangaben auf die Scherhaftfestigkeit auswirkt. In der Praxis tritt die Situation des zweimaligen Ätzens auf, wenn es nach einmaligem Ätzen zu einer versehentlichen Kontamination des geätzten Schmelzareals mit Speichel oder Blut kommt.

Zusätzlich sollte die Bruchfläche untersucht und bewertet werden, da auf dem Schmelz verbleibende Adhäsivreste und Schmelzausrisse in der Praxis bekannte Probleme sind.

Die folgenden Hypothesen sollten überprüft werden:

1. Die Ermittlung der Scherhaftfestigkeit nach DIN 13990-1/-2 ergibt eine Intervallbreite des Konfidenzintervalls kleiner 5 MPa.
2. Die Scherhaftfestigkeiten der lichthärtenden Komposite Transbond XT und Beauty Ortho Bond unterscheiden sich von den Scherhaftfestigkeiten des lichthärtenden Glasionomerzements Fuji Ortho LC.
3. Bei der Anwendung von Transbond XT nach herkömmlicher Schmelz-Ätz-Technik mit Primer ergibt sich kein Unterschied in der Scherhaftfestigkeit im

Vergleich zur Anwendung von Transbond XT mit Transbond Plus Self Etching Primer.

4. Die Scherhaftfestigkeiten nach Konditionieren gemäß Herstellerangaben unterscheiden sich von den Scherhaftfestigkeiten nach verändertem Konditionierungsmodus.
5. Die Schmelzfrakturnrate unterscheidet sich nach Konditionierung gemäß Herstellerangaben gegenüber verändertem Konditionierungsmodus.

6 Materialien und Methoden

6.1 Studienaufbau

Die vorliegende Studie umfasst 600 Versuche (Abb. 1). Dafür wurden 480 Zähne und 120 Brackets eingebettet. 240 Zähne wurden nach Herstellerangaben konditioniert. Bei weiteren 240 Zähnen wurde der Konditionierungsmodus verändert. Die Zähne wurden entweder zusätzlich zum Konditionieren nach Herstellerangaben geätzt oder es wurde ein anderes Ätzmittel verwendet (Tabelle 1). In beiden Sparten von Tabelle 1 wurde jedes Adhäsiv im Einzelverbund Schmelz-Adhäsiv, Adhäsiv-Bracket und im Gesamtverbund Schmelz-Adhäsiv-Bracket untersucht. Weiterhin wurden die einzelnen Verbundsituationen nach 3 unterschiedlichen Lagerungszeiten und -bedingungen untersucht. Jeweils 10 Proben wurden hinsichtlich Adhäsiv, Verbundsituation, Konditionierungsmodus und Lagerung gleich behandelt.

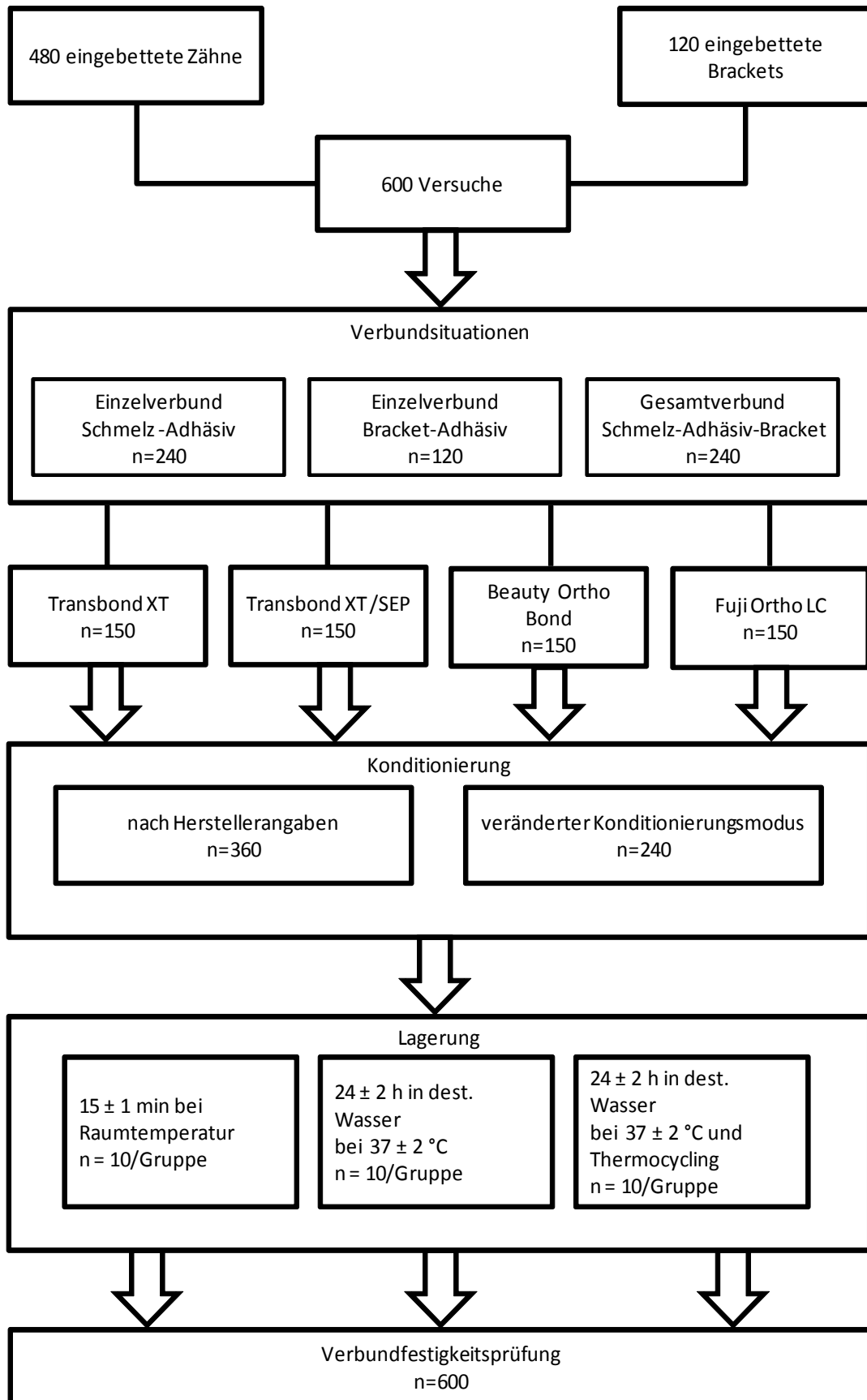


Abb. 1: Flussdiagramm des Studienaufbaues

Konditionierung nach Herstellerangaben		Veränderter Konditionierungsmodus	
Adhäsiv		Adhäsiv	Mit zwischenzeitl. Abspülen
Transbond XT	Etching Gel ¹	Transbond XT	2 x Etching Gel ¹
Transbond XT	Transbond Plus Self Etching Primer ²	Transbond XT	Etching Gel ¹ plus Transbond Plus Self Etching Primer ²
Beauty Ortho Bond	Primer A und B ³	Beauty Ortho Bond	Etching Gel ¹ plus Primer A und B ³
Fuji Ortho LC	Ortho Conditioner ⁴	Fuji Ortho LC	Etching Gel ¹

Tabelle1: Adhäsive und Konditionierung

¹ Phosphorsäure 35 %: für 15 s einwirken lassen, dann abspülen

² Selbstätzender Primer: für 4 s einmassieren, dann verblasen

³ Selbstätzender Primer: mischen, für 3 s einwirken lassen, dann verblasen

⁴ Polyacrylsäure 10 %: für 20 s einwirken lassen, dann abspülen

6.2 Materialien

Die verwendeten Adhäsivsysteme und deren Einzelkomponenten mit Inhaltsstoffen sind in Tabelle 2 aufgelistet. Die Angaben zur Zusammensetzung entstammen den jeweiligen Sicherheitsdatenblättern der Hersteller. Die Materialliste (siehe 9 Materialliste) weist die Chargennummern der verwendeten Produkte sowie die Adressen der Hersteller aus.

Adhäsivsystem	Hersteller	Komponenten	Inhaltsstoffe laut Sicherheitsdatenblatt		Verpackung
Transbond XT	3M Unitek				
		Ätzmittel: Etching Gel	35 % 55-65 % 5-10 %	Phosphorsäure Wasser amorphe Kieselsäure	Spritze
		Primer: Transbond Light Cure Adhesive Primer	45-55 % 45-55 %	Bis-GMA TEG-DMA	Flasche à 6 ml
		Adhäsiv: Transbond Light Cure Adhesive Paste	10-20 % 5-10 % 70-80 %	Bis-GMA Bis-A-Bis DIMA silanisierter Quarz	Spritze
		Selbstätzender Primer: Transbond Plus Self Etching Primer	98 % 1-2 %	bifunktionelle Methacrylate Champerchinon	Folien- verpackung
Beauty Ortho Bond	Shofu				
		Selbstätzender Primer:			
		Primer A		Aceton Wasser	Flasche à 3 ml
		Primer B		saure Monomere Ethanol	Flasche à 3 ml
		Adhäsiv: Beauty Ortho Bond Paste	10-20 % 5-15 % 3-8 % 55-70 %	Bis-GMA TEGDMA Aluminiumoxid Silikatgläser Photoinitiatoren	Spritze
Fuji Ortho LC	GC Europe				
		Konditionierer: GC Ortho Conditioner	10 %	Polyacrylsäure	Flasche à 23,8 ml
		Adhäsiv: GC Fuji Ortho LC Capsule	7,5 % 7,5 % 3,5 %	HEMA Polyacrylsäure UDMA	Karpule

Tabelle 2: Einzelkomponenten der verwendeten Adhäsivsysteme und Inhaltsstoffe

Transbond XT

Mit der photopolymerisierenden Transbond XT Light Cure Adhesive Paste (Abb. 2) wurden insgesamt 300 Versuche durchgeführt. Im Einzelnen wurden damit 60 Adhäsivzylinder auf eingebettete Brackets polymerisiert und 120 Adhäsivzylinder sowie 120 Brackets wurden auf eingebettete Zähne polymerisiert.



Abb. 2: Transbond XT Light Cure Adhesive Paste

Der Transbond XT Light Cure Adhesive Primer (Abb. 3) wurde für ein Viertel aller Versuche verwendet, die mit eingebetteten Zähnen durchgeführt wurden. Dies entspricht einer Anzahl von 120 Versuchen. Ebenfalls 120 Versuche wurden mit Transbond Plus Self Etching Primer durchgeführt. Beide Primer wurden in Kombination mit Transbond XT Light Cure Adhesive Paste angewendet. Die Primer härten unter Lichtzufuhr aus.



Abb. 3: Transbond XT Light Cure Adhesive Primer

Der Transbond Plus Self Etching Primer (Abb. 4) beinhaltet in einer lichtundurchlässigen Folienverpackung mit zwei getrennten Reservoirs bifunktionelle Methacrylate (98 %) und den Photoinitiator Champerchinon (1-2 %, beide schwarzes Reservoir) und Wasser als Lösungsmittel (weißes Reservoir).



Abb. 4: Verpackung des Transbond Plus Self Etching Primers (oben), einzelne Folienverpackung mit schwarzem und weißem Reservoir (Mitte), Transbond XT Light Cure Adhesive Paste (unten)

GC Fuji Ortho LC

GC Fuji Ortho LC Capsule (Abb. 5) ist ein kunststoffmodifizierter Glasionomerzement, der durch seinen Kunststoffanteil bei Lichtzufuhr erhärtet. Mit GC Fuji Ortho LC wurden in der vorliegenden Arbeit 150 Versuche durchgeführt (Abb. 1). 30 Adhäsivzylinder aus GC Fuji Ortho LC wurden auf eingebettete Brackets polymerisiert. 60 Adhäsivzylinder aus GC Fuji Ortho LC wurden auf eingebettete Zähne polymerisiert und 60 Brackets wurden mit GC Fuji Ortho LC auf eingebettete Zähne geklebt. Fuji Ortho LC besteht aus HEMA (7,5 %), Polyacrylsäure (7,5 %) sowie UDMA (2,5 %) und wird in Kapseln geliefert. Das Lösungsmittel ist Wasser. In den Kapselkompartimenten sind Pulver und Wasser separat enthalten. In der vorliegenden Arbeit wurde durch Aktivierung mittels Applier (3M Espe) die trennende Membran zwischen beiden Kompartimenten zerstört. Im Kapselmischer CapMix (3M Espe) wurden die Kapseln jeweils für 10 s gerüttelt.

GC Ortho Conditioner (Abb. 5) enthält Polyacrylsäure (10 %) und wird in Flaschen à 23,8 ml geliefert. Die Hälfte aller mit GC Fuji Ortho LC beklebten Zähne wurde mit GC Ortho Conditioner behandelt. Dies entspricht 60 Zähnen.



Abb. 5: Von links nach rechts: Verpackung und einzelne Kapsel des GC Fuji Ortho LC Capsule, Verpackung und Fläschchen des GC Ortho Conditioners

Beauty Ortho Bond

Beauty Ortho Bond (Abb. 6) ist ein photopolymerisierendes Adhäsiv mit selbstätzendem Primer. Das Adhäsivsystem wird von der Firma Shofu hergestellt. Mit Beauty Ortho Bond wurden in der vorliegenden Arbeit 150 Versuche durchgeführt. 30 Adhäsivzylinder bestehend aus Beauty Ortho Bond Paste wurden auf eingebettete Brackets polymerisiert. 60 Adhäsivzylinder aus Beauty Ortho Bond Paste wurden mit den zugehörigen Primern auf eingebettete Zähne polymerisiert und 60 Brackets wurden mit Beauty Ortho Bond auf eingebettete Zähne geklebt. Beauty Ortho Bond besteht laut Herstellerangaben aus Bis-GMA (10-20 %), TEGDMA (5-15 %), Aluminiumoxid (3-8 %), Photoinitiatoren und enthält als Füllstoff Silikatgläser (55-70 %). Das Adhäsiv wird in Spritzenform geliefert.

Bei Beauty Ortho Bond besteht der selbstätzende Primer aus zwei Komponenten: Primer A und Primer B. Primer A enthält Aceton und Wasser. Primer B enthält saure Monomere und Ethanol. Beide Primer werden in Flaschen à 3 ml geliefert.



Abb. 6: Von oben nach unten: Beauty Ortho Bond Set bestehend aus Primer A und B sowie Beauty Ortho Bond Paste

Etching Gel

In 300 Versuchen wurde zum Ätzen der Zähne das Produkt Etching Gel (Abb. 7) der Firma 3M Unitek verwendet. Etching Gel enthält 35 % Phosphorsäure. Alle mit Transbond XT Light Cure Adhesive Paste und Transbond XT Light Cure Adhesive Primer beklebten Zähne wurden mit Unitek Etching Gel geätzt. Dies entspricht 120 Zähnen. Die Hälfte aller mit Transbond XT Light Cure Adhesive Paste und Transbond XT Self Etching Primer beklebten Zähne wurde vor der Applikation des Transbond XT Self Etching Primer zusätzlich mit Unitek Etching Gel geätzt. Dies entspricht 60 Zähnen. Ebenso wurde die Hälfte aller mit Beauty Ortho Bond Paste und Beauty Ortho Bond Primer beklebten Zähne vor der Applikation des Beauty Ortho Bond Primers mit Unitek Etching Gel geätzt. Es handelte sich hierbei um 60 Zähne. Weitere 60 Zähne wurden vor der Applikation von Fuji Ortho LC mit Etching Gel geätzt. Das Produkt wurde in Spritzenform geliefert. Für jeden Versuch wurde eine neue Kanüle zur Applikation des Etching Gels verwendet.



Abb. 7: Unitek Etching Gel
mit auswechselbarer Kanüle

Brackets

Als Befestigungselement dienen Discovery Brackets (Abb. 8) der Firma Dentaureum für Zahn 11. Discovery Brackets werden im MIM-Verfahren hergestellt. Die Basen der Stahlbrackets sind laserstrukturiert und mesiodistal sowie okklusogingival konturiert. Die Bracketbasisfläche beträgt laut Herstellerangaben 13,12 mm². Die Legierung enthält folgende Elemente in absteigender Menge: Fe, Cr, Ni, Mo, Mn, Si, P, C, S.



Abb. 8: Discovery Bracket für Zahn 11;
Abbildung mit freundlicher Genehmigung von
© Dentaureum

Polymerisationslampe

Alle Adhäsive wurden mit einer Bluephase 20i LED-Lampe von IvoclarVivadent (Abb. 9) polymerisiert. Diese Lampe hat laut Herstellerangaben ein Wellenspektrum von 380 nm bis 515 nm. Die Leistung liegt bei 2000 mW/cm² ± 200 mW/cm². Zur Überprüfung der Lichtintensität wurde das zugehörige Bluephase meter verwendet. Hierbei wurde der Lichtleiter der Bluephase 20i mit dem Lichtaustrittsfenster senkrecht in der Mulde des Bluephase meter platziert. Die LED-Lampe wurde von Hand gehalten und der Turbo-Modus aktiviert. Die Lichtintensität im Turbomodus lag stets bei 2000 mW/cm² ± 200 mW/cm². Die Überprüfung fand vor jeder jeweils 10 Versuche umfassenden Versuchsserie statt. Die ermittelten Werte der Lichtintensität wurden dokumentiert. Eine statistische Auswertung fand nicht statt.



Abb. 9: LED-Lampe
Bluephase 20i mit
Bluephase meter

Rinderzähne

Nach DIN 13990 sind für die Haftfestigkeitsprüfungen humane dritte Molaren oder durchgebrochene, permanente, bovine Unterkieferschneidezähne zu verwenden. In der vorliegenden Arbeit wurden bovine Zähne verwendet.

Bei der Firma Müller Fleisch GmbH (Birkenfeld) wurden ca. 200 vordere, zahntragende, bovine Unterkiefersegmente vor Ort bezogen. Die unmittelbar zuvor geschlachteten Rinder waren ungefähr zwei Jahre alt. Die Kronen der im Alveolarfach steckenden Zähne wurden mit einem handelsüblichen Fliesenschneider unter Wasserkühlung entfernt und von anhängenden Gingivaresten sowie pulpaalem Weichgewebe befreit. Aus insgesamt ca. 1200 Zähnen wurden diejenigen ausgesucht, die kariesfrei und ohne sichtbare Schmelzschäden waren, und eine gleichmäßige, glatte, möglichst plane, bukkale Schmelzoberfläche mit einem Krümmungsradius von mindestens 12,5 mm hatten und keine starken Verfärbungen aufwiesen. Der Krümmungsradius wurde mit einer Radiuslehre (Scala Messzeuge, Dettingen/Teck, Deutschland) geprüft. 480 Zähne wurden für die Versuche benötigt, ca. 120 Zähne standen nach der Selektion für Vorversuche und als Reserve für etwaige misslungene Proben zur Verfügung.

Anschließend wurden die Zähne für 14 Tage in 0,5%iger Chloramin-T-Lösung bei Raumtemperatur aufbewahrt. Danach wurden sie bis zur Prüfung für maximal 6 Monate in Wasser nach DIN ISO 3696 der Qualität 3 im Kühlschrank bei $4\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ gelagert.

6.3 Methoden

6.3.1 Herstellung der Prüfkörper

Der im Folgenden verwendete Begriff der Prüfkörper bezeichnet die in Technovit 4004 eingebetteten Brackets beziehungsweise Zähne. Auf eingebettete Brackets wurden Adhäsivzylinder (vgl. Kapitel 6.3.4.1) polymerisiert. Auf eingebettete Zähne wurden

entweder Adhäsivzylinder (vgl. Kapitel 6.3.3.1) oder Brackets (vgl. Kapitel 6.3.3.2) polymerisiert.

Zur Herstellung der Prüfkörper schreibt DIN 13990 spezielle Formen aus Polytetrafluorethylen (PTFE) vor. Diese PTFE-Einbettvorrichtungen wurden in der Charité-eigenen Werkstatt angefertigt. Insgesamt standen sechs PTFE-Einbettvorrichtungen zur Verfügung. Die Formen zum Einbetten von Brackets bestanden aus einer PTFE-Grundplatte mit kegelförmiger Vertiefung und einem aufsetzbaren PTFE-Ring und wurden nach den in DIN13990-1 vorgegebenen Maßen hergestellt (Abb. 10). DIN 13990 gibt zum Einbetten der Zähne (vgl. Kapitel 6.3.3) eine andere, einfachere, PTFE-Einbettvorrichtung vor. Im Rahmen der Vorversuche erwies sich jedoch, dass sich die für Brackets vorgesehene PTFE-Einbettvorrichtung durch Anpassung der Höhe des PTFE-Rings auch gut für das Einbetten der Zähne eignet. Zum Anpassen der Höhe wurden drei handelsübliche O-Ringe (Durchmesser: 3 cm) über jede Grundplatte gestülpt (Abb. 10 und 11). Diese dienen als Platzhalter zwischen Grundplatte und Ring und erhöhten die Form, sodass nun mit derselben Form nicht nur Brackets, sondern auch Zähne problemlos eingebettet werden konnten.

Das detaillierte Vorgehen beim Herstellen der Prüfkörper ist unter Punkt 6.3.3 und 6.3.4 beschrieben.

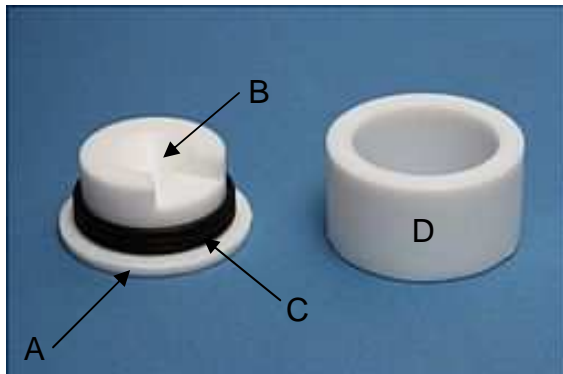


Abb. 10: Zerlegte PTFE-Einbettvorrichtung: PTFE-Grundplatte (A) mit kegelförmiger Vertiefung (B) und drei übereinander gesetzten O-Ringen (C). PTFE-Ring (D)

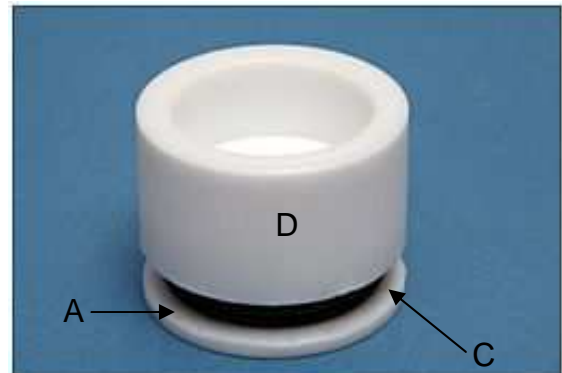


Abb. 11: Zusammengesetzte PTFE-Einbettvorrichtung: PTFE-Grundplatte (A) mit O-Ringen (C) und aufgesetztem PTFE-Ring (D)

6.3.2 Herstellung der Silikonscheiben

Silikonscheiben stellen gemäß DIN 13990-1 die Hohlform zur Herstellung der Adhäsivzylinder dar. Zum Herstellen der Silikonscheiben wird eine Stahlform benötigt, deren Maße DIN 13990 vorschreibt. Die Stahlform (Abb. 12) wurde freundlicherweise

von Prof. C. Bourauel (Rheinische Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn, Oralmedizinische Technologie) leihweise zur Verfügung gestellt.

Die Silikonscheiben (Abb. 13) wurden aus dem Silikon Alpa-sil Jewel (Alpina) gefertigt. Es handelt sich hierbei um ein transparent bis milchig aussehendes Zwei-Komponenten-Material. Die Härte beträgt 40 Shore A (Herstellerangaben). Die Stahlform besteht aus zwei voneinander trennbaren Hälften, die in geschlossenem Zustand durch eine Schraube verbunden werden. Die Innenseiten beider Hälften wurden dünn mit Silikon Isolierspray (Hager & Werken) besprüht. Anschließend wurde das Spray mit einem Tuch verrieben. In beide Hälften wurde das jeweils frisch im Verhältnis 1 zu 1 gemischte Silikon gegeben, danach wurden beide Teile miteinander verschraubt. Die Aushärtung erfolgte im Drucktopf bei zwei bar und 70 °C für 20 min. Die so entstandenen Silikonscheiben waren blasenfrei, hatten einen Gesamtdurchmesser von 3 cm und waren 3 mm dick. Die zentrale zylindrische Öffnung der Scheiben war dafür vorgesehen, das Adhäsiv aufzunehmen, und hatte einen Durchmesser von 3 mm.

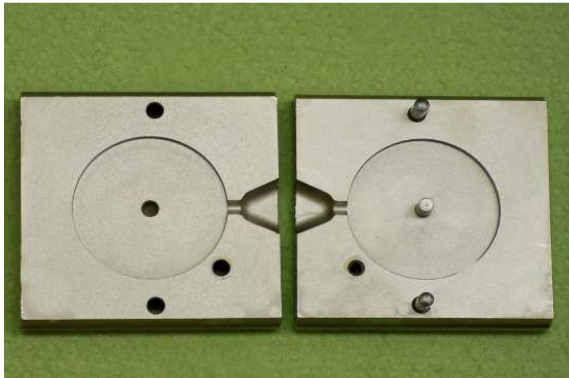


Abb. 12: Stahlform (zerlegt)
zum Herstellen von
Silikonscheiben gemäß
DIN 13990

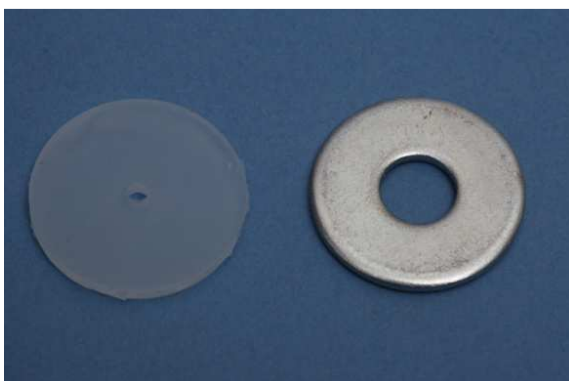


Abb. 13: Fertige
Silikonscheibe (links) mit
Unterlegscheibe (rechts)
zum Herstellen der
Adhäsivzylinder gemäß
DIN 13990

6.3.3 Einbetten der Zähne

Beim Einbetten der Zähne wurde folgendermaßen verfahren: Zunächst wurden die Innenseiten der PTFE-Einbettvorrichtungen (Abb. 10 und 11) dünn mit Silikon Isolierspray (Hager & Werken) eingesprüht. Das Spray wurde mit einem Tuch verrieben. Anschließend wurde von Hand ein Kegel aus Setzwachs (Gumex N) geformt, dieser mit der Basis in die Mitte der PTFE-Einbettvorrichtung gesetzt und leicht angedrückt.

Auf der fazialen Fläche des einzubettenden Zahnes wurde ein möglichst planes Feld von ca. 5 x 5 mm Größe mit einem Bleistift umrissen. Auf diesem sollte später das Bracket bzw. der Adhäsivzylinder platziert werden. Der so vorbereitete und mit ölfreier Druckluft getrocknete Zahn wurde mit seiner lingualen Fläche auf die Kegelspitze gesetzt und so ausgerichtet, dass sich das gekennzeichnete Feld in der Mitte der PTFE-Einbettvorrichtung befand. Dieses relativ plane Feld wurde gleichzeitig per Augenmaß möglichst parallel zur Oberkante der PTFE-Einbettvorrichtung ausgerichtet (Abb. 14).

Jeweils drei PTFE-Einbettvorrichtungen wurden gleichzeitig wie vorstehend beschrieben vorbereitet und anschließend mit Technovit 4004 gefüllt. Dazu wurden fünf Gramm Monomer und acht Gramm Polymer blasenfrei gemischt und vorsichtig seitlich in die PTFE-Einbettvorrichtung gegeben, um die Form von unten nach oben zu füllen. Das gekennzeichnete Feld auf der labialen Schmelzfläche blieb frei von Technovit. Nach drei Minuten Wartezeit wurden die Einbettvorrichtungen für weitere 20 min in Schalen mit ungefähr 10 °C kaltem Leitungswasser getaucht, um beim Auspolymerisieren Siedblasen durch den exothermen Abbindeprozess zu vermeiden. Danach wurde der entstandene Prüfkörper der PTFE-Einbettvorrichtung entnommen. Überstände und Grate von Technovit wurden mit einem zahntechnischen Hartmetallfräser (Hagen und Meisinger GmbH, Neuss) entfernt. Bis zur weiteren Verarbeitung, welche innerhalb einer Woche erfolgte, wurden die so eingebetteten Zähne in Wasser nach DIN ISO 3696 der Qualität 3 bei Raumtemperatur gelagert.

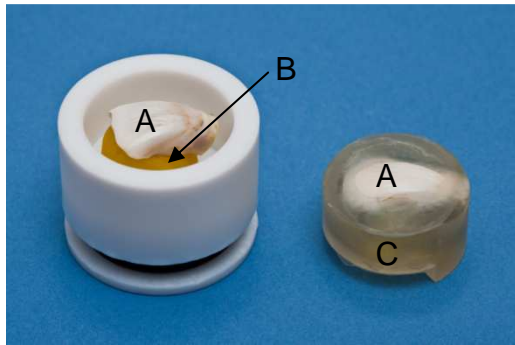


Abb. 14: PTFE-Einbettvorrichtung mit Zahn (A) auf Setzwachs (B) und in Technovit 4004 (C) eingebetteter Zahn

6.3.3.1 Aufbringen der Adhäsivzylinder

Die Vorbereitungen und technischen Einrichtungen hierfür waren für alle verwendeten Adhäsive gleich:

Zum Reinigen der Schmelzoberfläche wurden 50 g Bimsstein (Wieland) mit 55 ml Leitungswasser vermischt. Mit diesem Bimsbrei wurden die Zähne mit einem Leinenschwabbel mit 10 cm Durchmesser (Polirapid, Singen) an einer Poliereinheit (KaVo) bei 3000 Umdrehungen pro Minute gereinigt. Die Prüfkörper mit den eingebetteten Zähnen wurden mit möglichst konstantem Druck so an den Schwabbel gehalten, dass die Zähne jeweils für 3 s zunächst von inzisal nach gingival, dann von mesial nach distal und dann schließlich nochmals von inzisal nach gingival gereinigt wurden. Für alle Proben wurde derselbe Schwabbel verwendet. Der Bimsbrei wurde nach 30 Proben erneuert.

Am Wasserhahn wurde für das Abspülen der Zähne die Temperatur des Fließwassers auf $31\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ eingestellt und der Zahn für 10 s von zervikal nach inzisal abgespült. Anschließend wurden die Zähne mit ölfreier Druckluft jeweils für 5 s aus einem Abstand von etwa 3 cm trockengeblasen.

Es folgte die auf die Adhäsive abgestimmte Schmelzkonditionierung und das Auftragen des Adhäsivs. Das genaue Vorgehen ist im Folgenden für jedes Adhäsiv einzeln beschrieben. Jeweils 10 Versuche wurden exakt gleich durchgeführt und stellen eine Serie dar.

Vor jeder Serie wurde die Lichtintensität der Polymerisationslampe Bluephase 20i (IvoclarVivadent) am Austrittsfenster des Lichtleiters mit dem zugehörigen Radiometer geprüft. Das Polymerisieren erfolgte im Turbomodus für 5 s. Der Lichtleiter wurde mit dem Lichtaustrittsfenster senkrecht zur Stirnfläche des Adhäsivzylinders positioniert und ohne Schirm verwendet, um den Abstand zum Adhäsivzylinder so klein wie möglich zu

halten. Die Lampe wurde von Hand gehalten, der Abstand zwischen dem Lichtaustrittsfenster und der Oberkante des Adhäsivzylinders betrug 2 mm, entsprechend der Dicke der Unterlegscheibe. Die Lampe wurde stets im Netzbetrieb verwendet.

