

Aus der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventive Zahnheilkunde  
Universitätsklinikum des Saarlandes, Homburg/Saar  
(Direktor: Prof. Dr. Matthias Hannig)

**Untersuchung zur Scherfestigkeit gängiger Adhäsivsysteme nach Speichelkontamination und  
Alterung**

Eine In-vitro-Studie

*Dissertation zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnheilkunde*  
**der Medizinischen Fakultät**  
der UNIVERSITÄT DES SAARLANDES  
2009

vorgelegt von: Zahnarzt Manuel Hans Adolf Schunck  
geb. am: 17.10.1981 in Zweibrücken

# Inhaltsverzeichnis

1 Zusammenfassung.....	1
2 Einleitung.....	3
2.1 Geschichtliches.....	3
2.2 Literaturübersicht.....	4
2.2.1 Aufbau und Zusammensetzung des Schmelzes.....	4
2.2.2 Aufbau und Zusammensetzung des Dentins .....	5
2.2.3 Dentinadhäsive.....	8
2.2.4 Dentinadhäsive der ersten Generation .....	8
2.2.5 Dentinadhäsive der zweiten Generation.....	9
2.2.6 Dentinadhäsive der dritten Generation .....	10
2.2.7 Dentinadhäsive der vierten Generation .....	13
2.2.8 Dentinadhäsive der fünften Generation.....	15
2.2.9 Dentinadhäsive der sechsten Generation / siebten Generation .....	16
2.2.10 Einteilung der Adhäsive nach ihrer Haftungsstrategie und der Zahl der Arbeitsschritte.....	19
2.3 Schmierschicht (engl. smear-layer).....	20
2.4 Degradationserscheinungen des adhäsiven Verbunds.....	21
2.5 Nanoleakage und Degradation.....	25
2.7 Fragestellung .....	28
3 Material und Methodik.....	30
3.1 Materialien.....	30
3.1.1 Probenmaterial.....	30
3.1.1.1 Dentinproben.....	30
3.1.1.2 Schmelzproben.....	30
3.1.1.3 Dentinhaftvermittler.....	30
3.1.1.4 Komposite.....	31
3.2 Methoden.....	32
3.2.1 Versuchsplanung.....	32
3.2.2 Probenherstellung.....	32
3.2.2.1 Dentinprobenherstellung.....	32
3.2.2.2 Schmelzproben.....	33
3.2.2.3 Speichelgewinnung.....	33
3.2.3 Prüfkörperherstellung.....	34

3.2.3.1 Dentinprüfkörperherstellung.....	34
3.2.3.2 Schmelzprüfkörperherstellung.....	37
3.2.3.3 Prüfkörpervorbereitung.....	37
3.2.4 Lagerung der Prüfkörper.....	37
3.2.5 Probenherstellung für Elektronenmikroskopie.....	37
3.2.6 Testmethode Komposit-Prüfkörper .....	40
3.2.7 Erzeugen der Ultradünnschnitte und Untersuchung der Proben im Transmissionselektronenmikroskop.....	42
4 Ergebnisse.....	43
4.1 Ergebnisse der Mikroscherversuche .....	43
4.1.1 Ergebnisse der Scherversuche nach sechs Monaten für Optibond FL.....	43
4.1.2 Ergebnisse der Scherversuche nach sechs Monaten für SE-Bond.....	44
4.1.3 Ergebnisse der Scherversuche nach sechs Monaten für Tri-S-Bond.....	47
4.1.4 Ergebnisse der Scherversuche nach sechs Monaten für G-Bond.....	49
4.1.5 Vergleich der Adhäsivsysteme untereinander auf Schmelz und Dentin als Substrat....	50
4.1.5.1 Vergleich von Optibond FL mit SE-Bond, Tri-S-Bond und G-Bond auf Schmelz	50
4.1.5.2 Vergleich von Optibond FL mit SE-Bond, Tri-S-Bond und G-Bond auf Dentin...	51
4.1.5.3 Vergleich von SE-Bond mit Tri-S-Bond und G-Bond auf Schmelz.....	51
4.1.5.4 Vergleich von SE-Bond mit Tri-S-Bond und G-Bond auf Dentin.....	52
4.1.5.5 Vergleich von Tri-S-Bond mit G-Bond auf Schmelz.....	52
4.1.5.6 Vergleich von Tri-S-Bond zu G-Bond auf Dentin.....	53
4.2 Ergebnisse der TEM-Untersuchungen.....	57
4.2.1 Optibond FL.....	57
4.2.1.1 Optibond FL Kontrollgruppen.....	57
4.2.1.2 Optibond FL Kontaminationsgruppe C.....	57
4.2.2 SE-Bond.....	60
4.2.2.1 SE-Bond Kontrollgruppen.....	60
4.2.2.2 SE-Bond Kontaminationsgruppe C.....	61
4.2.3 Tri-S-Bond.....	61
4.2.3.1 Tri-S-Bond Kontrollgruppe.....	61
4.2.3.2 Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C.....	63
4.2.4 G-Bond.....	65
4.2.4.1 G-Bond Kontrollgruppen.....	65
4.2.4.2 G-Bond Kontaminationsgruppe C.....	67
5 Diskussion.....	69

5.1 Diskussion Material und Methode.....	69
5.1.1 Dentin und Schmelzsubstrate.....	69
5.1.2 Adhäsivsysteme.....	71
5.1.3 Probenlagerung und Herstellung.....	72
5.1.4 Probenlagerung während der Versuchsdauer.....	74
5.1.5 Testverfahren und Testdurchführung.....	75
5.1.6 Kontaminationsbedingungen.....	76
5.1.7 Auswertung der gewonnenen Ergebnisse.....	77
5.2 Diskussion Ergebnisse.....	79
5.2.1 Diskussion der Ergebnisse innerhalb der Testgruppen.....	79
5.2.1.1 Diskussion der Ergebnisse auf Schmelz.....	79
5.2.2 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin.....	81
5.2.2.1 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin für Optibond FL.....	81
5.2.2.2 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin für SE-Bond.....	83
5.2.2.3 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin für Tri-S-Bond.....	85
5.2.2.4 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin für G-Bond.....	86
5.2.3 Diskussion der Ergebnisse zwischen den verschiedenen Testgruppen.....	88
5.2.3.1 Diskussion der Testergebnisse auf Schmelz.....	88
5.2.3.2 Diskussion der Testergebnisse auf Dentin.....	89
6 Schlussfolgerung.....	91
7 Literaturverzeichnis.....	93
8 Anhang.....	114
8.1 Abkürzungsverzeichnis.....	114
8.2 $\mu$ SBS-Test Messwerttabellen.....	115
9 Danksagung.....	119
10 Lebenslauf.....	120

## 1 Zusammenfassung

Die Verwendung zahnärztlicher Komposite ist heute weltweit ein fester Bestandteil der modernen konservierenden Zahnheilkunde. Das systemimmanente Verankerungsproblem der volumenschrumpfenden Komposite konnte früh zufriedenstellend für Schmelz und seit ca. 20 Jahren mithilfe moderner Dentinadhäsive auch zufriedenstellend für das Substrat Dentin gelöst werden. Die Entwicklungen der letzten Dekade brachten dabei neue, mit immer weniger Arbeitsschritten auskommende Produkte hervor. Allen diesen Adhäsiven gemeinsam ist ihre von den Herstellern angegebene Unverträglichkeit gegenüber Speichelkontamination während der Verarbeitung. Da heute in vielen Praxen Kofferdam immer noch nicht zum Standard bei der Kompositverarbeitung gehört, besteht also permanent die Gefahr einer Speichelkontamination während der Verarbeitung der Komposite.

Ziel dieser In-vitro-Studie war es also herauszufinden, wie die Adhäsivsysteme verschiedener Generationen (Optibond FL, *Kerr*; SE-Bond, *Kuraray*; Tri-S-Bond, *Kuraray*; G-Bond, *GC*) auf den Substraten Schmelz und Dentin unter Speichelkontaminationsbedingungen funktionieren. Die Untersuchung der vorhandenen Proben mittels Mikro-Scherversuch und Transmissionselektronenmikroskop fand zwecks Forcierung von Degradationserscheinungen erst nach sechsmonatiger Speichellagerung bei 37 °C statt.

Im Ergebnis zeigte sich an den Verbundzonen ein inhomogenes Verhalten, sowohl innerhalb der einzelnen Adhäsivsysteme als auch zwischen den Systemen. So war auf Schmelz das Goldstandardprodukt Opti-Bond FL unter Kontaminationsbedingungen nicht mehr den anderen Produkten überlegen.

Auf Dentin zeigte sich Optibond FL sowohl in der Kontroll- als auch in der Kontaminationsgruppe den anderen Systemen unterlegen. Unter Kontaminationsbedingungen erzielte das Produkt SE-Bond die besten Leistungen.

In den TEM-Proben konnten insbesondere bei den Produkten Tri-S-Bond und G-Bond verschiedene Bereiche der Adhäsiv-Dentin-Interaktionszone als problematisch identifiziert werden, da es dort zu Wassereinlagerungen und Rißbildungen kam.

Zusammenfassend muss dem Produkt SE-Bond unter Kontaminationsbedingungen der Vorzug gegeben werden.

## 1 Summary

Today, the use of resin composite materials has become a well established method in modern conservative dentistry all over the world. The intrinsic problem of how to fix shrinking dental composites to tooth enamel has been solved satisfactorily at an early stage. Since approximately 20 years, with the help of modern adhesives, this problem has also been solved satisfactorily for the substrate dentin. The ongoing research of the last decade created a lot of new products that aim to facilitate and reduce work steps. All these products have in common, that their manufacturer claim an intolerance of adhesives against saliva contamination during processing. As nowadays rubberdam is still a non-standard procedure in daily dental practice, salivary contamination of the working field is a permanent danger while processing adhesives.

The purpose of this in-vitro-study was to investigate the functional behaviour of adhesives of different generations (Opti-Bond FL, *Kerr*; SE-Bond, *Kuraray*; Tri-S-Bond, *Kuraray*; G-Bond, *GC*) when processing them under salivary contamination on enamel and dentin.

For the reason of simulating degradation processes within the interaction zones, the samples were stored for 6 months in human saliva of 37° C.

Results revealed an inhomogeneous pattern of shear bond strengths within the groups of each system and compared with each other.

On enamel, the goldstandard product Opti-Bond FL showed no superior results compared to the other tested products under conditions of contamination.

On dentin, inferior results were shown for Opti-Bond FL either for non-contaminated or contaminated conditions. Under the conditions of contamination best results were obtained with SE-Bond.

Critical areas of the hybrid- and adhesive layer, especially in specimens of Tri-S-Bond and G-Bond, could be identified by TEM. Water accumulation and crack formation could be observed.

In conclusion, SE-Bond could be recommended under conditions of salivary contamination and could be favoured over all other tested products according to the present data.

## 2 Einleitung

### 2.1 Geschichtliches

Die Restauration von kariösen Defekten der menschlichen Zahnhartsubstanz stellt seit jeher eine wichtige Aufgabe der Zahnmedizin dar. Als dominierender Füllungswerkstoff der letzten Jahrhunderte kann das Amalgam angesehen werden. Die „weitläufige Verbreitung des Amalgams“ (MÜLLER-SCHNEEMAYER, 2004) begann im 19. Jahrhundert. Jedoch wurden erste Amalgamrezepte laut PETER RIETHE (in MÜLLER-SCHNEEMAYER, 2004) bereits 1528 niedergeschrieben.

Fast genauso alt wie der Füllungswerkstoff selbst ist jedoch auch die Diskussion um seine Bioverträglichkeit. Insbesondere stand und steht das im Amalgam enthaltene Quecksilber bzw. dessen mögliche schädigende Wirkung im Vordergrund. In den USA brach 1833 der sogenannte Amalgamkrieg aus. In Deutschland kam es laut MÜLLER-SCHNEEMAYER in den 1920er Jahren ebenfalls zur einer kontroversen Diskussion über den Füllungswerkstoff Amalgam. Einige Autoren kommen sogar zur Aussage, dass Amalgam „...weder medizinisch, arbeitsmedizinisch, noch ökologisch als sicheres Zahnfüllungsmaterial bezeichnet werden.“ kann (MUTTER et al., 2005). Das Bundesinstitut für Arzneimittel und Medizinprodukte schreibt in einer Veröffentlichung mit dem Titel „Amalgame in der zahnärztlichen Therapie“ vom 31.01.2005, dass „nach dem gegenwärtigen wissenschaftlichen Kenntnisstand.....kein begründeter Verdacht dafür..“ besteht, „...dass ordnungsgemäß gelegte Amalgamfüllungen negative Auswirkungen auf die Gesundheit des zahnärztlichen Patienten haben“.

Scheinbar besteht hinsichtlich des Füllungswerkstoffs Amalgam eine gewisse Verunsicherung. Hinzu kommen die offensichtlichen ästhetischen Einschränkungen des nicht zahnfarbenen Füllungswerkstoffes Amalgam. Es wird also deutlich, dass es einen Bedarf für zahnfarbene, plastische Füllungswerkstoffe gibt.

Gleichzeitig verlangt der Einsatz von zahnfarbenen, sogenannten Kompositmaterialien aber auch die Verfügbarkeit entsprechender Adhäsivsysteme, da alle bis heute verfügbaren Methacrylat-Komposite einen Volumenschumpf bei der Polymerisation von mehr als 1 Vol.% aufweisen. Teilweise wurden diesbezüglich experimentell Werte im Bereich von 2,61-3,88 Vol.% für moderne Komposite gefunden (ELLAKWA et al., 2007).

Die Entwicklung der heute hoch entwickelten Adhäsivtechnik für Methacrylatkomposite geht auf die Arbeit von Buonocore (BUONOCORE, 1955) zurück, der erstmals die Schmelzätzung mit Phosphorsäure zur Erzielung einer den oralen Anforderungen standhaltenden Haftkraft von Kunststoffen an der Zahnhartsubstanz beschrieb. Aufgrund der unterschiedlichen Morphologie von Schmelz zu Dentin ist eine alleinige Ätzung durch z.B. Phosphorsäure nicht ausreichend, um eine Haftung des Komposits auch am Dentin zu gewährleisten. Bereits in den 1950er Jahren wurden erste Versuche unternommen, Kunststoffe an Dentin zu befestigen. BUONOCORE et al. veröffentlichten 1956 eine Studie, in der ein Kavitäten-Sealer auf Basis von Glucophosphorsäure und Di-Methacrylat Verwendung fand, zu dem ein Katalysator zugegeben wurde. So konnte eine gewisse Haftung zu Dentin erzielt werden. Bereits hier berichtet der Autor über Probleme der Haftung von Kunststoff an feuchtem Dentin.

In den folgenden Jahrzehnten gab es eine Vielzahl unterschiedlichster Ansätze, um einen wirksamen Verbund zwischen Dentin und Kompositmaterialien herzustellen (BOWEN 1965, NAKABAYASHI et al. 1978, NAKABAYASHI et al. 1982a/b). Aus heutiger Sicht kann man jedoch sagen, dass es „...praktisch kein in Deutschland bekanntes Lehrbuch“ gab, „das in den 80er Jahren Dentinklebung bereits für praxisreif erklärt hätte.“ (HEIDEMANN et al., 2004). Im Jahr 1987 äußerte GÄGLER in einem Lehrbuch über Dentinadhäsive, dass der „klinische Einsatz...weder werkstoffkundlich noch biologisch befürwortet“ wird. Ein anderer Autor kommt so zu dem Schluss, eine routinemäßige Anwendung von Dentinhaftvermittlern in der Praxis nicht zu empfehlen (GUERTSEN, 1989). Der Durchbruch bzw. die Praxisreife der Dentinadhäsive kam erst Anfang bis Mitte der 90er Jahre des 20. Jahrhunderts (HEIDEMANN et al., 2004).

Dieser Durchbruch ist eng mit dem Erscheinen von Dentinadhäsiven der 3. und nachfolgender Generationen verbunden (BLUNCK, 1999).

## **2.2 Literaturübersicht**

### **2.2.1 Aufbau und Zusammensetzung des Schmelzes**

Der Zahnschmelz ist die härteste bekannte Substanz des menschlichen Körpers mit einer Vickers-Härte von 300-400. Der Schmelz besteht aus je nach Untersuchungsmethode zu 93-98 Gew.% aus anorganischen Verbindungen, zu 1,5-4 Gew.% aus Wasser und zu

geringen Anteilen aus organischen Verbindungen wie Proteinen und Lipiden. Die Bildung des Zahnschmelzes wird durch die aus dem Ektoderm stammenden Ameloblasten geleistet. Diese scheiden eine aus Proteinen bestehende Schmelzmatrix ab, die dann mineralisiert.

Die Hauptbestandteile der anorganischen Schmelzfraktion sind Kalzium, Phosphor, Carbonat, Magnesium und Natrium. Kalzium und Phosphor liegen größtenteils in einer den Schmelz dominierenden, nicht stöchiometrischen Apatitverbindung vor. Dieses Apatit bildet kleine hexagonale Stabkristalle mit einer Länge von ca. 160 nm und einem Durchmesser von ungefähr 40 nm. Durch interne Substitutionsreaktionen kann es zur Ausbildung von Fluorapatit oder karboniertem Apatit kommen, wobei das Auftreten von Fluorapatit die Säurelöslichkeit des Apatits wesentlich herabsetzt. Diese Apatitkristalle liegen suprastrukturiert in Form von Schmelzprismen vor, die den Schmelz von der Schmelz-Dentin-Grenze bis fast zur Oberfläche durchziehen. Und auch diese Schmelzprismen liegen nochmals suprastrukturiert in Form einer Schlüssellochstruktur vor. Weitere bekannte Organisationsformen sind der zylindrische Typ und der Hufeisentyp. Für die Schmelz-Ätz-Technik von Bedeutung ist jedoch die Tatsache, dass die oberste Schmelzschicht keine Schmelzprismen aufweist und so die Ausbildung eines retentiven Reliefs durch Phosphorsäureätzung weniger möglich ist, als dies bei prismatischem Schmelz der Fall ist.

Das im Schmelz vorhandene Wasser findet sich zum Teil als Hydratationsschale um die Apatitkristalle, zum Teil aber auch frei an organischer Materie gebunden.

Der geringe Anteil an organischen Bestandteilen besteht zu ca. 58 % aus Proteinen und zu ca. 40 % aus Lipiden. Weiterhin finden sich kleinste Anteile von Kohlenhydraten, Zitrat und Laktat. Hauptvorkommen der organischen Bestandteile sind die im inneren Drittel des Schmelzes gelegenen Schmelzbüschel.

### **2.2.2 Aufbau und Zusammensetzung des Dentins**

Entwicklungsgeschichtlich geht Dentin aus der Zahnpapille hervor und stammt somit nicht wie Schmelz vom Ektoderm, sondern vom Mesektoderm ab. Im vollständig ausgereiften Zahn stellt das Dentin den größten Anteil an den Zahnhartgeweben dar. Es wird physiologischer Weise im koronalen Anteil des Zahns von Schmelz bedeckt und im Wurzelbereich von Wurzelzement überzogen (HELLWIG et al., 2003). Das Dentin

umschließt außerdem die Zahnpulpa im Inneren des Zahns. Gebildet wird das Dentin von den an der Grenzfläche zur Zahnpulpa liegenden Odontoblasten, die mit ihren feinen Fortsätzen das Dentin radiär durchziehen. Eingebettet liegen diese Fortsätze in den sogenannten Dentintubuli, ein fein verzweigtes System von Kanälchen, welches bis zur Dentinoberfläche reicht. Das Dentin ist ein vitales Gewebe, welches permanenten Umbauprozessen unterworfen ist und auf physiologische wie pathologische Stimuli reagiert. Das Dentin wird von den Odontoblasten bzw. ihren Fortsätzen auch nach Abschluss der Zahnbildung noch unterhalten (HELLWIG et al., 2003).

Histologisch lässt sich das Dentin in mehrere Substrukturen einteilen. Zum einen findet man das sogenannte Manteldentin, welches unmittelbar unterhalb des Schmelzmantels liegt. Histologisch finden sich hier keine von Odontoblasten gebildeten  $\beta$ -Kollagen-Fibrillen, sondern  $\alpha$ -Fibrillen, die von den Mesenchymzellen der Zahnpapille abstammen. Diese Kollagenfibrillen werden auch von-Korff-Fasern genannt und sind wesentlich dicker als die anderen im Dentin zu findenden Fibrillen. Es findet sich im Dentin zu 92 % Kollagen Typ I und zu ca. 8 % eine nicht kollagene Grundsubstanz (SCHNEIDER, 1995).

Das zirkumpulpare Dentin liegt unterhalb des Manteldentins und zeichnet sich durch die von-Ebener-Linien aus, dem entwicklungsbedingten Korrelat einer rhythmisch ablaufenden Verkalkung mit Ruhephasen der Odontoblasten.

Das Prädentin ist das die Pulpa umgebende Dentin, welches noch keiner Mineralisation unterlegen hat. Es grenzt mit seinen ältesten Abschnitten, die eine ausgereifte Dentinmatrix enthalten, an die Mineralisationsfront des zirkumpulparen Dentins.

Weiterhin kann man zwischen intertubulärem und peritubulärem Dentin unterscheiden. Entsprechend seinem Namen liegt das intertubuläre Dentin zwischen den einzelnen Dentintubuli und wird insbesondere im Bereich des Manteldentins von Seitenkanälchen mit kleinsten Odontoblastenfortsätzen, den sogenannten Mikrovilli, mit einem Durchmesser von 0,35-0,6  $\mu\text{m}$  durchzogen. Das intertubuläre Dentin ist weniger dicht mineralisiert und besteht zu mehr als der Hälfte aus einem Kollagengeflecht mit eingelagerten Apatitkristallen (MARSHALL, 1993; HAMMER, 1997).

Das peritubuläre Dentin wird durch Ablagerungen der Syntheseprodukte der Odontoblasten permanent gebildet. Diese Produkte werden von den Zellkörpern über die Odontoblastenfortsätze in die Dentintubuli transportiert. Dieser Dentintyp enthält kaum noch Kollagenfibrillen und nimmt mit zunehmendem Alter zu. Er ist in seiner

mineralisierten Form Ausdruck und Ursache einer zunehmenden Sklerosierung der Dentintubuli. Dabei ist dieser Dentintyp homogen, dicht und die am stärksten mineralisierte Form.

Die Dentintubuli variieren sehr stark in Anzahl und Größe in Abhängigkeit von der Entfernung zur Pulpa. So findet man durchschnittlich 7000 Tubuli pro mm<sup>2</sup> Dentin in den pulpafernen Bereichen, wohingegen bis zu 60.000 Tubuli pro mm<sup>2</sup> in den Bereichen nahe der Pulpa gefunden werden. Auch die Durchmesser werden in Richtung der Schmelz-Dentin-Grenze immer kleiner, so dass ein Abfall ausgehend von 2-3 µm im pulpanahen Bereich auf unter 0,5 µm in pulpafernen Arealen beobachtet werden kann (TRONSTAD, 1973). Es muss jedoch berücksichtigt werden, dass absolute Zahlen in Bezug auf Anzahl und Durchmesser der Dentintubuli inter- und intraindividuell sehr verschieden sind und eher prozentuale Angaben zutreffend sind. So kann davon ausgegangen werden, dass in der Peripherie nur ca. 4 % der Gesamtquerschnittsfläche auf das Lumen der Dentintubuli entfällt, während in zentral gelegenen Anteilen ca. 80 % der Gesamtquerschnittsfläche auf das Lumen der Dentintubuli entfällt (HELLWIG et al. 2003).

Chemisch gesehen besteht Dentin zu ungefähr 70 Gew.% aus anorganischen Bestandteilen, zu 20 Gew.% aus organischen Bestandteilen und zu etwa 10 Gew.% aus Wasser. Der organische Anteil besteht zu 91-92 % aus Kollagen bzw. kollagenartigen Verbindungen.

Der anorganische Teil besteht in Analogie zum Zahnschmelz hauptsächlich aus Phosphat und Kalzium, welches in kristalliner Form als Apatit oder als amorphes Kalziumphosphat vorliegt. Im Unterschied zum Schmelz liegen die Apatitkristalle jedoch nicht in Prismenform vor, sondern in unterschiedlich dichter Packung von Apatitkristallen. Diese Apatitkristalle sind im Vergleich zu den Schmelzapatitkristallen wesentlich kleiner und haben ungefähr eine Größe von 20 nm in der Länge, 18-20 nm in der Breite und 3,5 nm im Durchmesser. Daneben finden sich noch verschiedenste Spurenelemente wie Al, Br, Cl, Cr, Fe, K, Mn, Na, S, Si, Zn (HELLWIG et al., 2003).

Außerdem unterscheidet man noch Dentinformen nach ihrem Entstehungszeitpunkt. So nennt man das bis zum Abschluss des Wurzelwachstums gebildete Dentin Primärdentin, das im weiteren Verlauf der Zahnnutzungsphase entstandene Dentin Sekundärdentin und das aufgrund eines externen Reizes entstandene Dentin Tertiärdentin.

### 2.2.3 Dentinadhäsive

Bei zahnärztlichen Kompositen handelt es sich um hydrophobe Materialien, welche nicht ohne weiteres zu einem innigen Verbund mit dem hydrophilen Dentin gebracht werden können. Dieser innige Verbund ist jedoch für die klinische Anwendbarkeit der Komposite dringend erforderlich, da sämtliche verfügbaren Methacrylatkomposite einen Volumenschumpf von mehr als 1% aufweisen (ELLAKWA et al., 2007). Eine neuerlich verfügbare Ausnahme hiervon stellen lediglich die chemisch auf einer Ringöffnung basierenden Silorane dar (z.B. 3M ESPE, Filtec Silorane®), die mit einem Volumenschumpf von weniger als einem Vol.% die geringste Polymerisationsschrumpfung überhaupt aufweisen (WEINMANN et al., 2005). Um klinisch die Entstehung von Sekundärkaries zu verhindern, ist es jedoch erforderlich, die Spaltbildung zwischen Zahn und Restaurationswerkstoff zu vermeiden. Der auftretende Polymerisationsstress liegt selbst bei niedrig schrumpfenden Materialien bei bis zu 4,4 MPa (ILIE et al., 2007). Dentinadhäsive haben nun die Aufgabe, zum einen einen Verbund zwischen der hydrophilen Dentinoberfläche und der hydrophoben Kompositoberfläche herzustellen. Zum anderen muss der Dentinhaftvermittler so gut mit dem Dentin verbunden sein, dass er den durch die Schrumpfung bedingten Polymerisationsstress aufnehmen kann. Der schematische Aufbau eines Dentinhaftvermittlers sieht wie folgt aus: Ein Methacrylatrest zur Verbindung mit dem Komposit, ein Zwischenmolekül als Distanzhalter und ein hydrophiles Ende zur Anlagerung an die hydrophilen Dentinstrukturen wie z.B. das Kollagen.

Dentinadhäsive werden heute nach verschiedenen Kriterien eingeteilt. Entweder konventionell nach Generationen, deren Nummerierung sich nach der chronologischen Entwicklung der entsprechenden Produkte bzw. der Vereinfachung von Arbeitsschritten richtet oder die Einteilung bezieht sich nur noch auf die Angabe der Arbeitsschritte.

### 2.2.4 Dentinadhäsive der ersten Generation

Das erste Dentinadhäsiv überhaupt wurde von Oskar Hagger entwickelt. Es handelt sich dabei um Sevrion Cavity Seal®, für welches im Jahr 1951 das erste Patent vergeben wurde (MCLEAN, 1995). Sevrion erwies sich als ebenso untauglich wie das von BUONOCORE et al. 1956 vorgestellte Produkt auf Glucophosphorsäure-Basis. Später wurde dann von der Firma Kulzer (Wehrheim, Deutschland) ein von MASHUHARA

(1962) entwickeltes Adhäsiv namens Palkav<sup>®</sup> vorgestellt, das ein Methacrylat und Tri-n-Butylboran enthielt (BIESECKE, 2006; GÄRTNER, 2006). Man versuchte dabei, eine chemische Verbindung zur Kollagenmatrix des Dentins herzustellen (FELDMANN, 2006), was jedoch nicht suffizient gelang. Einen anderen Ansatz verfolgte Bowen, der 1965 ein Additions-Produkt aus N-phenylglycine und Glycidyl-Methacrylat (NPG-GMA) einsetzte. Eine weitere Steigerung der Haftwerte konnte durch vorherige Anwendung von EDTA erzielt werden. Die Haftung wurde dabei nicht über eine chemische Bindung zum Dentinkollagen erzielt, sondern über eine Bindung zur häufigsten anorganischen Verbindung der Zahnhartsubstanz, nämlich dem Hydroxylapatit. Eine Produkt der Firma Kuraray, das unter dem Namen Orthomite II<sup>®</sup> vermarktet wurde und das 2-Hydroxy-3- $\beta$ -Naphthoxypropyl-Methacrylat (HNPM) enthielt, brachte ebenfalls keinen klinischen Erfolg (NAKABAYASHI et al., 1978). Dieser Stoff wies im Dentin sehr schlechte Haftwerte auf, so dass eine breite und erfolgreiche Anwendung nicht stattfand (FELDMANN, 2006). 1978 wurde von TAKEYAMA ein System auf Basis von 4-META vorgestellt, das später unter dem Produktnamen Orthomite Super-Bond<sup>®</sup> (Sun-Medical, Kyoto, Japan) auf den Markt gelangte. NAKABAYASHI et al. fanden erstaunlich gute Haftwerte (18 MPa), die auf den amphiphilen Charakter dieses Stoffs zurückgeführt wurden, der sowohl in das Dentin eindringen kann, als auch mit Methyl-Methacrylat (MMA) polymerisieren kann (NAKABAYASHI et al., 1982a; SUZUKI et al., 1991). Dieser ersten Gruppe der Dentinadhäsive kommt heute keine Bedeutung mehr zu (HELLWIG et al., 2003).

### 2.2.5 Dentinadhäsive der zweiten Generation

Bei den Dentinadhäsiven, die der 2. Generation zugerechnet wurden, war der Ansatz der Adhäsion eine anderer als bei denen der ersten Generation. Hier wurde nun versucht, die durch die Präparation entstandene Schmierschicht (engl. smear layer) zu modifizieren, jedoch waren auch hier die erzielten Haftwerte gering (HELLWIG et al., 2003). Chemisch versuchte man dabei, einen Methacrylat-Phosphatester (CAUSTON, 1984) an die Kalzium-Ionen des im Dentin vorhandenen Hydroxylapatits anzukoppeln. Da aber keine oder nur eine leichte Vorbehandlung des Dentins stattfand, konnte man lediglich an die Kalzium-Ionen der Schmierschicht ankoppeln, was die Haftfestigkeit dieser Adhäsive auf die Adhäsionskräfte der Schmierschicht am Dentin beschränkte

(GÄRTNER, 2006). MUNKSGAARD et al. experimentierten 1984 mit Gemischen aus Bis-GMA, Glutaraldehyd und HEMA in verschiedenen Konzentrationen. Sie vermuteten die Entstehung von geladenen Komponenten aus Aldehyd- und Kollagenanteilen, die eine weitere Reaktion mit HEMA eingehen. Jedoch war auch bei dieser Gruppe eine große Anfälligkeit im wässrigen Milieu vorhanden und außerdem die Tendenz erkennbar, sich leichter mit der durch z.B. EDTA modifizierten Schmierschicht zu verbinden, als mit dem darunter liegenden Dentin (BLUNK et al., 1999).