Zur Vermeidung von Adhäsivüberschüssen diente die Unterlegscheibe (Abb. 13). Zum Aufbringen eines Adhäsivzylinders auf einen eingebetteten Zahn (Abb. 15) wurde der Prüfkörper immer in die PTFE-Form zurückgesetzt, wodurch die Lage des Prüfkörpers stabil war. Auf den konditionierten Schmelz wurde die Silikonform platziert, darüber lag die Unterlegscheibe. Die Ränder der Silikonform und der Unterlegscheibe schlossen bündig miteinander ab. Silikonform und Unterlegscheibe wurden vom Zeitpunkt des Einfüllens des Adhäsivs bis zum Abschluss der Lichthärtung mit Daumen und Zeigefinger auf dem Prüfkörper fixiert, so dass kein sichtbarer Spalt zwischen der Schmelzoberfläche und der zentralen Öffnung der Silikonscheibe bestand (Abb. 15). Die Qualität der entstandenen Adhäsivzylinder (Abb. 16) wurde mit einer Lupenbrille bei zweieinhalbfacher Vergrößerung kontrolliert. Sie mussten blasenfrei sein, senkrecht zur Schmelzoberfläche stehen und es durfte kein Adhäsivüberschuss zwischen Silikonform und Schmelzoberfläche entstanden sein, der die Haftfläche vergrößert hätte. Die ausgewählten Rinderzähne waren möglichst glatt. Stark geriefte Zähne hätten die spaltfreie Adaptation der Silikonform erschwert. Beim Fixieren wurde nur ein leichter Druck ausgeübt, um die Verformung der Silikonscheibe gering zu halten. Proben, die nicht den Anforderungen genügten, wurden verworfen. Dies kam alle Adhäsive insgesamt betrachtet ungefähr 10-mal vor. Die geringe Anzahl der misslungenen Adhäsivzylinder ist zurückzuführen auf ausreichendes Üben im Vorfeld der Versuche.

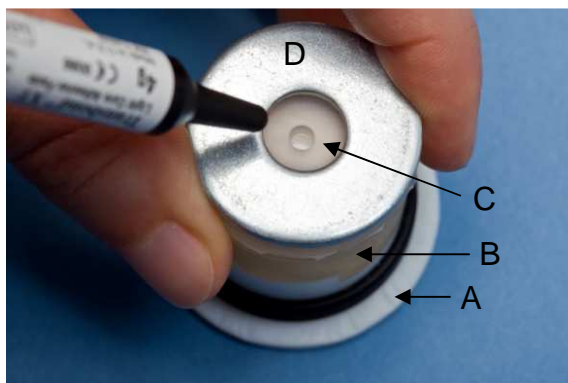


Abb. 15: Aufbringen eines Adhäsivzylinders auf einen eingebetteten Zahn: PTFE-Grundplatte (A), Technovit (B), Silikonscheibe (C), Unterlegscheibe (D)



Abb. 16: Fertiger
Adhäsivzylinder auf
eingebettetem Zahn

Mit einer Schieblehre wurde der Durchmesser der Adhäsivzylinder an drei zufällig gewählten Stellen ermittelt und dokumentiert. Die Schieblehre lag bei der Messung flächig am Schmelz auf, sodass die Messpunkte möglichst nahe der Schmelz-Adhäsiv-Grenze lagen. Aus den drei Durchmessern wurde der mittlere Durchmesser berechnet (vgl. Kapitel 6.5).

Vorgehen bei Transbond XT und Phosphorsäureätzung

Der eingebettete Rinderzahn wurde dem Wasserbad entnommen und die Zahnoberfläche trockengeblasen. Das zu ätzende Areal wurde erneut mit einem Bleistift umrissen. Die vor dem Einbetten vorgenommene Anzeichnung war durch die Bimsstein-Reinigung entfernt worden. Es folgte das Auftragen 35%iger Phosphorsäure (Etching Gel, 3M Unitek), jeweils mit einer neuen zugehörigen Einwegkanüle (3M Unitek) pro Zahn. Nach 15 Sekunden Einwirkzeit wurde die Phosphorsäure mit fließendem Leitungswasser abgespült. Anschließend wurden die Zähne mit Druckluft getrocknet. Mit einem jeweils neuen Pinsel wurde Transbond XT Primer dünn aufgetragen und anschließend mit ölfreier Druckluft für 3 s sanft verblasen. Die Silikonscheibe, die die Hohlform für die Adhäsivzylinder darstellt, wurde mit ihrer Öffnung auf das so vorbereitete Areal gelegt und mit der Unterlegscheibe fixiert. Das Adhäsiv wurde direkt aus der Spritze in die Öffnung der Silikonscheibe gedrückt. Das Füllen mit Adhäsiv erfolgte in zwei Etappen. Nachdem die Form zur Hälfte gefüllt war, wurde mit einem Kugelstopfer (Aeskulap) das Adhäsiv leicht kondensiert. Dann erst wurde die Form komplett gefüllt und das Adhäsiv abermals leicht kondensiert. Überschüsse wurden entfernt durch einmaliges Abstreichen mit einem Heidemannspatel (Aeskulap). Es folgte das Polymerisieren mit der Polymerisationslampe Bluephase 20i (vgl. 6.3.3.1).

Vorgehen bei Transbond XT und Konditionierung mit Transbond Plus Self Etching Primer

Das Vorgehen war analog zum vorstehend beschriebenen Verfahren, jedoch wurde anstelle des Etching Gels und des Transbond XT Primers der Transbond Plus Self Etching Primer (SEP) verwendet. Es handelt sich hierbei um Folienpackungen mit drei hintereinander liegenden Reservoirs. Bei der klinischen Anwendung kann laut Hersteller der Inhalt einer Folienpackung zum Konditionieren eines Zahnbogens verwendet werden. In der vorliegenden Arbeit wurde jedoch für jeden Zahn eine neue Folienpackung benutzt. Um ein vollständiges Vermischen der Komponenten des letzten und des mittleren Reservoirs sicherzustellen, wurde der Inhalt durch wechselnden manuellen Druck auf beide Reservoirs dreimal hin und her bewegt. Dann wurde der SEP in das vorderste Reservoir gedrückt, in dem sich der Applikator befindet. Mit dem Applikator wurde der SEP durch drei kreisende Bewegungen umgerührt. Anschließend wurde der SEP mit der Applikatorspitze für 4 s mit kreisenden Bewegungen auf der getrockneten Schmelzoberfläche einmassiert und dann 3 s lang sanft mit Druckluft verblasen. Es folgte das Aufpolymerisieren des Adhäsivzylinders aus Transbond XT wie oben beschrieben.

Vorgehen bei Beauty Ortho Bond

Hier wurde für jeden Zahn jeweils ein Tropfen Primer A und ein Tropfen Primer B in einer Anmischschale mit einer Microbrush Plus Fein (Henry Schein) vermischt und anschließend eine kleine Menge des Gemisches dünn mittels Microbrush Plus Fein auf die getrocknete Zahnoberfläche gegeben. Nach 3 s Einwirkzeit wurde der Primer für weitere 3 s sanft verblasen und der Adhäsivzylinder aus Beauty Ortho Bond Paste analog zum Vorgehen bei Transbond XT aufpolymerisiert.

Vorgehen bei Fuji Ortho LC

Bei der Verarbeitung von Fuji Ortho LC standen bereit: Zur Befeuchtung der Zähne jeweils eine mit einem Milliliter Aqua dest. getränkte Watterolle (Henry Schein), Fuji Ortho Conditioner, Fuji Ortho LC Anmischkapseln, Applier (Espe) und das Kapselanmischgerät CapMix (Espe).

Auf die getrockneten Zähne wurde mittels zahnärztlicher Pinzette (Aeskulap) und Schaumstoffpellet (Henry Schein) Fuji Ortho Conditioner aufgetragen. Nach 20 s Einwirkzeit wurde der Conditioner mit fließendem Leitungswasser abgespült und der

Zahn 5 s lang mit Druckluft getrocknet. Anschließend wurde eine Fuji Ortho LC Anmischkapsel im Applier aktiviert und der Kapselinhalt 10 s lang im Kapselanmischgerät CapMix gemischt. Mit einer wassergetränkten Watterolle wurde der Schmelz durch einmaliges Abstreichen befeuchtet. Auf die so vorbereitete Schmelzoberfläche wurde der Adhäsivzylinder aus Fuji Ortho LC polymerisiert, wobei das Vorgehen hier von dem der anderen Adhäsive abwich. Die erste Portion Fuji Ortho LC (circa zwei Millimeter Stranglänge) wurde verworfen, dann wurde die Silikonform von unten nach oben in einem Zug gefüllt, wobei das Ansatzstück der Mischkapsel die konditionierte Schmelzoberfläche nicht berührte. Der Überschuss wurde durch einmaliges Abstreichen der Oberfläche der Silikonform mit einem Heidemannspatel (Aeskulap) entfernt. Das Vorgehen bei der Aushärtung war identisch mit dem der anderen Adhäsive.

6.3.3.2 Aufbringen der Brackets

Die Reinigung der Schmelzoberfläche, das Abspülen und Trockenblasen der Zähne sowie das Prüfen der Polymerisationslampe erfolgten analog zu dem unter 6.3.3.1 beschriebenen Verfahren.

Für alle Adhäsive standen in Aceton geschwenkte und getrocknete Brackets (Discovery für Zahn 11, Dentaurum) bereit. Die Vorbereitung der Schmelzoberfläche inklusive Ätzen bzw. Konditionieren und Auftragen von Primer bzw. Self Etching Primer (SEP) entspricht ebenfalls dem unter 6.3.3.1 beschriebenen Vorgehen beim Herstellen von Adhäsivzylindern aus dem jeweiligen Adhäsiv.

Die Adhäsive wurden mit einer Stranglänge von circa 1,5 mm immer direkt aus der Spritze bzw. bei Fuji Ortho LC aus dem Ansatzstück der Kapsel auf die Bracketbasis appliziert. Die mit Adhäsiv versehene Bracketbasis wurde auf dem konditionierten Schmelz mit einer Bracketsetzpinzette (Dentaurum) platziert und ausgerichtet. Die inzisale Kante der Brackets zeigte, wie in vivo, am Zahn nach inzisal. Um eine möglichst dünne Adhäsivschicht zu erzielen, wurden die Brackets mit der Rückseite der Bracketsetzpinzette kräftig angedrückt, so dass das Adhäsiv ringsherum hervorquoll und die Benetzung der kompletten Bracketbasis gewährleistet war. Überschüsse wurden mit einer zahnärztlichen Sonde (Aeskulap) entfernt. Mit der Polymerisationslampe Bluephase 20i wurde jeweils von mesial und distal in einem Winkel von ungefähr 30° zur Zahnoberfläche und einem Abstand des Lichtaustritts-

fensters von 5 mm zum Bracket für 5 s im Turbomodus belichtet. Zur Qualitätssicherung wurde beim Platzieren und Ausrichten der Brackets sowie beim Versäubern der Adhäsivüberschüsse eine Lupenbrille mit zweieinhalbfacher Vergrößerung getragen.



Abb. 17: Bracket auf eingebettetem Zahn

6.3.3.3 Abscheren der Adhäsivzylinder und der Brackets

Nach der Lagerung (vgl. 6.4) wurden die Brackets beziehungsweise Adhäsivzylinder in einer Universalprüfmaschine (Zwick Z010, Ulm) bei einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min abgeschert. Zur Kraftmessung wurden eine 2,5 kN Messdose und ein 1,0 kN Schraubspannkopf verwendet. Somit lag die theoretisch maximal messbare Kraft bei 1 kN, wurde jedoch nicht erreicht. Die Prüfkörper wurden so zwischen die Spannbacken der Prüfmaschine eingespannt, dass die Inzisalkante des Zahnes nach oben zeigte und die Scherkraft parallel zur Schmelzoberfläche nach zervikal wirkte (Abb. 18 und 19). Das Bracket beziehungsweise der Adhäsivzylinder befand sich in der quadratischen Öffnung des Zugscherbügels (Dentaurum) und war mittig zur Längsachse des Bügels ausgerichtet (Abb. 20 und 21). Der Bügel lag der Schmelzoberfläche an. Er durfte vor dem Starten des Schervorganges keine Kraft auf das Bracket beziehungsweise den Adhäsivzylinder ausüben. In der Nullposition, in der keine Kraft ausgeübt wurde, bestand zwischen der Oberkante der Brackets beziehungsweise der Adhäsivzylinder und dem Zugscherbügel stets ein minimaler Abstand. Die Größe des Abstandes war nicht definiert. Die korrekte Anordnung von Bracket beziehungsweise Adhäsivzylinder und Bügel in der Universalprüfmaschine wurde durch das Tragen einer Lupenbrille mit zweieinhalbfacher Vergrößerung erleichtert. Beim Schervorgang bewegte die Prüfmaschine den eingespannten Prüfkörper nach oben, der Zugscherbügel war unbeweglich in einen Schraubstock eingespannt (Abb. 22). Die Fixierung des Zugscherbügels erfolgte von Hand zu Beginn der 600 Versuche umfassenden Studie. Die Position des Zugscherbügels im Schraubstock wurde bis zum Abschluss der Messungen nicht verändert. Nach einer Messpause von mehreren Stunden oder Tagen

wurde die Fixierung des Bügels von Hand überprüft, bevor erneut Scherversuche durchgeführt wurden. Es war jedoch niemals eine Änderung festzustellen.

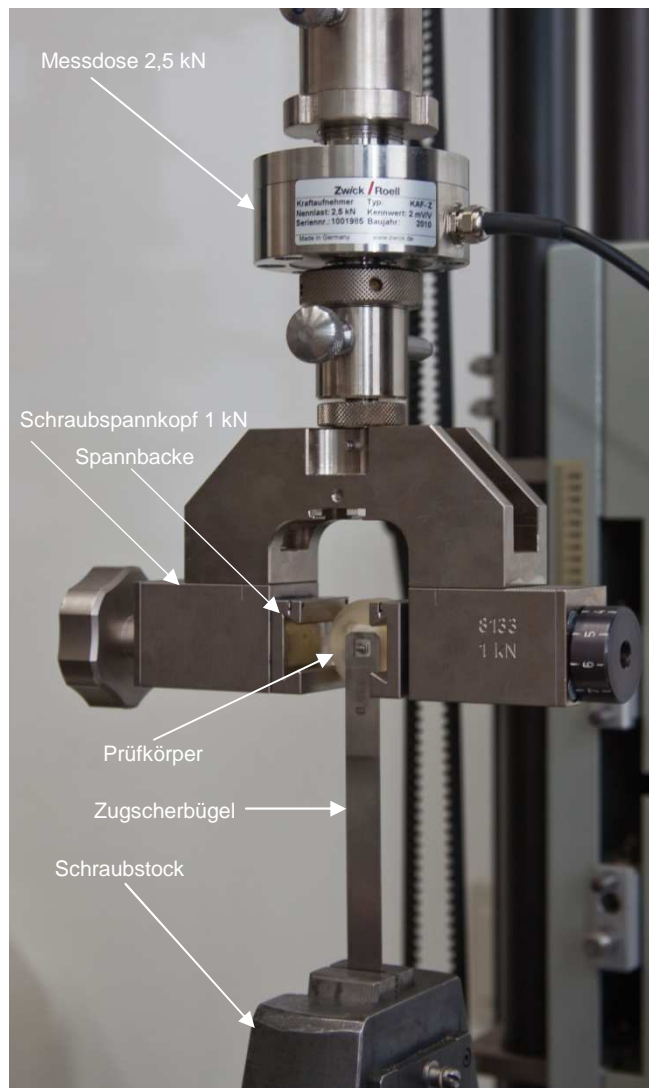


Abb. 18:
Versuchsanordnung beim
Abscheren in
Universalprüfmaschine
Zwick Z010: Messdose
2,5 kN und Schraub-
spannkopf 1 kN. In die
Spannbacken eingespannter
Prüfkörper mit angelegtem
Zugscherbügel. Der
Zugscherbügel ist in den
Schraubstock eingespannt.

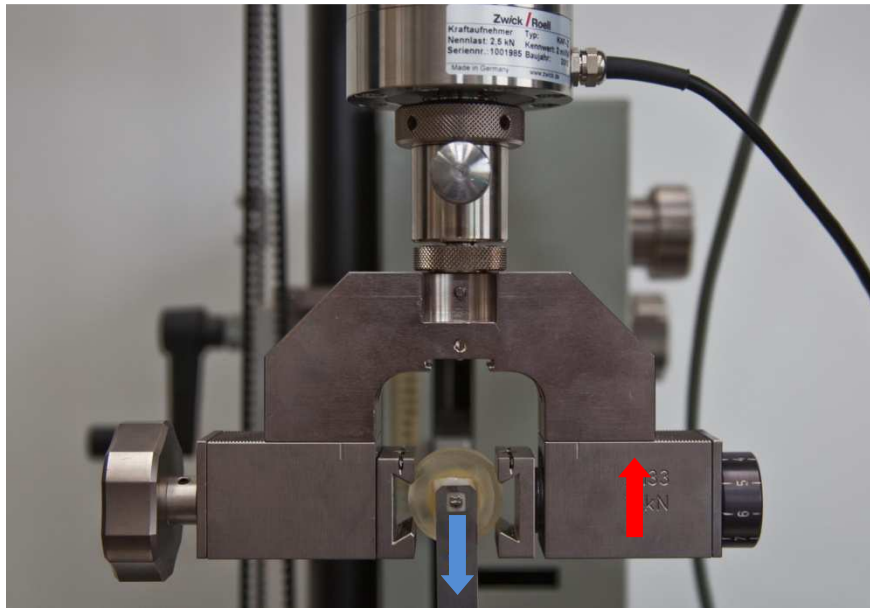


Abb. 19: Abzuscherende Probe in Universalprüfmaschine Zwick Z010 eingespannt. Der rote Pfeil markiert die Bewegungsrichtung des eingespannten Prüfkörpers (nach oben). Der blaue Pfeil markiert die Orientierung der Scherkraft (nach zervikal).

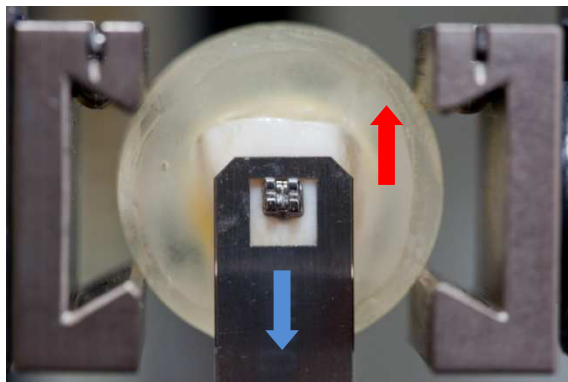


Abb. 20: Bracket auf Zahn zum Abscheren vorbereitet

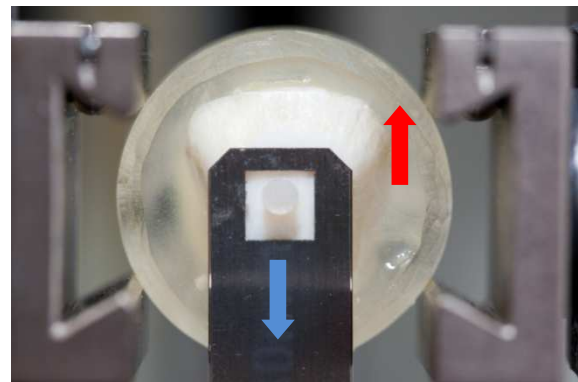


Abb. 21: Prüfkörper auf Zahn zum Abscheren vorbereitet

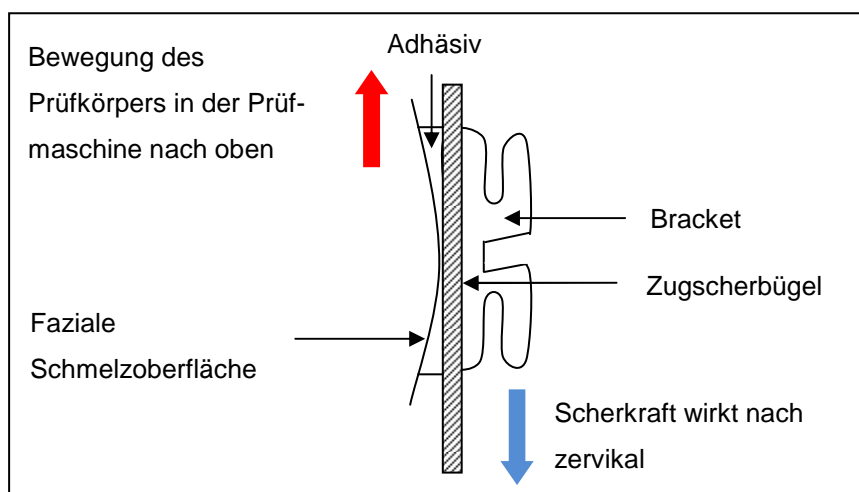


Abb. 22: Seitlicher Blick auf die Versuchsanordnung beim Abscheren eines Brackets vom Zahn (schematisch)

6.3.4 Einbetten der Brackets

DIN 13990 sieht neben der Messung der Verbundfestigkeit zwischen Zahnschmelz und Adhäsiv beziehungsweise Zahnschmelz und Bracket zusätzlich Messungen der Verbundfestigkeit zwischen Bracketbasis und Adhäsiv vor. Dazu wurden die Brackets zunächst in Aceton geschwenkt und getrocknet. Die PTFE-Einbettvorrichtungen wurden mit Silikon Isolierspray (Hager & Werken) eingesprüht. Das Spray wurde mit einem Tuch verrieben. Anschließend wurde auf der Bracketbasis eine geringe Menge Ponal Holzleim (Henkel) gleichmäßig verteilt und das Bracket mittels Bracketsetzpinzette mit der Basis nach unten in die Mitte des Bodens der PTFE-Einbettvorrichtung gesetzt. Dabei zeigte die zervikale Kante des Brackets zu der Aussparung im kegelförmigen Teil der PTFE-Einbettvorrichtung (Abb. 23 links). Nach 20 min war der Holzleim ausgehärtet. Es folgte das blasenfreie Füllen der PTFE-Einbettvorrichtung mit Technovit 4004, wobei das Mischungsverhältnis und die Bedingungen beim Aushärten denen beim Einbetten der Zähne (vgl. 6.3.3) entsprachen.

Der fertige, das Bracket enthaltende Prüfkörper wurde der PTFE-Einbettvorrichtung entnommen und der wasserlösliche Holzleim mit einem Dampfstrahlgerät entfernt (Abb. 23 rechts).

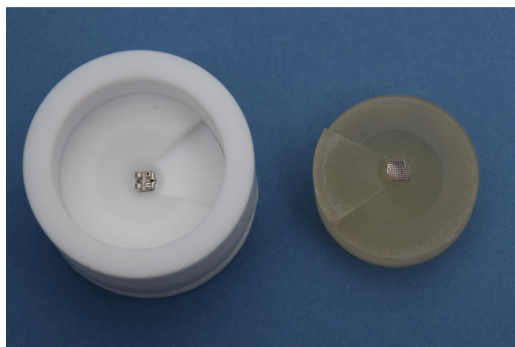


Abb. 23: Bracket vor Einbettung in PTFE-Form (links) und in Technovit 4004 eingebettetes Bracket mit freiliegender retentiver Basis nach Abstrahlen des Holzleims (rechts)

6.3.4.1 Aufbringen der Adhäsivzylinder

Die abgedampften und mit ölfreier Druckluft getrockneten Basen der eingebetteten Brackets standen bereit. Unter Verwendung einer Lupenbrille mit zweieinhalbfacher Vergrößerung wurde die Silikonscheibe mit ihrer Öffnung mittig auf die Bracketbasis gesetzt und mit der Unterlegscheibe fixiert (Abb. 24). Das Füllen der Silikonform mit dem jeweiligen Adhäsiv, die Polymerisation und die Kontrolle des entstandenen Adhäsivzylinders (Abb. 25), erfolgten analog zum Aufbringen der Adhäsivzylinder auf eingebettete Zähne (vgl. 6.3.3.1).



Abb. 24: Aufbringen eines Adhäsivzylinders auf ein eingebettetes Bracket

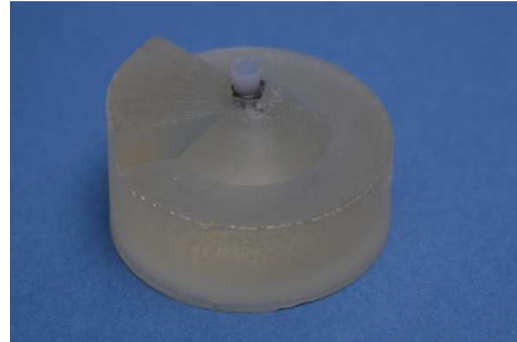


Abb. 25: Fertiger Adhäsivzylinder auf eingebettetem Bracket

6.3.4.2 Abscheren der Adhäsivzylinder

Nach der Lagerung (vgl. 6.4) der Prüfkörper erfolgte das Abscheren der Adhäsivzylinder von den eingebetteten Brackets analog zum Abscheren der Adhäsivzylinder von eingebetteten Zähnen (vgl. 6.3.3.3). Die Prüfkörper wurden so in die Universalprüfmaschine eingespannt, dass die inzisale Kante des eingebetteten Brackets nach oben zeigte und somit die Scherkraft wieder von inzisal nach zervikal wirkte; vergleiche Abbildung 22.

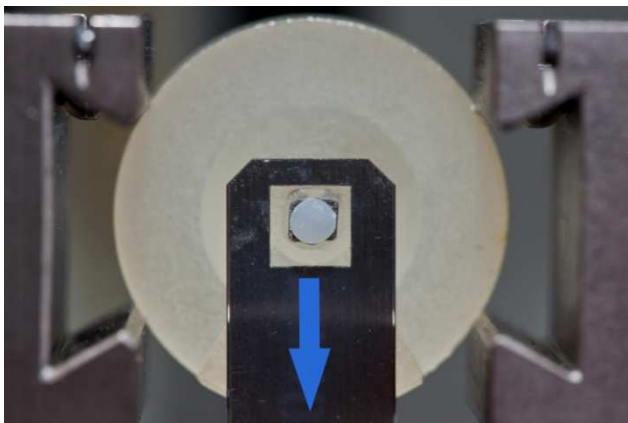


Abb. 26: Adhäsivzylinder auf einem Bracket vorbereitet zum Abscheren

6.4 Probenlagerung

Die Scherhaftfestigkeitsprüfung der Proben fand nach drei verschiedenen Lagerungsbedingungen und Lagerungszeiten statt:

- a) Lagerung bei Raumtemperatur für 15 ± 1 min nach Ende der Photopolymerisation.
- b) Lagerung im Brutschrank in Wasser nach DIN ISO 3696, Qualität 3, bei 37 ± 2 °C für 24 ± 2 h nach Ende der Photopolymerisation.
- c) Lagerung im Brutschrank in Wasser nach DIN ISO 3696, Qualität 3, bei 37 ± 2 °C für 24 ± 2 h nach Ende der Photopolymerisation und anschließendem

Thermocycling. Das Thermocycling bestand aus 500 Zyklen zwischen 5 °C und 55 °C. Die Aufenthaltsdauer der Proben betrug pro Bad 20 s bei einer Transferzeit von 5 s.

Jede Gruppe bestand aus n=10 Proben gleicher Verbundsituation, die hinsichtlich der Faktoren Konditionierungsmodus, Adhäsiv und Lagerung exakt gleich behandelt wurden.

Verbundsituationen sind: Der Einzelverbund Bracket-Adhäsiv und der Einzelverbund Schmelz-Adhäsiv sowie der Gesamtverbund Schmelz-Adhäsiv-Bracket.

6.5 Scherhaftfestigkeitsprüfung

Nach der Lagerung wurden die Adhäsivzylinder bzw. Brackets mittels einer Universalprüfmaschine (Zwick Z010, Ulm) bei einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min abgeschert. Die Kraftzufuhr stoppte bei einem Kraftabfall um 80 %. Die Bruchscherkräfte wurden über eine 2,5 kN Messdose (max. Kraft) und einen angeschlossenen PC für jede Probe aufgezeichnet. Die Bruchscherkräfte, die zum Versagen des Verbundes führten, wurden an der Prüfmaschine in Newton [N] abgelesen. Die Verbundfestigkeit in N/mm² [MPa] wurde nach der folgenden Formel berechnet:

$$R_s = \frac{F}{A}$$

R_s = Scherhaftfestigkeit in MPa (N/mm²)

F = Bruchscherkraft in N

A = Bruchfläche des Verbundes in mm²

Die Bracketbasisfläche betrug laut Hersteller 13,12 mm².

Abweichend von den Vorgaben der DIN 13990 wurde die Querschnittsfläche der Adhäsivzylinder folgendermaßen ermittelt: Aus den 3 mit der Schieblehre gemessenen Durchmessern wurde der mittlere Durchmesser d berechnet. Die Querschnittsfläche A der Adhäsivzylinder ergab sich dann als: $A = \pi \times \left(\frac{d}{2}\right)^2$

6.6 Auswertung der Bruchflächen und Klassifikation der Bruchart

Die Bruchflächen wurden unter einem Mikroskop bei 10-facher Vergrößerung untersucht. Es wurden adhäsive, kohäsive und gemischte Brüche sowie Schmelzausrisse unterschieden. Ein adhäsiver Bruch liegt an den Grenzflächen Schmelz-Adhäsiv oder Befestigungselement-Adhäsiv. Ein kohäsiver Bruch liegt im Adhäsiv bzw. im Zahnschmelz selbst^{57,58}. Um Schmelzausrisse von Brüchen im Adhäsiv zu unterscheiden, wurden Schmelzausrisse als Schmelzausrisse bezeichnet. Nur Brüche im Adhäsiv wurden als kohäsive Brüche bezeichnet. Brüche, die an der Grenzfläche Schmelz-Adhäsiv erfolgten und zusätzlich Adhäsivreste auf dem Schmelz aufwiesen, wurden als gemischte Brüche bezeichnet, da es sich hierbei um eine Mischung aus adhäsivem und kohäsivem Bruch handelt.

Differenzierung in der vorliegenden Studie:

- Adhäsiver Bruch: liegt an Grenzflächen Bracket-Adhäsiv oder Schmelz-Adhäsiv
- Kohäsiver Bruch: liegt im Adhäsiv
- Schmelzausriss: Proben, die sowohl Adhäsivreste als auch Schmelzausrisse zeigten, wurden als Schmelzausriss klassifiziert. Auch großflächige Schmelzausrisse ohne Adhäsivreste wurden als Schmelzausriss klassifiziert.
- Gemischter Bruch: Grenzflächenbruch mit Adhäsivresten auf dem Schmelz oder - bei Versuchen mit eingebetteten Brackets auf der Bracketbasis. Es handelt sich hierbei um eine Mischung aus kohäsivem und adhäsivem Bruch.

6.7 Statistische Auswertung und grafische Darstellung

Die statistische Auswertung und grafische Darstellung der Scherversuche erfolgte mit Hilfe des Statistikprogramms SPSS für Windows (Version 19.0).

Um eine Varianzanalyse durchführen zu können, müssen die ausgewerteten Daten normalverteilt sein und es muss Varianzgleichheit zwischen den verschiedenen verglichenen Gruppen bestehen. Zum Prüfen auf Normalverteilung⁸⁹ wurde der Kolmogorov-Smirnov-Test³⁷ eingesetzt. Hypothetisch wurde von einer Normalverteilung der Daten ausgegangen. Wenn normalverteilte Daten in einem Histogramm dargestellt werden, ist die Verbindungslinie der Klassenmitten glockenförmig. Alle erhobenen Daten zeigten keine Abweichungen von der Gaußschen Normalverteilungskurve, wie durch den Kolmogorov-Smirnov-Test bestätigt wurde.

Die Varianzgleichheit der verschiedenen Adhäsive wurde mit dem Levené-Test^{37,89} geprüft. Die getestete Hypothese besagte, dass alle Gruppenvarianzen gleich sind. Der Levené-Test ergab eine Irrtumswahrscheinlichkeit für den Fehler 1. Art von $p=0,85$ basierend auf dem Median. Daher wurden die Varianzen als homogen eingestuft. Die Auswertung der Versuchsergebnisse erfolgte mithilfe parametrischer Tests.

Um die Reproduzierbarkeit der Scherhaftfestigkeitsprüfungen nach DIN 13990 zu prüfen, wurden die 95 % Konfidenzintervalle^{37,89} der einzelnen Adhäsive bestimmt. Die Konfidenzintervalle dienen der Fehlerabschätzung. Die wahren oder tatsächlichen Mittelwerte liegen mit 95%iger Wahrscheinlichkeit innerhalb der geschätzten Konfidenzintervalle.

Mit der einfaktoriellen Varianzanalyse^{37,89} (ANOVA) wurden Unterschiede der Scherhaftfestigkeit unter Berücksichtigung der Einflussfaktoren Adhäsiv, Lagerung, Verbundsituation und Konditionierungsmodus untersucht. Falls die ANOVA signifikant war, wurde anschließend mit dem Scheffé-post-hoc-Test^{37,89} analysiert, zwischen welchen Gruppen signifikante Unterschiede vorlagen. Die Untersuchung der einzelnen Einflussfaktoren sollte Unterschiede zwischen den verschiedenen Adhäsiven in der jeweiligen Versuchsanordnung zeigen und so einen Vergleich der Adhäsive ermöglichen. Die Tests wurden für jeden Einflussfaktor separat vorgenommen. Dabei wurden jeweils die anderen nicht zu testenden Einflussfaktoren zusammengefasst. Um die Auswirkungen unterschiedlicher Ätzmodi auf die Scherhaftfestigkeit zu untersuchen, wurde der t-Test⁸⁹ für zwei unabhängige Stichproben durchgeführt. Box-Whisker-Plots (Abb. 27) stellen die Ergebnisse grafisch dar. Das Signifikanzniveau wurde mit $p \leq 0,05$ festgelegt. War $p \leq 0,01$, wurde der Unterschied als hoch signifikant gewertet. Unterschiede mit $p \leq 0,001$ waren höchst signifikant. Die Signifikanz wird im Folgenden durch Stern-Symbole verdeutlicht:

signifikant	$p < 0,05$	*
hoch signifikant	$p < 0,01$	**
höchst signifikant	$p < 0,001$	***

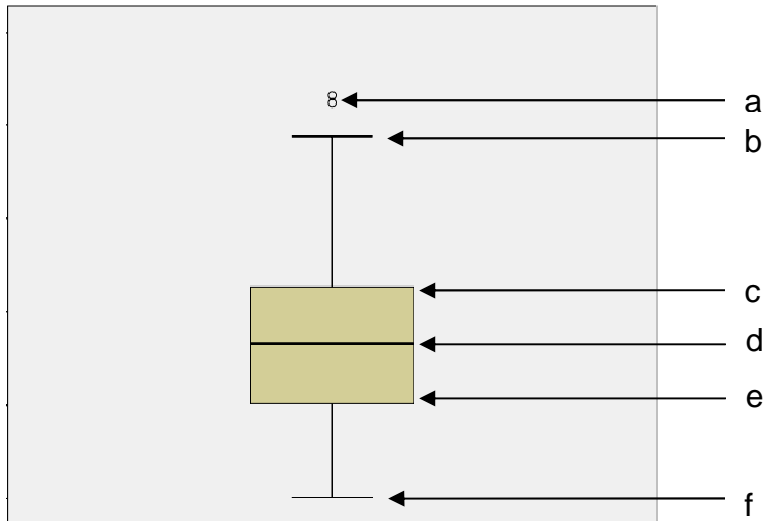


Abb. 27: Beispiel eines Box-Whisker-Plots

a = Ausreißer. Ausreißer sind Werte, die mehr als das 1,5-fache aber höchstens um das 3-fache der Boxlänge vom Median abweichen⁸⁹.

Extremwerte sind Werte, die mehr als das 3-fache der Boxlänge vom Median abweichen (in der Abbildung nicht dargestellt, da in der vorliegenden Arbeit keine Extremwerte auftraten)

b = größter Wert, der noch kein Ausreißer ist

c = 75 % Quartil

d = Median

e = 25 % Quartil

f = kleinster Wert, der noch kein Ausreißer ist

Da für den Behandler bei der Auswahl eines Adhäsivsystems neben der Höhe der erreichten Scherhaftfestigkeit auch andere Kriterien ins Gewicht fallen, wurden klinische Kriterien formuliert (Kapitel 7.5), die ein Adhäsiv erfüllen muss. Diese Kriterien wurden auf alle Adhäsive angewendet, um die Eignung der Adhäsive für die Praxis zu prüfen.

7 Ergebnisse

7.1 Reproduzierbarkeit des Verfahrens

Die Reproduzierbarkeit der Scherhaftfestigkeitsprüfungen nach DIN 13990 wurde anhand des Konfidenzintervalls der einzelnen Adhäsive beurteilt. Das 95 % Konfidenzintervall des Mittelwerts entspricht dem Bereich, in dem mit 95%iger Wahrscheinlichkeit der zu schätzende Mittelwert des Parameters liegt. Ein möglichst kleines Konfidenzintervall spricht für eine gute Reproduzierbarkeit.

jeweils n=150		Transbond XT	Transbond XT/SEP	Beauty Ortho Bond	Fuji Ortho LC
95 % Konfidenzintervall des Mittelwerts [MPa]	Untergrenze	22,13	21,16	13,48	10,54
	Obergrenze	24,54	23,37	15,38	12,66
Intervallbreite [MPa]		2,40	2,18	1,90	2,12

Tabelle 3: 95 % Konfidenzintervall der Mittelwerte der Scherhaftfestigkeiten der Adhäsive

Das 95 % Konfidenzintervall des Mittelwerts ist bei Beauty Ortho Bond mit 1,90 MPa am kleinsten (Tab. 3). Es folgen Fuji Ortho LC mit einer Intervallbreite von 2,12 MPa und Transbond XT/SEP mit 2,18 MPa Intervallbreite. Transbond XT hat eine Intervallbreite von 2,40 MPa. Die Intervallbreiten sind < 3 MPa. Damit ist die Reproduzierbarkeit der Scherfestigkeitsprüfungen in Relation zu dem Messniveau nach DIN 13990 gut.

7.2 Scherhaftfestigkeiten

7.2.1 Verbundfestigkeit in Abhängigkeit vom Adhäsiv

Abbildung 28 zeigt die Scherhaftfestigkeiten der verschiedenen Adhäsive.

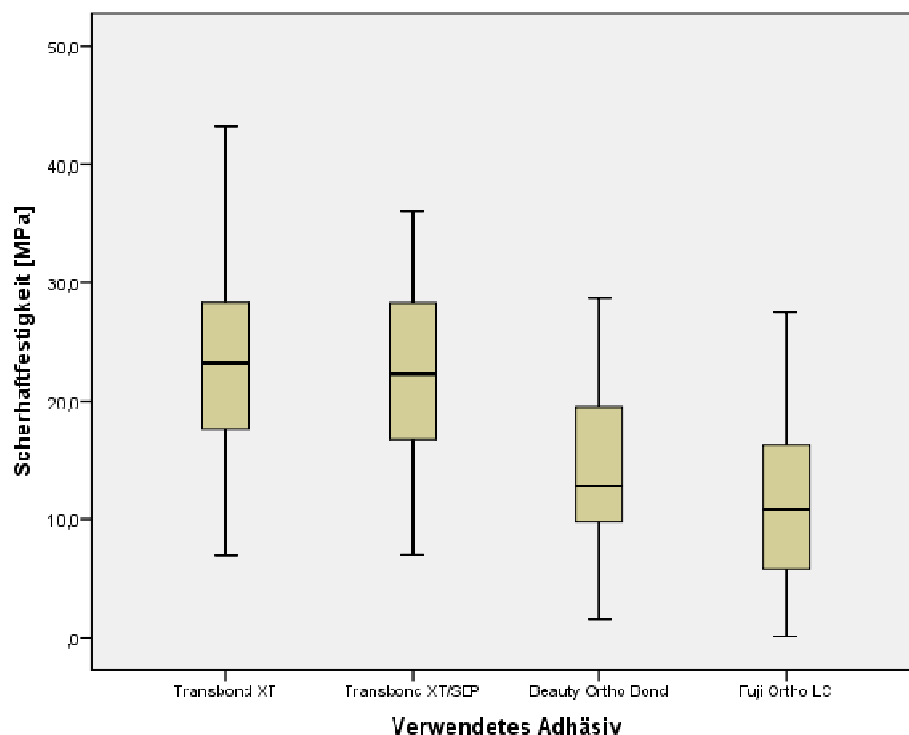


Abb. 28: Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhaftfestigkeiten der verwendeten Adhäsive; n/Gruppe=150. Die Faktoren Konditionierungsmodus, Lagerung und Verbundsituation wurden zusammengefasst.

Der Vergleich der Scherhaftfestigkeiten mit Hilfe der ANOVA und nachfolgendem Scheffé-Test zeigt, dass zwischen dem kunststoffmodifizierten Glasionomerzement Fuji Ortho LC und den lichthärtenden Kompositen Transbond XT (unabhängig vom verwendeten Primer) und Beauty Ortho Bond signifikante Unterschiede bestehen (Abb. 28, Tab. 4 und 5). Der Unterschied zwischen Fuji Ortho LC und Transbond XT ist höchst signifikant ($p < 0,0005$). Der Unterschied zwischen Fuji Ortho LC und Transbond XT/SEP ist ebenfalls höchst signifikant ($p < 0,0005$). Zwischen Fuji Ortho LC und Beauty Ortho Bond besteht ein hoch signifikanter Unterschied ($p = 0,004$). Zwischen Transbond XT und Transbond XT/SEP besteht kein signifikanter Unterschied ($p = 0,595$). Der

Medianwert beträgt für Fuji Ortho LC 10,87 MPa, für Transbond XT 23,19 MPa, für Transbond XT/SEP 22,33 MPa und für Beauty Ortho Bond 12,8 MPa.

Adhäsive	n/Gruppe	Mittelwert	Median	Standard- abweichung	Varianz	Minimum	Maximum	Spann- weite
Transbond XT	150	23,33	23,19	7,46	55,61	6,97	43,24	36,28
Transbond XT/SEP	150	22,70	22,33	6,86	47,06	7,04	36,01	28,97
Beauty Ortho Bond	150	14,43	12,81	5,88	34,61	1,52	28,75	27,23
Fuji Ortho LC	150	11,60	10,87	6,60	43,20	0,14	27,49	27,35

Tabelle 4: Scherhaftigkeiten [MPa] der Adhäsive

Adhäsive	Transbond XT	Transbond XT/SEP	Beauty Ortho Bond	Fuji Ortho LC
Transbond XT		n. s.	***	***
Transbond XT/SEP	n. s.		***	***
Beauty Ortho Bond	***	***		**
Fuji Ortho LC	***	***	**	

Tabelle 5: Signifikanzniveau der Unterschiede in der Scherhaftfestigkeit der Adhäsive laut Prüfung mittels ANOVA mit Scheffé-post-hoc-Test.

Legende Signifikanzen siehe Kapitel 6.7.

7.2.2 Verbundfestigkeit in Abhängigkeit von der Verbundsituation

Abbildung 29 zeigt die Scherhaftfestigkeiten der verschiedenen Verbundsituationen.

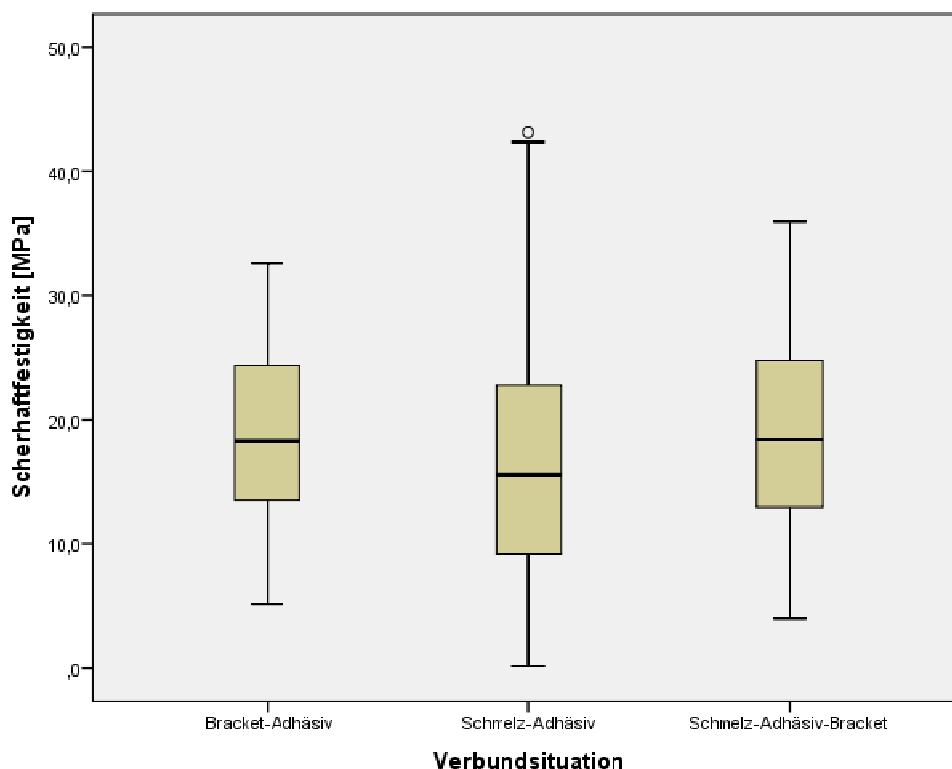


Abb. 29: Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhaftfestigkeiten für die verschiedenen untersuchten Verbundflächen unter Zusammenfassung der Faktoren Adhäsiv, Konditionierungsmodus und Lagerung. Bracket-Adhäsiv $n=120$, Schmelz-Adhäsiv $n=240$, Schmelz-Adhäsiv-Bracket $n=240$.

Der Scheffé-Test nach ANOVA der unterschiedlichen Verbundsituationen zeigt einen signifikanten Unterschied ($p=0,03$) zwischen den Einzelverbundsituationen Bracket-Adhäsiv (Medianwert 18,31 MPa) und Schmelz-Adhäsiv (Medianwert 15,50 MPa) (Tab. 7). Die Scherhaftfestigkeit des Gesamtverbunds Schmelz-Adhäsiv-Bracket (Medianwert 18,41 MPa) zeigt einen signifikanten Unterschied ($p=0,023$) zum Verbund Schmelz-Adhäsiv, jedoch nicht zum Verbund Bracket-Adhäsiv ($p=0,918$) (Abb. 29, Tab. 6 und 7).

Verbund-situation	n/Gruppe	Mittelwert	Median	Standard-abweichung	Varianz	Minimum	Maximum	Spann-weite
Bracket-Adhäsiv	120	19,05	18,31	6,83	46,60	5,10	32,56	27,47
Schmelz-Adhäsiv	240	16,58	15,50	9,53	90,85	0,14	43,24	43,11
Schmelz-Adhäsiv-Bracket	240	18,67	18,41	7,64	58,43	3,93	36,01	32,08

Tabelle 6: Scherhaftfestigkeiten [MPa] der unterschiedlichen Verbundsituationen

Verbund-situation	Bracket-Adhäsiv	Schmelz-Adhäsiv	Schmelz-Adhäsiv-Bracket
Bracket-Adhäsiv		*	n. s.
Schmelz-Adhäsiv	*		*
Schmelz-Adhäsiv-Bracket	n. s.	*	

Tabelle 7: Signifikanz der Unterschiede in der Scherhaftfestigkeit der Verbundsituationen

7.2.3 Verbundfestigkeit in Abhängigkeit von der Lagerung

Abbildung 30 zeigt die Scherhaftfestigkeiten nach unterschiedlicher Lagerung.

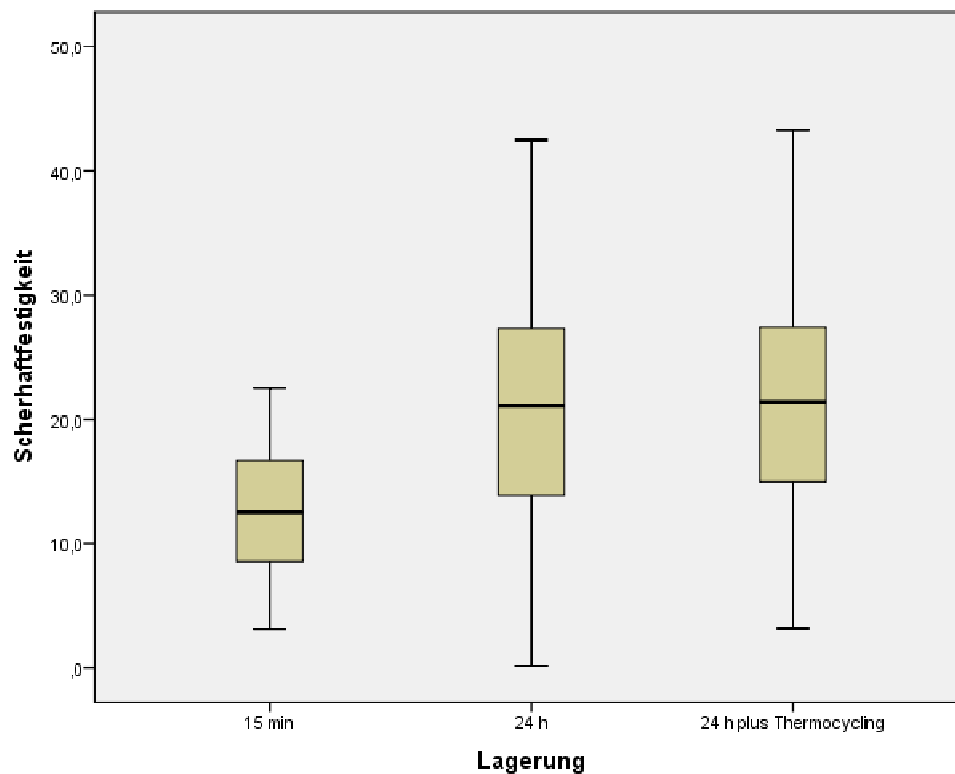


Abb. 30: Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhaftfestigkeiten nach unterschiedlicher Lagerung. Die Faktoren Adhäsiv, Konditionierungsmodus und Verbundsituation wurden zusammengefasst. 15 min / 24 h / 24 h plus Thermocycling n=200.

Der Scheffé-Test nach ANOVA zeigt einen höchst signifikanten Unterschied der Scherhaftfestigkeit zwischen 15-minütiger und 24-stündiger Probenlagerung ($p < 0,0005$) (Tab. 9). Ebenso findet sich ein höchst signifikanter Unterschied zwischen 15-minütiger und 24-stündiger Probenlagerung mit anschließendem Thermocycling ($p < 0,0005$). Nach Lagerung für 24 Stunden bewirkt anschließendes Thermocycling keinen signifikanten Unterschied in der Scherhaftfestigkeit ($p = 0,914$).

Lagerung	n/Gruppe	Mittelwert	Median	Standard- abweichung	Varianz	Minimum	Maximum	Spann- weite
15 min	200	12,36	12,50	4,92	24,23	3,05	22,51	19,46
24 h	200	20,52	21,06	8,74	76,47	0,14	42,46	42,33
24 h plus Thermo- cycling	200	20,84	21,37	8,00	63,64	3,13	43,24	40,12

Tabelle 8: Scherhaftfestigkeiten [MPa] nach unterschiedlichen Lagerungsbedingungen und -zeiträumen

Lagerung	15 min	24 h	24 h plus Thermocycling
15 min		***	***
24 h	***		n. s.
24 h plus Thermocycling	***	n. s.	

Tabelle 9: Signifikanz der Unterschiede in der Scherhaft-
festigkeit nach unterschiedlicher Lagerung

7.2.4 Verbundfestigkeit in Abhängigkeit vom Konditionierungsmodus

Abbildung 31 zeigt die Scherhafffestigkeiten bei Ätzen nach Herstellerangaben und nach verändertem Ätzmodus.

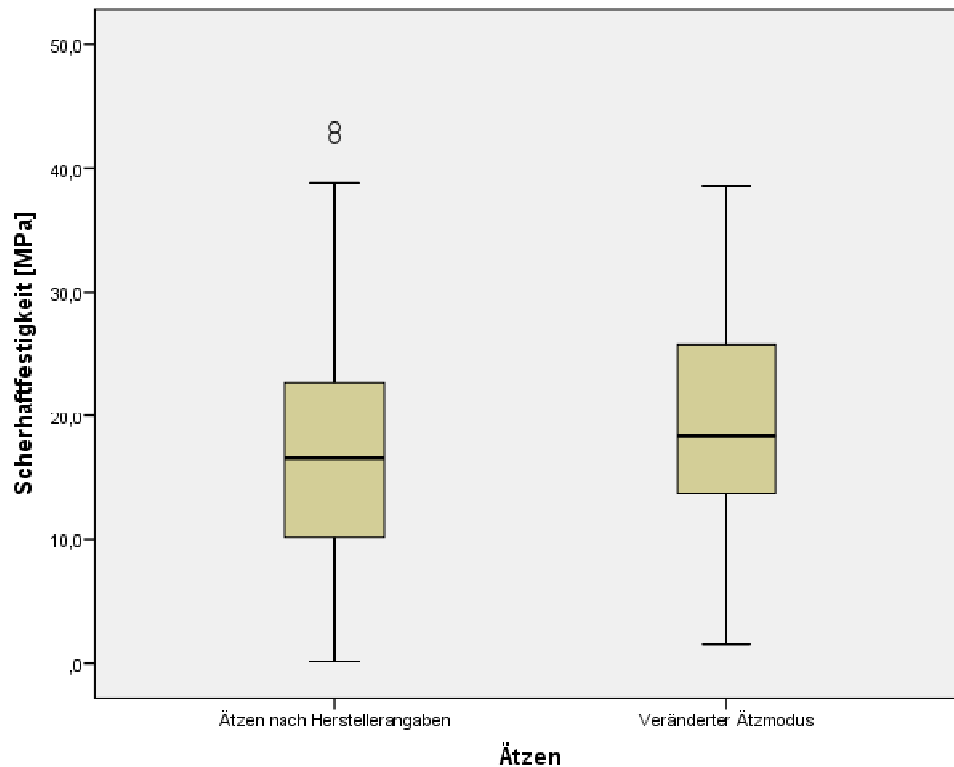


Abb. 31: Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhafffestigkeiten nach unterschiedlichen Schmelzkonditionierungen unter Zusammenfassung der Faktoren Adhäsiv, Verbundsituation und Lagerung. Ätzen nach Herstellerangaben $n=360$, veränderter Ätzmodus $n=240$.

Der t-Test für unabhängige Stichproben zeigt einen höchst signifikanten Unterschied ($p < 0,0005$) der Scherhafffestigkeiten zwischen den Gruppen, die nach Herstellerangaben konditioniert wurden und den Gruppen, bei denen der veränderte Konditionierungsmodus angewandt wurde. Der Medianwert bei Schmelzkonditionierung nach Herstellerangaben liegt bei 16,60 MPa. Bei verändertem Konditionierungsmodus beträgt der Medianwert 18,36 MPa (Abb. 31, Tab. 10).

Konditionierung	n/Gruppe	Mittelwert	Median	Standard- abweichung	Varianz	Minimum	Maximum	Spann- weite
Nach Hersteller- angaben	360	16,86	16,60	8,53	72,78	0,14	43,24	43,11
Veränderter Konditionie- rungsmodus	240	19,47	18,36	7,88	56,74	1,52	38,58	37,07

Tabelle 10: Scherhaftfestigkeiten [MPa] nach unterschiedlichem Konditionierungsmodus

7.2.5 Vergleich der Verbundfestigkeit der Adhäsive im Gesamtverbund Schmelz-Adhäsiv-Bracket in Abhängigkeit vom Konditionierungsmodus

Aus der Betrachtung der Scherhaftfestigkeitswerte des Gesamtverbundes geht Folgendes hervor: Die Scherhaftfestigkeitswerte bei Konditionierung nach Herstellerangaben gegenüber veränderter Konditionierung unterscheiden sich bei Transbond XT, Transbond XT/SEP und Beauty Ortho Bond nicht signifikant voneinander (Tab. 11). Bei Fuji Ortho LC bewirkt eine Ätzung mit 35%iger Phosphorsäure jedoch eine signifikante Erhöhung der Scherhaftfestigkeit gegenüber einer Konditionierung mit 10%iger Polyacrylsäure. Die jeweiligen Werte sind in Tabelle 18 aufgeführt.

Adhäsive	15 min	24 h	24 h plus TC
Transbond XT	n. s.	n. s.	n. s.
Transbond XT/SEP	n. s.	n. s.	n. s.
Beauty Ortho Bond	n. s.	n. s.	n. s.
Fuji Ortho LC	*	*	*

Tabelle 11: Signifikante Unterschiede der Scherhaftfestigkeit des Gesamtverbundes der Adhäsive bei Konditionierung nach Herstellerangaben gegenüber verändertem Konditionierungsmodus (Tab. 1, S. 20). Einteilung nach der Lagerungszeit zwischen Probenherstellung und Abscheren des Brackets (15 min, 24 h, 24 h plus TC). TC=Thermocycling

Zusammenfassend lässt sich feststellen:

- Die gemessenen Scherfestigkeiten des kunststoffmodifizierten Glasionomerzements Fuji Ortho LC sind signifikant geringer als die Scherfestigkeiten der untersuchten lichthärtenden Komposite. Die höchsten Scherhaftfestigkeiten wurden mit Transbond XT erzielt. Dabei spielt es keine Rolle, ob die Konditionierung auf herkömmliche Art und Weise oder mit dem Self Etching Primer erfolgt. Mit Beauty Ortho Bond wurden geringere Scherhaftfestigkeiten erzielt als mit Transbond XT. Die geringsten Scherhaftfestigkeiten erreichte Fuji Ortho LC (Abb. 28, Tab. 4 und 5)
- Die Scherhaftfestigkeiten der unterschiedlichen Verbundsituationen differierten (Abb. 29, Tab. 6 und 7). Kliniker sollten daher ihr Augenmerk auf die Ergebnisse des Gesamtverbunds lenken.
- Nach Lagerung für 15 min wurden signifikant geringere Scherhaftfestigkeiten erreicht, als nach 24 h. In der Praxis ist daher das Risiko für einen unbeabsichtigten Bracketverlust bei frisch applizierten Brackets am höchsten (Abb. 30, Tab. 8 und 9).
- Thermocycling bewirkte keinen signifikanten Unterschied der Scherhaftfestigkeit (Abb. 30, Tab. 8 und 9).
- Insgesamt führte aggressiveres Konditionieren zu signifikant höheren Scherhaftfestigkeiten als Konditionieren nach Herstellerangaben (Tab. 10).

Für den Kliniker stellt die Untersuchung des Gesamtverbundes bei Konditionierung nach Herstellerangaben eine wesentliche Größe dar. Daher wurden die Mittelwerte der Scherhaftfestigkeiten des Gesamtverbunds bei Konditionieren nach Herstellerangaben und Lagerung für 15 min und 24 h ohne Thermocycling mittels ANOVA und nachfolgendem Scheffé-Test untersucht. Die Werte der Scherhaftfestigkeiten sind in Tabelle 18 zusammengefasst.

Nach Lagerung für 15 min ergab sich zwischen Transbond XT (MW \pm SD: 16,4 \pm 5,3 MPa) und Beauty Ortho Bond (MW \pm SD: 7,4 \pm 2,2 MPa) ein signifikanter Unterschied ($p=0,049$). Zwischen Transbond XT und Fuji Ortho LC (MW \pm SD: 5,3 \pm

0,6 MPa) ist der Unterschied hoch signifikant ($p=0,002$). Zwischen Transbond XT und Transbond XT/SEP (MW \pm SD: 16,1 \pm 4,1 MPa) besteht kein signifikanter Unterschied ($p=1,0$) (Tab. 12).

	Beauty Ortho Bond	Fuji Ortho LC	Transbond XT/SEP
Transbond XT	*	**	n. s.

Tabelle 12: Signifikanzniveau der Unterschiede in der Scherhafffestigkeit des Gesamtverbundes nach 15 min Lagerung bei Konditionierung nach Herstellerangaben

Die Scherhafffestigkeiten betragen bei Lagerung in Wasser für 24 h für Transbond XT 25,6 \pm 5,1 MPa, für Transbond XT/SEP 23,5 \pm 4,7 MPa, für Beauty Ortho Bond 14,2 \pm 3,1 MPa und für Fuji Ortho LC 12,0 \pm 5,0 MPa. Der Scheffé-Test nach ANOVA zeigt einen hoch signifikanten Unterschied der Scherhafffestigkeiten zwischen Transbond XT und Beauty Ortho Bond ($p=0,002$) sowie einen höchst signifikanten Unterschied zwischen Transbond XT und Fuji Ortho LC ($p<0,0005$). Zwischen Transbond XT und Transbond XT/SEP besteht kein signifikanter Unterschied ($p=1,0$) (Tab. 13).

	Beauty Ortho Bond	Fuji Ortho LC	Transbond XT/SEP
Transbond XT	*	***	n. s.

Tabelle 13: Signifikanz der Unterschiede in der Scherhafffestigkeit des Gesamtverbundes nach 24 h Lagerung ohne Thermocycling bei Konditionierung nach Herstellerangaben

7.3 Schmelzausrisse

Die Beurteilung der Bruchflächen erfolgte gemäß der Vorgaben von DIN 13990-1/-2 (Stand 2008). Die Norm sieht eine Einteilung in adhäsive Brüche (Brüche, die an den Grenzflächen Bracket-Adhäsiv oder Schmelz-Adhäsiv liegen) und kohäsive Brüche (Brüche, die im Adhäsiv oder Schmelz liegen) vor. Weiterhin sieht DIN 13990 vor, den Anteil kohäsiver Brüche in % anzugeben.

In der vorliegenden Studie wurden die Bruchflächen mit 10-facher Vergrößerung betrachtet und klassifiziert (vgl. 6.6 Auswertung der Bruchflächen).

Ein kohäsiver Bruch, der ausschließlich im Adhäsiv verläuft, trat bei dieser Untersuchung nie auf. Die theoretische Möglichkeit eines kohäsiven Bruches wird daher in den Tabellen 14-17 nicht aufgeführt.

7.3.1 Schmelzausrisse der einzelnen Adhäsive

Die Tabellen 14a und 14b zeigen die Anzahl der Schmelzausrisse der Adhäsive unterteilt nach Lagerung und Verbund. Tabelle 14a zeigt die Anzahl der Schmelzausrisse bei Konditionierung nach Herstellerangaben. Tabelle 14b zeigt die Anzahl Schmelzausrisse bei verändertem Konditionierungsmodus.