### 2.2.6 Dentinadhäsive der dritten Generation

Um das Jahr 1990 erschienen die ersten Adhäsive der dritten Generation. Hier wurde der Ansatz verfolgt, die Schmierschicht partiell oder ganz aufzulösen, um eine bessere Benetzung des darunter liegenden Dentins zu erreichen (BOUVIER et al., 1993). Weiteres Kennzeichen der Adhäsivsysteme der 3. Generation sind die selektive Schmelzätzung und die selektive Dentinkonditionierung (HELLWIG, 2003). Der Dentinkonditionierung kommt dabei, als bisher problembehaftetem und verbesserungswürdigen Schritt, ganz besondere Bedeutung zu. Nach der bewährten Ätzung des Schmelzes mit Phosphorsäure wurde bei dieser Generation anschließend auf das Dentin entweder zuerst ein Konditionierer in Form eines Komplexbildners aufgebracht (z.B. EDTA) oder der Primer erfüllte die Funktion des Konditionierers mit. Dazu enthielt der Primer neben hydrophilen Monomeren (z.B. HEMA, 4-META, PENTA) und einem Lösungsmittel auch schwache organische Säuren wie Maleinsäure, Glutarsäure, Zitronensäure oder ähnliche, die die Auflösung der Schmierschicht und die oberflächliche Demineralisation des Dentins bewirkten (HELLWIG, 2003). Gleichzeitig oder bei separater Konditionierung anschließend, fand das Eindringen des hydrophilen Monomers in die freigelegte Kollagenschicht statt. Nach ca. 30 Sekunden wird das Lösungsmittel (Wasser, Ethanol oder Aceton) durch einen Luftstrom evaporiert, wobei die Schmierschicht partiell wieder ausfallen kann, da sie nur gelöst aber nicht entfernt wurde. Anschließend folgt die Applikation eines Dentinadhäsivs mit Monomeren wie Bis-GMA, UDMA oder TEGDMA. Der hydrophobe Anteil des in das Kollagenetzwerk eingedrungenen Primers ermöglicht nun das Eindringen des hydrophoben Adhäsivs, welches letztendlich die chemische Verbindung zum hydrophoben Komposit herstellt (HOLZMEIER, 2002). Mit dieser Generation wurde der bis dahin propagierte Ansatz

einer rein chemischen Bindung des Adhäsivs an das Dentin verlassen. Ohnehin konnten spektroskopische Untersuchungen durch ELIADES et al. (1990) keinen Nachweis einer vorhandenen oder neu entstandenen chemischen Bindung liefern. Der von nun an allgemein akzeptierte Haftungsmechanismus war die mikromechanische Verankerung im Dentin (NAKABAYASHI et al., 1982; ERICKSON, 1989; INOKOSHI et al., 1990; PASHLEY, 1990; HARNIRATTISAI et al., 1991). VAN MEERBEEK et al. fanden 1992 in einer Untersuchung zur Morphologie der Interaktionszone zwischen Dentin und Kunststoff drei Klassen von Adhäsivsystemen, die sich in ihrer Wirkung auf die Schmierschicht bzw. das darunter liegende Dentin unterschieden. Es wurden zum einen Systeme gefunden, die die Schmierschicht komplett entfernten bzw. in Lösung brachten und das darunter liegende Dentin demineralisierten (Scotchbond 2, 3M, St.Paul, Minnesota, USA; Gluma 2000, Bayer Dental, Leverkusen; Syntac Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). In dem mit diesen Produkten behandelten Dentin bildete sich anschließend auch eine Interaktionszone zwischen Adhäsivkomponente und Kollagenkomponente aus (Abb. 1 C). Diese Interaktionszone, in der also sowohl Kollagenanteile des Dentins, als auch Komponenten des Adhäsivs zu finden waren, wurde als Hybrid-Schicht bezeichnet. Zum anderen wurden Adhäsive gefunden, welche die Schmierschicht lediglich teilweise lösten, die Schmierpfropfen in den Dentintubuli aber unberührt ließen und so lediglich eine dünne Hybridschicht ohne Beteiligung des intratubulären Dentins erzeugten (Abb. 1 B). Die dritte gefundene Gruppe erhielt die Schmierschicht zur Gänze und infiltrierte diese lediglich (Abb. 1 A). Aus diesem Grund sind diese Produkte der dritten Gruppe der 2. Generation der Adhäsivsysteme zuzurechnen. Der Vielzahl verfügbarer Systeme war jedoch gemeinsam, dass sie in vitro und klinisch zwar zu guten Ergebnissen führten, sich die Anwendung jedoch auf Grund der Vielzahl der Einzelschritte kompliziert gestaltete. Insbesondere der Schritt der separaten Schmelzätzung erwies sich als klinisch schwierig durchführbar und verlangte nach Verbesserungen (HELLWIG, 2003; ERICKSON, 1989). Ebenso ergibt sich bei der Vorgehensweise zur Erzeugung einer Hybridschicht das Problem des kollabierenden Kollagennetzwerks. Ist das Kollagennetzwerk normalerweise durch die anorganischen Komponenten des Dentins gestützt, so geht diese Unterstützung bei der Demineralisation im Grenzflächenbereich natürlich verloren. Ging VAN MEERBEEK 1992 noch davon aus, dass dieser Kollaps automatisch durch die Demineralisation geschehen würde, so ist heute klar, dass dies hauptsächlich durch übermäßige Trocknung des Dentins geschieht.

Die daraus entstehenden Probleme sind eine dünne (1-2  $\mu\text{m}$ ) oberflächliche Hybridschicht im intertubulären Dentin und nicht-monomerinfiltrierte, demineralisierte Dentinbereiche (hybridoide Schicht) unter dieser oberflächlichen Hybridschicht (TAY et al., 1996a). Außerdem ist diese hybridoide Schicht laut SANO et al. (1994) eine kollagenreiche und schwache Zone, die stark hydrolyseanfällig ist. Mit diesen Problemen kämpfen aufgrund ihres Applikationsmodus insbesondere auch die Adhäsive der 4. Generation. Lösungsansätze gibt es hierzu mehrere: Zum einen die als „wet bonding“ bzw. „moist-bonding“ beschriebene Technik, die auf eine exzessive Trocknung des Dentins nach der Ätzung verzichtet, um die Feuchtigkeit zwischen den Kollagenfibrillen zu erhalten und die nachfolgend Infiltration der hydrophilen Monomere zu erleichtern (HALLER, 2000; IANZANO et GWINNETT, 1994; PASHLEY et al., 1993; GWINNETT, 1992). Zum anderen findet sich eine Technik, die als „rewetting“ beschrieben wurde und die Behandlung des getrockneten Dentins mit z.B. wässrigen Lösungen von HEMA vorsieht, um eine Wiederbefeuchtung und somit auch ein Eindringen des Primers in die Kollagenmatrix zu erreichen (GWINNETT, 1994; PERDIGAO et al., 1998 und 1999; NAKABAYASHI et al., 1992).

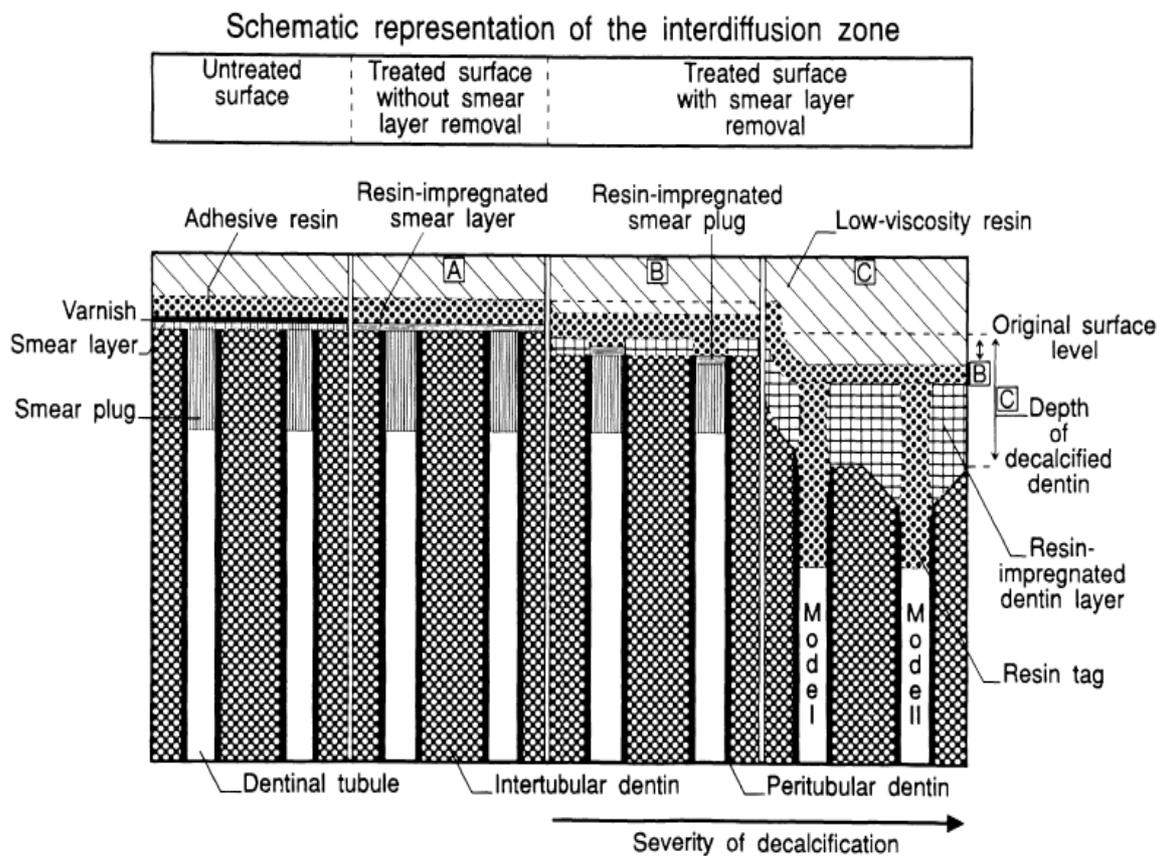


Abbildung 1: Morphologische Unterschiede der Hybridschicht (in Anlehnung an VAN MEERBEEK et al. 1992)

### 2.2.7 Dentinadhäsive der vierten Generation

Charakteristisches Merkmal der Adhäsivsysteme der 4. Generation war die Einführung des Verfahrens „Total-Etch“ (HELLWIG, 2003). War bei den Adhäsivsystemen der 3. Generation noch eine separate Ätzung des Schmelzes vorgesehen, so entfiel dieser Schritt in dieser Generation aus Gründen der Vereinfachung und der besseren Umsetzbarkeit. So ist es jedem Kliniker leicht ersichtlich, dass das alleinige Auftragen von Phosphorsäure nur auf die Schmelzbereiche einer Kavität nicht möglich ist. Jedoch war es Ende der 1980er Jahre lediglich in Japan verbreitet, sowohl Schmelz als auch Dentin in einem Arbeitsschritt zu konditionieren. In den USA stand man dieser Methode kritisch gegenüber. So befürchtete man, dass das Ätzen mit 37%iger Phosphorsäure auf Dentin nicht nur das Phänomen des „Microleakage“ (Spaltbildungen zwischen

Zahnhartsubstanz und Komposit im Größenbereich von 10-20  $\mu\text{m}$ ) befördern würde, sondern auch zu einer Entzündungsreaktion der Pulpa führen würde (SANO, 2006).

Der Ablauf der Zahnhartsubstanzkonditionierung beginnt mit dem soweit wie möglich selektiven Auftragen der Phosphorsäure auf den Schmelz. Nach ca. 20 s Ätzzeit wird auch das Dentin mit Phosphorsäure benetzt und für ca. 15-20 s geätzt. Danach wird die Phosphorsäure samt aufgelöster Schmierschicht und gelöster Hydroxylapatitkristalle mit Wasser abgesprüht. Dies sollte zeitlich den gleichen Rahmen einnehmen wie der Vorgang des Ätzens. Beim sich anschließenden Trocknen der Zahnhartsubstanz muss, wie bereits oben beschrieben, auf eine übermäßige Trocknung des Dentins verzichtet werden, um einen Kollaps des freigelegten Kollagennetzwerkes zu verhindern (Abb. 2). Hier liegt also der wesentliche Unterschied zwischen der 3. und 4. Generation. Erfolgte die Demineralisierung des Dentins und die Auflösung der Schmierschicht in der Vorgängergeneration noch durch Zusätze des Primers, so wird diese Aufgabe in der 4. Generation durch einen vorgelagerten, mit dem Schmelz gemeinsamen Konditionierungsschritt erfüllt. Die Systeme bestehen aber weiterhin aus einem Ätzgel, einem hydrophile Monomere enthaltenden Primer und einem Adhäsiv. Den Produkten der dritten Generation sind diese Systeme dennoch überlegen, da sie höhere Haftwerte erzielen als diese (BOUVIER, 1993). Gründe hierfür liegen in der durch die Phosphorsäureanwendung komplett entfernten Schmierschicht bzw. Schmierpfropfen in den Tubulieingängen und der hierdurch ermöglichten tieferen Penetration des Primers in das Kollagennetzwerk und der Ausbildung von Kunststoffzapfen, den sogenannten „Tags“ in den Tubuli. Es bildet sich eine Hybridschicht sowohl im intertubulären als auch im peritubulären Dentin aus (BOUVIER, 1993). Jedoch entstehen durch das neue Protokoll der Dentinkonditionierung auch neue Probleme. So treten Phänomene wie ein Überätzen des Dentins und das Kollabieren des Kollagengeflechts vermehrt auf. Systeme der 4. Generation bieten also mehr Möglichkeiten für Verarbeitungsfehler. Diese vermehrten Fehlermöglichkeiten stellten auch den Anreiz dar, weitere Generationen zu entwickeln, die einen vereinfachten Verfahrensablauf ermöglichen.