Konditionierung nach Herstellerangaben

Lagerung	15 min		24 h		24 h + TC	
	SA	SAB	SA	SAB	SA	SAB
Transbond XT	0	0	6 (33,2 ± 6,4)	1 (25,6 ± 5,1)	0	0
Transbond XT/SEP	0	0	2 (22,1 ± 6,6)	0	0	0
Beauty Ortho Bond	0	0	0	0	0	0
Fuji Ortho LC	0	0	0	0	0	0

Tabelle 14a

Veränderter Konditionierungsmodus

Lagerung	15 min		24 h		24 h + TC	
	SA	SAB	SA	SAB	SA	SAB
Transbond XT	0	0	5 (31,3 ± 6,6)	1 (25,0 ± 3,7)	2 (21,8 ± 3,1)	2 (24,9 ± 7,3)
Transbond XT/SEP	0	0	5 (29,1 ± 3,0)	0	2 (29,5 ± 4,4)	0
Beauty Ortho Bond	0	0	0	0	0	0
Fuji Ortho LC	0	0	0	0	0	2 (18,8 ± 6,5)

Tabelle 14b

Tabellen 14a und b: Anzahl der Schmelzausrisse mit den Adhäsiven Transbond XT, Transbond XT/SEP, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC nach Lagerung für 15 min, 24 h und 24 h + Thermocycling (TC) unterteilt nach den Verbundsituationen Schmelz-Adhäsiv (SA) und Schmelz-Adhäsiv-Bracket (SAB). In Klammern Mittelwert und Standardabweichung der jeweiligen Serie in MPa. Konditionierungsmodus siehe Tab. 1, S. 20.

Die Anzahl der Schmelzausrisse war am höchsten bei Transbond XT (insgesamt 17), gefolgt von Transbond XT/SEP (insgesamt 9). Bei Fuji Ortho LC kam es zu zwei Schmelzausrissen. Bei Beauty Ortho Bond traten keine Schmelzausrisse auf.

7.3.2 Frakturmuster nach unterschiedlicher Lagerung

Tabelle 15 zeigt die Frakturmuster aller Proben unterteilt nach der Lagerung.

Lagerung		Frakturmuster			n
		adhäsiv	Schmelzausriss	gemischt	
15 min	Anzahl Angabe in %	190 95,0 %	0 0,0 %	10 5,0 %	200 100,0 %
24 h	Anzahl Angabe in %	173 86,5 %	20 10,0 %	7 3,5 %	200 100,0 %
24 h plus Thermocycling	Anzahl Angabe in %	191 95,5 %	8 4,0 %	1 0,5 %	200 100,0 %
Probengesamtheit	Anzahl Angabe in %	554 92,3 %	28 4,7 %	18 3,0 %	600 100,0 %

Tabelle 15: Frakturmuster nach unterschiedlicher Lagerung

Nach 15-minütiger Lagerung traten keine Schmelzausrisse auf. Die Zahl der Schmelzausrisse war nach 24-stündiger Lagerung mit anschließendem Thermocycling geringer ($n=8$; 4 %) als nach 24 Stunden ohne Thermocycling ($n=20$; 10 %). Der Anteil adhäsiver Brüche betrug nach Lagerung für 24 Stunden mit Thermocycling 95,5 %. Fast gleich hoch war der Anteil adhäsiver Brüche nach 15 Minuten (95,0 %). Nach 24 Stunden betrug er 86,5 % (Tab. 15).

7.3.3 Frakturmuster nach unterschiedlicher Konditionierung

Tabelle 16 zeigt die Frakturmuster aller Proben bei der Konditionierung nach Herstellerangaben und bei verändertem Konditionieren.

Konditionierung		Frakturmuster			n
		adhäsiv	Schmelzausriss	gemischt	
nach Herstellerangaben	Anzahl Anzahl in %	343 92,7 %	9 2,4 %	18 4,9%	370 100,0 %
veränderter Konditionierungsmodus	Anzahl Anzahl in %	211 91,7 %	19 8,3 %	0 0,0 %	230 100,0 %
Probengesamtheit		554 92,3 %	28 4,7 %	18 3,0 %	600 100,0 %

Tabelle 16: Frakturmuster nach unterschiedlicher Konditionierung (Konditionierung: siehe Tab. 1, S. 20)

Der Anteil der Schmelzausrisse lag nach verändertem Konditionierungsmodus mit 8,3 % deutlich höher als bei Konditionierung nach Herstellerangaben (2,4 %). Der Anteil der adhäsiven Brüche war in beiden Gruppen ähnlich. Er betrug bei Konditionierung nach Herstellerangaben 92,7 %, im Gegensatz zu 91,7 % bei verändertem Konditionierungsmodus (Tab. 16).

7.4 Zusammenhang zwischen Scherhafffestigkeit und Schmelzausrissen

Abbildung 32 zeigt die Scherhafffestigkeiten, die bei Proben mit Schmelzausrissen erreicht wurden, als Box-Whisker-Plot-Darstellung.

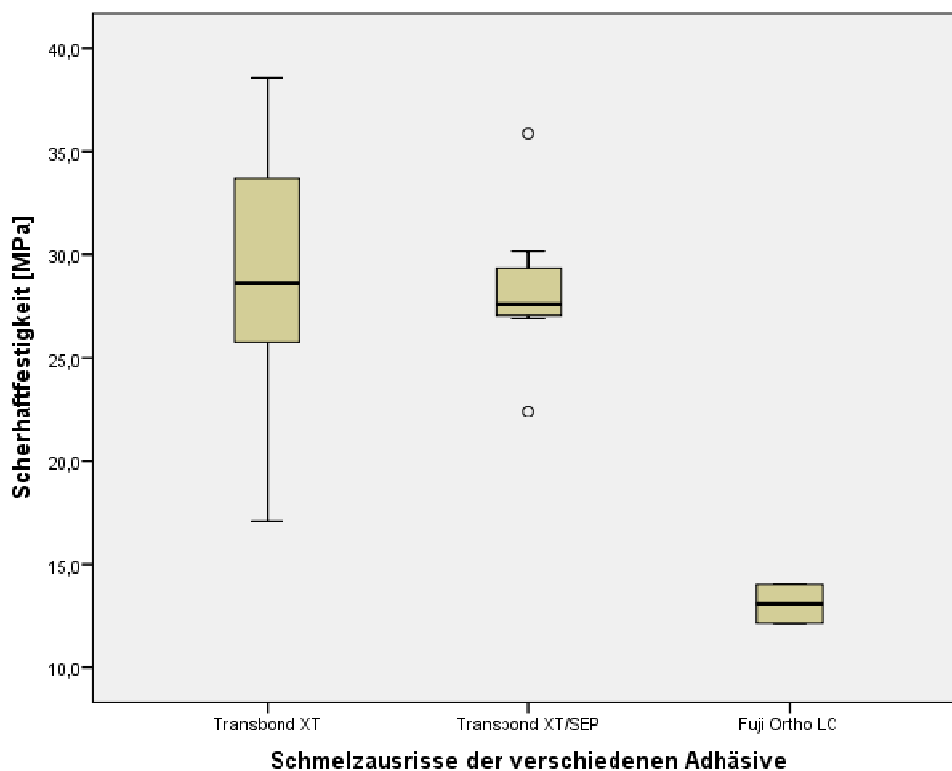


Abb. 32: Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhafffestigkeiten, die bei Proben mit Schmelzausrissen erreicht wurden. Transbond XT n = 17, Transbond XT/SEP n = 9, Fuji Ortho LC n = 2.

Bei Beauty Ortho Bond traten keine Schmelzausrisse auf, die maximal erreichte Scherhafffestigkeit bei einer Einzelmessung betrug 28,75 MPa (siehe Tabelle 4). Bei Transbond XT traten ab einer Scherhafffestigkeit von 17,12 MPa Schmelzausrisse auf. Der niedrigste Scherhafffestigkeitswert, der bei Transbond XT/SEP einen Schmelzausriss nach sich zog, lag bei 22,43 MPa. Bei Fuji Ortho LC war bei einer Scherhafffestigkeit von 12,19 MPa ein Schmelzausriss zu verzeichnen (Abb. 32).

Eine Übersicht über die Scherhafffestigkeiten der einzelnen Adhäsive beim Auftreten von Schmelzausrissen bietet Tabelle 17.

Adhäsive	n/Gruppe	Mittelwert	Median	Standard- abweichung	Varianz	Minimum	Maximum	Spann- weite
Transbond XT	17	29,28	28,64	6,10	36,92	17,12	38,58	21,46
Transbond XT/SEP	9	28,44	27,63	3,56	12,70	22,43	35,86	13,42
Beauty Ortho Bond	0	Keine Schmelzausrisse						
Fuji Ortho LC	2	13,11	13,11	1,30	1,7	12,19	14,03	1,83

Tabelle 17: Scherhafffestigkeit der einzelnen Adhäsive beim Auftreten von Schmelzausrissen

7.5 Bewertung der Ergebnisse anhand klinischer Kriterien

Die Ergebnisse dieser Arbeit sollen unter anderem praktisch tätigen Kieferorthopäden den Vergleich der hier untersuchten Adhäsivsysteme ermöglichen und die Entscheidung beim Kauf eines Adhäsivsystems erleichtern. Um die Adhäsive hinsichtlich ihrer Tauglichkeit in der Praxis einzuschätzen, wurden klinische Kriterien formuliert.

Diese Kriterien lauten wie folgt:

- Die Scherhafffestigkeit jeder Einzelmessung soll mindestens 7 MPa betragen.
- Schmelzausrisse sollen nicht auftreten.
- Der Bruch soll an der Schmelz-Adhäsiv-Grenze verlaufen.
- Nach dem Abscheren sollen keine deutlichen Adhäsivreste auf dem Schmelz zurückbleiben.

Diese Kriterien wurden auf alle 60 Versuchskonstellationen angewendet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 18 zusammengefasst.

Bei der Betrachtung und Bewertung von Tabelle 18 darf allerdings nicht außer Acht gelassen werden, in welcher Versuchsanordnung Scherhafffestigkeiten, Schmelzausrisse und Adhäsivreste entstanden. Für den Kliniker stellen die Ergebnisse des Gesamtverbundes bei Ätzen nach Herstellerangaben eine wesentliche Größe dar. Diese sind daher in Tabelle 18 fett gedruckt. Bei ausschließlicher Betrachtung der Messungen des Gesamtverbunds bei Ätzen nach Herstellerangaben erfüllten Beauty Ortho Bond und Transbond XT/SEP alle Kriterien und schnitten somit am besten ab. Es folgte Transbond XT, hier war ein Schmelzausriss zu verzeichnen. Fuji Ortho LC erreichte nach 15-minütiger Lagerung nicht die geforderte Scherhafffestigkeit.

Adhäsiv	Verbund	Konditionierung	Scherhaftfestigkeit [MPa] 15 min MW ± SD	Scherhaftfestigkeit [MPa] 24 h MW ± SD	Scherhaftfestigkeit [MPa] 24 h + TC MW ± SD
Transbond XT	SA	H	13,1 ± 2,3	33,2 ± 6,4 (6)	30,0 ± 6,2
		A	17,7 ± 1,5	31,3 ± 6,6 (5)	21,8 ± 3,1 (2)
	SAB	BA	15,9 ± 2,5 (5)	25,4 ± 3,7 (2)	28,1 ± 1,9
		H	16,4 ± 5,3	25,6 ± 5,1 (1)	24,3 ± 6,9
		A	17,3 ± 2,9	25,0 ± 3,7 (1)	24,9 ± 7,3 (2)
Transbond XT/SEP	SA	H	11,6 ± 3,4	22,1 ± 6,6 (2)	19,6 ± 5,4
		A	16,0 ± 1,5	29,1 ± 3,0 (5)	29,5 ± 4,4 (2)
	SAB	BA	15,9 ± 2,5 (5)	25,4 ± 3,7 (2)	28,1 ± 1,9
		H	16,1 ± 4,1	23,5 ± 4,7	22,8 ± 3,4
		A	17,8 ± 1,7	27,5 ± 3,9	29,1 ± 6,4
Beauty Ortho Bond	SA	H	9,6 ± 1,7	17,3 ± 4,3	8,6 ± 2,3
		A	10,2 ± 2,0	9,5 ± 4,4	18,2 ± 3,6
	SAB	BA	13,3 ± 1,4	10,9 ± 2,4	21,4 ± 1,0
		H	7,4 ± 2,2	14,2 ± 3,1	20,9 ± 5,4
		A	13,7 ± 2,9	20,6 ± 4,3	20,6 ± 6,4
Fuji Ortho LC	SA	H	3,7 ± 0,4	3,3 ± 2,5	8,2 ± 3,0
		A	6,2 ± 0,7	14,8 ± 3,6	13,5 ± 4,6
	SAB	BA	8,1 ± 1,8	17,4 ± 1,2 (3)	18,7 ± 2,9 (1)
		H	5,3 ± 0,6	12,0 ± 5,0	9,8 ± 3,7
		A	12,0 ± 2,1	22,3 ± 4,4	18,8 ± 6,5 (2)

Tabelle 18: Scherhaftfestigkeiten der verschiedenen Adhäsive in MPa. MW = Mittelwert, SD = Standardabweichung, TC = Thermocycling, n/Gruppe =10.

SA = Schmelz-Adhäsiv

BA = Bracket-Adhäsiv

SAB = Schmelz-Adhäsiv-Bracket

H = Konditionierung nach Herstellerangaben

A = Aggressiverer (veränderter) Konditionierungsmodus

rote Zahl = Scherhaftfestigkeit <7 MPa

rote Zahl in Klammern = Anzahl der Proben mit Schmelzausrissen innerhalb der betreffenden Gruppe

blaue Zahl in Klammern = Anzahl der Proben mit deutlichen Adhäsivresten innerhalb der betreffenden Gruppe

fett: Werte des Gesamtverbundes bei Konditionierung nach Herstellerangaben

8 Diskussion

8.1 Diskussion der Aufgabenstellung

Die Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente wurde bereits in vielen Untersuchungen geprüft. Zahlreiche^{16,23,33,79,173}, zum Teil widersprüchliche Ergebnisse sind das Resultat der mangelhaften Vergleichbarkeit der jeweiligen Studien.

Die vorliegende Untersuchung sollte klären, inwieweit DIN 13990-1/-2^{57,58} ein geeignetes Verfahren zur Prüfung der Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente darstellt. DIN 13990-1/-2 wurde von Kieferorthopäden und Herstellern von Adhäsiven und Brackets gemeinsam erarbeitet, mit der Intention, jeder Institution, die die Scherhaftfestigkeit eines Adhäsivs testen möchte, ein standardisiertes Prüfverfahren zu offerieren. Mit Hilfe der Norm soll jedes Institut in der Lage sein, unabhängige Prüfungen durchzuführen. Durch die Prüfung der Scherhaftfestigkeit nach DIN 13990-1/-2 sollte das Problem der eingeschränkten Vergleichbarkeit von Ergebnissen, die Resultate unterschiedlicher Prüfverfahren sind, gelöst werden.

In dieser Studie sollte die Anwenderfreundlichkeit von DIN 13990-1/-2 beurteilt werden. Neben der Befähigung des Anwenders der Norm zur Durchführung der Prüfungen durch praxisorientierte Normvorgaben, muss ein solches Prüfverfahren reproduzierbare Ergebnisse liefern. Ein detailliertes, standardisiertes Prüfprotokoll bildet die Grundlage reproduzierbarer Messergebnisse und gewährleistet die Vergleichbarkeit von Resultaten verschiedener Untersucher. Unvollständige Prüfprotokolle, die keine präzise Reproduktion von Resultaten ermöglichen, wurden bereits von einer Vielzahl von Autoren beklagt^{9,31,32,66,74,75,149,179}.

Um die Frage der Reproduzierbarkeit zu beantworten, wurden in dieser Studie die Scherhaftfestigkeiten vier verschiedener Adhäsive nach den Vorgaben von DIN 13990-1/-2 bestimmt. Dabei wurden alle Verbundsituationen und Prüfbedingungen durchlaufen, die die Norm benennt. Die Reproduzierbarkeit wurde anhand des Konfidenzintervalls beurteilt.

Die Scherhaftfestigkeit von Transbond XT^{23,24,33,50,136,138,158,187}, Transbond XT/SEP^{158,187}, Beauty Ortho Bond^{158,187} und Fuji Ortho LC^{16,33,120,136,138} wurde bereits in mehreren

Studien untersucht, die zu unterschiedlichen Scherfestigkeitswerten kamen. Die Ursache für die sich unterscheidenden Werte liegt möglicherweise in den verschiedenen Prüfverfahren und Prüfeinrichtungen. Durch die Auswahl der Adhäsive Transbond XT, Transbond XT/SEP, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC sollten dem Anwender Ergebnisse bewährter und bekannter Produkte an die Hand gegeben werden, für die in der Literatur bereits Daten vorliegen.

Ein weiteres Ziel der Studie war es, die Scherhaftfestigkeit der verwendeten Adhäsive nach unterschiedlichen Konditionierungsregimen zu untersuchen. Es stellte sich die Frage, ob Konditionieren nach Herstellerangaben zu ausreichend hohen Scherhaftfestigkeitswerten führt. In der Literatur wird die Häufigkeit eines vorzeitigen Bracketverlusts mit 0,6 % bis 11,9 % angegeben^{64,70,160,167}. Die weite Spanne ist bedingt durch unterschiedliche Materialien, Patienten, Studiendesigns und Beobachtungszeiträume. Um Unterschiede in der Scherhaftfestigkeit in Abhängigkeit vom angewendeten Konditionierungsregime zu verifizieren, wurde zunächst jedes Adhäsiv mit Konditionierung nach Herstellerangaben verarbeitet und anschließend die Scherhaftfestigkeit bestimmt. In einer zweiten Messserie jedes Adhäsivs wurde der Schmelz entweder zweimal nacheinander konditioniert oder ein höher konzentriertes Konditionierungsmittel verwendet. Anstelle von Polyacrylsäure wurde Phosphorsäure eingesetzt. Es war die Frage zu beantworten, ob aggressiveres Konditionieren zu höheren Scherhaftfestigkeitswerten führt.

Weiterhin sollte geklärt werden, ob höhere Scherhaftfestigkeiten vermehrt Schmelzausrisse bei der Bracketentfernung nach sich ziehen. Keine Variationen gab es beim verwendeten Bracket.

8.2 Diskussion der untersuchten Materialien

DIN 13990-1/-2^{57,58} erlaubt sowohl menschliche als auch bovine Zähne zu verwenden. Sofern menschliche Zähne benutzt werden, sollte es sich um nicht durchgebrochene, chirurgisch entfernte dritte Molaren von Patienten im Alter zwischen 16 und 40 Jahren handeln. Nicht durchgebrochene dritte Molaren waren dem Mundhöhlenmilieu noch nicht ausgesetzt, sie haben daher eine intakte Schmelzoberfläche sofern sie bei der operativen Entfernung nicht beschädigt worden sind. Da dritte Molaren häufig auch aus prophylaktischen Gründen entfernt werden⁴⁹, stehen sie in größerer Anzahl für Versuche zur Verfügung als Inzisivi, Prämolaren oder Molaren.

Für Scherhaftfestigkeitsprüfungen mit Rinderzähnen sollen permanente, durchgebrochene Unterkieferschneidezähne von zwei bis fünf Jahre alten Tieren verwendet werden. Die Altersvorgabe der Rinder in DIN 13990 ist vermutlich auf die Zahnentwicklung beim Rind zurückzuführen. Der Zahnwechsel beginnt beim Rind mit eineinhalb Jahren mit dem zentralen Inzisivus¹¹⁶. Mit zirka 4 Jahren ist mit dem Durchbruch der Eckzähne der Zahnwechsel beendet¹¹⁶. Bei den Molaren findet kein Zahnwechsel statt. Durch den Mahlvorgang beim Kauen abradieren die Inzisalkanten der Schneidezähne. Mit 7-8 Jahren ist die Abrasion bereits auf der halben Lingualfläche sichtbar¹¹⁶. Die laut DIN 13990 zu verwendenden Zähne sind somit relativ frisch durchgebrochene permanente Zähne, frei von altersbedingten Abrasionen und meist noch kariesfrei. Bei der Sortierung der Zähne ist Fachkompetenz erforderlich, da Zähne der ersten Dentition von Zähnen der zweiten Dentition unterschieden werden müssen. Für Rinderzähne und menschliche Zähne gilt, dass die Klebefläche der Zähne mindestens doppelt so groß sein sollte, wie die Querschnittsfläche der Adhäsivzylinder. Weiterhin sollte die Klebefläche möglichst plan (Krümmungsradius $R \geq 12,5$ mm) und glatt sein^{57,58}. In der hier vorliegenden Studie wurden aufgrund der einfacheren Beschaffung Rinderzähne verwendet. Dass die Verwendung von Rinderzähnen als Alternative zu menschlichen Zähnen möglich ist, wurde in zahlreichen Studien bestätigt^{77,105,117,128,144}, u. a. m. Sfondrini et al.¹⁵⁹ untersuchten Unterschiede der Scherfestigkeit bei der Verwendung von nicht permanenten und permanenten Rinderzähnen und stellten bei Rinderzähnen der ersten Dentition signifikant geringere Scherfestigkeiten fest. Zum gegenteiligen Ergebnis kamen Oesterle et al.¹³⁴, die bei Rinderzähnen der ersten Dentition höhere Scherfestigkeiten erzielten als bei permanenten Rinderzähnen. Reis et al.¹⁴⁴ untersuchten neben menschlichen Zähnen und Rinderzähnen auch die Verwendung von porcinen Zähnen. Die Scherfestigkeiten der porcinen Zähne unterschieden sich nicht signifikant von den Scherfestigkeiten, die mit Rinderzähnen und menschlichen Zähnen erreicht wurden. Das ist erstaunlich, da sich die Schmelzstruktur der Schweinezähne mikromorphologisch deutlich von der Schmelzstruktur von menschlichen Zähnen und Rinderzähnen unterscheidet¹⁴⁴.

Der Unterkiefer von Rindern gehört nicht zu dem so genannten spezifizierten Risikomaterial, das nach der Schlachtung gesondert entsorgt werden muss. Gemäß Verordnung (EG) Nr. 999/2001 des Europäischen Parlaments und des Rates gelten als spezifiziertes Risikomaterial Organe und Körperteile, die bei einer Infektion mit BSE die

Erreger (Prionen) enthalten⁶⁹. Zu den spezifischen Risikomaterialien gehören bei Rindern aller Altersklassen die Tonsillen und der gesamte Darm vom Duodenum bis zum Rektum einschließlich des Mesenteriums. Zusätzlich gehört bei über 12 Monate alten Rindern der Schädel mit Hirn, Augen und Rückenmark und bei über 30 Monate alten Rindern die Wirbelsäule einschließlich der Spinalganglien zu den spezifischen Risikomaterialien.

Prinzipiell können für Untersuchungen an Rinderzähnen also bezüglich eines möglichen Infektionsrisikos alle Zähne des Unterkiefers verwendet werden. Der Umgang mit den Pulpen stellt kein Infektionsrisiko dar. Molaren und Prämolaren unterscheiden sich in ihrem mikroskopischen und makroskopischen Aufbau jedoch stark von menschlichen Zähnen¹¹⁶. Daher ist die Verwendung von Schneidezähnen sinnvoll.

Die Zahnkronen wurden in der vorliegenden Studie gemäß DIN 13990-1/-2 von Blut und anhängendem Weichgewebe befreit und für 14 Tage in 0,5%iger Chloramin-T-Lösung bei Raumtemperatur aufbewahrt. Hierbei ist anzumerken, dass DIN 13990-1/-2 den Lagerungszeitraum der Zähne in 0,5%iger Chloramin-T-Lösung nicht genau festlegt, sondern als Mindestlagerungszeit eine Woche vorsieht. Nach Ablauf der 14 Tage in Chloramin T wurden die Zähne gemäß Normvorgaben bis zur Prüfung in Wasser nach DIN ISO 3696 der Qualität 3 im Kühlschrank bei $4\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ gelagert. Die Lagerung von Zähnen in Chloramin T wurde auch von anderen Autoren bei In-vitro-Untersuchungen der Scherhafffestigkeit angewendet^{72,92,122}. Auch eine Lagerung in 1%iger^{11,96} und 10%iger Chloramin-T-Lösung⁹⁶ wurde beschrieben.

In einer Vielzahl von In-vitro-Studien wurden Zähne in 0,1-^{1,18,19,20,21,24,23,46, 67,91}, 0,2-²⁵ oder 10%iger¹⁷⁵ Thymollösung gelagert. Fowler et al.⁷⁷ sowie Owens und Miller¹³⁶ verwendeten 10%ige Formalinlösung. Weiterhin wurden Zähne in destilliertem Wasser^{2,33,41,45,68,106,141}, physiologischer Kochsalzlösung^{3,106,117}, Ethanollösung⁸¹, 2%iger Glutaraldehydlösung¹⁰⁶ und Natriumhypochloritlösung¹⁰⁶ gelagert. Verschiedene Autoren^{106,96,83,63} untersuchten den Einfluss des Lagerungsmediums auf die Scherhafffestigkeit und konstatierten übereinstimmend Unterschiede der Scherhafffestigkeit nach Lagerung der Zähne in verschiedenen Medien. Die Studie von Lee et al.¹⁰⁶ stammt aus dem Bereich der konservierenden Zahnheilkunde. Die Scherhafffestigkeiten der Verbundsituation Dentin-Adhäsiv-Komposit wurden gemessen. Die Autoren lagerten jeweils 30 Rinderinzisivi für 60 Tage bei 37 °C in sechs

verschiedenen Lagerungsmedien: Destilliertem Wasser, physiologischer Kochsalzlösung, 0,5%iger Chloramin-T-Lösung, 5,25%iger Natriumhypochloritlösung, 2%iger Glutaraldehydlösung und 10%igem Formalin. Die in destilliertem Wasser gelagerten Zähne waren die Kontrollgruppe. Nach Ablauf der 60 Tage wurden 10 Zähne jeder Gruppe in einem Autoklaven sterilisiert. Die Lagerung in 5,25%iger Natriumhypochloritlösung führte zu signifikant niedrigeren Scherhaftfestigkeiten als die Lagerung in den fünf weiteren Medien. Ebenso waren die Scherhaftfestigkeiten beim Autoklavieren nach Lagerung in destilliertem Wasser und Formalin geringer. Die alleinige Lagerung in 10%iger Formalinlösung führte zu Scherhaftfestigkeiten, die den Werten der Kontrollgruppe am nächsten waren. Nach Lagerung in Chloramin T waren die Scherhaftfestigkeiten niedriger als bei der Kontrollgruppe. Aufgrund der Ergebnisse von Lee et al. muss von einer Lagerung von Zähnen in Natriumhypochlorit streng abgeraten werden. Die Autoren empfehlen die Lagerung in Formalin.

Jaffer et al.⁹⁶ verglichen die Scherhaftfestigkeiten des Verbunds Schmelz-Adhäsiv-Bracket nach der Lagerung von Zähnen in sechs verschiedenen Medien mit und ohne Abspülen des Lagerungsmediums. Dazu wurden 140 untere Schneidezähne von Rindern von Weichgewebe befreit und die Schmelzoberfläche mit Sandpapier geglättet. Jeweils 20 Zähne wurden für 7 Monate bei 4 °C in den folgenden Medien gelagert: Destilliertes Wasser, 10%iges Formalin, 1%iges Chloramin T, 10%iges Chloramin T, physiologische Kochsalzlösung und 70%iges Ethanol. Eine 20 Zähne umfassende Gruppe wurde trocken gelagert, die Lagerungstemperatur dieser Gruppe ist in der vorliegenden Quelle nicht vermerkt. Eine Kontrollgruppe wurde von den Autoren dieser Studie nicht beschrieben, jedoch kann die in destilliertem Wasser gelagerte Gruppe mit nachfolgendem Abspülen als Kontrollgruppe betrachtet werden. Jaffer et al. stellten keinen statistischen Unterschied zwischen der Kontrollgruppe und den folgenden Gruppen fest: 1%ige Chloramin-T-Lösung mit und ohne Abspülen, 10%ige Chloramin-T-Lösung mit und ohne Abspülen, destilliertes Wasser ohne Abspülen, 10%ige Formalinlösung ohne Abspülen und physiologische Kochsalzlösung mit und ohne Abspülen. Als empfehlenswert bezeichneten Jaffer et al.⁹⁶ die Lagerung in destilliertem Wasser, physiologischer Kochsalzlösung und Chloramin T 1 % und 10 %. Bei diesen Medien bewirkte das Abspülen des Lagerungsmediums keinen statistisch relevanten Unterschied. Die in Formalin gelagerte Gruppe mit nachfolgendem Abspülen wies signifikant höhere Scherfestigkeiten auf als jede andere geprüfte Gruppe. Die Lagerung

in Ethanol mit und ohne Abspülen sowie die trockene Lagerung führten zu statistisch niedrigeren Scherhaftfestigkeiten im Vergleich zur Kontrollgruppe und den der Kontrollgruppe ähnlichen Gruppen. Von der Lagerung in Formalin, Ethanol und von trockener Lagerung ist nach den Ergebnissen von Jaffer et al. abzuraten. Die Ergebnisse der Studien von Jaffer et al. und Lee et al. sind widersprüchlich. Jaffer et al. empfehlen destilliertes Wasser, physiologische Kochsalzlösung und Chloramin T, wohingegen nach Lee et al. Formalin als Lagerungsmedium gegenüber physiologischer Kochsalzlösung und Chloramin T zu bevorzugen ist. Bei der Gegenüberstellung dieser beiden Studien darf nicht außer Acht gelassen werden, dass das Zahnmaterial – Dentin und Schmelz – unterschiedlich war. Die unterschiedliche Auswirkung des Lagerungsmediums auf Schmelz und Dentin bei Scherhaftfestigkeitsmessungen ist demnach bei der Auswahl des Lagerungsmediums zu beachten.

Droschl und Wendl⁶³ verwendeten in ihrer Studie als Zahnmaterial extrahierte menschliche Molaren. Die Scherhaftfestigkeiten des Verbunds Schmelz-Adhäsiv-Bracket wurden untersucht. Jeweils 10 Molaren wurden für einige Wochen (der Zeitraum ist nicht exakter angegeben) in 1%iger Chloramin-T-Lösung, 1%iger Thymollösung mit 40 % Alkohol und 10%iger Formaldehydlösung gelagert. Die Kontrollgruppe bestand aus frisch extrahierten menschlichen Molaren. Nach der Auswertung der Ergebnisse empfahlen Droschl und Wendl, Zähne in Formalinlösung zu lagern, da hier der geringste Unterschied der Scherhaftfestigkeit zur Kontrollgruppe zu verzeichnen war. Von Thymol rieten sie ab, da die Scherhaftfestigkeit der in Thymol gelagerten Zähne signifikant höher war als die Werte der Kontrollgruppe. Mit in 1%iger Chloramin-T-Lösung gelagerten Zähnen wurden ebenfalls höhere Scherfestigkeiten gemessen, jedoch war der Unterschied zur Kontrollgruppe nicht signifikant.

Zusammenfassend ist anzumerken, dass die Ergebnisse von Droschl und Wendl⁶³ dafür sprechen, als Lagerungsmedium für Schmelz 10%ige Formalinlösung zu verwenden. Nach den Ergebnissen von Jaffer et al.⁸⁶ hingegen ist von einer Lagerung in Formalin abzuraten.

Die Ergebnisse auf Zahnschmelz von Jaffer et al. sprechen für die Lagerung in Chloramin T.

Bei der Durchführung der vorliegenden Studie zeigte sich bei der Lagerung von Zähnen in Chloramin T kein offenkundiger Nachteil. Um gesundheitlichen Schäden

vorzubeugen, wurden beim Umgang mit Chloramin T Schutzhandschuhe und Schutzbrille getragen und der Raum gelüftet. Ein sichtbares Bakterienwachstum auf den Zähnen wurde nicht beobachtet.

Es wurden drei bewährte und bereits in einer Vielzahl von Studien untersuchte Adhäsive getestet, wobei Transbond XT^{1,5,15,22,24,23,33,41,50,72,109,114,136,138,141,172,175,157,187} sowohl mit herkömmlicher Schmelz-Ätz-Technik als auch in Verbindung mit Transbond Plus Self Etching Primer^{1,7,24,41,93,99,172,173} getestet wurde. Beauty Ortho Bond^{91,99,109,157,187} und Fuji Ortho LC^{16,33,47,120,136,138,141,142,175} sind ebenfalls auf dem Markt etablierte Produkte, die von etlichen Autoren untersucht wurden. Somit liegen für alle Produkte Vergleichswerte vor.

Als kieferorthopädisches Befestigungselement dienten Discovery Stahlbrackets⁵⁶ der Firma Dentaforum für Zahn 11. Es wurde entschieden, Stahlbrackets für die Durchführung der Studie zu verwenden, da die Verwendung von Stahlbrackets schon sehr lange üblich ist und sich im klinischen Alltag bewährt hat³. Alternativ hätten Brackets aus Keramik oder Gold verwendet werden können.

Die Basen der Discovery Brackets sind mesiodistal sowie okklusogingival je nach Zahntyp unterschiedlich konturiert. Dies trifft auf die meisten konfektionierten Brackets zu. So sind Bracketbasen für obere mittlere Schneidezähne weniger gewölbt als beispielsweise Brackets für Prämolaren oder untere Schneidezähne. Rinderschneidezähne sind größer und flacher als menschliche Zähne. Um Rinderzähne mit möglichst gering gewölbter fazialer Oberfläche auszuwählen, wurde der Krümmungsradius der Zähne gemessen. Dieser musste mindestens 12,5 mm betragen.

DIN 13990-1/-2^{57,58} macht keine Vorgaben hinsichtlich der Bracketform – rundlich oder eckig. Bei der Auswahl der Bracketform wurde beschlossen, einen Brackettyp mit planer zervikaler Kante auszuwählen. Der Hintergrund der Überlegung war, dass der Zugscherbügel beim Abscheren der Brackets auf einer planen Kante weniger zum Abrutschen neigt, als bei einem rundlichen Bracket. Bei rundlichen Brackets liegt der Bügel punktförmig auf, wohingegen eine plane Kante ein flächiges Anliegen des Bügels gewährleistet. Der Nachteil bei planen Kanten ist, dass der Bügel beim Anfahren der Kraft exakt flächig auf die Kante treffen muss, da sonst ein punktförmiger Kraftangriff an der zuerst getroffenen Stelle des Brackets erfolgt und das Ergebnis der Scherhaftfestigkeitsprüfung verfälscht werden kann. Um das Risiko für diesen Fehler zu

minimieren, wurde der Abstand zwischen der Oberkante der Brackets und dem Zugscherbügel beim Einspannen der Prüfkörper mit der Lupenbrille kontrolliert. Für die Verwendung von runden Brackets hätte gesprochen, dass die Adhäsivzylinder ebenfalls einen runden Querschnitt besitzen und somit beim Abscheren der Adhäsivzylinder der Kraftangriff ebenfalls punktförmig erfolgt. Laut Hersteller können Discovery Brackets mit allen handelsüblichen Bracket-Adhäsiven befestigt werden⁵⁷. Die universelle Einsetzbarkeit der Brackets war in der vorliegenden Studie wichtig, da verschiedene Stoffklassen von Adhäsiven getestet wurden. Transbond XT ist ein lichthärtendes Komposit, Beauty Ortho Bond ist ein lichthärtendes Kompomer und bei Fuji Ortho LC handelt es sich um einen lichthärtenden kunststoffmodifizierten Glasionomerzement.

Die Aushärtung der Adhäsive erfolgte mit der Lichtpolymerisationslampe Bluephase 20i von Ivoclar Vivadent. Die Bluephase 20i wurde aufgrund ihrer technischen Eigenschaften, wie beispielsweise der Möglichkeit einer nur 5 s dauernden Lichthärtung im Turbomodus, ausgewählt. Zudem gab es ein passendes Radiometer, das Bluephase meter. Die Intensität der LED-Lampe beträgt laut Herstellerangaben¹⁸¹ $2000 \text{ mW/cm}^2 \pm 200 \text{ mW/cm}^2$. Die Intensität wurde in dieser Studie mit dem Bluephase meter vor jeder jeweils zehn Versuche umfassenden Messserie geprüft. Die Bluephase 20i bietet unterschiedliche Programme zur Polymerisation, die per Knopfdruck einfach eingestellt werden können. In dem für die vorliegende Studie gewählten Turbomodus erfolgt die Belichtung konstant bei 2000 mW/cm^2 . Nach 5 s schaltete sich das Gerät automatisch ab. Möglichst kurze Belichtungszeiten sind für den Kliniker attraktiv, sofern sie nicht zu geringeren Scherhaftfestigkeiten führen. Staudt et al.¹⁶⁵ erreichten mit der Halogenlampe Swiss Master Light (EMS Electromedical Systems) sogar bei 3 s Belichtungszeit akzeptable Scherhaftfestigkeiten. Die Intensität der Swiss Master Light liegt bei 3000 mW/cm^2 . Im Vergleich zu LED-Lampen sind Halogengeräte deutlich unhandlicher. Die höhere Leistung der Halogengeräte fordert ein ausgeklügeltes Kühlsystem (Wasser oder Luft), so dass Halogenlampen größer und schwerer als LED-Lampen sind⁴³. Das Handstück ist stets kabelgebunden. Das Wellenspektrum der LED-Lampen ist mit dem der Halogengeräte vergleichbar. So liegt das Wellenspektrum der Bluephase 20i bei 380 nm bis 515 nm¹⁸¹. Die Swiss Master Light besitzt ein Wellenspektrum von 390 nm bis 530 nm¹⁶⁵. Die verschiedenen lichthärtenden Adhäsive können mit LED- als auch mit Halogenlampen gleichermaßen ausgehärtet werden⁴³.

Letztlich spricht für die Verwendung eines LED-Geräts auch der günstigere Anschaffungspreis⁴³.

8.3 Diskussion der Methoden

Im Folgenden sollen das Vorgehen beim Einbetten der Zähne und Brackets, beim Reinigen der Schmelzoberfläche, beim Konditionieren der Zähne, beim Platzieren der Brackets und Adhäsivzylinder, bei der Polymerisation des Adhäsivs, beim Thermocycling, beim Abscheren der Brackets und Prüfkörper und die Bewertung der Bruchflächen diskutiert werden.

8.3.1 Einbetten der Zähne und Brackets

Die Zähne und Brackets wurden mit kleinen Abweichungen von DIN 13990 in autopolymerisierendem Kunststoff (Technovit 4004, Kulzer) eingebettet. In Abweichung von DIN 13990 wurden Zähne und Brackets mit den gleichen PTFE-Einbettvorrichtungen eingebettet (vgl. Kapitel 6.3.1). Dieses Vorgehen ersparte die Herstellung weiterer PTFE-Einbettvorrichtungen in der Charité-eigenen Werkstatt. Zur Einbettung der Zähne schreibt DIN 13990 eine andere, einfachere PTFE-Einbettvorrichtung vor als zur Einbettung der Brackets. Jedoch zeigte sich im Rahmen der Vorversuche, dass sich die Einbettvorrichtung zum Einbetten der Brackets durch Erhöhung des PTFE-Rings auch zum Einbetten von Zähnen eignete. Zur Erhöhung wurden 3 O-Ringe über die PTFE-Grundplatte gestülpt. Diese Modifikation wurde auch bei der Einbettung von Brackets beibehalten, da die größere Höhe der hergestellten Prüfkörper subjektiv als angenehmer in der Handhabung während des gesamten Versuchsablaufes von der Applikation der Adhäsivzylinder bis zur Beurteilung der Bruchfläche empfunden wurde.

In Abweichung von DIN 13990 wurden die Prüfkörper während der Polymerisation des Technovit 4004 in Schalen mit kaltem Leitungswasser gesetzt. Dadurch wurde die Reaktionswärme abgeleitet und die Entstehung von Siedebblasen verhindert. Im Vorfeld dieser Studie stellten wir bei der Polymerisation des Technovit 4004 bei Raumtemperatur Siedebblasen fest. DIN 13990 beschreibt das Lagern der Prüfkörper während der Polymerisation nicht. Im Zusammenhang mit Scherversuchen wurde das Einbetten von Zähnen in Kunststoff in der Literatur häufig beschrieben^{2,24,23,50,77,95,97,123,143}. Andere Autoren betteten Zähne in Gips ein^{25,45,136}. Kunststoff ist stabiler als Gips. Beim Einspannen der Prüfkörper in die

Zugschermaschine können im Gips Risse und Sprünge entstehen. Die feste Verankerung des Zahnes im Einbettmaterial ist damit nicht mehr gewährleistet. Bei der Verwendung von Kunststoff ist die Temperaturentwicklung während der Polymerisation als nachteilig anzusehen. Es entstehen Siedebblasen, wodurch eventuell ebenfalls die stabile Verankerung des Zahnes im Kunststoff beeinträchtigt ist. Weiterhin sollte der Zahn vor der Scherprüfung keinen hohen Temperaturen ausgesetzt werden, um Veränderungen der Zahnhartsubstanz zu vermeiden, die durch thermische Kontraktion und Expansion des Zahnes sowie des Kunststoffes entstehen könnten.

Das Einbetten erfolgte in vielen Studien vor^{2,24,23,25,77,95,143} in anderen nach dem Setzen von Brackets^{45,50,123,136}. Die Einbettung vor dem Setzen der Brackets erscheint sinnvoller, da bei der späteren Einbettung die Gefahr der versehentlichen Manipulation am Bracket beziehungsweise am Adhäsivzylinder besteht. Beim Einbetten vor dem Setzen der Brackets ist jedoch darauf zu achten, dass das zu beklebende Areal völlig frei von Einbettmaterial bleibt. In der vorliegenden Studie wurde das für die Klebung vorgesehene Feld mit einem Bleistift umrissen. Anschließend wurde der Zahn mithilfe von Setzwachs in der Einbettform so ausgerichtet, dass das gekennzeichnete Areal die Einbettform in der Höhe etwas überragte. Das Technovit wurde vorsichtig in der Nähe des Randes der Einbettform eingegossen und die Form bis zum Rand gefüllt. Durch dieses Vorgehen konnte sichergestellt werden, dass das zu beklebende Schmelzareal frei von Technovit 4004 blieb. Die Zähne wurden gemäß DIN 13990-1 eingebettet.

Die Zähne können entweder im Bereich ihrer Wurzeln eingebettet^{23,25,45,50} werden, so dass die Zahnkrone exponiert ist, oder es können, wie in der vorliegenden Studie, bereits abgetrennte bovine Zahnkronen eingebettet werden¹⁴³. Die Verwendung von bovinen Zahnkronen ersparte in der vorliegenden Studie das Extrahieren der Zähne, da die Kronen direkt am Alveolarfortsatz mit einem Fliesenschneider unter Wasserkühlung abgetrennt wurden. Beim Extrahieren muss darauf geachtet werden, dass durch Zangen oder starkes Hebeln keine Schäden an den Zahnhartsubstanzen entstehen.

Beim Einbetten der Brackets wurde Ponal Express Holzleim (wasserlöslich) auf die Bracketbasis aufgetragen. Der Holzleim verhinderte eine Kontamination der Bracketbasis mit Technovit 4004. Nach der Entnahme des fertigen Prüfkörpers aus der Einbettform wurde mit einem Dampfstrahlgerät der Holzleim von der Bracketbasis abgestrahlt. Die Sauberkeit der Bracketbasis nach dem Abstrahlen wurde mittels

Lupenbrille geprüft. Leimreste auf der Bracketbasis hätten theoretisch zu einer Beeinträchtigung der Scherhaftfestigkeit führen können. DIN 13990-1 schreibt das Abdecken der Bracketbasis mit Dubliergel vor, um eine Kontamination der Bracketbasis beim Einbetten zu verhindern. Da sich das Dubliergel nicht exakt auf die Bracketbasis applizieren ließ und schmierte, entschlossen wir uns für die Anwendung von Ponal Express Holzleim. Die Anwendung des Holzleims war unkompliziert.

8.3.2 Reinigung der Schmelzoberfläche

In der vorliegenden Studie wurde die Schmelzoberfläche der eingebetteten Zähne mit Bimsstein (Wieland) mit einem Leinenschwabbel (Polirapid) an einer Poliereinheit (KaVo) bei 3000 Umdrehungen min^{-1} gereinigt. Durch die Reinigung mit Bimsstein sollten vorhandene Verfärbungen und Plaque entfernt werden. Die Standardisierung dieses Vorgehens gewährleistete eine gleichmäßig vorbehandelte Schmelzoberfläche aller Zähne. Naturgemäß bestehende Unterschiede der Rauigkeit des Schmelzes zwischen den einzelnen Zähnen und innerhalb des zu beklebenden Areals sollten durch die Vereinheitlichung des Politurvorganges gemindert werden.

Das Mischungsverhältnis Pulver/Wasser war konstant: 50 g Bimsstein wurden mit 55 ml Wasser vermischt. DIN 13990 gibt ein anderes Mischungsverhältnis vor: Gemäß DIN 13990 sollen 50 g Bimsstein mit 40 ml Wasser vermengt werden. Mit dem von der Norm geforderten Mischungsverhältnis war das Bimsstein-Wasser-Gemisch in der vorliegenden Studie jedoch viel zu fest. Daher wurde die Wassermenge so angepasst, dass eine breiige Konsistenz des Gemisches erreicht wurde. Bezüglich des zu verwendenden Bimssteins gibt DIN 13990 kein bestimmtes Produkt vor. Die Tatsache, dass nicht mit jedem beliebigen Bimsstein mit dem von der Norm geforderten Mischungsverhältnis eine breiige Konsistenz erreicht wird, macht eine individuelle Anpassung des Mischungsverhältnisses erforderlich. Ein bestimmtes Produkt vorzugeben, erscheint ebenso wenig sinnvoll, wie die Angabe des Mischungsverhältnisses, da vermutlich chargenbedingte Unterschiede existieren. Dieses Problem könnte Gegenstand weiterer Untersuchungen mit dem Ziel einer Nachbesserung der Norm sein.

Die Prüfkörper mit den eingebetteten Zähnen wurden mit möglichst konstantem Druck so an den Schwabbel gehalten, dass die Zähne jeweils für 3 s zunächst von okklusal nach gingival, dann von mesial nach distal (oder von distal nach mesial) und dann

nochmals von okklusal nach gingival gereinigt wurden. Eingebettete Zähne, die nach der Reinigung noch Verfärbungen aufwiesen, wurden verworfen. Bishara et al.²¹ reinigten den Schmelz für 15 s mit Bimsstein und Gummikelch. Dafür benutzten sie ein Handstück mit niedriger Drehzahl. Andere Autoren verwendeten Bimsstein mit oder ohne Aromastoffen^{2,23} und Fluoridzusätzen^{2,23}. Owens und Miller¹³⁶ verwendeten ölfreien Bimsstein. Die Arbeitsgruppe von Bishara beschreibt Reinigungszeiten von 10 s bis 30 s^{24,23,25,50}. Bei vielen Autoren finden sich keine weiteren Angaben bezüglich des verwendeten Bimssteins^{45,68,97}. In jedem Fall ist bei In-vitro-Tests Bimsstein gegenüber einer Polierpaste vorzuziehen, da Polierpasten häufig Zusätze von Fluoriden oder amorphen Kalziumphosphaten (so genannte ACP) enthalten. Al-Twajri et al.⁴ stellten durch die eben genannten Zusätze bei anschließender Anwendung eines Etch-and-Rinse-Systems eine signifikante Verminderung der Scherhaftfestigkeit fest. Die in dieser Studie ohnehin niedrigeren Scherfestigkeiten eines Self-Etch-Systems wurden nicht signifikant beeinflusst⁴. Der Kliniker sollte bei der Auswahl des Reinigungsproduktes – Bimsstein oder Polierpaste – sein Konditionierungssystem nicht außer Acht lassen.

8.3.3 Konditionierung

8.3.3.1 Konditionierung bei Transbond XT

In der vorliegenden Studie wurden 240 Zähne nach Herstellerangaben konditioniert. Die Schmelzoberfläche wurde vor der Applikation von Transbond XT mit 35%iger Phosphorsäure für 15 s geätzt. Ätzzeiten von 15 s finden sich in der Literatur häufig^{12,16,24,67,123,168}. Andere Autoren ätzten für 20 s⁹² oder 30 s^{1,2,5,19,20,21,23,33,45,51,68,72,95,136,141,152,172}, 40 s^{91,99}, 45 s¹⁷⁵ oder 60 s^{5,15,26,77}. Die meisten Autoren verwendeten 35- 40%ige Phosphorsäure^{1,2,5,19,20,21,23,33,45,51,68,95,136,141,152,172}. Beim Ätzen mit Phosphorsäure kommt es zu einem Schmelzverlust, der mit 10-40 µm angegeben wird¹⁸⁴, wobei der Schmelzverlust mit der Säurekonzentration und der Expositionszeit positiv korreliert ist^{14,112,182}.

Das hier verwendete Ätzgel wurde vom Hersteller in Spritzen geliefert und mit den zugehörigen Applikationskanülen auf die Schmelzoberfläche aufgetragen. Nach 15 s Einwirkzeit wurde das Ätzgel unter fließendem Leitungswasser für 10 s abgespült. Das Fließwasser hatte eine Temperatur von 31 °C ± 2 °C. Anschließend wurde die Schmelzoberfläche mittels ölfreier Druckluft für 5 s getrocknet und die

Schmelzoberfläche auf ein frostig weißliches Erscheinungsbild kontrolliert. Durch dieses Vorgehen wurde die klinische Situation am Behandlungsstuhl simuliert.

DIN13990-1/-2^{57,58} gibt kein besonderes Vorgehen bei der Konditionierung und kein Konditionierungsmittel vor.

8.3.3.2 Konditionierung bei selbstätzenden Adhäsiven

Selbstätzende Adhäsive sind wegen ihrer einfachen, zeitsparenden Handhabung eine attraktive Alternative gegenüber Produkten, bei denen das Konditionierungsmittel abgespült werden muss. Jedoch besitzen die sauren Monomere der selbstätzenden Adhäsive ein geringeres Demineralisationspotenzial als Phosphorsäure¹⁷⁸. Die Fähigkeit selbstätzender Adhäsive eine ausreichende Schmelzhaftung zu erlangen, wird daher immer wieder in Frage gestellt^{60,98,176}. Der Vergleich der Scherhaftfestigkeit von selbstätzenden Adhäsiven auf intaktem Schmelz gegenüber mit Phosphorsäure vorbehandeltem Schmelz soll Unterschiede der Scherhaftfestigkeit zwischen beiden Vorgehensweisen zeigen. Um diesen Sachverhalt zu untersuchen, wurde in der vorliegenden Studie wie folgt vorgegangen. Bei den selbstätzenden Produkten Transbond Plus Self Etching Primer und Beauty Ortho Bond wurden jeweils 60 Zähne nach Herstellerangaben konditioniert. Das Vorgehen ist unter 6.3.3.1 beschrieben. Bei weiteren 60 Zähnen wurden die Schmelzoberflächen zunächst für 15 s mit 35%iger Phosphorsäure konditioniert.

Das System der Folienverpackung des Transbond Plus Self Etching Primer ist einfacher in der Handhabung als Beauty Ortho Bond. Bei Beauty Ortho Bond müssen Primer A und Primer B in einer Anmischschale gemischt werden.

8.3.3.3 Konditionierung bei kunststoffmodifiziertem Glasionomerzement

Fuji Ortho LC ist ein kunststoffmodifizierter Glasionomerzement. Bei kunststoffmodifizierten Glasionomerzementen erfolgt die Aushärtung durch die Polymerisation der Kunststoffbestandteile und durch eine Säure-Basen-Reaktion^{158,163}. Zur Konditionierung der Schmelzoberfläche können Polyacrylsäure oder Phosphorsäure verwendet werden. Polyacrylsäure enthält funktionelle Gruppen, die mit der Schmelzoberfläche chemische Bindungen eingehen¹⁴⁰. Vor der Applikation von Kompositen hingegen wird die Schmelzoberfläche gewöhnlich mit Phosphorsäure geätzt, um eine mechanische Retention des Komposits zu ermöglichen. In der vorliegenden Studie sollte die Scherhaftfestigkeit von Fuji Ortho LC nach

Konditionierung mit Polyacrylsäure gegenüber der aggressiveren Konditionierung mit Phosphorsäure untersucht werden. 60 Zähne wurden nach der Reinigung mit Polyacrylsäure konditioniert. Bei weiteren 60 Zähnen wurde der gereinigte Schmelz vor der Applikation von Fuji Ortho LC mit 35%iger Phosphorsäure für 15 s geätzt; das Vorgehen war analog dem bei Transbond XT.

8.3.4 Platzierung der Brackets

Beim Setzen der Brackets wurde folgendermaßen vorgegangen: Abhängig vom verwendeten Adhäsiv, wurden die Primer Transbond Light Cure Adhesive Primer, Transbond Plus Self Etching Primer und die Primer A und B des Beauty Ortho Bond nach Herstellerangaben aufgetragen und für 3 s mit ölfreier Druckluft sanft verblasen. Das Adhäsiv wurde mit einer Stranglänge von 1,5 mm auf die mit Aceton gereinigte und getrocknete Bracketbasis aufgetragen und das Bracket mit einer Bracketsetzpinzette auf der Schmelzoberfläche platziert und mit der Rückseite der Bracketsetzpinzette manuell kräftig angedrückt. In mehreren Studien wurden die Brackets mit einer Kraft von 3 N angedrückt^{24,25,50}. Durch das Anpressen der Brackets mit einer konstanten Kraft werden bei allen Proben vergleichbare Adhäsivschichtstärken erwartet. In der vorliegenden Studie wird dies durch kräftiges Andrücken sichergestellt ohne Messung der Anpresskraft. Auch andere Autoren geben keine Anpresskraft an^{2,19,21,26,46,97}. Die hier angewendete Methode simuliert die Gegebenheiten in der Praxis. Im klinischen Alltag werden Brackets von Hand positioniert und angedrückt. Eine gewisse Inkongruenz zwischen der Bracketbasis und der Zahnoberfläche ist bei konfektionierten Brackets sicherlich vorhanden. Inkongruenzen haben unterschiedliche Adhäsivschichtstärken zur Folge. Um diesen Fehler möglichst gering zu halten, wurden in der vorliegenden Studie gemäß DIN 13990-1/-2 die Rinderzähne nach ihrer vestibulären Krümmung mit einer Radiusprüflehre kontrolliert ($\geq 12,5$ mm) (vgl. 6.2).

8.3.5 Platzierung der Adhäsivzylinder

Die Prüfkörper wurden gemäß den Vorgaben von DIN 13990-1 hergestellt. Als Hohlform dienten Silikonscheiben, deren Maße in der Norm festgeschrieben sind. Die Silikonscheiben wurden gemäß DIN 13990-1 aus farblosem Silikon gefertigt, um beim Platzieren der Scheibe auf der Zahnoberfläche die visuelle Kontrolle der korrekten Position zu erlauben. Weiterhin ist anzunehmen, dass bezüglich der Photopolymerisation die Verwendung einer farblosen Form vorteilhafter ist als eine gefärbte Form, die Licht absorbiert.

Im Rahmen dieser Studie wurde ein Ausleiern der Form nach deren Verwendung nicht beobachtet. Da theoretisch jedoch die Möglichkeit des Ausleierens besteht, wurde für jede Serie mit 10 Adhäsivzylindern eine neue Silikonscheibe verwendet. Durch dieses Vorgehen sollten möglichst konstante Prüfkörperdurchmesser von 3 mm – und somit gleichbleibend große Verbundflächen – erzeugt werden. Dass dies gelang, zeigen die Messungen der Durchmesser mittels Schieblehre nach der Polymerisation (vgl. 6.3.3.1).

Diedrich⁶¹ stellte Prüfkörper mittels standardisierter Stahlhülsen her. Bei der Entnahme des Prüfkörpers aus der Fertigungsform ist eine Silikonscheibe sicherlich vorteilhafter als eine Stahlhülse, da sich die Silikonscheibe einfach abziehen lässt. Zudem bietet sie den oben genannten Vorteil der Lichtdurchlässigkeit.

Brauchli et al.³³ verwendeten bei der Prüfung des Verbunds Schmelz-Adhäsiv als Scherkörper Zylinder aus Polymethylmethacrylat, deren Stirnseite mit dem Rocatec-Verfahren vorbehandelt worden war. Das Rocatec-Verfahren sollte Aluminiumoxid-Silizium-Partikel in die Oberfläche der Scherkörper implantieren, wodurch eine chemische Haftung des Adhäsivs auf dem Polymethylmethacrylat ermöglicht werden sollte. Die Scherkörper wurden von den Autoren mit dem zu testenden Adhäsiv auf den Schmelz polymerisiert und abgeschert. Der Durchmesser der Scherkörper gab den Durchmesser der entstehenden Adhäsivfläche vor. Brauchli und Mitarbeiter heben bei dieser Methode die verbesserte Standardisierung der Adhäsivschicht bezüglich Größe, Form und Oberfläche im Gegensatz zur Verwendung von Brackets hervor. Hier ist anzumerken, dass auch bei Brackets die Oberfläche berechnet werden kann. Ein Nachteil bei der von Brauchli angewandten Methode ist die zusätzliche Grenzfläche zwischen Adhäsiv und dem Scherkörper aus Polymethylmethacrylat. 2011 modifizierten Brauchli et al.³⁴ ihr Verfahren und stellten die Scherzylinder aus Komposit her. Die Kompositzylinder wurden mit dem zu testenden Adhäsiv auf den Schmelz polymerisiert, die Rocatec-Vorbehandlung entfiel. Das Verfahren ähnelte nun DIN 13990-1.

Erhardt et al.⁶⁷ verwendeten zur Adhäsivzylinderherstellung Kunststoffringe aus Polytetrafluorethylen mit einem Innendurchmesser von 3 mm und einer Höhe von 5 mm. Die Kunststoffringe wurden auf dem Schmelz platziert, mit Adhäsiv gefüllt und nach der Lichthärtung vom entstandenen Adhäsivzylinder abgezogen. Die genaue Adaptation der Hohlform an die Schmelzoberfläche ist bei der Adhäsivzylinderherstellung von herausragender Wichtigkeit. Wenn zwischen Hohlform

und Schmelz Spalten bestehen, dringt das Adhäsiv in diese vor. Daraus resultieren unterschiedlich große Verbundflächen der einzelnen Proben. Das von Brauchli et al.^{33,34} angewendete Verfahren schließt diese Fehlerquelle aus, da hier die Umgebung der Adhäsivschicht vor der Lichthärtung gut versäubert werden kann und der Scherzylinder exakt die Größe der Verbundfläche vorgibt. Die Verwendung von Stahlhülsen wie bei Diedrich oder Kunststoffringen bei Erhardt ist daher als problematisch zu bewerten, auch wenn Diedrich und Erhardt Überschüsse des Adhäsivs nicht diskutieren.

In der vorliegenden Studie wurde die Silikonform mit einer Unterlegscheibe gehalten. Die Unterlegscheibe sollte eine spaltfreie Adaptation der Silikonform am Schmelz gewährleisten. Durch die Konvexität der bukkalen Schmelzoberfläche verformte sich die Silikonform beim Andrücken mit der Unterlegscheibe leicht, was zur Folge hatte, dass die Prüfkörper allesamt konisch – verjüngt in Richtung Schmelz – statt zylinderförmig waren. Die Silikonform wurde an der dem Schmelz aufliegenden Seite gestaucht und an der Öffnung gedehnt. Dieser Fehler wurde durch die Zahnauswahl gering gehalten. Gemäß Norm sind nur Zähne mit einem Krümmungsradius von mindestens 12,5 mm zu verwenden. Der Krümmungsradius jedes Zahnes wurde mit einer Radiusprüflehre gemessen. Weiterhin wurde der Durchmesser jedes Adhäsivzylinders mittels Schieblehre an drei zufällig gewählten Stellen direkt an der Basis der Adhäsivzylinder gemessen und der Durchschnitt der Werte für die weitere Berechnung der Verbundfläche nach der Formel $A = \pi * r^2$ verwendet. Die Entstehung eines Kegels anstelle eines Zylinders ist unproblematisch, da nur der Durchmesser des Adhäsivs auf Höhe des Schmelzes von Bedeutung ist. Richtigerweise müssten die Adhäsivkörper in der vorliegenden Arbeit als Adhäsivkegel statt –zylinder bezeichnet werden. Gemäß DIN 13990 wird jedoch die Bezeichnung Zylinder gewählt. Das Verfahren nach DIN 13990 hat sich als praktikabel erwiesen.

8.3.6 Polymerisation des Adhäsivs

Das Adhäsiv wurde mit der LED-Lampe Bluephase 20i (Ivoclar Vivadent) ausgehärtet. Beim Kleben von Brackets wurde der Lichtleiter ohne Schirm gemäß Norm jeweils von mesial und distal in einem Winkel von ungefähr 30° zur Zahnoberfläche gehalten. Der Abstand des Lichtaustrittsfensters zur Klebefläche sollte 5 mm betragen. Zur Qualitätssicherung wurde bei der Polymerisation des Adhäsivs eine Lupenbrille getragen. Da es sich hier um ein manuelles Vorgehen handelt, ist es möglich, dass der Abstand nicht bei allen Brackets exakt gleich war. Der Abstand zwischen

Lichtaustrittsfenster und Bracket kann die Scherhaftfestigkeit beeinflussen³⁹. Eine Halterung, die den Abstand vorgibt, hätte diese Fehlerquelle eliminiert. Im klinischen Alltag wird der Abstand jedoch ebenfalls vom Behandler und der klinischen Zugänglichkeit vorgegeben. Neben dem Abstand zwischen Lichtaustrittsfenster und Bracket wird die Polymerisation durch den Lampentyp, das Lichtaustrittsfenster des Lichtleiters, die Wellenlänge, die Lichtintensität, die Polymerisationsdauer und das Adhäsiv beeinflusst¹³⁷. Das Polymerisieren der Adhäsivzylinder erfolgte gemäß Norm direkt von oben, ohne Schirm. Der Abstand zwischen dem Lichtaustrittsfenster und der Oberfläche des Adhäsivzylinders betrug 2 mm, entsprechend der Dicke der Unterlegscheibe. Die Lampe wurde so gehalten, dass das Lichtaustrittsfenster in der Mitte der Öffnung der Unterlegscheibe und gleichzeitig auf der Höhe des oberen Rands der Unterlegscheibe lag. Zum Schutz der Augen ist ein Schirm am Lichtleiter oder an der Brille sinnvoll. Wir haben ohne jeglichen Schirm gearbeitet. Nachdem die Lampe positioniert war wurde die Belichtung in Gang gesetzt. Dabei wurde nicht ins Licht geschaut. Wir haben das Arbeiten ohne Schirm nicht als unangenehm empfunden. Mit einem Schirm an der Lupenbrille wäre es vielleicht komfortabler und gewiss sicherer für die Augen gewesen.

Die Leistung der Bluephase 20i liegt laut Hersteller bei $2000 \text{ mW/cm}^2 \pm 200 \text{ mW/cm}^2$. Die Lichtintensität wurde vor jeder 10 Versuche umfassenden Serie mit dem zugehörigen Radiometer (Bluephase meter) kontrolliert. Die Wellenlänge der Bluephase 20i wird vom Hersteller mit 380 nm bis 515 nm angegeben. Somit war die Lampe zur Polymerisation aller Adhäsive geeignet.