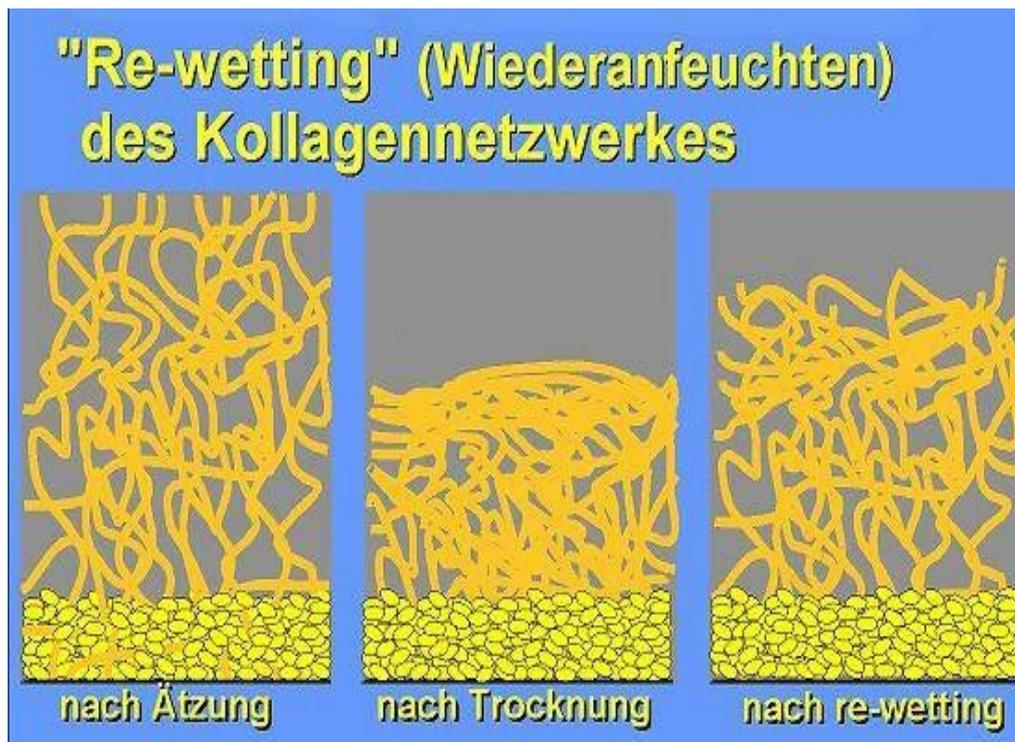


Abbildung 2: Mögliche Zustände des Kollagennetzwerkes nach Ätzung (in Anlehnung an HALLER et al. 2003)

### 2.2.8 Dentinadhäsive der fünften Generation

Ziel der Entwicklung der Adhäsive dieser Generation war es nun, die aufwendige und zeitintensive Verarbeitung der Adhäsive der 4. Generation mit ihren 3 separaten Arbeitsschritten zu vereinfachen und zu verkürzen und gleichzeitig die Techniksensitivität herabzusetzen, ohne dabei den erfolgreichen methodischen Ansatz der Adhäsive der 4. Generation in Form von Ätzen und Infiltrieren des Kollagengerüsts zu verlassen. Brauchen Adhäsivsysteme der 3. oder 4. Generation durchweg mehr als 120 s zur Verarbeitung, so konnte mit Systemen der 5. Generation ein Zeitvorteil von ca. 10-15 s erzielt werden (HALLER et al., 2003). Ursache dieses Zeitvorteils ist das Zusammenfassen des Primers und des Adhäsivs in einer Flasche als ein Primer-Adhäsiv-Gemisch. Der Wegfall eines separaten Arbeitsschritts erklärt also den Zeitgewinn von 10-15 Sekunden. Der Schritt der separaten Phosphorsäureätzung bleibt aber auch bei dieser Gruppe erhalten. Somit besteht auch hier das bereits beschriebene Problem des kollabierenden Kollagennetzwerkes bei übermäßiger Trocknung nach Phosphorsäureätzung am Dentin. Wasser spielt in diesem Zusammenhang die

entscheidende Rolle. Insbesondere für die wasserfreien, acetonbasierten Systeme dieser Generation wie Prime&Bond (DeTrey, Konstanz, Deutschland) ist die Möglichkeit der unvollständigen Kollageninfiltration nach Ätzung und Trocknung groß. Es wurde festgestellt, dass die Bildung bzw. Ausdehnung der sogenannten hybridoiden Region mit zunehmender Trocknungszeit des Dentins nach Ätzung zunimmt. Die Ursache hierfür liegt in der behinderten vertikalen Diffusion des Primer-/Adhäsivgemischs, die zudem noch dadurch kompromittiert wird, dass das wasserfreie Primer-/Adhäsivgemisch eine Rückbefeuchtung ausschließt. Es entsteht ein sehr kleines „Arbeitsfenster“, in dessen Bereich die Feuchtigkeit des Dentins gehalten werden muss, um optimale Ergebnisse zu erzielen. Auch der Vergleich zwischen 3-Schritt-Adhäsiven der 4. Generation und 2-Schritt-Adhäsiven der 5. Generation (OptiBond FL, DualCure und Optibond Solo) ergab eine geringere Effektivität der Hybridisierung bei den vereinfachten Produkten der 5. Generation (HALLER et al., 2003; TAY et al., 1996c; TAY et al., 1998; VAN MEERBEEK et al., 1999). Neuere Untersuchungen sehen die Probleme der 2-Schritt-Adhäsive neben der beschriebenen Infiltrationsproblematik auch im erschwerten Evaporieren des Lösungsmittels (v.a. Wasser) aufgrund einer systemimmanenten dickeren Adhäsivschicht (DE MUNCK et al., 2005).

### **2.2.9 Dentinadhäsive der sechsten Generation / siebten Generation**

Wie die Überschrift schon verdeutlicht, ist es schwer eine Zuordnung der jüngsten Gruppe der Adhäsivsysteme zur sechsten oder siebten Generation zu treffen. Manche Autoren unterscheiden diese Generationen nicht einmal voneinander (HELLWIG et al., 2003). Neu bei dieser Generation ist das Vorhandensein sogenannter selbstkonditionierender Primer bzw. Adhäsive. Ziele dieser Entwicklung sind zum einen natürlich die Vereinfachung des klinischen Behandlungsablaufs sowohl vom zeitlichen als auch vom technischen Ablauf. So konnte die Zeit für den gesamten Verfahrensablauf von Produkten dieser Gruppe auf unter 60 Sekunden gesenkt werden (HALLER et al., 2003). Zum anderen wurde der durch die Etch&Rinse-Technik aufgebrachten Problematik des kollabierenden Kollagennetzwerks bzw. unvollständiger Monomerinfiltration in das Kollagennetzwerk und nachfolgenden Degradationserscheinungen mit diesem Ansatz entgegengetreten.

Das Problem des kollabierenden Kollagennetzwerks tritt nur auf, wenn, wie beim „Etch&Rinse“-Verfahren gefordert, zwischen dem Herausätzen des Hydroxylapatits und dem Aufbringen der hydrophilen Monomere ein Absprühen und Trocknen stattfindet. Auch entsteht das Phänomen des Überätzens bzw. der bis in die Tiefe unvollständigen Monomerinfiltration nur beim Auftrennen der entsprechenden Arbeitsschritte. Also nutzt man Primer, die eine selbstkonditionierende Wirkung besitzen, d.h. die Schmierschicht auflösen und das darunterliegende Kollagen demineralisieren. Diese Primer gab es bereits mit Erfolg in der 3. Generation in Form von Zusätzen wie z.B. Maleinsäure. Neu in dieser Generation ist nun die gleichzeitige Konditionierung von Dentin und Schmelz durch saure Monomere. Diese sauren Monomere enthalten als funktionelle Gruppen meistens Phosphat- oder Carboxylatgruppen.

Eine Unterscheidung innerhalb dieser Gruppe findet noch zwischen zwei Produktformen statt. Zum einen differenziert man zwischen selbstkonditionierenden Primern, die noch ein getrenntes Auftragen des Adhäsivs erfordern, wie z.B. AdheSE und Clearfil SE-Bond. Zum anderen gibt es Systeme, die als sogenannte All-in-one Adhäsive bezeichnet werden und bei den wirklich nur noch ein einziger Schritt sowohl für die Schmelz- als auch für die Dentinkonditionierung, für das Primieren und für das Aufbringen des Adhäsivs notwendig ist. Vertreter dieser Gruppe sind z.B. Tri-S-Bond, Adper Prompt L-Pop und G-Bond (HALLER et al. 2003).

Völlig neu in dieser Produktgruppe ist jedoch die Konditionierung des Schmelzes mittels der in den selbstkonditionierenden Primern enthaltenen sauren Monomeren. Es wurde also die seit Jahrzehnten erfolgreiche und durch Buonocore 1955 erstmals beschriebene Phosphorsäureätzung verlassen. Entsprechende elektronenmikroskopische Untersuchungen zeigen für diese Gruppe ein deutlich schwächer ausgeprägtes Ätzmuster im Schmelz, als dies bei Phosphorsäureätzung der Fall ist. Außerdem erscheint das Ätzmuster weniger retentiv. Untersuchungen hierzu zeigen, dass es sich beim Haftungsmechanismus der selbstkonditionierenden Adhäsive am Schmelz eher um eine inter- und intrakristalline Hybridisierung mit in Kunststoff eingeschlossenen Schmelzkristalliten handelt, als um reine Kunststoffzapfen wie bei der Phosphorsäureätzung. Man bezeichnet dies auch als interkristalline Nanoretention, da auch die Infiltrationstiefe der Monomere nie die 10 µm Dimension der Phosphorsäureätzung erreicht (HAYAKAWA et al., 1998; HANNIG et al., 1999; HANNIG et al., 2002; HALLER et al., 2003). Der Vergleich zwischen den Produkten

dieser Klasse zeigt ähnliche Eigenschaften beim Dentinbonding, aber schlechtere Ergebnisse der All-in-one Adhäsive beim Schmelzbonding (ABO et al., 2004). Generell herrscht bezüglich der Eigenschaften dieser Adhäsivgruppe im Vergleich zur vierten Generation eine etwas uneinheitliche Datenlage. Sicher scheint nur, dass Produkte der sechsten und siebten Generation keine besseren Eigenschaften bezüglich Haftfestigkeit und Randintegrität aufweisen, als solche der 3. und 4. Generation. Der Verbund zu Dentin scheint annähernd gleiche Werte aufzuweisen wie der der Produkte der 3. und 4. Generation. Die erzielbare Haftung bzw. Randqualität am Schmelz ist jedoch durch Phosphorsäureätzung immer noch die Beste. Hier scheinen die größten Probleme der sechsten und siebten Generation zu liegen. Obwohl viele Kurzzeitstudien geringere Haftwerte und schlechtere Randqualitäten für die Adhäsive ab der 5. Generation zeigen, gibt es bisher wenige Studien, die auch die Langlebigkeit beurteilen. In einer dieser Arbeiten zeigt sich z.B. über einen Zeitraum von sieben Jahren eine signifikante Abnahme der Haftkräfte eines Adhäsivs der vierten Generation, wohingegen ein Adhäsiv der 6. Generation keine solche signifikante Abnahme zeigt (ERNST, 2004; ERNST et al., 2003; BURROW et al., 2005; TORII et al., 2002).

Es bleibt also festzustellen, dass keine klare Aussage darüber getroffen werden kann, welches System welcher Generation nun am besten funktioniert. Eine Vielzahl von Variablen, angefangen bei der Kavitätenklasse, über die Fähigkeiten des Anwenders bis hin zur inter- und intraindividuell verschieden beschaffenen Zahnhartsubstanz haben Einfluss auf den klinischen und auch experimentellen Erfolg eines entsprechenden Produkts.

Es wird jedoch klar, dass die Einteilung der Adhäsivsysteme nach Generationen spätestens nach Erscheinen der fünften Generation nicht mehr sinnvoll ist. Fand bis dahin von Generation zu Generation noch eine Verbesserung in nahezu jeder Eigenschaft statt, so kann davon ab der fünften Generation keine Rede mehr sein. Vorteile finden sich nur noch in einzelnen Teilbereichen, gleichzeitig tauchen neue Einschränkungen auf. Und bei Produkten der sechsten und siebten Generation gelingt häufig schon gar keine Unterscheidung mehr (ERNST, 2004). Diesem Umstand ist es dann auch geschuldet, dass eine neue Einteilung erforderlich wurde.

### 2.2.10 Einteilung der Adhäsive nach ihrer Haftungsstrategie und der Zahl der Arbeitsschritte

Es erscheint sinnvoll, die Adhäsive entsprechend ihrem zugrunde liegenden Mechanismus der Adhäsion an der Zahnhartsubstanz und der dabei eingesetzten Anzahl an Arbeitsschritten einzuteilen (VAN MEERBEEK et al., 2001 und 2003). Statt der mehr oder weniger chronologischen Einteilung in Generationen findet nun die Unterscheidung in Etch&Rinse-Systeme, Self-Etch-Adhäsive und kunststoff-modifizierte Glasionomerezemente statt.

Die Gruppe der Etch&Rinse-Adhäsive (Abb. 3,1) besteht in jedem Fall aus dem separaten Schritt der Ätzung mit zumeist 37 %iger Phosphorsäure und anschließendem Absprühen mittels Wasser. Dann erfolgen entweder in zwei getrennten Schritten das Aufbringen des Primers und des Adhäsivs oder bei Primer-Adhäsiv-Gemischen in nur einem Schritt.

Die Gruppe der Self-Etch-Adhäsive (Abb. 3,2) besteht entweder aus zwei Schritten mit getrennter Konditionierung und gleichzeitigem Primern und anschließendem Aufbringen des Adhäsivs oder aus einem einzigen Schritt in Form eines selbstkonditionierenden, selbstprimierenden Adhäsivs (DEMUNK et al., 2005). Der Vollständigkeit halber seien noch die ebenfalls in diese Nomenklatur mit eingebrachten kunststoff-modifizierten Glasionomerezemente (Abb. 3,3) erwähnt, die in dieser Arbeit aber nicht näher betrachtet werden sollen.

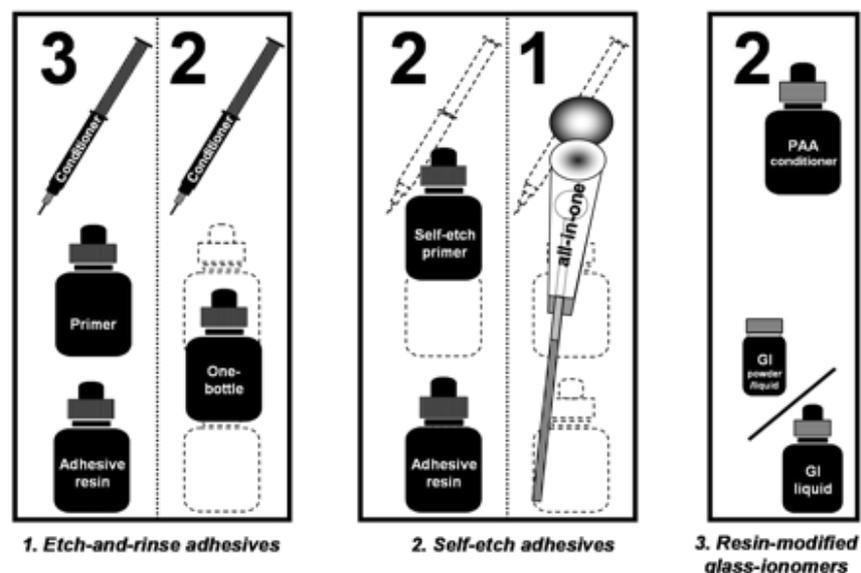


Abbildung 3: Einteilung Adhäsivsysteme nach van Meerbeek (in Anlehnung an DE MUNK et al., 2005)

### 2.3 Schmierschicht (engl. smear-layer)

Der aus dem Englischen stammende Begriff „smear-layer“ beschreibt ein Phänomen, das immer bei der Bearbeitung von Zahnhartsubstanz mit rotierenden Instrumenten auftritt. Die smear-layer oder Schmierschicht besteht aus mehreren Komponenten, die aus der Zahnhartsubstanz stammen. Es handelt sich dabei um denaturierte Kollagenbruchstücke, um Hydroxylapatitkristalle, um Speichel- und Blutbestandteile und um Bakterien bzw. deren Überreste. Dieses Gemenge hat dabei die Eigenschaft, sich dem darunter liegenden kompakten Dentin so fest anzuheften, dass eine mechanische Entfernung mittels Wasserstrahl nicht möglich ist. Diese Eigenschaft versuchten bekanntlich die Adhäsivsysteme der 1. und 2. Generation auszunutzen, um über ein chemisches Anhaften an der Schmierschicht einen Verbund zur Zahnhartsubstanz zu erzielen. Es zeigte sich jedoch deutlich, dass die Haftkraft der Schmierschicht am Zahn nicht ausreichend war, um einen dauerhaften Verbund zwischen Zahn und Komposit zu gewährleisten. Die Schmierschicht erwies sich sogar als Hindernis für eine stabile Haftung, da der Kontakt des Kunststoffes mit kompakten Dentin verhindert wurde. Aus diesem Grund haben sich heute nur Adhäsivsysteme etabliert, die die Schmierschicht auflösen bzw. entfernen (HALLER et al., 2003). Die Partikelgröße innerhalb der Schmierschicht liegt abhängig von der Art und Einsatzweise der Präparationsinstrumente bei 0,05-10 µm. Die Schichtstärke der Schmierschicht liegt bei ca. 1-5 µm (TAO et al., 1988; PASHLEY et al., 1993). Die Anteile der Schmierschicht, die die Eingänge der Dentintubuli verlegen, werden auch Schmierpfropfen genannt. Diese Schmierpfropfen setzen die Permeabilität der Dentintubuli um ca. 35 % herab, was früher als eine Art Pulpaschutz angesehen wurde, heute aber durch die Dentinkonditionierer größtenteils entfernt werden muss, um eine ausreichende Haftung des Komposits erzielen zu können (HALLER et al., 2003; DIPPEL et al., 1984).