8.3.7 Thermocycling

In der Mundhöhle treten beim Verzehr unterschiedlicher Nahrungsmittel und Getränke Temperaturschwankungen auf. Durch Thermocycling der Proben werden diese Temperaturschwankungen in vitro simuliert und die Adhäsive gleichzeitig einem künstlichen Alterungsprozess unterworfen¹¹⁸. Gemäß DIN 13990-1/-2 umfasste das Thermocycling in der vorliegenden Studie 500 Temperaturzyklen zwischen 5 °C und 55 °C, die Aufenthaltsdauer der Proben betrug 20 s pro Bad bei einer Transferzeit von 5 s. Die 1994 in Kraft getretene und zuletzt 2015 überarbeitete ISO-Norm TS 11450⁵⁹ empfiehlt ebenfalls ein Thermocycling mit 500 Zyklen zwischen 5 °C und 55 °C. Temperaturen von 5 °C und 55 °C finden sich auch in den Studien anderer Autoren, bei unterschiedlicher Zyklenanzahl und Tauchzeit der Proben im Bad^{42,53,121}. Hasegawa et

al.⁸⁶ stellten keinen signifikanten Unterschied der Scherhaftfestigkeit nach Lagerung ihrer Dentin-Proben für 4 Wochen mit und ohne anschließendem Thermocycling für 500 Zyklen zwischen 8 °C und 50 °C fest. Die Untersuchung von Hasegawa et al. stammt aus dem Bereich der konservierenden Zahnheilkunde. Cehreli et al.⁴² verwiesen in ihrer Untersuchung auf die Ergebnisse von Hasegawa, und wandten daraufhin bei allen Proben 1000 Temperaturzyklen an. Die erreichten Scherhaftfestigkeiten lagen bei Cehreli und Mitarbeitern für die getesteten selbstätzenden Produkte jeweils niedriger als 2 MPa. Die Scherhaftfestigkeiten betragen bei Prompt L-Pop (3M-Espe) $1,72 \pm 0,13$ MPa, bei NRC Prime&Bond NT (Densply International) $1,74 \pm 0,12$ MPa, bei Clearfil SE Bond (Kuraray Dental) $1,75 \pm 0,19$ MPa sowie bei FL Bond (Shofu Dental) $1,71 \pm 0,22$ MPa und bei One Up Bond F (Tokuyama) $1,77 \pm 0,14$ MPa. Diese Scherhaftfestigkeiten liegen unterhalb des in der vorliegenden Studie geforderten Mindestwertes der Scherhaftfestigkeit von 7 MPa. Cehreli und Mitarbeiter vermuten einen Zusammenhang zwischen den von Ihnen erreichten niedrigen Scherhaftfestigkeiten und den durchgeführten 1000 Zyklen Thermocycling und stellen fest, dass die Auswirkung des Thermocycling auf die Scherhaftfestigkeit bei In-vitro-Untersuchungen zukünftig weiter untersucht werden sollte. In der vorliegenden Studie bewirkten 500 Zyklen Thermocycling keine signifikanten Unterschiede der Scherhaftfestigkeit. Dieses Ergebnis steht in Einklang zu der Untersuchung von Hasegawa. Ob der fehlende signifikante Unterschied nachteilig ist, ist zu bezweifeln. Er könnte auch eine Bestätigung für die gute Qualität der Adhäsive sein, da der künstliche Alterungsprozess durch 500 Zyklen Thermocycling keine Beeinflussung der Scherhaftfestigkeit zur Folge hatte.

8.3.8 Abscheren der Brackets und Adhäsivzylinder

Haftverbundtests können mittels Scher- oder Zugprüfungen durchgeführt werden. Die Vergleichbarkeit von Studien mit unterschiedlichen Prüfprotokollen hinsichtlich der Art der Kraftapplikation wird in Frage gestellt⁶⁶.

Das Abscheren der Brackets und Adhäsivzylinder geschah in der vorliegenden Arbeit gemäß DIN 13990 mit einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min. Diese Geschwindigkeit wurde in zahlreichen Studien angewendet^{15,41,42,68,72,95,99,152}. Verschiedene Autoren wendeten niedrigere oder höhere Traversengeschwindigkeiten an. Owens und Miller¹³⁶ scherten Brackets mit der Traversengeschwindigkeit von 0,1 mm/min ab. Bei Bishara et al.^{18,23} finden sich Traversengeschwindigkeiten von

5 mm/min. Lindemuth und Hagge¹¹⁵ fanden bei Traversengeschwindigkeiten von 0,1 bis 10 mm/min keine signifikanten Unterschiede der Scherhaftfestigkeiten und der Bruchflächenverläufe. Die Ergebnisse von Lindemuth und Hagge beziehen sich auf den Einzelverbund Schmelz-Adhäsiv. Dass die Traversengeschwindigkeit beim Abscheren von Brackets von untergeordneter Relevanz ist, bestätigte die Untersuchung von Shooter et al.¹⁶². Die Autoren fanden bei Traversengeschwindigkeiten von 0,5 mm/min, 1,0 mm/min, 2,0 mm/min und 5,0 mm/min keine signifikanten Unterschiede der Scherhaftfestigkeit und des Bruchflächenverlaufs.

Gemäß DIN 13990 erfolgte das Abscheren der Brackets und Adhäsivzylinder mit okklusogingivalem Kraftangriff. Die Richtung des Kraftangriffs beeinflusst das Ergebnis von In-vitro-Scherhaftfestigkeitsprüfungen signifikant^{100,101}. Idealerweise liegt die zu prüfende Verbundfläche parallel zur Scherkraft⁷⁸. In der vorliegenden Studie wurden abzuscherende Brackets bzw. Adhäsivzylinder visuell mit Hilfe einer Lupenbrille so ausgerichtet, dass sich die Brackets bzw. Adhäsivzylinder in der Mitte der quadratischen Öffnung des Zugscherbügels befanden. Der Bügel lag der Schmelzoberfläche an, so dass der Kraftangriff an der Bracketbasis bzw. an der Basis des Adhäsivzylinders erfolgte.

In der vorliegenden Untersuchung kam es beim Abscheren von Brackets selten zum Abrutschen des Zugscherbügels von der Bracketbasis. Gemäß DIN 13990-1/-2 wurde bei diesen Proben leichter, manueller Druck auf das untere Ende des Zugscherbügels ausgeübt, um das Abrutschen zu verhindern. Das Abscheren von Adhäsivzylindern war stets unproblematisch.

8.3.9 Bewertung der Bruchflächen

Die Bruchflächenbewertung mit Hilfe eines Stereomikroskops unter 10-facher Vergrößerung gemäß DIN 13990 ist ein allgemein übliches Verfahren, das in zahlreichen Studien angewendet wurde^{81,100,101,137}. In der vorliegenden Arbeit wurde gemäß DIN 13990 Stand 2008 in adhäsive und kohäsive Brüche differenziert. Es gibt jedoch zahlreiche Indices zum Klassifizieren des Bruchflächenverlaufs^{10,130,40,164,155,103,52,107}. Von Årtun und Bergland¹⁰ stammt der Adhesive Remnant Index (ARI). Montasser und Drummond¹²⁴ untersuchten die Auswertung mittels ARI unter Anwendung verschiedener Vergrößerungen (1-fach mit bloßem Auge, 10-fach,

20-fach) und stellten fest, dass die Zuordnung der ARI-Werte davon abhing, bei welcher Vergrößerung die Bewertung stattfand.

O'Brien et al.¹³⁰ entwickelten zur Bruchflächenbewertung eine quantitative Methode. Sie digitalisierten ein 40-fach vergrößertes Bild der Schmelzoberfläche und gaben das verbliebene Adhäsiv als prozentualen Anteil der Bracketbasisfläche an.

Andere Autoren verwendeten bei der Bruchflächenbewertung ein Elektronenmikroskop^{40,164,155,36}. Direkte Messungen des Restadhäsivs am Modell¹⁰³, quantitative Gewichts- und Flächenbewertungen⁵² sowie dreidimensionale Auswertungen¹⁰⁷ des Restadhäsivs finden sich in weiteren Protokollen.

In DIN 13990^{57,58} (Stand Mai 2009) wird zur Bruchflächenbewertung der ARI vorgegeben. Die vorliegende Studie wurde nach DIN 13990 Stand 2008 durchgeführt. Für zukünftige Untersuchungen ist es aufgrund der besseren Vergleichbarkeit empfehlenswert, die Bruchflächen nach ARI zu bewerten.

8.4 Diskussion der Auswertung

Die Auswertung der Ergebnisse dieser Studie soll Klinikern beim Kauf von Adhäsiven die Entscheidung erleichtern und die Praktikabilität von DIN 13990 bewerten.

Der Stichprobenumfang pro Gruppe war $n=10$. Gemäß DIN 13990 ist dies die Mindestanzahl an Verbundproben, die getestet werden soll.

Der Kolmogorov-Smirnov-Test zeigte die Normalverteilung der Daten aller Gruppen. Die getestete Hypothese ging von Normalverteilung aus und wurde somit bestätigt. Der Levene-Test bestätigte die Hypothese der Varianzhomogenität der verschiedenen Adhäsive. Daher wurden zur Auswertung der Versuchsergebnisse parametrische Tests verwendet.

Das Signifikanzniveau wurde mit 5 % festgelegt. Somit wurde in 100 Fällen durchschnittlich fünfmal irrtümlich ein Unterschied festgestellt und damit ein Fehler 1. Art begangen. Ein Fehler 2. Art liegt vor, wenn ein bestehender Unterschied nicht erkannt wird. Eine α -Adjustierung von $\alpha=0,05$ zu beispielsweise $\alpha=0,01$ würde das Risiko für Fehler 1. Art verringern, gleichzeitig jedoch das Risiko steigern⁸⁹, einen tatsächlich vorhandenen Unterschied nicht zu erkennen. Auf eine α -Adjustierung wurde in der vorliegenden Arbeit verzichtet.

Um die Reproduzierbarkeit der Scherhaftfestigkeitsprüfungen nach DIN 13990 zu prüfen, wurde das 95 % Konfidenzintervall der einzelnen Adhäsive bestimmt. Die Literaturrecherche ergab keinerlei Hinweise auf bisher durchgeführte statistische Untersuchungen der Reproduzierbarkeit.

Die weitere statistische Untersuchung der abhängigen Variablen Scherhaftfestigkeit erfolgte mit der einfaktoriellen ANOVA und nachfolgendem Scheffé-post-hoc-Test. Mit der einfaktoriellen ANOVA war es möglich, den Einfluss der einzelnen Faktoren auf die Scherhaftfestigkeit zu verifizieren. Die Faktoren lauteten: Adhäsiv, Verbundsituation, Lagerung, Konditionierungsmodus. Die einfaktorielle ANOVA findet sich in der Literatur bei ähnlich gearteten Untersuchungen sehr häufig. Die mehrfaktorielle ANOVA wird angewendet, wenn der Einfluss mehrerer Faktoren auf eine abhängige Variable getestet werden soll. Bei einer höheren Anzahl gleichzeitig getesteter Faktoren verringert sich die Gruppengröße, wodurch die Irrtumswahrscheinlichkeit ansteigt. Bei dem gegebenen Stichprobenumfang ist die mehrfaktorielle ANOVA nicht angewendet worden.

Die einfaktorielle ANOVA gibt an, ob sich die Mittelwerte der getesteten Gruppen signifikant unterscheiden. Um genauer herauszufinden, welche Gruppen sich signifikant unterscheiden, gibt es folgende Möglichkeiten: Die Berechnung von Kontrasten oder Post-hoc-Tests. Kontraste kamen für die vorliegende Untersuchung nicht in Frage, da bei diesem Verfahren bereits Hypothesen darüber vorliegen müssen, welche Gruppen sich unterscheiden.

Multiples Testen liegt vor, wenn eine einzige Nullhypothese mit mehreren Tests untersucht wird. Bei den Post-hoc-Tests, die im Anschluss an die ANOVA durchgeführt wurden, handelt es sich um multiples Testen. Jedoch werden bei den verwendeten Scheffé-post-hoc-Tests die p-Werte für multiples Testen durch SPSS korrigiert. Mit Post-hoc-Tests wurden alle Bedingungen verglichen.

Um die Auswirkungen der beiden unterschiedlichen Ätzmodi auf die Scherhaftfestigkeit zu untersuchen, wurde der t-Test für zwei unabhängige Stichproben durchgeführt. Der t-Test für zwei unabhängige Stichproben ungleichen Stichprobenumfängen hat bei dem Vergleich der Mittelwerte unter der Annahme von Normalverteilung eine höhere Trennschärfe als vergleichbare nichtparametrische Tests. Die Gruppengrößen betragen $n=240$ und $n=360$.

Box-Whisker-Plots stellen die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit graphisch dar. Da in Box-Whisker-Plots die Medianwerte dargestellt sind, wurde im Textteil der Ergebnisse ebenfalls der Median angegeben. Die Mittelwerte sind in den Tabellen aufgeführt. Üblicherweise wird bei der Anwendung parametrischer Tests der Mittelwert als Ergebnis angegeben.

Als Grundlage für die Festlegung des Mindestwerts der Scherhaftfestigkeit von 7 MPa dient die Veröffentlichung von Reynolds¹⁴⁷, der im Jahr 1979 Werte von 5,9 MPa bis 7,8 MPa forderte. Bis heute, mehr als 30 Jahre nach Reynolds Untersuchungen, gelten seine Zahlen als Richtwerte für die Beurteilung der Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven^{16,81}. Schulz et al.¹⁵⁶ hingegen verglichen Adhäsivkraft mit der orthodontischen Kraft, die zur Zahnbewegung benötigt wird. Demnach sollten geklebte Brackets oder Drähte Kräften von 0,5 bis 4 N standhalten. Da Kaukräfte deutlich höher sein können, sollten Vorkontakte auf Brackets durch Aufbisse vermieden werden, sofern die Verbundfestigkeit von Adhäsiven bei Kräften über 4 N versagt.

8.5 Diskussion der Ergebnisse

8.5.1 Einfluss des verwendeten Adhäsivs auf die Scherhaftfestigkeit

Die höchsten Verbundfestigkeiten erreichten Transbond XT (n=150) mit einem Mittelwert von 23,3 MPa und Transbond XT/SEP (n=150) mit einem Mittelwert von 22,7 MPa. Der Unterschied zwischen Transbond XT und Transbond XT/SEP war nicht signifikant. Deutlich geringere Medianwerte wurden bei Beauty Ortho Bond (14,4 MPa, n=150) und Fuji Ortho LC (11,6 MPa, n=150) gemessen (Kapitel 7.2.1 Tabelle 4).

Die erreichte Scherhaftfestigkeit hängt signifikant vom verwendeten Adhäsiv ab. Hypothese 2 besagte, dass sich die Scherhaftfestigkeiten der lichthärtenden Komposite von den Scherhaftfestigkeiten des lichthärtenden Glasionomermzements unterscheiden. Die erreichten Werte aller Komposite liegen in der vorliegenden Studie signifikant über den Scherhaftfestigkeitswerten von Fuji Ortho LC. Somit wurde Hypothese 2 bestätigt. Dieses Ergebnis stimmt mit den Aussagen anderer Untersucher überein, die ebenfalls geringere Haftwerte bei kunststoffmodifizierten Glasionomermzementen als bei Kompositen fanden^{22,145,158}. Nichtsdestotrotz liegen in der vorliegenden Studie die von Fuji Ortho LC erreichten Mittelwerte des Gesamtverbunds 24 Stunden nach der Klebung über den als Mindestwert geforderten 7 MPa. Die Scherhaftfestigkeit kunststoffmodifizierter Glasionomermzemente wird maßgeblich von der Menge des

enthaltenen Hydroxyethylmethacrylats (HEMA) beeinflusst¹¹¹. Lim et al.¹¹¹ untersuchten die Scherhaftfestigkeit des kunststoffmodifizierten Glasionomerzements Fuji II nach Zugabe unterschiedlicher Mengen HEMA. Sie stellten die höchsten Werte bei einem HEMA-Anteil von 30 % fest. Fuji Ortho LC enthält 7,5 % HEMA und erreicht damit zufriedenstellende Haftwerte.

Auch die Scherhaftfestigkeiten der lighthärtenden Komposite zeigen untereinander signifikante Unterschiede. Die Haftwerte von Beauty Ortho Bond liegen deutlich unter den Haftwerten von Transbond XT. Yonekura et al.¹⁸⁷ erzielten mit Beauty Ortho Bond ebenfalls signifikant geringere Scherhaftfestigkeiten gegenüber Transbond XT.

Unterschiede der Scherhaftfestigkeit sind möglicherweise durch unterschiedliche Füllstoffe begründet, deren Zusammensetzung, Gewichtsanteil, Größe und Beschaffenheit bei den einzelnen Adhäsiven variiert. Laut Herstellerangaben enthält Transbond XT 70-80 % Füllstoffe, wohingegen Beauty Ortho Bond mit einem Füllstoffanteil von 50-70 % geringer gefüllt ist. Iijima et al.⁹³ untersuchten die Beschleifbarkeit (engl.: grindability) sechs verschiedener orthodontischer Adhäsive, unter ihnen Transbond XT und Beauty Ortho Bond. Iijima et al.⁹³ stellten für Transbond XT eine geringere Beschleifbarkeit fest als für Beauty Ortho Bond. Das heißt, Adhäsivreste von Beauty Ortho Bond lassen sich wesentlich leichter entfernen. Diese positive Eigenschaft wird aber offenbar mit einer geringeren Scherhaftfestigkeit erkauft, wie aus den Ergebnissen der vorliegenden Studie abzuleiten ist. Die Röntgenfluoreszenzanalyse der Füllstoffe ergab für Transbond XT, dass diese zu 99 % aus SiO_2 bestehen. Weiter sind B_2O_3 , Al_2O_3 , SrO , ZnO und P_2O_5 in geringen Mengen enthalten. Bei Beauty Ortho Bond bestehen die Füllstoffe aus 30 % SrO , 27 % Al_2O_3 , 21 % SiO_2 und 13 % B_2O_3 . Die Partikelgrößen liegen bei beiden Adhäsiven im Bereich von 0,5 bis 10 μm ⁹³. Auch Faltermeier et al.⁷³ stellten bei hochgefüllten Adhäsiven höhere Scherhaftfestigkeiten fest als bei niedriggefüllten oder ungefüllten Adhäsiven.

8.5.2 Einfluss des verwendeten Adhäsivs auf das Risiko von Schmelzausrissen

In der vorliegenden Studie traten die meisten Schmelzausrisse bei Verwendung des Adhäsivs Transbond XT auf. Bei Fuji Ortho LC waren bei insgesamt zwei Proben Schmelzausrisse zu verzeichnen. Beauty Ortho Bond führte zu keinerlei Schmelzausrissen.

Es zeigt sich, dass die Wahl des Adhäsivs das Risiko für Schmelzausrisse beeinflusst. Gittner et al.⁸¹ stellten in Übereinstimmung mit der vorliegenden Arbeit einen signifikanten Einfluss des Adhäsivs auf die Scherhaftfestigkeit fest, jedoch konstatierten die Autoren keinen signifikanten Einfluss des Adhäsivs auf das Schmelzausrissverhalten. Sie untersuchten die Scherhaftfestigkeiten und das Schmelzausrissverhalten zweier verschiedener Keramikbrackets unter Verwendung verschiedener Adhäsive und Polymerisationslampen. Die Adhäsive ConTec LC, ConTec Duo und Transbond XT wurden mit der Halogenlampe ConTec Light, der Plasmalampe der Firma ADT und der LED-Lampe Elipar FreeLight ausgehärtet.

Insgesamt scheint das Risiko für Schmelzausrisse in vivo gering zu sein. Pont et al.¹³⁹ verzeichneten in ihrer In-vivo-Studie keinen einzigen Schmelzausriss nach dem Entfernen der Brackets. Sie untersuchten 498 Zähne an 30 Patienten. Die höheren Schmelzausrissraten in vitro sind eventuell auf das fehlende speichelhaltige Milieu der Mundhöhle zurückzuführen. In der Mundhöhle kommt es zur Anlagerung von Ionen und Proteinen an kieferorthopädische Geräte und Befestigungsmaterialien⁶⁵. Die intraoralen Faktoren Speichel, Kaukräfte, Temperatur- und pH-Wechsel werden in vitro meist nicht berücksichtigt⁶⁵. Der Zahnschmelz ist in vitro trockener als in vivo¹²⁷.

8.5.3 Zusammenhang zwischen Scherhaftfestigkeit und Schmelzausriss

Die Ergebnisse der vorliegenden Studie lassen zwischen der Höhe der Scherhaftfestigkeit und dem Auftreten von Schmelzausrissen einen klaren Zusammenhang erkennen. Die höchsten Scherhaftfestigkeiten erzielten Transbond XT, gefolgt von Transbond XT/SEP, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC in absteigender Reihenfolge. Die höchste Schmelzfrakturrate trat bei Transbond XT auf, gefolgt von Transbond XT/SEP (Kapitel 7.2.1 Tabelle 4).

Trites et al.¹⁷² konnten in ihren Untersuchungen keinen Zusammenhang zwischen der Höhe der Scherhaftfestigkeit und dem Auftreten von Schmelzausrissen feststellen. Transbond XT erreichte die höheren Scherfestigkeiten, Transbond XT/SEP die höhere Schmelzfrakturrate. Die Gruppe scherte mit Transbond XT und Transbond XT/SEP geklebte Metallbrackets ab. Die Autoren verwendeten in Thymollösung gelagerte, extrahierte menschliche Prämolaren. Nach Lagerung für 24 h, 30 Tagen, 3 Monaten und anschließendem Thermocycling wurden die Brackets mit einer Traversengeschwindigkeit von 2 mm/min abgeschert.

Bei der Interpretation der Ergebnisse ist stets zu beachten, dass auch bei niedrigerem Mittelwert bzw. Median einer Gruppe dennoch einzelne Scherfestigkeitswerte höher liegen können, die beim Abscheren Schmelzausrisse zeigen.

Rix et al.¹⁴⁸, Schaneveldt und Foley¹⁵⁴ sowie Gittner⁸⁰ stellten einen Zusammenhang zwischen der Höhe der Scherhaftfestigkeit und dem Auftreten von Schmelzausrissen fest. Gittner⁸⁰ bemerkte zudem, dass mit steigender Scherhaftfestigkeit nicht nur die Anzahl, sondern auch die Größe der Schmelzdefekte zunimmt.

Diese Aussagen sind jedoch differenziert zu betrachten. Insgesamt stellt das Vergleichen verschiedener Studien bezüglich beobachteter Schmelzausrisse den Betrachter vor Schwierigkeiten. Die Art und Weise der Gewinnung des Zahnmaterials hat großen Einfluss auf das Auftreten von Schmelzausrissen. Es ist daher immer zu hinterfragen, ob und wie die Zähne vor dem Bekleben auf Schmelzschäden untersucht wurden, wie sie gelagert wurden und welche Brackets verwendet wurden. Rix et al.¹⁴⁸ beispielsweise verwendete menschliche Prämolaren, die vor dem Bekleben und nach dem Abscheren bei 16-facher Vergrößerung untersucht wurden. Besonders bei der Extraktion mit Zangen können mit bloßem Auge schwer erkennbare Schmelzrisse auftreten. In der vorliegenden Studie wurden die Zahnkronen der Rinderzähne mit einem Fliesenschneider unter Wasserkühlung vom Alveolarfortsatz abgetrennt. Bei diesem Vorgehen besteht keine Gefahr, Schmelzschäden zu erzeugen. Vorgeschädigte Zähne neigen in Scherversuchen eher zu Schmelzausrissen. Rix et al.¹⁴⁸ beobachteten bei 46,7 % von einer aus 160 Zähnen bestehenden Auswahl bereits vor dem Bekleben Schmelzschäden. Die Zähne wurden dennoch bei Scherversuchen eingesetzt. Nach dem Abschervorgang lag die Schmelzfrakturnrate bei über 60 %.

Eine visuelle Prüfung ohne Vergrößerung vor dem Bekleben wurde von zahlreichen Autoren angewandt^{2,5,7,12,23,39,46,63,91,95}. Manche Autoren prüften die Zähne vor dem Bekleben unter 4-facher^{41,42} oder 10-facher^{5,50,73,92} Vergrößerung. Vermutlich wird das Risiko von schon vor dem Bekleben bestehenden Schmelzausrissen und das Nichterkennen der Defekte ohne Vergrößerung von vielen Autoren auch bei einem Vorgehen gemäß DIN 13990 unterschätzt.

Auch die Untersuchung der Zähne nach dem Abscheren muss hinterfragt werden, da ohne Vergrößerungshilfe kleinere Schmelzschäden nicht erkannt werden. In der vorliegenden Studie wurden die Zähne gemäß DIN 13990 vor dem Bonding visuell ohne

Vergrößerung und nach dem Abscheren mit 10-facher Vergrößerung auf Schmelzschäden geprüft. Ob die Untersuchung der Zähne vor dem Bekleben mit 10-facher Vergrößerung bei Scherhaftfestigkeitsprüfungen gemäß DIN 13990 zu niedrigeren Schmelzausrissraten führt, könnte Gegenstand weiterer Untersuchungen sein.

8.5.4 Einfluss von Lagerung und Temperaturwechselbelastung auf die Scherhaftfestigkeit und das Risiko von Schmelzausrissen

In der vorliegenden Studie beeinflusste die Lagerungsdauer vom Kleben bis zur Scherprüfung der Proben die Höhe der Scherhaftfestigkeit und das Risiko für Schmelzausrisse. Die Scherhaftfestigkeiten waren nach 15 Minuten Probenlagerung signifikant geringer als nach Lagerung für 24 h bei 37 °C. Nach 15 Minuten Lagerung traten keine Schmelzausrisse auf.

Oesterle und Shellhart¹³³ stellten 2008 ebenfalls fest, dass die Scherhaftfestigkeit innerhalb von 24 h nach dem Kleben von Brackets ansteigt. Sie untersuchten in ihrer Studie die Auswirkung der Lagerungszeit auf die Scherhaftfestigkeit zweier lichthärtender Komposite. Sie lagerten die Proben in 37 °C warmem destilliertem Wasser. Abgeschert wurde nach 30 Minuten, 24 Stunden, 1, 6, 12, 18 und 24 Monaten. Eine Drahtschlinge diente zur Kraftübertragung in gingivoinzisaler Richtung. Die höchsten Scherhaftfestigkeiten wurden nach 24 h gemessen. Danach zeigte sich eine Tendenz hin zu geringeren Werten. Schmelzausrisse wurden in dieser Studie nicht beschrieben.

Der Anstieg der Scherhaftfestigkeitswerte innerhalb der ersten 24 h nach dem Kleben wurde in weiteren Studien konstatiert^{119,186}. Der Anstieg ist unabhängig davon, ob der Primer separat ausgehärtet wird oder nicht¹³⁵. Der verwendete Lampentyp¹³¹ und die Belichtungszeit¹³² beeinflussen den Anstieg laut Oesterle et al.¹³² ebenfalls nicht. Die Ursache für den Anstieg der Scherhaftfestigkeit ist bei lichthärtenden Kompositen die Fortsetzung der radikalischen Polymerisation, die durch die Belichtung in Gang gesetzt wird^{48,183}. Somit steigt der Polymerisationsgrad nach der Belichtung weiter an. Bei Fuji Ortho LC, dem kunststoffmodifizierten Glasionomermazement vollzieht sich derselbe Prozess im Kunststoffanteil des Zements⁴⁸. Zudem führt die weitergehende Säure-Basen-Reaktion zwischen den Glasbestandteilen und der Polyacrylsäure zur Steigerung der Scherhaftfestigkeit⁴⁸.

In der vorliegenden Studie bewirkte Thermocycling keinen signifikanten Unterschied in der Scherhaftfestigkeit. Mehrere Autoren stellten nach 500 Zyklen Thermocycling zwischen 5 °C und 55 °C ebenfalls keinen signifikanten Unterschied der Scherhaftfestigkeit fest^{53,86}. Ein Abfall der Scherhaftfestigkeit wäre dahingehend denkbar, dass Wasserlagerung und Thermocycling die Integrität des Adhäsivs beeinflussen. Die Permeabilität der Adhäsivoberfläche für Wasser wird beeinflusst durch den jeweiligen Konversionsgrad der Adhäsive³⁵. Folglich sind suboptimal ausgehärtete Adhäsive permeabler als optimal ausgehärtete Adhäsiv^{35,87}. Ein unzureichender Konversionsgrad führt zu einer verstärkten Elution unvernetzter Monomere bei Wasserlagerung. Dieses Phänomen wurde vor allem bei HEMA beobachtet. HEMA ist wasserlöslich und hat ein geringes Molekulargewicht. Die hohe Affinität zu Wasser kann daher die mechanischen Eigenschaften eines Adhäsivs negativ beeinflussen¹²⁶.

Durch Thermocycling sollen gleichzeitig mehrere Effekte erzielt werden: Im heißen Wasserbad kommt es zur Elution oberflächlicher Adhäsivbestandteile und durch den Temperaturwechsel wird das Adhäsiv wiederholtem Expansions-Kontraktions-Stress ausgesetzt⁵⁴. Die Wärmeausdehnungskoeffizienten von Schmelz, Adhäsiv und Bracket sind jedoch verschieden, so dass es im Bereich der Verbundflächen zu Stressentwicklung kommt. Bedingt durch den Stress können entlang der Verbundflächen kleine Risse und Lücken entstehen. Durch die sich im Rahmen des Temperaturwechsels ändernden Lückendimensionen entsteht ein Ein- und Ausstrom von Wasser⁷⁹. Man spricht hier von „Perkolation“⁷⁹. Durch Perkolation werden weitere Adhäsivbestandteile eluiert⁷⁹. Dass in der vorliegenden Studie keine negative Beeinflussung der Adhäsivfestigkeit durch Wasserlagerung und nachfolgendes Thermocycling stattgefunden hat, mag für die Qualität der Adhäsive sprechen. Es ist auch möglich, dass 500 Zyklen Thermocycling nicht ausreichen, um eine Alterung des Adhäsivs zu bewirken. Zwei Normen empfehlen jedoch die Anwendung von 500 Zyklen Thermocycling: DIN 13990^{57,58} und ISO/TS 11450⁵⁹.

Über die Entwicklung der Scherhaftfestigkeit bei Langzeitlagerung und längerem Thermocycling kann bei dem vorliegenden Studiendesign keine Aussage getroffen werden. Dies könnte Gegenstand weiterer Untersuchungen sein.

8.5.5 Einfluss der Schmelzkonditionierung auf die Scherhaftfestigkeit

Die Betrachtung der Gesamtheit aller Versuche der vorliegenden Studie zeigt, dass der Konditionierungsmodus einen signifikanten Einfluss auf die Scherhaftfestigkeit hat. Eine der getesteten Hypothesen besagte, dass sich die Scherhaftfestigkeiten nach Konditionieren gemäß Herstellerangaben von den Scherhaftfestigkeiten nach zusätzlicher Konditionierung mit Phosphorsäure oder Verwendung von Phosphorsäure anstelle von Polyacrylsäure unterscheiden. Diese Hypothese wurde bestätigt. Aggressiveres Konditionieren führt insgesamt zu signifikant höheren Scherhaftfestigkeiten. Diese Globalaussage soll nun näher untersucht und diskutiert werden. Klinisch relevant sind die Ergebnisse des Gesamtverbundes.

Transbond XT:

Transbond XT erreichte bei Lagerung für 15 min höhere Scherhaftfestigkeiten nach zweimaligem Ätzen für 15 s mit zwischenzeitlichem Abspülen und Trocknen als nach einmaligem Ätzen für 15 s. Dieser Unterschied ist aber nicht signifikant (vgl. Kapitel 7.2.5, Tabelle 11). In der vorliegenden Studie wurde die Schmelzstruktur nach dem Ätzen nicht untersucht. Nguyen et al.¹²⁹ untersuchten die Schmelzoberfläche humaner Zähne vor und nach dem Ätzen mit 37%iger Phosphorsäure. Geätzt wurde für 15, 30 und 60 Sekunden. Ätzen für 15 und 30 Sekunden bewirkten ähnlich ausgeprägte Oberflächenvergrößerungen. Die Porengröße war ebenfalls ähnlich. Jedoch war die Porenanzahl nach 30 s größer als nach 15 s. 60 s Ätzen führte zum Kollaps des Ätzmusters. Die gemessene Oberfläche war dann kleiner als nach kürzeren Ätzzeiten. Die Porenanzahl war geringer, die einzelnen Poren jedoch tiefer. Sofern Ätzen für 30 s vergleichbar ist mit 2-maligem Ätzen für 15 s, ist eine Vergleichbarkeit mit der vorliegenden Studie gegeben. Die in der vorliegenden Arbeit tendenziell höheren Scherhaftfestigkeiten nach zweimaligem Ätzen könnten demnach durch eine Erhöhung der Porenanzahl begründet sein.