### 2.4 Degradationserscheinungen des adhäsiven Verbunds

Eine Vielzahl bekannter Studien haben darüber berichtet, dass die Verlässlichkeit des adhäsiven Verbunds zwischen Kunststoff und Dentin mit der Zeit nachlässt. Dies wurde sowohl bei In-vitro- als auch bei In-vivo-Studien festgestellt. Die Autoren führen dies auf Degradationserscheinungen an der Kunststoff-Dentin-Grenzfläche zurück. Inzwischen wird es als allgemeiner Konsens angesehen, dass Dentinadhäsive eine nachlassende

Leistungsfähigkeit über die Zeit aufweisen (PASHLEY et al., 2004). Einige Studien zeigten, dass der adhäsive Verbund nach lang andauernder Wasserlagerung in vitro ebenso nachlässt wie unter In-vivo-Bedingungen (ARMSTRONG et al., 2001; DE MUNK et al., 2003). Dabei zeigte sich jedoch, dass Dentin-Kunststoffverbände, die durch eine umgebende Schmelz-Kunststoff-Interaktionszone vor direktem Wasserzutritt geschützt sind, in ihren Eigenschaften signifikant weniger nachlassen, als dies bei direktem Wasserkontakt der Fall ist (DE MUNK et al., 2003 und 2005). Die transmissionselektronenmikroskopische Untersuchung der Hybridzonen von Self-Etch- und von Etch&Rinse-Systemen zeigt jedoch markante Unterschiede. Finden sich bei den Etch&Rinse-Systemen deutlich sichtbare Degradationserscheinungen, so sieht man keine solche Erscheinungen bei den Self-Etch-Adhäsiven (KOSHIRO et al., 2005), obwohl auch hier nachlassende Haftwerte bei längerer Lagerungs- oder Funktionsdauer beobachtet werden.

Bei der Gruppe der Etch&Rinse-Systeme gibt es für die nachlassende Haftfestigkeit und die zu beobachtende Degradation innerhalb der Hybridzone mehrere Erklärungen. Das Hauptproblem besteht in der unzureichenden Bedeckung der freigelegten Kollagenfibrillen des demineralisierten Dentins. Die Gründe hierfür sind vielfältig. Angefangen von der zu langen Ätzung des Dentins, die eine anschließende vollständige Infiltration durch Monomere verhindert, über die Bildung von HEMA-Hydrogels und Comonomer-Gelen, die die Kunststoffinfiltration behindern, bis hin zur stochastischen Wahrscheinlichkeit, dass nicht kunststoffbedeckte Kollagenfibrillen zurückbleiben (KOSHIRO et al., 2005). Das Ergebnis bleibt jedoch bei allen möglichen Ursachen das gleiche. „Nacktes“, ungeschütztes Kollagen, das dem hydrolytischen Abbau, enzymatischem Stress und der thermischen Belastung ausgesetzt ist und Ausgangspunkt eines deutlich beschleunigten Abbauprozesses ist (KOSHIRO et al., 2005; ARMSTRONG et al., 2001; HASHIMOTO et al., 2000 UND 2002). Die Veränderungen des Kollagens, die beobachtet werden können, sind eine Aufweitung der interfibrillären Räume, ein fallender Ordnungsgrad des Kollagennetzwerks und eine Verringerung sowohl des Kollagenfibrillendurchmessers als auch der Dicke der Hybridschicht (HASHIMOTO et al., 2003a).

Auch wenn KOSHIRO et al. (2005) keine morphologischen Veränderungen der Hybridschicht bei den Self-Etch-Adhäsiven feststellen kann, so müssen auch hier Alterungsprozesse stattfinden, da, wenn auch in geringerem Maße als bei den

Etch&Rinse-Adhäsiven, die Haftwerte mit der Zeit zurück gehen (BURROW et al. 2005). Es muss jedoch in dieser Gruppe auch beachtet werden, dass insbesondere die All-in-one-Adhäsive teilweise wesentlich schlechtere Ergebnisse zeigen, als beispielsweise das 2-Schritt Self-Etch-Adhäsiv SE-Bond (Kuraray, Japan) (ABO et al., 2004). Andere Autoren wiederum finden keinen signifikanten Abfall der Haftkräfte beim Mikro-Tensile-Bond-Strength- ( $\mu$ TBS-)Test nach einem Jahr unter In-vivo-Bedingungen (SANO et al., 1999). Allgemein wird aber kritisiert, dass es die Datenlage zu den Self-Etch-Adhäsiven nicht zulässt, eine Evaluation aller All-in-one- und 2-Schritt-Systemen dieser Gruppe, unterschieden nach milden und sauren Produkten, vorzunehmen (DE MUNK et al., 2005).

Nichtsdestotrotz gelten sowohl für die Etch&Rinse-Gruppe als auch für die Self-Etch-Gruppe die gleichen Grundvoraussetzungen bezüglich einer möglichen Degradation. Auch die Gruppe der Self-Etch-Adhäsive unterliegt dem Phänomen der unvollständigen Infiltration, wenn auch nur in Form des Phänomens Nanoleakage (SANO et al., 1995b).

Die Ursache der Kollagendegradation und der dadurch zu erwartenden Schwächung des adhäsiven Verbunds liegt in Enzymen mit entsprechenden proteolytischen Eigenschaften. Die Herkunft dieser Enzyme ist dabei von entscheidender Bedeutung. So können Degradationserscheinungen im Zusammenhang mit dem Phänomen Nanoleakage nicht durch bakterielle Enzyme erklärt werden. Es zeigte sich, dass es auch in Abwesenheit bakterieller Besiedlung bei In-vivo-Versuchen zur Kollagendegradation kommt. Den offensichtlichen Nachweis trotzdem vorhandener proteolytisch aktiver Enzyme konnte durch Verwendung von entsprechenden Inhibitoren und dadurch gestoppter Degradation geführt werden. Es wird in diesem Zusammenhang vermutet, dass die verantwortlichen Enzyme mit der Zeit aus dem unter der Hybridschicht liegenden, nicht-demineralisierten Dentin in die Hybridschicht einwandern und dort entsprechende kollagenolytische Effekte auslösen. Diese Enzyme gehören zur Gattung der Matrix-Metallo-Proteinasen (MMP), einer Gruppe von zink-abhängigen, proteolytischen Enzymen, mit teils unterschiedlichen Eigenschaften. Diesen MMPs wird auch bei der Entstehung von parodontalen und kariösen Läsionen eine wichtige Rolle zugeschrieben. Da im Dentin der Nachweis von Kollagenasen der MMP-Gruppe nicht gelungen ist, wird vermutet, dass die kollagenolytische Aktivität von den nur langsam das Kollagen zersetzenden Matrix-Metalloproteinasen 2 und 9 (MMP 2/9; Gelatinasen) stammt (PASHLEY et al., 2004; TJÄDERHANE et al., 1998). Eine bereits mehrfach beschriebene Möglichkeit, die

enzymatische Aktivität der Matrix-Metallo-Proteinasen herabzusetzen, besteht in der Applikation von synthetischen Inhibitoren wie z.B. die Anwendung des auf MMPs wirkenden Chlorhexidins (GENDRON et al., 1999). Durch die der Phosphorsäureätzung nachgelagerte Applikation von Chlorhexidin auf das geätzte Dentin zeigten sich in 1/2-Jahres-Nachuntersuchungen in vivo keine nachlassenden bzw. stark abfallenden Haftkräfte mehr (HEBLING et al., 2005; PASHLEY et al., 2004). Entsprechende In-vitro-Untersuchungen zeigten, dass der Haftkraftverlust nach 6 Monaten bei entsprechender Behandlung des konditionierten Dentins deutlich nachlässt. Es konnte gezeigt werden, dass neben der höheren Haftkraft auch Veränderungen in der Lokalisation der Frakturstellen auftreten. Es tritt hierbei eine Verschiebung weg von der Basis der Hybridschicht hin zu Frakturstellen in der Kompositmatrix selbst auf. Interessanter Weise hat die Inhibition von Proteasen im Lagerungsmedium gar keinen Einfluss auf die Haftfestigkeit der gealterten Proben (CARRILHO et al., 2007). Auch sind durch die Applikation von Inhibitoren keine negativen Folgen auf die Haftfestigkeiten der Komposite sowohl an Schmelz als auch an Dentin zu befürchten (DE CASTRO et al., 2003). Gegenstand der aktuellen Forschung ist es, herauszufinden, warum trotz nachgewiesener protektiver Wirkung des Chlorhexidins gegen eine enzymatische Kollagendegradation weiterhin ein Abfall der Haftfestigkeiten zu beobachten ist, bzw. welches die exakten Gründe für diesen Abfall sind. Außerdem sind auch die Fragen nach dem optimalen Anwendungsschema des Chlorhexidins noch nicht abschließend beurteilt (CARRILHO et al., 2007).

Die bisherigen Betrachtungen erklären jedoch nur die Degradationsfunktionen der klassische Etch&Rinse-Systeme. Die Ursache der Haftkraftverluste der Self-Etch-Gruppe wird dadurch jedoch nicht deutlich. Verschiedene Untersuchungen weisen aber auch hier auf die Bedeutung der Matrix-Metallo-Proteinasen hin. Das Vorhandensein von MMPs in der Dentinmatrix ist bekannt (TJÄDERHANE et al., 2002). Ebenso ist bekannt, dass Säuren MMPs durch Freisetzung aus der Dentinmatrix aktivieren (TJÄDERHANE et al., 1998). Der Unterschied zwischen den Etch&Rinse-Systemen und den Self-Etch-Systemen liegt im pH-Wert der verwendeten Konditionierungsmittel. Wird für die normalerweise verwendete 37%ige Phosphorsäure mit einem pH-Wert nahe Null angenommen, dass sie zwar MMPs aus der Dentinmatrix freisetzt und aktiviert, so wird gleichzeitig vermutet, dass sie die freigesetzten Enzyme durch den niedrigen pH-Wert gleichzeitig auch denaturiert und deaktiviert (NISHITANI et al., 2006). Diese

Eigenschaft können jedoch nicht alle Self-Etch-Adhäsive aufweisen, da deren pH-Werte von Produkt zu Produkt stark variieren. Bei milden Produkten, die einen pH-Wert von  $> 2$  aufweisen (z.B. Clearfil TriS und G-Bond), besteht so die Möglichkeit, dass zwar MMPs aus der Dentinmatrix heraus gelöst werden, diese aber nicht deaktiviert werden. Von entscheidender Bedeutung in diesem Zusammenhang ist jedoch der Zutritt von Wasser. Da alle MMPs Hydrolasen sind, also für ihre Aktivität auf das Vorhandensein von Wasser angewiesen sind, erklärt sich auch der große Abfall der Haftwerte für die Gruppe der All-in-one-Adhäsive. Da diese Produkt zwingend hydrophile Monomere enthalten müssen, sind sie auch anfälliger für eine eventuelle Wasseraufnahme. Über diesen Mechanismus lässt sich auch das in vielen Studien gute Abschneiden des Produkts SE-Bond (Kuraray Corporation, Osaka, Japan) erklären, das den Wasserzutritt über eine separat aufgebrauchte Schicht hydrophober Monomere effizienter zu verhindern mag (NISHITANI et al., 2006). Weitere Aspekte aufgrund derer die Self-Etch-Adhäsive eine größere Degradationsstabilität im Vergleich zur Etch&Rinse-Gruppe aufweisen könnten, sind die verbleibenden Apatitkristalle um die Kollagenfibrillen und die evtl. chemische Interaktion der Monomere mit diesen (YOSHIDA et al., 2000).

### 2.5 Nanoleakage und Degradation

In den frühen 1990er Jahren wurde von einer Forschungsgruppe um H. Sano (SANO et al., 1995c) festgestellt, dass Silber-Nitrat-Ionen die Hybridschicht in einigen Bereichen vollständig penetrieren können und sich sogar in der reinen Kunststoffmatrix nachweisen lassen. Dies erschien um so verwunderlicher, als dieses Phänomen ohne sichtbare Spalten, die normalerweise mit dem Farbstoff Fuchsin nachgewiesen werden, auftrat. Die Erklärung fand sich in der Größe der silbernitratinfiltierten Räume. Diese Räume waren nur ca. 20-100 nm groß im Durchmesser, wohingegen die bis dahin nachgewiesenen Spalten eine Größe von 10-20  $\mu\text{m}$  hatten (SANO et al., 1995b). Es liegt also ein durchschnittlicher Unterschied im Bereich des Faktors 50 vor. Um diesem Dimensionsunterschied Rechnung zu tragen, wurde 1995 der Begriff „Nanoleakage“ eingeführt, der eine deutliche Abgrenzung vom bisher bekannten Phänomen der mikroskopisch sichtbaren „Microleakage“ gewährleisten sollte. In den nachfolgenden Jahren hat sich der Begriff der „Nanoleakage“ in weiteren wissenschaftlichen Untersuchungen etabliert und wird heute wissenschaftlich anerkannt (SANO, 2006). Die

im Transmissionselektronenmikroskop dargestellten Silbernitratansammlungen reichen von der Hybridschicht bis in die über der Hybridschicht liegende Kunststoffmatrix. Wurde anfangs vermutet, dass es sich um Bereiche um Kollagenfibrillen herum handelt, die nicht durch Kunststoff infiltriert wurden, so ergab sich später jedoch eine andere Erklärung. TAY et al. (2002) formulierten die Theorie, dass die Räume sowohl in der Hybridschicht als auch in der darüber liegenden Adhäsivschicht durch freies Wasser entstehen, welches die Polymerisation des Kunststoffs verhindert oder zur Zersetzung von hydrophilen Oligomeren führt. Dieses Wasser wiederum stammt, so die Vermutung von TAY, aus Resten des im Adhäsivsystem enthaltenen und insbesondere für die chemische Funktion von sauren Monomeren notwendigen Wassers, welches durch die Ausbildung von Wasserstoffbrücken mit dem Lösungsmittel Ethanol schwer zu entfernen ist. Die durch dieses Wasser auftretenden unterschiedlichen Morphologien der Nanoleakage wurden unter dem Begriff retikuläre oder netzförmige Nanoleakage zusammengefasst. Innerhalb dieser Gruppe wurde dann unterschieden zwischen zwei Unterformen, die sich in ihrer Lokalisation und Ausrichtung unterscheiden. Hierbei handelt es sich um eine horizontale oder waagrechte Form, die in den interfibrillären Räumen des Kollagengeflechts liegt und eine lotrechte Form, die in die darüber befindliche Adhäsivschicht reicht. Beide Formen zeigen bei Silbernitratfärbung eine morphologische Ähnlichkeit mit der Form von Bäumen. Aus diesem Grund wurde dies dann mit dem englischen Begriff „water-tree“ bezeichnet. Zur Entstehung dieser Form wird vermutet, dass das Wasser während des Polymerisierens durch konvektive Prozesse von der Hybridschicht aus aufsteigt und die Bäumchenform ausbildet. Eine weitere Form der Nanoleakage neben der netzförmigen wird als gefleckte Form bezeichnet. Diese Form tritt verteilt über die Hybrid- und Adhäsivschicht auf und entsteht aus ca. 10 nm großen Domänen von verbliebenem Wasser. Dieses Wasser, so wird vermutet, bindet an die hydrophilen Monomere bzw. an die funktionellen Gruppen der sauren Monomere und lässt sich aus diesem Grund nicht entfernen (TAY et al., 2002).

Das Phänomen Nanoleakage beschreibt also wassergefüllte Hohlräume im Nanometermaßstab, die den Weg bereiten für eine Degradation und Schwächung des adhäsiven Verbunds zwischen Dentin und Kunststoff. Die dabei ablaufenden Mechanismen sind Gegenstand aktueller Forschungen (s.o.). Vermutet wird jedoch ein Schema wie von SANO im Jahr 2006 beschrieben (Abb. 4). Es wird davon ausgegangen, dass die In-vivo-Degradation der Hybridschicht kaskadenförmig abläuft. Der erste Schritt besteht im

Freilegen der Kollagenfibrillen des Dentins. Es ist hierbei von entscheidender Bedeutung, ob bei Etch&Rinse-Systemen das freigelegte Kollagengeflecht auch vollständig infiltriert wird und ob es zum Verbleib von nicht polymerisierten oder kurzkettigen Oligomeren kommt. Im zweiten Schritt kommt es dann zum Verlust von Kunststoffbestandteilen aus der Hybridschicht. Dieser Verlust findet über die wassergefüllten Kanälchen statt, die unter dem Begriff Nanoleakage beschrieben wurden. Nachfolgend steigt im 3. Schritt die Aktivität von im Dentin vorhandenen Matrix-Metallo-Proteinasen an, was zum Abbau der Kollagenfibrillen führt. All diese Effekte zusammen führen also zu einem Angriff auf die Strukturen der Hybridschicht, wodurch es zu einer Herabsetzung der mechanischen Eigenschaften der Hybridschicht und somit des Komposit-Dentinverbundes kommt. Zusätzlich gilt es zu berücksichtigen, dass beginnende Abbauphänomene einen selbstverstärkenden Charakter haben, indem sie die „nur“ Nanometer großen Räume auf Mikrometer große Dimensionen erweitern und dadurch den Abbauprozess noch beschleunigen. Dem adhäsiven Verbund ebenfalls abträglich ist die dadurch auf den Rest der Hybridschicht verstärkte mechanische Belastung und die durch Kompressions- und Pumpeffekte der wassergefüllten Bereiche entstehenden Belastungseffekte (SANO, 2006; HASHIMOTO, 2003a/b).

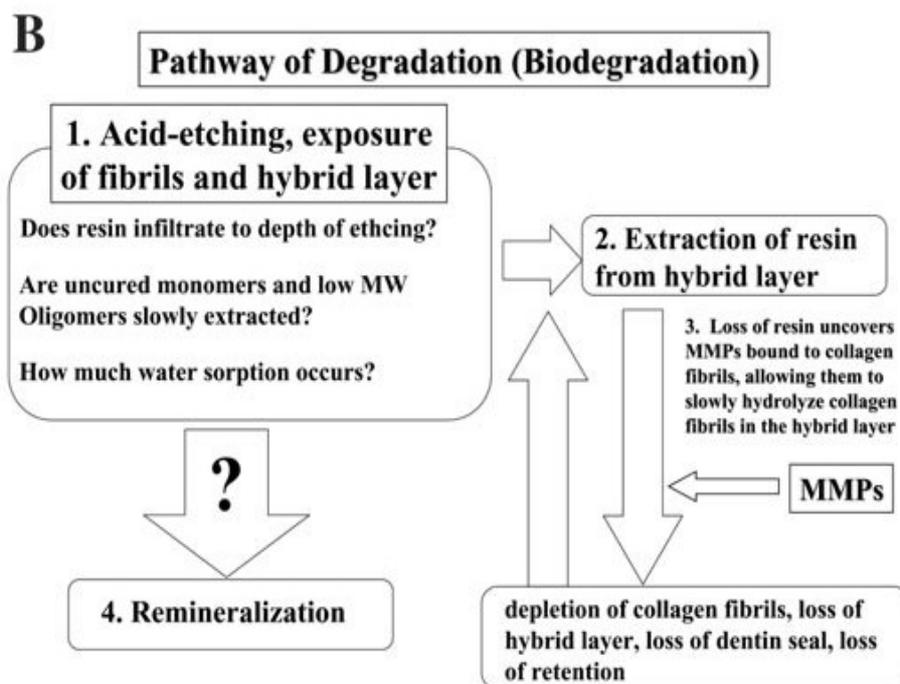


Abbildung 4: Ablauf der Biodegradation (in Anlehnung an SANO, 2006)

### **2.6 Einfluss der Speichelkontamination auf den Komposit-Schmelz-/Dentinverbund**

In der Literatur findet man einige Arbeiten, die sich mit der Kontamination von Schmelz und Dentin während des Bonding-Vorgangs beschäftigen. Die gefundenen Ergebnisse sind dabei teils sehr unterschiedlich. So berichten XIE et al. (1993) über verschiedene Kontaminationsformen, darunter auch Speichel. Die dabei verwendeten Adhäsivsysteme gehören alle der Gruppe 1 A an. Die Ergebnisse für diese Adhäsivgruppe sind sehr homogen und zeigen einen deutlichen Abfall der Haftkräfte sowohl auf dem Substrat Dentin als auch auf dem Substrat Schmelz. Die gemessenen Haftkraftverluste liegen dabei immer bei mehr als 40 % des Ausgangswertes der Kontrollgruppe.

Im Gegensatz dazu wird über die jüngeren Self-Etch-Adhäsive der Gruppe 2 A und B von einem inhomogenen Verhalten betreffend die Substrate Schmelz und Dentin berichtet. So finden TOWNSEND et al. (2004) bei der Kontamination eines Produkts der Klasse 2 A mit frischem Vollspeichel, also inklusive der gesamten Proteinfraction, lediglich einen signifikanten Abfall der Haftkräfte auf dem Substrat Schmelz, jedoch nicht auf dem Substrat Dentin. Einschränkend geben die Autoren jedoch zu bedenken, dass diese Ergebnisse vor dem Hintergrund fehlender Langzeitergebnisse nur bedingt auf In-vivo-Bedingungen zu übertragen sind und eine adäquate Trockenlegung trotzdem erfolgen sollte.

In Untersuchungen von Produkten der Klasse 2 B auf dem Substrat Dentin konnten ähnliche Ergebnisse gemessen werden. Es zeigte sich kein signifikanter Haftkraftunterschied, unabhängig davon, ob das Produkt nun herstellergemäß verarbeitet wurde oder ob nach Adhäsivapplikation eine Speichelkontamination stattgefunden hat (YOO et al., 2006). Allen Studien gemeinsam ist jedoch der nur sehr kurze Untersuchungszeitraum. Fundierte Arbeiten, die die Auswirkungen der Speichelkontamination über mehrere Jahre dokumentieren, sind in der Literatur nicht zu finden.

### **2.7 Fragestellung**

Die menschliche Mundhöhle ist klein und für die Verarbeitung jedweder Materialien schwierig zugänglich. Hinzu kommt der dort permanent vorhandene, unterschiedlich stark ausgeprägte Speichelfluss.

Neben diesen makroskopischen Problemen liegen die Schwierigkeiten der Kompositverarbeitung aber auch im mikroskopischen Bereich. Ist das Kleben von hydrophoben Kunststoffen an den zu 99 % anorganischen und hydrophilen Schmelz durch die Säure-Ätz-Technik bereits früh zufriedenstellend gelöst worden (BUONOCORE, 1955), so war die Klebung an Dentin, wie oben bereits beschrieben, lange Zeit unbefriedigend. Dies liegt am heterogenen Aufbau des Dentins mit einem hohen organischen Anteil und den Dentintubuli, die mit den darin gelegen Odontoblastenfortsätzen und der permanenten Dentinliquorabgabe eine hydrophile Basis schaffen (HALLER et al., 2003; PASHLEY et al., 1981). Ein weiteres Problem besteht in der durch rotierende Instrumente verursachten sogenannten Schmierschicht (engl.: smear layer), die ca. 1-5 µm dick ist und aus denaturierten Zelltrümmern besteht. So lange diese Schicht nicht vor dem Einbringen eines Adhäsivsystems entfernt wird, so lange kann die Haftkraft des Adhäsiv auch nur der Haftkraft der Schmierschicht am Dentin entsprechen (PASHLEY, 1992), da der Kontakt des Komposits zu kompaktem Dentin verhindert wird (HALLER et al., 2003). Diese Probleme wurden bei modernen Adhäsivsystemen durch den Einsatz hydrophiler Primer und Schmierschicht auflösender Agenzien gelöst.

Ziel dieser Arbeit soll daher die Darstellung der Folgen der anfangs bereits erwähnten makroskopischen Probleme der Kompositverarbeitung in der Mundhöhle sein.

Nahezu alle Hersteller von Adhäsivsystemen raten in ihren Gebrauchsanweisungen zum Gebrauch von Kofferdam bzw. warnen davor, dass im Falle der Kontamination der Kavität mit Speichel oder Blut keine optimale Leistung des Adhäsivsystems zu erwarten ist. Selbst die Deutsche Gesellschaft für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde (DGZMK) sieht in einer Stellungnahme als Kontraindikation für die Verwendung von Komposit im Seitenzahnbereich lediglich eine nicht adäquate Trockenlegungsmöglichkeit (DZZ, 60 (10), 2005). Von einer obligaten Anwendung von Kofferdam ist in diesem Zusammenhang an keiner Stelle, d.h. weder bei den Herstellern noch bei den wissenschaftlichen Dachorganisationen die Rede. Einer Schätzung zufolge verwenden auch heute nur etwa 5-15% der deutschen Zahnärzte Kofferdam regelmäßig (SCHULTE-ALTENROXEL, 2005). Es wird also deutlich, dass in der täglichen Praxis die Möglichkeit einer Speichel- oder Blutkontamination der Kavität aufgrund des fehlenden Einsatzes von Kofferdam wahrscheinlich erscheint. Folglich sind auch die Auswirkungen einer Speichel- oder Blutkontamination auf die Haftfestigkeit von Kompositrestaurationen interessant bzw. es scheint interessant, was manche Hersteller

unter nicht „...optimalen Ergebnissen..“ (Clearfil SE Bond Gebrauchsanweisung engl.) verstehen.

In einer nicht veröffentlichten Studie aus gleichem Hause wie diese Arbeit mit gleichem Versuchsaufbau zeigte sich, dass die Haftwerte nach 1 Tag Wasserlagerung im Micro-Shear-Bond-Strength-Versuch (MSBS-Versuch) trotz Kontamination mit Speichel und Blut größtenteils keine signifikanten Unterschiede aufwiesen. Dies legt die Vermutung nahe, dass abfallende Haftkräfte erst nach längerer Zeit zu beobachten sind. Arbeitshypothese dieser Arbeit ist deshalb, dass ein messbarer Abfall der Haftkraftwerte von nicht lege-artis verarbeiteten Dentinadhäsivsystemen erst nach längerer Zeit unter mundmilieu-ähnlichen Bedingungen zu beobachten ist.

## **3 Material und Methodik**

### **3.1 Materialien**

#### **3.1.1 Probenmaterial**

##### **3.1.1.1 Dentinproben**

Zur Gewinnung der Dentinproben wurden 51 kariesfreie, extrahierte menschliche Molaren herangezogen, die in 0,1% Thymollösung aufbewahrt wurden.

##### **3.1.1.2 Schmelzproben**

Zur Gewinnung der Schmelzproben wurden aus den Oberkiefern von Schlachtrindern durch Extraktion bzw. Abtrennen mittels Diamantschleifer auf Knochenniveau Schneidezähne der 2. Dentition gewonnen.

##### **3.1.1.3 Dentinhaftvermittler**

Es wurden vier verschiedene Produkte verwendet:

###### **Optibond FL:**

*Hersteller: Kerr Corporation, Orange/California, USA*

Optibond FL ist ein 3-Schritt „Etch&Rinse“-System, das der sogenannten 4. Generation der Adhäsivsysteme angehört. Nach der neueren Einteilung nach VAN MEEERBECK et al. (2003) gehört es zur Gruppe 1 A, d.h. es findet nach dem Ätzen der gesamten Kavität mit Phosphorsäure und nachfolgendem Absprühen („Etch&Rinse“) das separate Auftragen von Primer und Adhäsiv statt.

Optibond FL besitzt einen ethanolbasierten Primer und ein gefülltes Adhäsiv und wird weithin als Goldstandard unter den Adhäsivsystemen angesehen (DE MUNK et al., 2005; RITTER, 2007).

###### **Clearfil SE Bond:**

*Hersteller: Kuraray Corporation, Osaka, Japan*

Clearfil SE Bond ist ein Adhäsivsystem der 5. Generation bzw. der Gruppe 2 A, welches sich durch einen gebrauchsfertigen, selbstätzenden Primer und ein separates Adhäsiv

auszeichnet. Bei diesem Produkt entfällt das separate vorangehende Ätzen mit Phosphorsäure. Sowohl der Primer als auch das Adhäsiv enthalten einen Phosphorsäure-Methacrylatester in Form des Moleküls 10-MDP.

#### **Clearfil Tri-S Bond:**

*Hersteller: Kuraray Corporation, Osaka, Japan*

Clearfil Tri-S Bond ist ein sogenanntes „All-in-one one step“-Adhäsiv der 6./7. Generation bzw. der Gruppe 2 B, das ein gebrauchsfertiges Primer-Adhäsiv-Gemisch in einer Flasche enthält. Auch hier kommt das selbstadhäsive Monomer 10-MDP zum Einsatz.

#### **G-Bond:**

*Hersteller: GC-Europe, Leuven, Belgium*

Beim G-Bond handelt es sich ebenfalls um ein Adhäsivsystem der 7. Generation bzw. der Gruppe 2 B, welches ebenfalls ohne separates Ätzen auskommt und aus einem Primer-Adhäsivgemisch besteht. Es ist acetonbasiert und enthält Phosphorsäureestermonomere und 4-MET als funktionelle Monomere. Außerdem ist dieses Adhäsivsystem frei von HEMA.

#### **3.1.1.4 Komposite**

Folgende Komposite wurden verwendet:

#### **Clearfil AP-X:**

*Hersteller: Kuraray Corporation, Osaka, Japan*

Bei Clearfil AP-X handelt es sich um einen lichtpolymerisierenden Mikrohybridkomposit auf Methacrylatbasis.

#### **Clearfil Protect Liner F :**

*Hersteller: Kuraray Corporation, Osaka, Japan*

Bei diesem Produkt handelt es sich um ein dünnfließendes, fluoridfreisetzendes Komposit.

### 3.2 Methoden

#### 3.2.1 Versuchsplanung

Ziel des Versuchsaufbaus war die Simulation einer im Mund stattfindenden Speichelkontamination während des Legens einer Kompositfüllung. Dabei wurden die Auswirkungen einer Speichelkontamination auf Schmelz- und Dentinproben getrennt von einander untersucht.

Hierfür wurde in der Kontrollgruppe (Kontaminationsgruppe A) auf jegliche Kontamination verzichtet und die Verarbeitung der Adhäsivsysteme unter optimalen Bedingungen nach Herstellerangaben durchgeführt.

In der ersten Testgruppe (Kontaminationsgruppe B) wurde dann ein Modus der Speichelkontamination eingeführt. Dazu wurden die Probenkörper sowohl in der Schmelz als auch in der Dentinprobe nach der Säureätzung und vor der Primer/Adhäsiv-Applikation mit Speichel benetzt und anschließend getrocknet. Bei den Self-Etch-Adhäsiven fand also eine Speichelkontamination auf noch unkonditionierten Zahnoberflächen statt.

In der zweiten Testgruppe (Kontaminationsgruppe C) wurde ein weiterer Kontaminationsmodus eingeführt. Hier wurde bei allen Adhäsivsystemen ein Gemisch aus Primer (oder Primer/Adhäsiv bei den All-in-one-Systemen) und Speichel im ungefähren Verhältnis von 1:1 hergestellt. Dieses Gemisch wurde anschließend wie ein unkontaminiertes Produkt eingesetzt.

Die fertigen Prüfkörper wurden anschließend 6 Monate in humanem Speichel gelagert.