Transbond XT/SEP und Beauty Ortho Bond:

Transbond XT in Kombination mit SEP (Transbond Plus Self Etching Primer) und Beauty Ortho Bond zeigen nach zusätzlicher vorhergehender Phosphorsäureätzung für 15 s höhere Scherhaftfestigkeiten als bei Konditionierung nach Herstellerangaben. Eine Ausnahme stellt hier die Messung des Gesamtverbundes mit Beauty Ortho Bond nach 24 h mit nachfolgendem Thermocycling dar (vgl. Kapitel 7.2.5, Tabelle 11). Hier waren

die Werte nach zusätzlichem Ätzen etwas niedriger als bei Verarbeitung nach Herstellerangaben. Die Unterschiede sind nicht signifikant (vgl. Kapitel 7.2.5). Lima et al.¹¹² erzielten nach Konditionierung mit 35%iger Phosphorsäure und nachfolgender Anwendung eines selbstätzenden Primers und Adhäsivs signifikant höhere Scherfestigkeiten als nach alleiniger Anwendung von SEP und Adhäsiv. Die Untersuchung¹¹² bezog sich auf Adhäsive, die in der konservierenden Zahnheilkunde verwendet werden: Clearfil SE (Kuraray Medical, Japan) und Opallis Flow (FGM, Brasilien). Zusätzlich zur Scherhaftfestigkeit wurden auch die Ätzmuster der längs geschnittenen Schmelzprimen mittels Elektronenmikroskop untersucht. Nach 15 s Phosphorsäureätzung imponierte das typische honigwabenartige Ätzmuster. Die Demineralisation im Prismenzentrum war deutlich zu sehen. Leichte Demineralisationen hatten in der Prismenperipherie stattgefunden. In einer zweiten Gruppe waren nach ausschließlicher Anwendung des selbstätzenden Adhäsivs (Clearfil SE Bond) im Prismenzentrum diskrete Demineralisationen zu sehen. Die Proben der dritten Gruppe wurden mit Phosphorsäure geätzt, anschließend wurde das selbstätzende Adhäsiv aufgebracht. Diese Gruppe erzielte die höchsten Scherhaftfestigkeiten und zeigte ein tieferes Ätzmuster. Es imponierten deutliche Demineralisationen sowohl im Prismenzentrum als auch in der Prismenperipherie. Schmelzausrisse werden in dieser Studie¹¹² nicht beschrieben.

Rotta et al.¹⁵¹ erzielten nach zusätzlicher Phosphorsäureätzung in Kombination mit selbstätzenden Adhäsivsystemen höhere Zugfestigkeiten. Fjeld und Øgaard⁷⁶ untersuchten die Schmelzoberfläche humaner Prämolaren nach unterschiedlichen Ätztechniken und Applikation verschiedener Adhäsivsysteme mittels Elektronenmikroskop. Sie fanden nach Applikation von Transbond Plus Self Etching Primer ein Ätzmuster, das sich deutlich von dem Ätzmuster durch 35%ige Phosphorsäure unterschied. Das Ätzmuster des Transbond Plus Self Etching Primers war schwächer ausgeprägt, die Prismenstruktur lediglich angedeutet. Weitere Proben wurden nach Phosphorsäureätzung mit Transbond XT Primer und Transbond XT Adhäsiv versehen. Hier zeigten sich im Elektronenmikroskop mehr als 20 µm lange, dicke Kunststofftags, die den Schmelz infiltriert hatten. Nach Anwendung von Transbond Plus Self Etching Primer und Transbond XT Adhäsiv waren weniger Kunststofftags zu sehen. Außerdem besaßen die Kunststofftags nur eine Länge von 5-10 µm und waren dünner als die Kunststofftags nach Phosphorsäureätzung.

Mutmaßlich entstehen nach zusätzlicher Ätzung mit Phosphorsäure vor SEP-Applikation lange, dicke Kunststofftags, die die höheren Scherhaftfestigkeiten der vorliegenden Studie erklären können. Verschiedene Autoren sehen allerdings keinen Zusammenhang zwischen der Länge der Kunststofftags und der Höhe der Scher- bzw. Zugfestigkeit^{14,108,161,170}. Diese Aussage steht im Einklang zu den in der vorliegenden Studie beobachteten kleinen nicht signifikanten Unterschieden der Scherhaftfestigkeit zwischen der Behandlung mit Phosphorsäure und Transbond XT Primer sowie Transbond XT/SEP bei Konditionierung nach Herstellerangaben.

In der vorliegenden Arbeit bewirkt Ätzen mit 35%iger Phosphorsäure bei Fuji Ortho LC eine signifikante Erhöhung der Scherhaftfestigkeit gegenüber der Konditionierung mit 10%iger Polyacrylsäure. Maruo et al.¹²⁰ sowie Bishara et al.²⁸ kamen mit 37%iger Phosphorsäure zum gleichen Ergebnis. Eine Erklärung hierfür könnte die unterschiedliche Interaktion beider Säuren mit dem Schmelz sein. 10%ige Polyacrylsäure bewirkt kaum Schmelzveränderungen⁷⁶. Anstelle von Tags beobachteten Fjeld und Øgaard⁷⁶ nach Konditionierung mit Polyacrylsäure lediglich winzige Ausläufer des Fuji Ortho LC an der Verbundstelle. Der Haftmechanismus zwischen kunststoffmodifiziertem Glasionomierzement und mit Polyacrylsäure konditioniertem Schmelz ist hauptsächlich chemischer Natur⁵⁴. Möglicherweise bewirkt die Phosphorsäureätzung zusätzlich einen mikromechanischen Verbund, der zur Steigerung der Scherhaftfestigkeit führt. Gegen diese Theorie sprechen die Aussagen von De Munck et al.⁵⁵, die den Verbund zwischen Glasionomierzement und Dentin untersuchten. Diese Autoren⁵⁵ stellten fest, dass Glasionomierzement phosphorsäuregeätztes Dentin nicht infiltrieren kann⁵⁵. Als Grund geben sie das hohe Molekulargewicht der Polyacrylsäure an. Daher raten De Munck et al. davon ab Phosphorsäure in Verbindung mit Glasionomierzement auf Dentin zu verwenden.

Valente et al.¹⁷⁴ bemerkten bei Fuji Ortho LC keinen signifikanten Unterschied der Zugfestigkeit bei Konditionierung mit 10%iger Polyacrylsäure versus 37%iger Phosphorsäure. Die Untersucher führen den fehlenden Unterschied auf die in der Polyacrylsäure enthaltenen funktionellen Gruppen zurück, über die beim Kleben chemische Bindungen entstehen.

In der vorliegenden Studie erreichte Fuji Ortho LC in der Kombination mit Polyacrylsäure nach 15 min nicht die geforderte Mindestscherkraft. Nach 24 h war die

Scherhaftfestigkeit zufriedenstellend. Das Ätzen mit Phosphorsäure hingegen führte schon 15 min nach dem Kleben zu klinisch ausreichenden Scherhaftfestigkeiten. Die niedrigen initialen Scherhaftfestigkeiten der Glasionomerezemente in Kombination mit Polyacrylsäure sind ein bekanntes Problem^{28,29,120}. Bedingt durch die geringen initialen Scherhaftfestigkeiten steigt das Risiko eines vorzeitigen Bracketverlusts. Von einer Belastung der Brackets direkt nach dem Kleben beispielsweise durch Einligieren eines Bogens oder übermäßige Mastikation wird daher abgeraten²⁹.

8.5.6 Einfluss des Konditionierungsmodus auf das Risiko von Schmelzausrissen

Auf die Anzahl der Schmelzausrisse wirkten sich die veränderten Ätzmodi ebenfalls aus. Der prozentuale Anteil der Schmelzausrisse lag nach verändertem Konditionierungsmodus höher als bei Konditionieren nach Herstellerangaben (Konditionierung vgl. Kapitel 6.1, Tabelle 1). Eine der getesteten Hypothesen besagte, dass bei Konditionieren nach Herstellerangaben eine geringere Schmelzfrakturnrate zu erwarten ist. Somit wurde auch diese Hypothese bestätigt. Holzmeier et al.⁹⁰ konstatierten bei selbst-ätzenden Produkten weniger Schmelzausrisse bei gleichzeitigem geringerem Hartschmelzverlust. Obwohl bei anderen Autoren keine Zunahme von Schmelzausrissen nach aggressiverem Ätzen gegenüber Ätzen nach Herstellerangaben auftrat^{28,112,120,151}, raten wir nach den Ergebnissen der vorliegenden Untersuchung von routinemäßigem zusätzlichem Ätzen mit Phosphorsäure ab.

8.5.7 Eignung von DIN 13990-1/-2

Die Vorgaben der Norm haben sich bei der Durchführung der vorliegenden Studie als praxisnah erwiesen. Nur in einem Punkt konnten die Vorgaben der Norm nicht eingehalten werden. So musste bei der Reinigung der Schmelzoberfläche der Rinderzähne das Mischungsverhältnis von Bimsstein zu Wasser geändert werden, da mit dem in der vorliegenden Studie gewählten Bimsstein-Pulver bei Mischung nach Normvorgaben das Bimsstein-Wasser-Gemisch zu fest und zu trocken war (vgl. Kapitel 8.3.2). Beim Einbetten der Zähne und Brackets wurde aus Gründen der Einfachheit und Praktikabilität mit kleinen Abweichungen von DIN 13990 vorgegangen (vgl. Kapitel 8.3.1). Insgesamt ist DIN 13990-1/-2 ein geeignetes Verfahren zur Prüfung der Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente.

9 Schlussfolgerungen

Die untersuchten Adhäsive unterscheiden sich in der Scherhaftfestigkeit. Transbond™ XT weist höhere Scherhaftfestigkeiten auf als Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC.

Die Schwachstelle des Verbunds variiert. Wichtig für die Praxis ist aber der Gesamtverbund. Der Kliniker sollte daher sein Augenmerk auf die Ergebnisse des Gesamtverbundes lenken.

Überträgt man die Ergebnisse des Thermocyclings auf die Situation in vivo, so bedeutet dies, dass 24 h nach Befestigung der Brackets keine weitere Steigerung der Verbundfestigkeit mehr zu erwarten ist.

Das Adhäsiv Transbond™ XT führt zu hohen Verbundfestigkeiten, zumindest in vitro jedoch auch zu mehr Schmelzausrissen als Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC. Dabei spielt es keine Rolle, ob die Konditionierung auf herkömmliche Art und Weise oder mit dem Transbond Plus Self Etching Primer erfolgt. Beim Debonding von mit Transbond XT geklebten Brackets muss daher besonders vorsichtig vorgegangen werden. Dem Behandler muss letztlich klar sein, dass er bei der Verwendung von Adhäsiven mit höheren Scherhaftfestigkeiten oder bei aggressiverem Konditionieren (führt zu höheren Scherhaftfestigkeiten) ein höheres Risiko für Schmelzausrisse in Kauf nimmt.

Beauty Ortho Bond ist für den klinischen Einsatz geeignet. Ob Beauty Ortho Bond auch in vivo akzeptable Festigkeiten ohne Schmelzausrisse liefert, bleibt zu prüfen.

Fuji Ortho LC erfüllt die – willkürlich festgesetzten – Minimalanforderungen nicht.

Die Prüfung der Scherhaftfestigkeit nach DIN 13990 ist ein praktikables Verfahren. Die Wirksamkeit des Thermocyclings kann Gegenstand weiterer Untersuchungen sein.

10 Literaturverzeichnis

1. Abdelnaby YL, Al-Wakeel Eel S. Effect of early orthodontic force on shear bond strength of orthodontic brackets bonded with different adhesive systems. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2010;138(2):208-14.
2. Ahrari F, Heravi F, Fekrazad R, Farzanegan F, Nakhaei S. Does ultra-pulse CO₂ laser reduce the risk of enamel damage during debonding of ceramic brackets? *Lasers Med Sci.* 2012;27(3):567-74.
3. Akin N, Nergiz I, Platzer U, Ødegaard J. Untersuchungen zur Haftfestigkeit von Brackets mit und ohne Silanisierung. *J Orofac Orthop.* 1991;52(5):310-4.
4. Al-Twajiri S, Viana G, Bedran-Russo AK. Effect of prophylactic pastes containing active ingredients on the enamel-bracket bond strength of etch-and-rinse and self-etching systems. *Angle Orthod.* 2011;81(5):788-93.
5. Albaladejo A, Montero J, Gomez de Diego R, Lopez-Valverde A. Effect of adhesive application prior to bracket bonding with flowable composites. *Angle Orthod.* 2011;81(4):716-20.
6. Ardu S, Gutemberg D, Krejci I, Feilzer AJ, Di Bella E, Dietschi D. Influence of water sorption on resin composite color and color variation amongst various composite brands with identical shade code: an in vitro evaluation. *J Dent.* 2011;39 Suppl 1:e37-44.
7. Arhun N, Arman A, Sesen C, Karabulut E, Korkmaz Y, Gokalp S. Shear bond strength of orthodontic brackets with 3 self-etch adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2006;129(4):547-50.
8. Armas Galindo HR, Sadowsky PL, Vlachos C, Jacobson A, Wallace D. An in vivo comparison between a visible light-cured bonding system and a chemically cured bonding system. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1998;113(3):271-5.
9. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LHA, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: A critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater J.* 2010;26(2):E50-E62.
10. Årtun J, Bergland S. Clinical-Trials with Crystal-Growth Conditioning as an Alternative to Acid-Etch Enamel Pretreatment. *Am J Orthod* 1984;85(4):333-40.
11. Atash R, Vanden Abbeele A. Sealing ability and bond strength of four contemporary adhesives to enamel and to dentine. *Eur J Paediatr Dent.* 2005;6(4):185-90.
12. Atsu SS, Gelgör IE, Sahin V. Effects of silica coating and silane surface conditioning on the bond strength of metal and ceramic brackets to enamel. *Angle Orthod.* 2006;76(5):857-62.
13. Bakhtari A, Bradley TG, Lobb WK, Berzins DW. Galvanic corrosion between various combinations of orthodontic brackets and archwires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.*

- 2011;140(1):25-31.
14. Barkmeier WW, Gwinnett AJ, Shaffer SE. Effects of enamel etching time on bond strength and morphology. *J Clin Orthod.* 1985;19(1):36-8.
 15. Bayram M, Yeşilyurt C, Kuşgöz A, Ülker M, Nur M. Shear bond strength of orthodontic brackets to aged resin composite surfaces: effect of surface conditioning. *Eur J Orthod.* 2011;33(2):174-9.
 16. Baysal A, Uysal T. Resin-modified glass ionomer cements for bonding orthodontic retainers. *Eur J Orthod.* 2010;32(3):254-8.
 17. Bennett CG, Shen C, Waldron JM. The effects of debonding on the enamel surface. *J Clin Orthod.* 1984;18(5):330-4.
 18. Bishara SE, Ajlouni R, Laffoon JF. Effect of thermocycling on the shear bond strength of a cyanoacrylate orthodontic adhesive. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2003;123(1):21-4.
 19. Bishara SE, Ajlouni R, Laffoon JF, Warren JJ. Effect of a fluoride-releasing self-etch acidic primer on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Angle Orthod.* 2002;72(3):199-202.
 20. Bishara SE, Fonseca JM, Boyer DB. The use of debonding pliers in the removal of ceramic brackets: force levels and enamel cracks. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1995;108(3):242-8.
 21. Bishara SE, Forrseca JM, Fehr DE, Boyer DB. Debonding forces applied to ceramic brackets simulating clinical conditions. *Angle Orthod.* 1994;64(4):277-82.
 22. Bishara SE, Laffoon JF, VonWald L, Warren J. Effect of time on the shear bond strength of cyanoacrylate and composite orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2002;121(3):297-300.
 23. Bishara SE, Laffoon JF, Vonwald L, Warren JJ. The effect of repeated bonding on the shear bond strength of different orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2002;121(5):521-5.
 24. Bishara SE, Oonsombat C, Soliman MM, Warren JJ, Laffoon JF, Ajlouni R. Comparison of bonding time and shear bond strength between a conventional and a new integrated bonding system. *Angle Orthod.* 2005;75(2):237-42.
 25. Bishara SE, Ostby AW, Laffoon J, Warren JJ. Enamel cracks and ceramic bracket failure during debonding in vitro. *Angle Orthod.* 2008;78(6):1078-83.
 26. Bishara SE, Trulove TS. Comparisons of different debonding techniques for ceramic brackets: an in vitro study. Part I. Background and methods. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1990;98(2):145-53.
 27. Bishara SE, Trulove TS. Comparisons of different debonding techniques for ceramic

- brackets: an in vitro study. Part II. Findings and clinical implications. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1990;98(3):263-73.
28. Bishara SE, VonWald L, Laffoon JF, Jakobsen JR. Effect of altering the type of enamel conditioner on the shear bond strength of a resin-reinforced glass ionomer adhesive. *Am J Orthod Dentofac.* 2000;118(3):288-94.
29. Bishara SE, VonWald L, Olsen ME, Laffoon JF. Effect of time on the shear bond strength of glass ionomer and composite orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1999;116(6):616-20.
30. Blunck U. Selbstätzende Adhäsivsysteme Übersicht und Hinweise zur Anwendung. *Wissen Kompakt* 2011;5:11-22.
31. Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: A critical review of "macro" test methods. *Dent Mater J.* 2010;26(2):e38-49.
32. Brandt S. Untersuchung und Vergleich der Prüfmethode nach DIN 13914 und DIN EN ISO 3336 für die Verbundfestigkeit von Kunststoffzähnen im Prothesenkunststoff. *Zahnmed. Diss., Berlin* 2007.
33. 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.
34. Brauchli L, Zeller M, Wichelhaus A. Shear bond strengths of seven self-etching primers after thermo-cycling. *J Orofac Orthop.* 2011;72(5):371-80.
35. Breschi L, Cadenaro M, Antoniolli F, Sauro S, BiaSotto M, Prati C, Tay FR, Lenarda R. Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: Correlation between extent of conversion and permeability. *Dent Mater J.* 2007;23(9):1066-72.
36. Brosh T, Strouthou S, Sarne O. Effects of buccal versus lingual surfaces, enamel conditioning procedures and storage duration on brackets debonding characteristics. *J Dent.* 2005;33(2):99-105.
37. Brosius F. SPSS 19. Verlagsgruppe Hüthig Jehle Rehm GmbH, Heidelberg 2011.
38. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955;34(6):849-53.
39. Cacciafesta V, Sfondrini MF, Scribante A, Böhme A, Jost-Brinkmann P-G. Effect of light-tip distance on the shear bond strengths of composite resin. *Angle Orthod.* 2005;75(3):386-91.
40. Campbell PM. Enamel surfaces after orthodontic bracket debonding. *Angle Orthod.* 1995;65(2):103-10.
41. Cehreli SB, Guzey A, Arhun N, Cetinsahin A, Unver B. The effects of prophylactic ozone pretreatment of enamel on shear bond strength of orthodontic brackets bonded with total or self-etch adhesive systems. *Eur J Dent.* 2010;4(4):367-73.

42. Cehreli ZC, Kecik D, Kocadereli I. Effect of self-etching primer and adhesive formulations on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2005;127(5):573-9.
43. Cerekja E, Cakirer B. Effect of short curing times with a high-intensity light-emitting diode or high-power halogen on shear bond strength of metal brackets before and after thermocycling. *Angle Orthod.* 2011;81(3):510-6.
44. Chatzistavrou E, Eliades T, Zinelis S, Athanasiou AE, Eliades G. Fluoride release from an orthodontic glass ionomer adhesive in vitro and enamel fluoride uptake in vivo. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2010;137(4):458 e1-8.
45. Chen CS, Hsu ML, Chang KD, Kuang SH, Chen PT, Gung YW. Failure analysis: enamel fracture after debonding orthodontic brackets. *Angle Orthod.* 2008;78(6):1071-7.
46. Chen HY, Su MZ, Chang HF, Chen YJ, Lan WH, Lin CP. Effects of different debonding techniques on the debonding forces and failure modes of ceramic brackets in simulated clinical set-ups. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007;132(5):680-6.
47. Cheng HY, Chen CH, Li CL, Tsai HH, Chou TH, Wang WN. Bond strength of orthodontic light-cured resin-modified glass ionomer cement. *Eur J Orthod.* 2011;33(2):180-4.
48. Choo SC, Ireland AJ, Sherriff M. An in vitro investigation into the use of resin-modified glass poly(alkenoate) cements as orthodontic bonding agents. *Eur J Orthod.* 2001;23(3):243-52.
49. Cunha-Cruz J, Rothen M, Spiekerman C, Drangsholt M, McClellan L, Huang GJ. Recommendations for third molar removal: a practice-based cohort study. *Am J Public Health.* 2014;104(4):735-43.
50. Damon PL, Bishara SE, Olsen ME, Jakobsen JR. Bond strength following the application of chlorhexidine on etched enamel. *Angle Orthod.* 1997;67(3):169-72.
51. Daratsianos N, Jäger A, Eliades T, Bourauel C. In vitro cyclic shear fatigue of the bracket-adhesive complex: A pilot study. *J Orofac Orthop.* 2013;73:138-50.
52. David VA, Staley RN, Bigelow HF, Jakobsen JR. Remnant amount and cleanup for 3 adhesives after debracketing. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2002;121(3):291-6.
53. De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Poitevin A, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Micro-tensile bond strength of adhesives bonded to Class-I cavity-bottom dentin after thermo-cycling. *Dent Mater J.* 2005;21(11):999-1007.
54. 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.
55. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K, Lambrechts P. Four-year

- water degradation of a resin-modified glass-ionomer adhesive bonded to dentin. *Eur J Oral Sci.* 2004;112(1):73-83.
56. Dentaforum. Discovery®/discovery®smart Brackets Gebrauchsanweisung, 2011.
57. Deutsches Institut für Normung e.V. DIN 13990-1: Zahnheilkunde – Prüfverfahren für die Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente – Teil 1: Verbund der Grenzflächen Adhäsiv-Befestigungselement und Adhäsiv-Zahnschmelz. Beuth, Berlin 2009.
58. Deutsches Institut für Normung e.V. DIN 13990-2: Zahnheilkunde – Prüfverfahren für die Scherhaftfestigkeit von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente – Teil 2: Gesamtverbund Befestigungselement-Adhäsiv-Zahnschmelz. Beuth, Berlin 2009.
59. Deutsches Institut für Normung e.V. ISO TS 11405: Dentistry - Testing of adhesion to tooth structure. Beuth, Berlin 2015.
60. Dias WR, Pereira PN, Swift EJ, Jr. Effect of surface preparation on microtensile bond strength of three adhesive systems to bovine enamel. *J Adhes Dent.* 2004;6(4):279-85.
61. Diedrich P. Die Verbundfestigkeit verschiedener orthodontischer Adhäsive zum konditionierten Schmelz und zur Bracketbasis. *Fortschr Kieferorthop.* 1981;42(4):305-20.
62. Dostalova T, Jelinkova H, Sulc J, Nemecek M, Jelinek M, Fibrich M, Michalik P, Miyagi M, Seydlova M. Ceramic bracket debonding by Tm:YAP laser irradiation. *Photomed Laser Surg.* 2011;29(7):477-84.
63. Droschl HH, Wendl B. Comparison of bond strength using various fixation methods. *World J Orthod.* 2007;8(2):153-6.
64. Elekdag-Turk S, Isci D, Turk T, Cakmak F. Six-month bracket failure rate evaluation of a self-etching primer. *Eur J Orthod.* 2008;30(2):211-6.
65. Eliades T, Bourauel C. Intraoral aging of orthodontic materials: the picture we miss and its clinical relevance. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2005;127(4):403-12.
66. Eliades T, Brantley WA. The inappropriateness of conventional orthodontic bond strength assessment protocols. *Eur J Orthod.* 2000;22(1):13-23.
67. 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.
68. Eslamian L, Borzabadi-Farahani A, Mousavi N, Ghasemi A. A comparative study of shear bond strength between metal and ceramic brackets and artificially aged composite restorations using different surface treatments. *Eur J Orthod.* 2012;34(5):610-7.
69. Europäisches Parlament und Rat. Verordnung (EG) Nr. 999/2001 des Europäischen Parlaments und des Rates vom 22. Mai 2001 mit Vorschriften zur Verhütung, Kontrolle

- und Tilgung bestimmter transmissibler spongiformer Enzephalopathien. Brüssel. 2001.
70. Ewing M. Bond failure in clinical practice. *Aust Orthod J.* 2009;25(2):128-35.
 71. Fajen VB, Duncanson MG, Jr., Nanda RS, Currier GF, Angolkar PV. An in vitro evaluation of bond strength of three glass ionomer cements. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1990;97(4):316-22.
 72. Faltermeier A, Behr M. Effect of bracket base conditioning. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2009;135(1):12 e1-5.
 73. Faltermeier A, Rosentritt M, Faltermeier R, Reicheneder C, Müßig D. Influence of filler level on the bond strength of orthodontic adhesives. *Angle Orthod.* 2007;77(3):494-8.
 74. Ferracane JL, Hilton TJ, Sakaguchi RL. Introduction to and outcomes of the conference on adhesion in dentistry. *Dent Mater J.* 2010;26(2):105-7.
 75. Finnema KJ, Özcan M, Post WJ, Ren YJ, Dijkstra PU. In-vitro orthodontic bond strength testing: A systematic review and meta-analysis. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2010;137(5):615-22.
 76. Fjeld M, Øgaard B. Scanning electron microscopic evaluation of enamel surfaces exposed to 3 orthodontic bonding systems. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2006;130(5):575-81.
 77. Fowler CS, Swartz ML, Moore BK, Rhodes BF. Influence of selected variables on adhesion testing. *Dent Mater J.* 1992;8(4):265-9.
 78. Fox NA, McCabe JF, Buckley JG. A critique of bond strength testing in orthodontics. *Br J Orthod.* 1994;21(1):33-43.
 79. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999;27(2):89-99.
 80. Gittner R. Untersuchung der Scherfestigkeiten und des Schmelzausrissverhalten der Keramikbrackets Fascination und Fascination 2 unter Verwendung verschiedener Adhäsive und Polymerisationslampen. *Zahnmed. Diss., Berlin 2010.*
 81. Gittner R, Müller-Hartwich R, Engel S, Jost-Brinkmann P-G. Shear bond strength and enamel fracture behavior of ceramic brackets Fascination[®] and Fascination[®] 2. *J Orofac Orthop.* 2012;73(1):49-57.
 82. Göbel M. In-vitro-Untersuchung kieferorthopädischer Haftverbundsysteme mit Scher- und Zugkräften unter dem Aspekt standardisierter Prüfverfahren. *Zahnmed. Diss., Freiburg i. Br. 2004.*
 83. Goodis HE, Marshall GW, Jr., White JM, Gee L, Hornberger B, Marshall SJ. Storage effects on dentin permeability and shear bond strengths. *Dent Mater J.* 1993;9(2):79-84.
 84. Gorelick L. Bonding metal brackets with a self-polymerizing sealant-composite: a 12-month assessment. *Am J Orthod.* 1977;71(5):542-53.

85. Greenlaw R, Way DC, Galil KA. An in vitro evaluation of a visible light-cured resin as an alternative to conventional resin bonding systems. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1989;96(3):214-20.
86. Hasegawa T, Retief DH, Russell CM, Denys FR. Shear bond strength and quantitative microleakage of a multipurpose dental adhesive system resin-bonded to dentin. *J Prosthet Dent.* 1995;73(5):432-8.
87. Hashimoto M, Tay FR, Sano H, Kaga M, Pashley DH. Diffusion-induced water movement within resin-dentin bonds during bonding. *J Biomed Mater Res B.* 2006;79B(2):453-8.
88. Hatibović-Kofman S, Koch G. Fluoride release from glass ionomer cement in vivo and in vitro. *Swed Dent J.* 1991;15(6):253-8.
89. Hedderich JS, L. *Angewandte Statistik.* Springer Verlag, Berlin Heidelberg 2012.
90. Holzmeier M, Schaubmayr M, Dasch W, Hirschfelder U. A new generation of self-etching adhesives: comparison with traditional acid etch technique. *J Orofac Orthop.* 2008;69(2):78-93.
91. Horiuchi S, Kuroda S, Hiasa M, Suge T, Saku S, Hamada K, Matsuo T, Asaoka K, Tanaka E. Reinforcement of bond strength of self-etching orthodontic adhesive. *Angle Orthod.* 2012;82(1):30-5.
92. Iijima M, Ito S, Muguruma T, Saito T, Mizoguchi I. Bracket bond strength comparison between new unfilled experimental self-etching primer adhesive and conventional filled adhesives. *Angle Orthod.* 2010;80(6):1095-9.
93. Iijima M, Muguruma T, Brantley WA, Yuasa T, Uechi J, Mizoguchi I. Effect of mechanical properties of fillers on the grindability of composite resin adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2010;138(4):420-6.
94. Ikemura K, Tay FR, Endo T, Pashley DH. A review of chemical-approach and ultramorphological studies on the development of fluoride-releasing dental adhesives comprising new pre-reacted glass ionomer (PRG) fillers. *Dent Mater J.* 2008;27(3):315-39.
95. Izadi MI, Sherriff M, Cobourne MT. A comparative investigation into relative bond strengths of Damon3, Damon3MX, and APC II brackets using different primer and adhesive combinations. *Eur J Orthod.* 2012;34(6):778-82.
96. Jaffer S, Oesterle LJ, Newman SM. Storage media effect on bond strength of orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2009;136(1):83-6.
97. Jähnig A, Henkel S. Glass ionomer cements as orthodontic bracket adhesives. An in vitro study with 4 glass ionomer cements (GIC) and 2 conventional orthodontic bracket adhesives as the comparative group. *Fortschr Kieferorthop.* 1990;51(4):204-7.

98. Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent.* 1999;27(7):523-30.
99. Kitayama S, Nikaido T, Ikeda M, Foxton RM, Tagami J. Enamel bonding of self-etch and phosphoric acid-etch orthodontic adhesive systems. *Dent Mater J.* 2007;26(1):135-43.
100. Klocke A, Kahl-Nieke B. Effect of debonding force direction on orthodontic shear bond strength. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2006;129(2):261-5.
101. Klocke A, Kahl-Nieke B. Influence of force location in orthodontic shear bond strength testing. *Dent Mater J.* 2005;21(5):391-6.
102. Knösel M, Mattysek S, Jung K, Sadat-Khonsari R, Kubein-Meesenburg D, Bauss O, Ziebolz D. Impulse debracketing compared to conventional debonding. *Angle Orthod.* 2010;80(6):1036-44.
103. Krell KV, Courey JM, Bishara SE. Orthodontic bracket removal using conventional and ultrasonic debonding techniques, enamel loss, and time requirements. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1993;103(3):258-66.
104. Le PT, Weinstein M, Borislow AJ, Braitman LE. Bond failure and decalcification: A comparison of a cyanoacrylate and a composite resin bonding system in vivo. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2003;123(6):624-7.
105. Lee HL, Orlowski JA, Enabe E, Rogers BJ. In vitro and in vivo evaluation of direct-bonding orthodontic bracket systems. *J Clin Orthod.* 1974;8(4):227-38.
106. Lee JJ, Nettey-Marbell A, Cook A, Jr., Pimenta LA, Leonard R, Ritter AV. Using extracted teeth for research: The effect of storage medium and sterilization on dentin bond strengths. *J Am Dent Assoc.* 2007;138(12):1599-603.
107. Lee YK, Lim YK. Three-dimensional quantification of adhesive remnants on teeth after debonding. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2008;134(4):556-62.
108. Legler LR, Retief DH, Bradley EL, Denys FR, Sadowsky PL. Effects of phosphoric-acid concentration and etch duration on the shear bond strength of an orthodontic bonding resin to enamel - an in vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1989;96(6):485-92.
109. Li J. Effect of flexural strength of orthodontic resin cement on bond strength of metal brackets to enamel surfaces. *Eur J Orthod.* 2011;33(2):167-73.
110. Lim BS, Lee SJ, Lim YJ, Ahn SJ. Effects of periodic fluoride treatment on fluoride ion release from fresh orthodontic adhesives. *J Dent.* 2011;39(11):788-94.
111. Lim HN, Kim SH, Yu B, Lee YK. Influence of HEMA content on the mechanical and bonding properties of experimental HEMA-added glass ionomer cements. *J Appl Oral Sci.* 2009;17(4):340-9.
112. Lima AF, da Silva VB, Soares GP, Marchi GM, Baggio Aguiar FH, Lovadino JR. Influence of previous acid etching on interface morphology and bond strength of self-

- etching adhesive to cavosurface enamel. *Eur J Dent.* 2012;6(1):56-62.
113. Lin A, McIntyre NS, Davidson RD. Studies on the adhesion of glass-ionomer cements to dentin. *J Dent Res.* 1992;71(11):1836-41.
114. Lin CL, Huang SF, Tsai HC, Chang WJ. Finite element sub-modeling analyses of damage to enamel at the incisor enamel/adhesive interface upon de-bonding for different orthodontic bracket bases. *J Biomech.* 2011;44(1):134-42.
115. Lindemuth JS, Hagge MS. Effect of universal testing machine crosshead speed on the shear bond strength and bonding failure mode of composite resin to enamel and dentin. *Mil Med.* 2000;165(10):742-6.
116. Loeffler K, Gäbel G. *Anatomie der Haustiere.* Verlag Eugen Ulmer, Stuttgart 2015.
117. Lopes MB, Sinhoreti MAC, Consani S, Sobrinho LC. Comparative study of the dental substrate type used in shear bond strength tests. *Pesqui Odontol Bras.* 2003;17(2):171-5.
118. Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater J.* 2010;26(2):e17-23.
119. Marchesi G, Navarra CO, Cadenaro M, Carrilho MR, Codan B, Sergio V, Di Lenarda R, Breschi L. The effect of ageing on the elastic modulus and degree of conversion of two multistep adhesive systems. *Eur J Oral Sci.* 2010;118(3):304-10.
120. Maruo IT, Godoy-Bezerra J, Saga AY, Tanaka OM, Maruo H, Camargo ES. Effect of etching and light-curing time on the shear bond strength of a resin-modified glass ionomer cement. *Braz Dent J.* 2010;21(6):533-7.
121. Meguro D, Hayakawa T, Saito K, Kawasaki M, Kasai K. Effect of thermal cycling on shear bond strength with different types of self-etching primer for bonding orthodontic brackets using a MMA-based resin. *Dent Mater J.* 2005;24(1):30-5.
122. Millett DT, Doubleday B, Alatsaris M, Love J, Wood D, Luther F, Devine D. Chlorhexidine-modified glass ionomer for band cementation? An in vitro study. *J Orthod.* 2005;32(1):36-42.
123. Mirzakouchaki B, Kimyai S, Hydari M, ShahrbaF S, Mirzakouchaki-Boroujeni P. Effect of self-etching primer/adhesive and conventional bonding on the shear bond strength in metallic and ceramic brackets. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2012;17(1):e164-70.
124. Montasser MA, Drummond JL. Reliability of the Adhesive Remnant Index Score System with Different Magnifications. *Angle Orthod.* 2009;79(4):773-6.
125. Morand JM, Jonas P. Resin-modified glass-ionomer cement restoration of posterior teeth with proximal carious lesions. *Quintessence Int.* 1995;26(6):389-94.
126. Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: A systematic review. *Dent Mater J.* 2005;21(10):895-910.

127. Mundstock KS, Sadowsky PL, Lacefield W, Bae S. An in vitro evaluation of a metal reinforced orthodontic ceramic bracket. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1999;116(6):635-41.
128. Nakamichi I, Iwaku M, Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res.* 1983;62(10):1076-81.
129. Nguyen TT, Miller A, Orellana MF. Characterization of the porosity of human dental enamel and shear bond strength in vitro after variable etch times: Initial findings using the BET Method. *Angle Orthod.* 2011;81(4):707-15.
130. O'Brien KD, Watts DC, Read MJF. Residual debris and bond strength - Is there a relationship? *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1988;94(3):222-30.
131. Oesterle LJ, Newman SM, Shellhart WC. Comparative bond strength of brackets cured using a pulsed xenon curing light with 2 different light-guide sizes. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2002;122(3):242-50.
132. Oesterle LJ, Newman SM, Shellhart WC. Rapid curing of bonding composite with a xenon plasma arc light. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2001;119(6):610-6.
133. Oesterle LJ, Shellhart WC. Effect of aging on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2008;133(5):716-20.
134. Oesterle LJ, Shellhart WC, Belanger GK. The use of bovine enamel in bonding studies. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1998;114(5):514-9.
135. Oesterle LJ, Shellhart WC, Fisher A. Effect of primer precuring on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2004;126(6):699-702.
136. Owens SE, Jr., Miller BH. A comparison of shear bond strengths of three visible light-cured orthodontic adhesives. *Angle Orthod.* 2000;70(5):352-6.
137. Pinto CM, Ferreira JT, Matsumoto MA, Borsatto MC, Silva RA, Romano FL. Evaluation of different LED light-curing devices for bonding metallic orthodontic brackets. *Braz Dent J.* 2011;22(3):249-53.
138. Pithon MM, dos Santos RL, Oliveira Ruellas AC, Franzotti Sant'Anna E. One-component self-etching primer: A seventh generation of orthodontic bonding system? *Eur J Orthod.* 2010;32(5):567-70.
139. Pont HB, Özcan M, Bagis B, Ren Y. Loss of surface enamel after bracket debonding: An in-vivo and ex-vivo evaluation. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2010;138(4):387 e1-9.
140. Powis DR, Folleras T, Merson SA, Wilson AD. Improved adhesion of a glass ionomer cement to dentin and enamel. *J Dent Res.* 1982;61(12):1416-22.
141. Ramoglu SI, Uysal T, Ulker M, Ertas H. Microleakage under ceramic and metallic brackets bonded with resin-modified glass ionomer. *Angle Orthod.* 2009;79(1):138-43.
142. Reicheneder CA, Gedrange T, Lange A, Baumert U, Proff P. Shear and tensile bond

- strength comparison of various contemporary orthodontic adhesive systems: An in-vitro study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2009;135(4):422 e1-6.
143. Reimann S, Mezey J, Daratsianos N, Jäger A, Bourauel C. The influence of adhesives and the base structure of metal brackets on shear bond strength. *J Orofac Orthop.* 2012;73(3):184-93.
 144. Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SR. Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent.* 2004;6(2):117-21.
 145. Retamoso LB, Onofre NM, Hann L, Marchioro EM. Effect of light-curing units in shear bond strength of metallic brackets: An in vitro study. *J Appl Oral Sci.* 2010;18(1):68-74.
 146. Retief DH. Failure at the dental adhesive-etched enamel interface. *J Oral Rehabil.* 1974;1(3):265-84.
 147. Reynolds IR. A review of direct orthodontic bonding. *Br J Orthod.* 1979;2:171-8.
 148. Rix D, Foley TF, Mamandras A. Comparison of bond strength of three adhesives: Composite resin, hybrid GIC, and glass-filled GIC. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2001;119(1):36-42.
 149. Roeder L, Pereira PN, Yamamoto T, Ilie N, Armstrong S, Ferracane J. Spotlight on bond strength testing – Unraveling the complexities. *Dent Mater J.* 2011;27(12):1197-203.
 150. Rossouw PE, Terblanche E. Use of finite element analysis in assessing stress distribution during debonding. *J Clin Orthod.* 1995;29(11):713-7.
 151. Rotta M, Bresciani P, Moura SK, Grande RHM, Hilgert LA, Baratieri LN, Loguercio AD, Reis A. Effects of phosphoric acid pretreatment and substitution of bonding resin on bonding effectiveness of self-etching systems to enamel. *J Adhes Dent.* 2007;9(6):537-45.
 152. Rüger D, Harzer W, Krisjane Z, Tausche E. Shear bond strength after multiple bracket bonding with or without repeated etching. *Eur J Orthod.* 2011;33(5):521-7.
 153. Russell JS. Aesthetic orthodontic brackets. *J Orthod.* 2005;32(2):146-63.
 154. Schanefeldt S, Foley TF. Bond strength comparison of moisture-insensitive primers. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2002;122(3):267-73.
 155. Schuler FS, Van Waes H. SEM-evaluation of enamel surfaces after removal of fixed orthodontic appliances. *Am J Dent.* 2003;16(6):390-4.
 156. Schulz RP, Mayhew RB, Oesterle LJ, Pierson WP. Bond strengths of three resin systems used with brackets and embedded wire attachments. *Am J Orthod.* 1985;87(1):75-80.
 157. Scougall Vilchis RJ, Yamamoto S, Kitai N, Yamamoto K. Shear bond strength of orthodontic brackets bonded with different self-etching adhesives. *Am J Orthod*

- Dentofacial Orthop. 2009;136(3):425-30.
158. Sfondrini MF, Cacciafesta V, Pistorio A, Sfondrini G. Effects of conventional and high-intensity light-curing on enamel shear bond strength of composite resin and resin-modified glass-ionomer. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2001;119(1):30-5.
 159. Sfondrini MF, Scribante A, Cacciafesta V, Gandini P. Shear bond strength of deciduous and permanent bovine enamel. *J Adhes Dent.* 2011;13(3):227-30.
 160. Shah J, Chadwick S. Comparison of 1-stage orthodontic bonding systems and 2-stage bonding systems: A review of the literature and the results of a randomized clinical trial. *Orthod Fr.* 2009;80(2):167-78.
 161. Shinchu MJ, Soma K, Nakabayashi N. The effect of phosphoric acid concentration on resin tag length and bond strength of a photo-cured resin to acid-etched enamel. *Dent Mater J.* 2000;16(5):324-9.
 162. Shooter KJ, Griffin MP, Kerr B. The effect of changing crosshead speed on the shear bond strength of orthodontic bonding adhesive. *Aust Orthod J.* 2012;28(1):44-50.
 163. Silverman E, Cohen M, Demke RS, Silverman M. A new light-cured glass ionomer cement that bonds brackets to teeth without etching in the presence of saliva. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 1995;108(3):231-6.
 164. Sorel O, El Alam R, Chagneau F, Cathelineau G. Comparison of bond strength between simple foil mesh and laser-structured base retention brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2002;122(3):260-6.
 165. Staudt CB, Mavropoulos A, Bouillaguet S, Kiliaridis S, Krejci I. Light-curing time reduction with a new high-power halogen lamp. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2005;128(6):749-54.
 166. Strother JM, Kohn DH, Dennison JB, Clarkson BH. Fluoride release and re-uptake in direct tooth colored restorative materials. *Dent Mater J.* 1998;14(2):129-36.
 167. Talic NF. Effect of fluoridated paste on the failure rate of precoated brackets bonded with self-etching primer: A prospective split-mouth study. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2011;140(4):527-30.
 168. Taschner M, Nato F, Mazzoni A, Frankenberger R, Kramer N, Di Lenarda R, Petschelt A, Breschi L. Role of preliminary etching for one-step self-etch adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2010;118(5):517-24.
 169. Thanos CE, Munholland T, Caputo AA. Adhesion of mesh-base direct-bonding brackets. *Am J Orthod.* 1979;75(4):421-30.
 170. Torii Y, Itou K, Hikasa R, Iwata S, Nishitani Y. Enamel tensile bond strength and morphology of resin-enamel interface created by acid etching system with or without moisture and self-etching priming system. *J Oral Rehabil.* 2002;29(6):528-33.

171. Trimpeneers LM, Verbeeck RM, Dermaut LR, Moors MG. Comparative shear bond strength of some orthodontic bonding resins to enamel. *Eur J Orthod.* 1996;18(1):89-95.
172. Trites B, Foley TF, Banting D. Bond strength comparison of 2 self-etching primers over a 3-month storage period. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2004;126(6):709-16.
173. Turgut MD, Attar N, Korkmaz Y, Gokcelik A. Comparison of shear bond strengths of orthodontic brackets bonded with flowable composites. *Dent Mater J.* 2011;30(1):66-71.
174. Valente RM, de Rijk WG, Drummond JL, Evans CA. Etching conditions for resin-modified glass ionomer cement for orthodontic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2002;121(5):516-20.
175. Valletta R, Prisco D, De Santis R, Ambrosio L, Martina R. Evaluation of the debonding strength of orthodontic brackets using three different bonding systems. *Eur J Orthod.* 2007;29(6):571-7.
176. Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater J.* 2006;22(6):533-44.
177. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007;28(26):3757-85.
178. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003;28(3):215-35.
179. 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 J.* 2010;26(2):e100-21.
180. 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 J.* 2011;27(1):17-28.
181. Vivadent I. Ivoclar Vivadent Bluephase 20i Gebrauchsinformation, 2013.
182. Wang WN, Yeh CL, Fang BD, Sun KT, Arvystas MG. Effect of H₃PO₄ concentration on bond strength. *Angle Orthod.* 1994;64(5):377-82.
183. Wendl B, Droschl H. A comparative in vitro study of the strength of directly bonded brackets using different curing techniques. *Eur J Orthod.* 2004;26(5):535-44.
184. Wickwire NA, Rentz D. Enamel pretreatment: A critical variable in direct bonding systems. *Am J Orthod.* 1973;64(5):499-512.
185. Wilson AD, Kent BE. A new translucent cement for dentistry. The glass ionomer cement. *Br Dent J.* 1972;132(4):133-5.

186. Yamamoto A, Yoshida T, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Miyazaki M. Orthodontic bracket bonding: Enamel bond strength vs time. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2006;130(4):435 e1-6.
187. Yonekura Y, Iijima M, Muguruma T, Mizoguchi I. Effects of a torsion load on the shear bond strength with different bonding techniques. *Eur J Orthod.* 2012;34(1):67-71.
188. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res.* 2004;83(6):454-8.
189. Zinelis S, Annousaki O, Makou M, Eliades T. Metallurgical characterization of orthodontic brackets produced by Metal Injection Molding (MIM). *Angle Orthod.* 2005;75(6):1024-31.

11 Materialliste

Produktname	Chargennummer/ Seriennummer	Hersteller
Adhäsive, Primer, Konditionierung		
Transbond XT Light Cure Adhesive Paste	LOT 9HA	3M Espe Espeplatz 2 82229 Seefeld
Transbond XT Light Cure Adhesive Primer	LOT 9FM	3M Espe Espeplatz 2 82229 Seefeld
Transbond Plus Self Etching Primer	LOT 369113C	3M Espe Espeplatz 2 82229 Seefeld
Unitek Etching Gel	LOT 9NL	3M Espe Espeplatz 2 82229 Seefeld
BeautyOrtho Bond set	LOT 1008	Shofu Dental GmbH Am Brüll 17 40878 Ratingen
GC Fuji Ortho LC Capsule	LOT 0905221	GC Europe Paul-Gerhardt-Allee 50 81245 München
GC Ortho Conditioner	LOT 0906031	GC Europe Paul-Gerhardt-Allee 50 81245 München
Brackets		
Discovery-Brackets für Zahn 11	LOT 397491 REF 790-165-00	Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG Turnstraße 31 75228 Ispringen
Polymerisationslampe und Messgerät		
Bluephase 20i	Artikelnr. 500828	Ivoclar Vivadent GmbH Dr. Adolf-Schneider-Straße 2 73479 Ellwangen
Bluephase meter	Artikelnr. 607922	Ivoclar Vivadent GmbH Dr. Adolf-Schneider-Straße 2 73479 Ellwangen
Prüfeinrichtung/Zubehör		
Einbettvorrichtung aus PTFE		Werkstatt Charité Campus Benjamin Franklin Hindenburgdamm 30 12203 Berlin
Stahlform zur Herstellung einer Silikonscheibe	Leihgabe	Universität Bonn Oralmedizinische Technologie Welschnonnenstraße 17 53111 Bonn
Unterlegscheibe	Leihgabe	Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG Turnstraße 31 75228 Ispringen
Temperaturwechselbad		Haake Dieselstraße 4 76227 Karlsruhe
Brutschrank	B 6060	Heraeus Instruments Heraeusstraße 12-14 63450 Hanau

Universalprüfmaschine	Zwick Z010	Zwick GmbH & Co KG August-Nagel-Straße 11 89079 Ulm
Zugscherbügel	Leihgabe	Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG Turnstraße 31 75228 Ispringen
Mikroskop	Wild M5A	Wild Heerbrugg Jürg Dedual Gäbrisstraße 8 CH – 9056 Gais
Lupenbrille		SandyGrendel Design Frohburgstraße 12 CH – 4663 Aarburg
Sonstiges		
480 bovine Zähne		Müller Fleisch GmbH Enzstr. 2-4 75127 Birkenfeld
Radiuslehre	Artikel 467.102	Scala Messzeuge GmbH Kelterstrasse 55 73265 Dettingen/Teck
Chloramin T	09E07-N09	Fagron GmbH & Co KG Von-Bronart-Straße 12 22885 Barsbüttel
Gumex N (Setzwachs)	LOT 405467	Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG Turnstraße 31 75228 Ispringen
Silikon Alpa-Sil Juwel Komponente A	Chargen Nr.: 570340/909	Alpina – Technische Produkte GmbH Breslauer Weg 123 82538 Geretsried
Silikon Alpa-Sil Juwel Komponente B	Chargen Nr.: 570341/909	Alpina – Technische Produkte GmbH Breslauer Weg 123 82538 Geretsried
Technovit 4004 Powder	LOT 013003	Heraeus Kulzer GmbH Philipp-Reis-Str. 8/13 61273 Wehrheim
Technovit 4004 Liquid	LOT 013113	Heraeus Kulzer GmbH Philipp-Reis-Str. 8/13 61273 Wehrheim
Ponal Express Holzleim		Henkel AG & Co KG Henkelstraße 67 40191 Düsseldorf
Aceton	LOT K39329514 841	Merck KGaA Frankfurter Straße 250 64271 Darmstadt
Bimssteinmehl	Artikelnr. 613055023	Dr. Wieland GmbH & Co KG Freiburger Straße 11 75179 Pforzheim
Leinenschwabbel Polirapid	No. 31/100mm	Polirapid Hardenbergstraße 18 78224 Singen
Bracketsetzpinzette	Artikelnr. 025-277-00	Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG Turnstraße 31 75228 Ispringen
Kugelstopfer	Artikelnr. DE052R	Aesculap AG Am Aesculap-Platz 78532 Tuttlingen
Heidemannspatel	Artikelnr. DE156R	Aesculap AG Am Aesculap-Platz 78532 Tuttlingen
Silikon Isolierspray	Artikelnr. 554206	Hager & Werken GmbH & Co KG Ackerstraße 1 47006 Duisburg

Schaumstoffpellets	Artikelnr. 175565	Henry Schein Dental Depot GmbH Pittlerstraße 48-50 63225 Langen
Watterollen	LOT 248843407	Henry Schein Dental Depot GmbH Pittlerstraße 48-50 63225 Langen
Microbrush Plus Fein	Artikelnr. 111643	Henry Schein Dental Depot GmbH Pittlerstraße 48-50 63225 Langen
Ätzelansätze	LOT #0809	3M Unitek GmbH Ohmstraße 3 86899 Landsberg am Lech
Pinselansätze	LOT 1919B	3M Espe Espeplatz 2 82229 Seefeld
Kapselanmischgerät CapMix	Seriennr. 940036013463	3M Espe Espeplatz 2 82229 Seefeld
Applier	04/05	3M Espe Espeplatz 2 82229 Seefeld
Ampuwa	LOT 13CIP093	Fresenius Kabi Deutschland GmbH Else-Kröner-Straße 1 61346 Bad Homburg
Digitaler Messschieber	Modell: GT-DC-01	Globaltronics GmbH & Co KG Domstraße 19 20095 Hamburg
Zahntechnischer Fräser	Artikelnr. 500 104 274 175	Hagen & Meisinger GmbH Hansemanstraße 10 31468 Neuss
Poliereinheit	S-445985 Nr. 6593000	KaVo Dental GmbH Bismarckring 39 88400 Biberach/Riß
Zahnärztliche Pinzette	Artikelnr. DA221R	Aesculap AG Am Aesculap-Platz 78532 Tuttlingen
Zahnärztliche Sonde	Artikelnr. DA410R	Aesculap AG Am Aesculap-Platz 78532 Tuttlingen
Dampfstrahlgerät	Steamer X3	Amann Girschbach GmbH Dürrenweg 40 75177 Pforzheim

12 Tabellenverzeichnis

- Tab. 1 Adhäsive und Konditionierung
- Tab. 2 Einzelkomponenten der verwendeten Adhäsivsysteme und Inhaltsstoffe
- Tab. 3 95 % Konfidenzintervall der Mittelwerte der Scherhaftfestigkeiten der Adhäsive
- Tab. 4 Scherhaftfestigkeiten [MPa] der Adhäsive
- Tab. 5 Signifikanz der Unterschiede in der Scherhaftfestigkeit der Adhäsive laut Prüfung mittels ANOVA mit Scheffé-post-hoc-Test
- Tab. 6 Scherhaftfestigkeiten [MPa] der unterschiedlichen Verbundsituationen
- Tab. 7 Signifikanz der Unterschiede in der Scherhaftfestigkeit der Verbundsituationen
- Tab. 8 Scherhaftfestigkeiten [MPa] nach unterschiedlichen Lagerungsbedingungen und -zeiträumen
- Tab. 9 Signifikanz der Unterschiede in der Scherhaftfestigkeit nach unterschiedlicher Lagerung
- Tab. 10 Scherhaftfestigkeiten [MPa] nach unterschiedlichem Konditionierungsmodus
- Tab. 11 Signifikante Unterschiede der Scherhaftfestigkeit des Gesamtverbundes der Adhäsive bei Konditionierung nach Herstellerangaben gegenüber verändertem Konditionierungsmodus
- Tab. 12 Signifikanz der Unterschiede in der Scherhaftfestigkeit des Gesamtverbundes nach 15 min Lagerung bei Konditionierung nach Herstellerangaben
- Tab. 13 Signifikanz der Unterschiede in der Scherhaftfestigkeit des Gesamtverbundes nach 24 h Lagerung ohne Thermocycling bei Konditionierung nach Herstellerangaben
- Tab. 14a Konditionierung nach Herstellerangaben: Anzahl der Schmelzausrisse der Adhäsive Transbond XT, Transbond XT/SEP, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC nach Lagerung für 15 min, 24 h und 24 h + Thermocycling (TC) unterteilt nach den Verbundsituationen Schmelz-Adhäsiv (SA) und Schmelz-Adhäsiv-Bracket (SAB)
- Tab. 14b Veränderter Konditionierungsmodus: Anzahl der Schmelzausrisse der Adhäsive Transbond XT, Transbond XT/SEP, Beauty Ortho Bond und Fuji Ortho LC nach

Lagerung für 15 min, 24 h und 24 h + Thermocycling (TC) unterteilt nach den Verbundsituationen Schmelz-Adhäsiv (SA) und Schmelz-Adhäsiv-Bracket (SAB)

- Tab. 15 Frakturmuster nach unterschiedlicher Lagerung
- Tab. 16 Frakturmuster nach unterschiedlicher Konditionierung
- Tab. 17 Scherhaftfestigkeit der einzelnen Adhäsive beim Auftreten von Schmelzausrissen
- Tab. 18 Scherhaftfestigkeiten der verschiedenen Adhäsive in MPa

13 Abbildungsverzeichnis

- Abb. 1 Flussdiagramm des Studienaufbaues
- Abb. 2 Transbond XT Light Cure Adhesive Paste
- Abb. 3 Transbond XT Light Cure Adhesive Primer
- Abb. 4 Verpackung des Transbond Plus Self Etching Primer
- Abb. 5 Verpackung und Kapsel des GC Fuji Ortho LC Capsule und GC Ortho Conditioner
- Abb. 6 Beauty Ortho Bond Set
- Abb. 7 Unitek Etching Gel
- Abb. 8 Discovery Bracket
- Abb. 9 LED-Lampe Bluephase 20i mit Bluephase meter
- Abb. 10 Zerlegte PTFE-Einbettvorrichtung
- Abb. 11 Zusammengesetzte PTFE-Einbettvorrichtung
- Abb. 12 Stahlform zum Herstellen von Silikonscheiben
- Abb. 13 Fertige Silikonscheibe mit Unterlegscheibe zum Herstellen der Adhäsivzylinder
- Abb. 14 PTFE-Einbettvorrichtung mit Zahn (A) auf Setzwachs (B) und in Technovit 4004 (C) eingebetteter Zahn
- Abb. 15 Aufbringen eines Adhäsivzylinders auf einen eingebetteten Zahn
- Abb. 16 Fertiger Adhäsivzylinder auf eingebettetem Zahn
- Abb. 17 Bracket auf eingebettetem Zahn
- Abb. 18 Versuchsanordnung beim Abscheren
- Abb. 19 Abzuscherende Probe in Universalprüfmaschine Zwick Z010 eingespannt
- Abb. 20 Bracket auf Zahn zum Abscheren vorbereitet
- Abb. 21 Prüfkörper auf Zahn zum Abscheren vorbereitet

- Abb. 22 seitlicher Blick auf die Versuchsanordnung beim Abscheren eines Brackets vom Zahn (schematisch)
- Abb. 23 Bracket vor Einbettung in PTFE-Einbettvorrichtung (links) und fertig eingebettetes Bracket mit freiliegender retentiver Basis (rechts)
- Abb. 24 Aufbringen eines Adhäsivzylinders auf eingebettetes Bracket
- Abb. 25 Fertiger Adhäsivzylinder auf eingebettetem Bracket
- Abb. 26 Adhäsivzylinder auf Bracket zum Abscheren vorbereitet
- Abb. 27 Beispiel eines Box-Whisker-Plots
- Abb. 28 Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhaftfestigkeiten der verwendeten Adhäsive
- Abb. 29 Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhaftfestigkeiten für die verschiedenen untersuchten Verbundflächen
- Abb. 30 Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhaftfestigkeiten nach unterschiedlicher Lagerung
- Abb. 31 Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhaftfestigkeiten nach unterschiedlichen Schmelzkonditionierungen
- Abb. 32 Box-Whisker-Plot-Darstellung der Scherhaftfestigkeiten, die bei Proben mit Schmelzausrissen erreicht wurden

14 Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildung
ARI	Adhesive Remnant Index
cm	Zentimeter
engl.	englisch
g	Gramm
GIZ	Glasionomermzement
h	Stunde
HEMA	Hydroxyethylmethacrylat
MIM	Metal Injection Molding
min	Minute
ml	Milliliter
mm	Millimeter
MPa	Mega Pascal
N	Newton
Nm	Nanometer
PAA	Polyacrylsäure
PTFE	Polytetrafluorethylen
s	Sekunde
SEP	Self Etching Primer
Tab	Tabelle
Transbond XT/SEP	Transbond XT in Kombination mit Transbond Plus Self Etching Primer verarbeitet
WAK	Wärmeausdehnungskoeffizient

15 Danksagungen

An erster Stelle bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr. Paul-Georg Jost-Brinkmann für die Überlassung des Dissertationsthemas, die freundliche Betreuung und hilfreiche Unterstützung.

Herzlichen Dank an alle Mitarbeiter der Abteilung Kieferorthopädie, Orthodontie und Kinderzahnmedizin, mit denen ich besonders während der Durchführung der praktischen Arbeiten in regem Austausch stand.

Weiterhin bedanke ich mich bei allen Mitarbeitern des Bereichs zahnärztliche Werkstoffkunde und Biomaterialforschung, insbesondere bei Frau Bölling, die mit mir viele Stunden an der Universalprüfmaschine verbracht hat.

Herzlich bedanken möchte ich mich bei allen Firmen, die mir Materialien zur Verfügung gestellt haben: 3M Unitek, Shofu Dental GmbH, GC-Europe, Ivoclar Vivadent GmbH. Besonders bedanken möchte ich mich bei der Firma Dentaforum für die zur Verfügung gestellten Materialien und den freundlichen Kontakt.

Vielen Dank an Herrn Prof. Dr. Christoph Bourauel und Frau Dr. Susanne Reimann, Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn, für das Ausleihen der Stahlform.

Herrn Dr. Stefan Dahm, Beratung in Statistik und Epidemiologie, danke ich für die Hilfe bei der statistischen Auswertung der Ergebnisse.

Mein besonderer Dank gilt meinem Ehemann Stefan Richter, der mich während dieser Arbeit tatkräftig unterstützt und begleitet hat.

16 Lebenslauf

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

17 Publikationsliste

Konferenzbeiträge:

Posterdemonstration im Rahmen des Deutschen Zahnärztetages 2010 am 12./13.11.2010 in Frankfurt. Jost-Brinkmann P-G, Hettler C, Radlanski RJ. Scherhaftfestigkeit des Adhäsivs Transbond XT, geprüft nach DIN 13990-1/-2.

Posterdemonstration im Rahmen der European Orthodontic Society (EOS) vom 19.-23.6.2011 in Istanbul. Jost-Brinkmann P-G, Hettler C, Präger TM, Radlanski RJ, Müller-Hartwich R. DIN 13990-1/-2, an attempt to standardize bond strength testing. A versatile testing procedure?

Publikation:

Richter C, Jost-Brinkmann P-G. Shear bond strength of different adhesives tested in accordance with DIN 13990-1/-2 and using various methods of enamel conditioning, J Orofac Orthop. 2015;76:175-187.

18 Eidesstattliche Versicherung

Ich, Christine Richter, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema: „Vergleich der Scherhaftfestigkeiten von Adhäsiven für kieferorthopädische Befestigungselemente nach DIN 13990-1/-2. Eine Untersuchung verschiedener Adhäsive unter unterschiedlichen Ätzbedingungen“ 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 beruhen, sind als solche in korrekter Zitierung (siehe „Uniform Requirements for Manuscripts (URM)“ des ICMJE -www.icmje.org) kenntlich gemacht. Die Abschnitte zu Methodik (insbesondere praktische Arbeiten, Laborbestimmungen, statistische Aufarbeitung) und Resultaten (insbesondere Abbildungen, Graphiken und Tabellen) entsprechen den URM (s.o) und werden von mir verantwortet.

Meine Anteile an etwaigen Publikationen zu dieser Dissertation entsprechen denen, die in der untenstehenden gemeinsamen Erklärung mit dem/der Betreuer/in, angegeben sind. Sämtliche Publikationen, die aus dieser Dissertation hervorgegangen sind und bei denen ich Autor bin, entsprechen den URM (s.o) und werden von mir verantwortet.

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

Datum

Unterschrift

Anteilerklärung an erfolgter Publikation:

Christine Richter hatte folgenden Anteil an der folgenden Publikation:

Richter C, Jost-Brinkmann P-G. Shear bond strength of different adhesives tested in accordance with DIN 13990-1/-2 and using various methods of enamel conditioning, J Orofac Orthop. 2015;76:175-187.

Beitrag im Einzelnen:

Die vorstehende Publikation beruht in vollem Umfang auf den von Frau Richter im Rahmen ihrer Promotion durchgeführten Experimenten. In der angewandten Methodik wurde Sie vom Unterzeichner angeleitet und eingewiesen. Die abgedruckten Fotos und Abbildungen stammen von Frau Richter. Der erste Textentwurf wurde von Frau Richter vorgelegt und anschließend gemeinsam bis zur Publikationsreife entwickelt.

Unterschrift, Datum und Stempel des betreuenden Hochschullehrers

Unterschrift der Doktorandin