#### 3.2.2 Probenherstellung

##### 3.2.2.1 Dentinprobenherstellung

Aus 51 kariesfreien, extrahierten, in 0,1 % Thymollösung gelagerten menschlichen Molaren wurden mittels einer Niedriggeschwindigkeitssäge, bestückt mit einem diamantiertem Sägeblatt (Buehler, USA), drei horizontale Schnitte durch die Krone angelegt. Das Schneiden erfolgte unter permanenter Wasserkühlung mit ca. 5 Umdrehungen pro Sekunde. Der mittlere der drei Schnitte wurde dabei auf die Mitte der geschätzten Distanz koronaler Anteil des Pulpenkavums und apikalster Anteil des okklusalen Schmelzmantels gelegt. Die weiteren Schnitte erfolgten jeweils 1 mm weiter

koronal und 1 mm weiter apikal des mittleren Schnitts. So entstanden zwei ca. 1 mm dicke Dentinscheiben, deren gegenüberliegenden Flächen aus annähernd der gleichen Horizontalebene stammen. Die so gewonnenen Dentinscheiben wurden bis zur weiteren Verarbeitung jeweils in destilliertem Wasser gelagert. Nach der Gewinnung von 102 solcher Dentinscheiben wurden diese mit einem Tellerschleifer und einem Silikon-Carbid-Schleifpapier mit 600er bzw. 1200er Körnung (Struers, Kopenhagen, Denmark) auf der späteren Probenseite poliert. Dieser Vorgang wurde bei einer Drehzahl von 400  $\text{min}^{-1}$  und unter permanenter Wasserkühlung durchgeführt. In diesem Zustand waren die Dentinscheiben dann vorbereitet für die weitergehende Dentin-Komposit-Probenherstellung, die binnen einer Woche erfolgte. Zwischenzeitlich wurden die Dentinscheiben in destilliertem Wasser bei +8 °C gelagert.

#### **3.2.2.2 Schmelzproben**

Die Schmelzproben wurden ebenfalls in Form einer ca. 1 mm dicken Scheibe gewonnen. Hierzu wurden bovine Schneidezähne der 2. Dentition parallel zu ihrer Fazialfläche mit dem Tellerschleifer und Schleifpapier mit 200er Körnung unter Wasserkühlung soweit wie möglich, aber ausschließlich im Schmelzplan geschliffen und danach mit Schleifpapier der 600er und 1200er Körnung poliert. Anschließend wurden die Zähne mit der Palatinalfläche unter zur Hilfenahme eines Methacrylatklebers (Loctite 454 und Loctite 7455 Activator, Firma Henkel, Düsseldorf, Deutschland) in der Niedriggeschwindigkeitssäge fixiert. Hierbei wurde versucht, die vorher erzeugte plane Fläche möglichst parallel zum diamantierten Sägeblatt (Firma Buehler, USA) auszurichten. Dann wurde in ca. 1 mm Abstand von der polierten Fläche ein zur Fazialfläche paralleler Schnitt gelegt. Die so gewonnenen Schmelzscheiben wurden dann bis zur Schmelz- und Dentin-Probenherstellung ebenfalls in destilliertem Wasser bei +8 °C gelagert. Die weitere Probenherstellung erfolgte binnen einer Woche.

#### **3.2.2.3 Speichelgewinnung**

Es wurde ca. 1,7 Liter Speichel von Studenten der Klinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Universität des Saarlandes über mehrere Wochen gewonnen. Dabei wurden jeweils 2 Watterollen bukkal der Oberkieferzahnreihen für ca. 15 Minuten in

den Mund eingelegt. Anschließend wurde der Speichel aus den Watterollen abzentrifugiert und in Eppendorfgefäße gefüllt. Dann wurden in einem weiteren Zentrifugenzyklus bei 40.000 g die makromolekularen Bestandteile des Speichels abzentrifugiert. Der Überstand wurde anschließend abpipettiert und bei -80 °C eingelagert.

#### **3.2.3 Prüfkörperherstellung**

##### **3.2.3.1 Dentinprüfkörperherstellung**

Auf den Dentinscheiben wurde nach Entnahme aus den Lagerungsgefäßen stehendes Wasser mit einem schwachen Luftstrahl verblasen, so dass eine feuchte Oberfläche zurück blieb. Anschließend wurde entsprechend der nachfolgend beschriebenen Methode die Oberflächenkonditionierung vorgenommen:

##### **Optibond FL (Kontrollgruppe/Kontaminationsgruppe A)**

Zuerst fand das Ätzen der Dentinoberfläche mit 37 %iger Phosphorsäure für 20 Sekunden statt, danach das Absprühen mit Wasserspray für mindestens 20 Sekunden und anschließendem vorsichtigem Trocknen. Das Aufbringen des Primers erfolgte unter einmassierenden Bewegungen für ca. 20-30 Sekunden mit einem Microbrush. Darauf wurde das Lösungsmittel durch einen zarten Luftstrom evaporiert, bis sich auf der Oberfläche der gewünschte Seidenglanz einstellte. Abschließend wurde dann das Adhäsiv ebenfalls mit einem Microbrush aufgetragen und mit einem zarten Luftstrom verblasen.

Vor der Lichthärtung des Adhäsivs wurden möglichst viele Tygon®-Röhrchen (Tygon-030, Saint-Gobain Performance Plastics, Lyon, Frankreich) mit einem ungefähren Innendurchmesser von 0,7 mm und einer ungefähren Höhe von 1-2 mm auf der Dentinscheibe positioniert. Dabei wurden die Bereiche unmittelbar an der Schmelz-Dentingrenze wie auch die Dentinareale oberhalb von Pulpenhörnern, sofern diese Makroskopisch zu erkennen waren, nicht zur Positionierung genutzt. Erst jetzt wurde das Adhäsiv für 10 s lichtgehärtet.

Anschließend wurde makroskopisch kontrolliert, ob aufgrund kapillärer Wirkung in den Tygon® -Röhrchen eine übermäßig dicke Adhäsivschicht entstanden ist. War dies der Fall, so wurden diese Röhrchen entfernt, um eine weitere Verwendung auszuschließen.

Jetzt wurden die Innenlumina der einzelnen Röhrchen als Negativform zur Herstellung der Kompositzylinder genutzt. Dazu wurde mittels einer an der Spitze plan geschliffenen zahnärztlichen Sonde AP-X Komposite in die Röhrchen gestopft und diese dadurch aufgefüllt. Nach erfolgter makroskopischer Kontrolle auf Blasenfreiheit innerhalb des Komposites wurde dann zuletzt eine 40 sekündige Lichthärtung durchgeführt. Löste sich während des Stopfens bereits ein Zylinder, so wurde dieser nicht für die spätere Untersuchung verwendet.

#### **Optibond FL (Speichelkontamination 1/Kontaminationsgruppe B)**

Hier wurde das identische Verfahren wie in der Kontrollgruppe angewandt, jedoch wurde nach dem Absprühen der Phosphorsäure und Trocknen die gesamte Dentinscheibe mit humanem Speichel benetzt und anschließend sofort getrocknet.

#### **Optibond FL (Speichelkontamination 2/Kontaminationsgruppe C)**

Auch hier wurde erneut das gleiche Verfahren angewandt wie bei der Kontrollgruppe, jedoch wurde diesmal ein Tropfen Speichel mit einem Tropfen des Primers vermischt und anschließend dieses Gemisch anstatt des Primers verwendet. Es wurde versucht, ein Mischungsverhältnis von 1:1 anhand der Tropfengröße zu gewährleisten.

#### **Clearfil SE-Bond (Kontrollgruppe/Kontaminationsgruppe A)**

Unterschiede zum bereits beschriebenen Verfahren für Optibond FL ergeben sich durch die anderen Eigenschaften des Adhäsivsystems. So wurde auf eine Ätzung mit Phosphorsäure verzichtet und als erster Konditionierungsschritt der Primer für 20 Sekunden aufgebracht. Anschließend wurde dieser mit einem zarten Luftstrom getrocknet und danach das Adhäsiv aufgebracht. Alle weiteren Schritte erfolgten analog zur Optibond FL Kontrollgruppe.

#### **Clearfil SE-Bond (Speichelkontamination 1/Kontaminationsgruppe B)**

In dieser Gruppe wurde vor dem Auftragen des Primers die Dentinscheibe vollständig mit Speichel benetzt und anschließend getrocknet. Danach erfolgte das Vorgehen analog zur Kontrollgruppe.

#### **Clearfil SE-Bond (Speichelkontamination 2/Kontaminationsgruppe C)**

Es wurde analog zum Vorgehen bei der Optibond FL Speichelkontamination-1-Gruppe ein annäherndes 1:1 Gemisch aus Primer und Speichel zur Konditionierung verwendet.

#### **Clearfil Tri-S Bond (Kontrollgruppe/Kontaminationsgruppe A)**

Auf die getrockneten, aber feuchten Dentinscheiben wurde mittels eines Microbrushs das Adhäsiv für ca. 20 Sekunden aufgebracht und danach mittels eines starken Luftstrahls für ca. 5 Sekunden verblasen. Das nachfolgende Aufbringen der Kompositzylinder erfolgte analog zum Vorgehen bei Optibond FL.

#### **Clearfil Tri-S Bond (Speichelkontamination 1/Kontaminationsgruppe B)**

Vor dem Aufbringen des Adhäsivs wurden die Dentinscheiben mit Speichel komplett benetzt. Danach wurde der Speichel wieder verblasen und getrocknet. Das anschließende Verfahren erfolgte wie in der Tri-S Bond Kontrollgruppe.

#### **Clearfil Tri-S Bond (Speichelkontamination 2/Kontaminationsgruppe C)**

In dieser Gruppe wurde ein Tropfen Speichel und ein Tropfen Adhäsiv gemischt und dann zum Konditionieren eingesetzt. Der Ablauf entsprach dem der Kontrollgruppe.

#### **G-Bond (Kontrollgruppe/Kontaminationsgruppe A)**

Das Aufbringen des Adhäsivsystems erfolgte auf von stehendem Wasser befreiten, aber feuchten Dentinscheiben gemäß der Herstellerangabe, d.h. Auftragen des Adhäsivs für ca. 10 Sekunden, danach trocknen mit maximalem Luftdruck für weitere 5 Sekunden und anschließender Lichthärtung für 10 Sekunden.

#### **G-Bond (Speichelkontamination 1/Kontaminationsgruppe B)**

Vor dem Aufbringen des Adhäsivsystems wurde die Probenoberfläche komplett mit Speichel benetzt und anschließend getrocknet. Danach erfolgte das Vorgehen wie in der Kontrollgruppe.

#### **G-Bond (Speichelkontamination 2/Kontaminationsgruppe C)**

Hier erfolgte ebenfalls das Anwenden einer 1:1 Mischung von Speichel und Adhäsivsystem zur Konditionierung der Dentinoberflächen. Das restliche Vorgehen zur Prüfkörperherstellung blieb im Vergleich zur Kontrollgruppe unverändert.

#### **3.2.3.2 Schmelzprüfkörperherstellung**

Die Herstellung der Schmelzprüfkörper erfolgte für jedes Adhäsivsystem identisch mit dem unter Punkt 3.2.2.1 beschriebenen Ablauf. Lediglich bei den Optibond FL-Gruppen wurden die Einwirkzeiten der Phosphorsäure auf 40 Sekunden erhöht.

#### **3.2.3.3 Prüfkörpervorbereitung**

Vor der Lagerung der Prüfkörper in Speichel wurden die Tygon<sup>®</sup>-Röhrchen mit einem Skalpell an einer Seite der Länge nach durchtrennt und von den entstandenen Kompositzylindern entfernt. Anschließend wurde unter einem Auflichtmikroskop die untere Hälfte der Zylinder nach möglichen fehlerhaften Stellen oder Blasen abgesucht.

#### **3.2.4 Lagerung der Prüfkörper**

Die Prüfkörper in Form der einzelnen Dentin- und Schmelzscheiben wurden unmittelbar nach ihrer Herstellung und nach dem Entfernen der Tygon<sup>®</sup>-Röhrchen einzeln in Gefäßen gelagert. Die Gefäße waren soweit mit Speichel gefüllt, dass die Prüfkörper immer vollständig von Speichel bedeckt waren. Aufbewahrt wurden die verschlossenen Gefäße bei konstant 37 °C. Der Speichel wurde alle 7 Tage gewechselt.

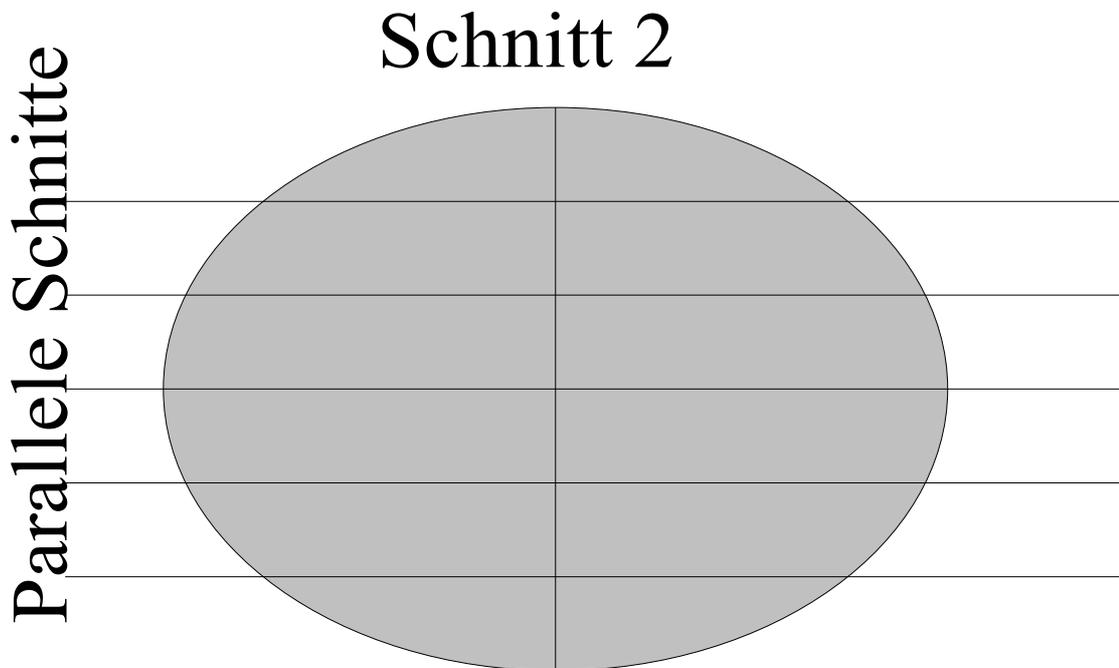
Die Gesamtlagerungsdauer im Speichel betrug 6 Monate. Nach Ablauf dieser sechs Monate wurden sämtliche Proben binnen 3 Tagen getestet.

#### **3.2.5 Probenherstellung für Elektronenmikroskopie**

Es wurden ausschließlich Dentinproben der transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchung zugeführt. Die Probenherstellung unterscheidet sich nur an folgenden Punkten von der Herstellung der Prüfkörper:

Es wurde zuerst nur ein horizontaler Schnitt durch die Mitte der Zahnkronen gelegt. Dann erfolgte bereits die Konditionierung gemäß dem bei den Dentinprüfkörpern beschriebenen Verfahren. Als Komposit wurde Clearfil Protect Liner 2 eingesetzt. Dieses Produkt wurde dabei flächig auf die gesamte konditionierte Schnittfläche aufgebracht und anschließend für 40 Sekunden gehärtet.

Danach wurden, wie in Abbildung 5 dargestellt, mehrere Schnitte (parallele Schnitte) mit der Langsamlaufsäge im Abstand von 0,5 mm senkrecht zum ersten Schnitt durchgeführt.



*Abbildung 5: Zahnansicht von koronal; Schematische Darstellung der Schnittführung zur Herstellung der TEM-Prüfkörper*

Ein weiterer Schnitt (Schnitt 2) erfolgte ebenfalls senkrecht zum ersten und senkrecht zu den vorher angelegten parallelen Schnitten.

Der letzte Schnitt zur Probengewinnung erfolgte parallel zur Probenoberfläche in einem Abstand von ca. 1 mm. Somit lösten sich die durch die Schnittkombination entstandenen, vielen Einzelsegmente. Diese Einzelsegmente, die dann eine Form ähnlich der Darstellung in Abbildung 6 hatten, wurden dann zuerst der 6-monatigen Speichellagerung unterzogen. Danach wurden im Rahmen der Vorbereitung auf die elektronenmikroskopische Untersuchung 3 weitere Untergruppen erzeugt:

A: Die Proben wurden nicht demineralisiert und nicht silbergefärbt

B: Die Proben wurden demineralisiert und silbergefärbt

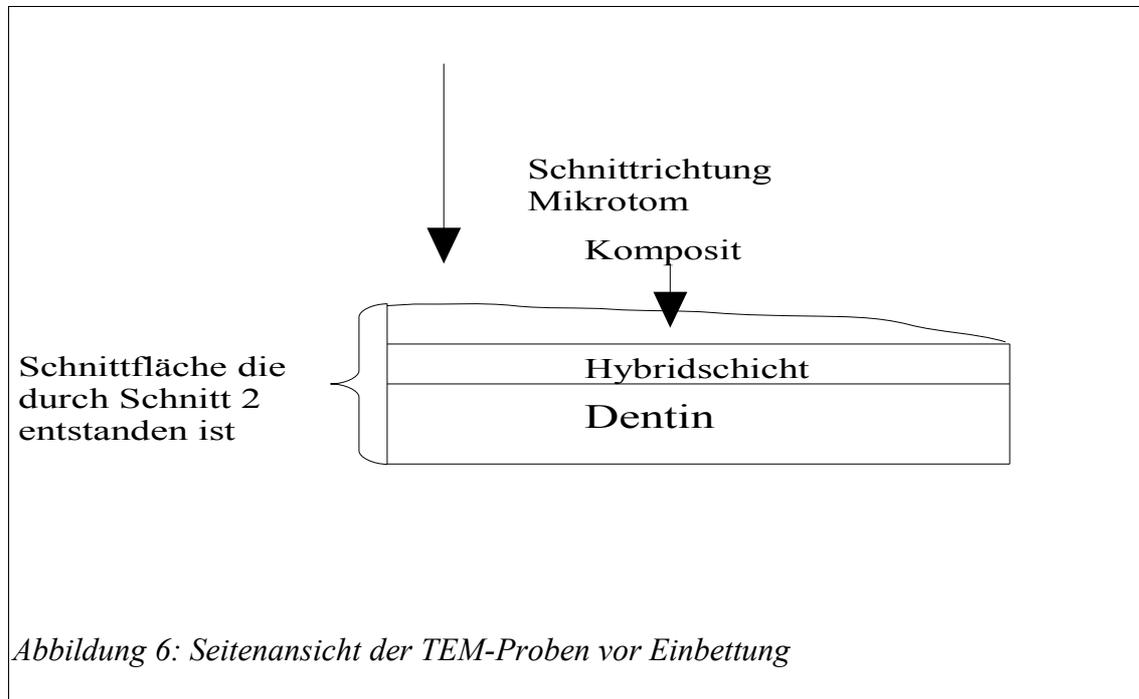
C: Die Proben wurden nicht demineralisiert und silbergefärbt.

Die Einbettung der Proben dieser drei Gruppen erfolgte gemäß nachfolgender Verarbeitungsanleitung (Tabelle 1) in eine Mischung aus Araldit und Dodecyldimethyl-ammonium-sulfat (DDAS) im Verhältnis 91/84:

Prozessierte Gruppe	Arbeitsgang	Arbeitsschritte	Prozessdauer
Gruppe C	Silberfärbung	Abdecken des Dentins mit Nagellack; Freilassen der Dentin-Komposit-Interaktionsschicht; Lösen von 25 g Silbernitrat in 25 g ddH <sub>2</sub> O; danach Titration mit 28 %iger Lösung von Ammoniumhydroxid bis die Suspension klar wird; danach Zugabe von ddH <sub>2</sub> O bis zur Gesamtmenge von 50 ml	24 h in Dunkelheit lagern, danach 6 h; Entwicklung unter Tageslichtlampe
Gruppe C	Spülen	Spülen der Proben mit ddH <sub>2</sub> O	3 x 3 min
Gruppen A/B/C	Fixieren	2,5 %ige Glutaraldehydlösung durch Verdünnen mit 0,1 M Phosphatpuffer (pH 7,4) herstellen und bei 4 °C die Proben einlagern	Mindestens. 12 h; max. 1 Woche
Gruppen A/B/C	Spülen	Proben mit 0,1 M Phosphatpuffer (pH 7,4) spülen	3 x 1 min
Gruppe B	Demineralisieren	Proben in 0,5 M EDTA-Lösung lagern	bis Schmelzränder aufgelöst sind
Gruppe B	Spülen	ddH <sub>2</sub> O	3 x 1 min
Gruppen A/B/C	Dehydrieren	Einlagern der Proben in einer aufsteigenden Reihe von Ethanol 50/70/90 % 100 %	Je 2 x 10 min 3 x 20 min
Gruppen A/B/C	Einbettung 1	Einbringen der Proben in 1:1 Mischung von Araldit und Ethanol mit 3% Beschleuniger	Min. 12 h; Max. 24 h
Gruppen A/B/C	Einbettung 2	Einbringen der Proben in Araldit mit 2 % Beschleuniger	24 h
Gruppen A/B/C	Einbettung 3	Einbringen der Proben in Araldit mit 2 % Beschleuniger, Aushärten bei 65 °C	48 h

*Tabelle 1: Schema der Aralditeinbettung für alle drei prozessierten Gruppen; chronologischer Ablauf*

Nach Ablauf dieser Laborschritte waren die Proben in Araldit eingebettet und somit die Voraussetzung zur Herstellung von Ultradünnschnitten und für die anschließenden transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen geschaffen.

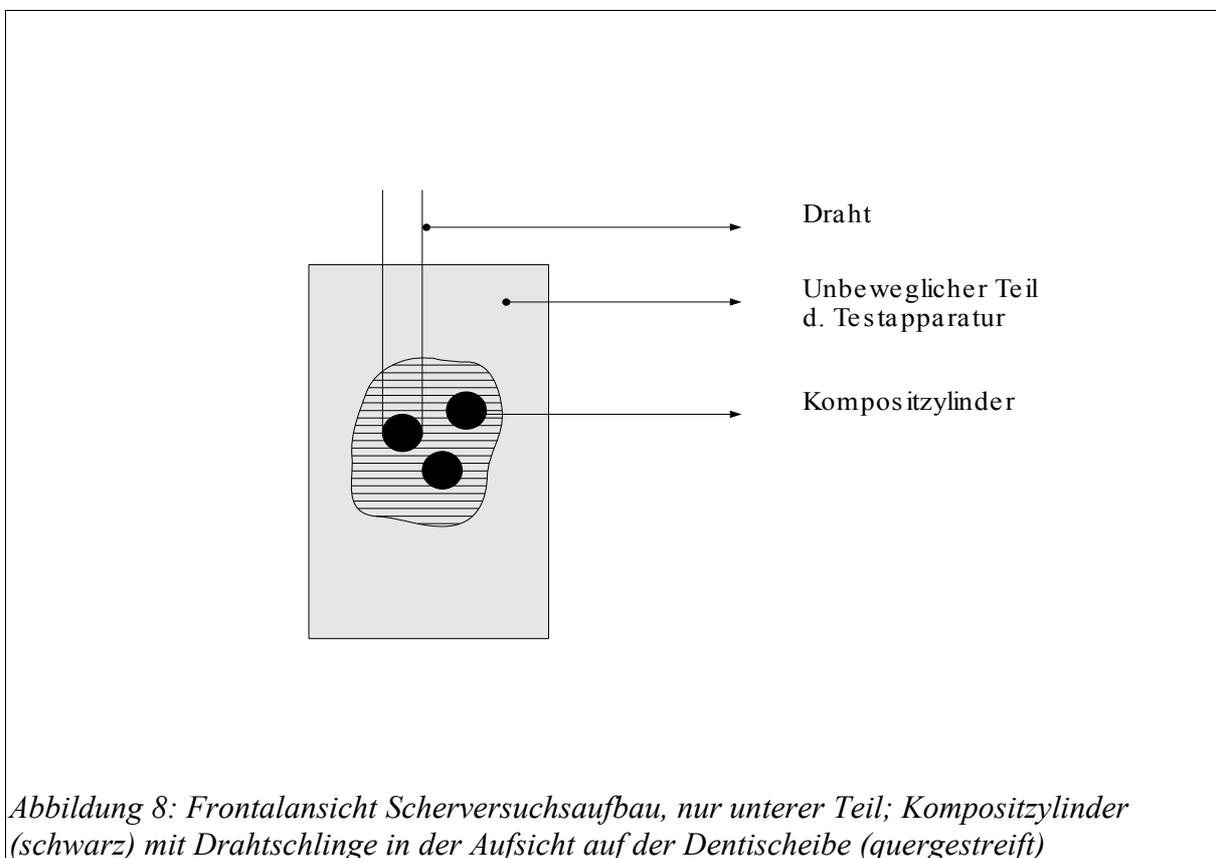
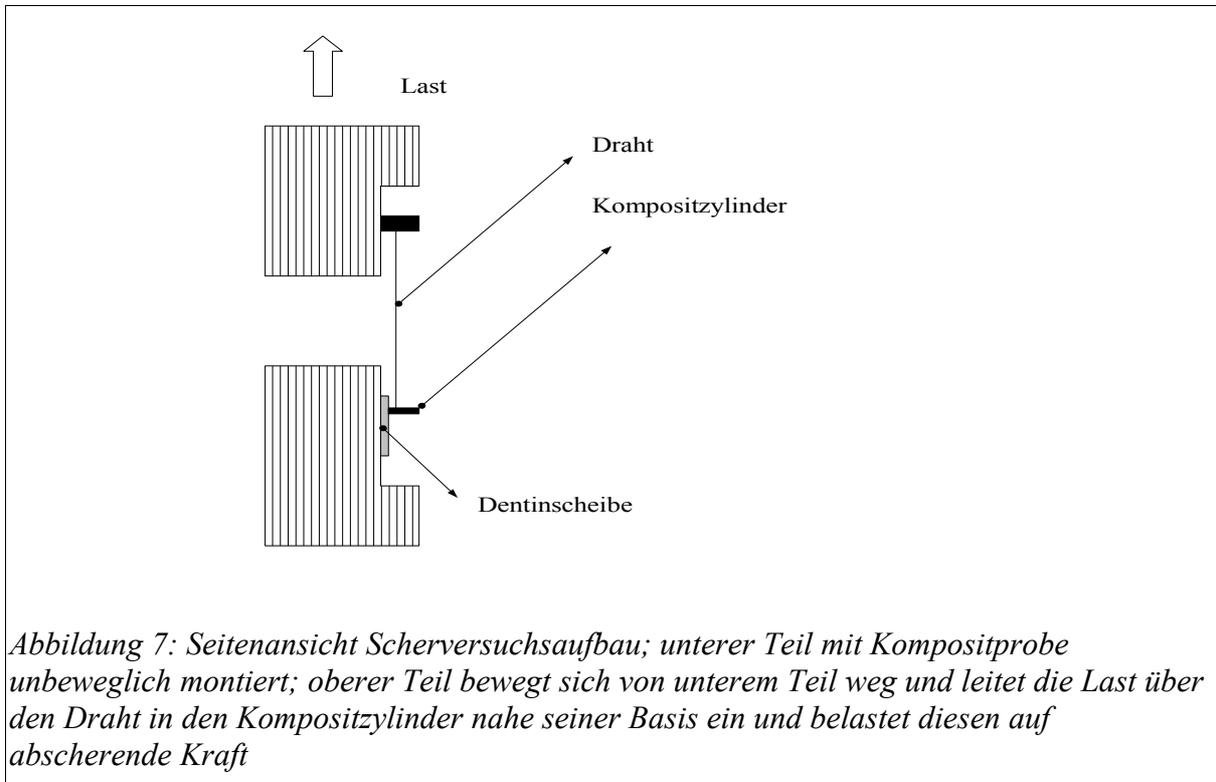


#### 3.2.6 Testmethode Komposit-Prüfkörper

Die Probenkörper wurden einem Mikroscherversuch unterzogen. Dabei wurde ausgehend vom Versuchsaufbau von MCDONOUGH et al. (2002) eine modifizierte Variante mit Drahtschlinge eingesetzt, wie auch schon von SHIMADA et al. (2003) beschrieben.

Die Probenkörper wurden, wie in Abbildung 7 gezeigt, mittels eines Methacrylats auf dem unteren festen Teil einer Universaltestmaschine fixiert. Dann wurde eine dünne Drahtschlinge (Durchmesser 0,2 mm) mit dem oberen, beweglichen Teil der Maschine verbunden und locker um die Basis eines Kompositzylinders gelegt. Dabei wurde auf eine nahezu senkrechte Ausrichtung der Drahtschlinge geachtet. Anschließend erfolgte die Testung jedes einzelnen Kompositzylinders mit einer Vorschubgeschwindigkeit der Maschine von 0,1 mm/s. Die auftretende Kraft wurde dabei kontinuierlich aufgezeichnet und der Versuch erst beendet, wenn ein Lastverlust von mehr als 80% auftrat. Die Messergebnisse wurden digital in ein Messprogramm (Labmaster) übertragen und dort

entsprechend der voreingestellten Probenparameter (Durchmesser der Proben: 0,7 mm; Probenform: rund) direkt in die entsprechende Haftfestigkeit umgerechnet.



#### **3.2.7 Erzeugen der Ultradünnschnitte und Untersuchung der Proben im Transmissionselektronenmikroskop**

Aus den Proben wurden in einem Ultramikrotom (Modell: UltraCut E; Reichert, Leica, Wien) mithilfe eines Diamantmessers (Microstar MT 45°; Microstar Technologies, Huntsville, Texas, USA) entlang der in Abbildung 6 links gelegenen Seite 60-80 nm dicke Ultradünnschnitte erzeugt. Somit entstand ein Schnitt durch alle drei Schichten der Probe. Danach wurden diese Schnitte auf Kupferlochnetze mit Pioloformfolie (Grids) aufgezogen und mit Uranylacetatlösung bzw. Bleicitratlösung kontrastiert. Zur mikroskopischen Untersuchung wurde ein Transmissionselektronenmikroskop vom Typ TECNAI G2 (FEI Philipps, Eindhoven, Niederlande) verwendet. Die dabei verwendeten Vergrößerungen wurden den jeweils darzustellenden Strukturen angepasst. Im allgemeinen wurden jedoch Übersichtsaufnahmen im Vergrößerungsbereich von 5000-15000-fach, Detailaufnahmen im Bereich von 20000-50000-fach angefertigt und besonders hervorzuhebende Strukturen im Bereich 50000-150000-fach dargestellt.

#### **3.2.8 Statistische Auswertung**

Die gewonnenen Messergebnisse der Scherversuche wurden mittels des Mann-Whitney-U-Tests und des Kruskal-Wallis-Tests analysiert. Dabei wurden zuerst alle Adhäsivsysteme je Kontaminationsart und Substrat anhand des Kruskal-Wallis-Test miteinander verglichen. Anschließend wurde ein paarweiser Vergleich zwischen jeweils zwei Adhäsivsystemen auf gleichem Substrat und bei gleicher Kontaminationsart mithilfe des Mann-Whitney-U-Tests durchgeführt.

Ergänzend wurde noch ein Vergleich der Kontaminationsarten je Adhäsivsystem und Substrat in vorbeschriebener Art und Weise durchgeführt.

Die mathematische Auswertung erfolgte mittels des Statistikprogramms SPSS (SPSS 15 for Windows; SPSS Corporation, Chicago, USA). Von einer statistisch signifikanten Beobachtung wurde immer dann ausgegangen, wenn die Irrtumswahrscheinlichkeit  $\leq 5\%$  betrug (Signifikanzniveau  $\leq 0,05$ ).

## 4 Ergebnisse

### 4.1 Ergebnisse der Mikroscherversuche

#### 4.1.1 Ergebnisse der Scherversuche nach sechs Monaten für Optibond FL

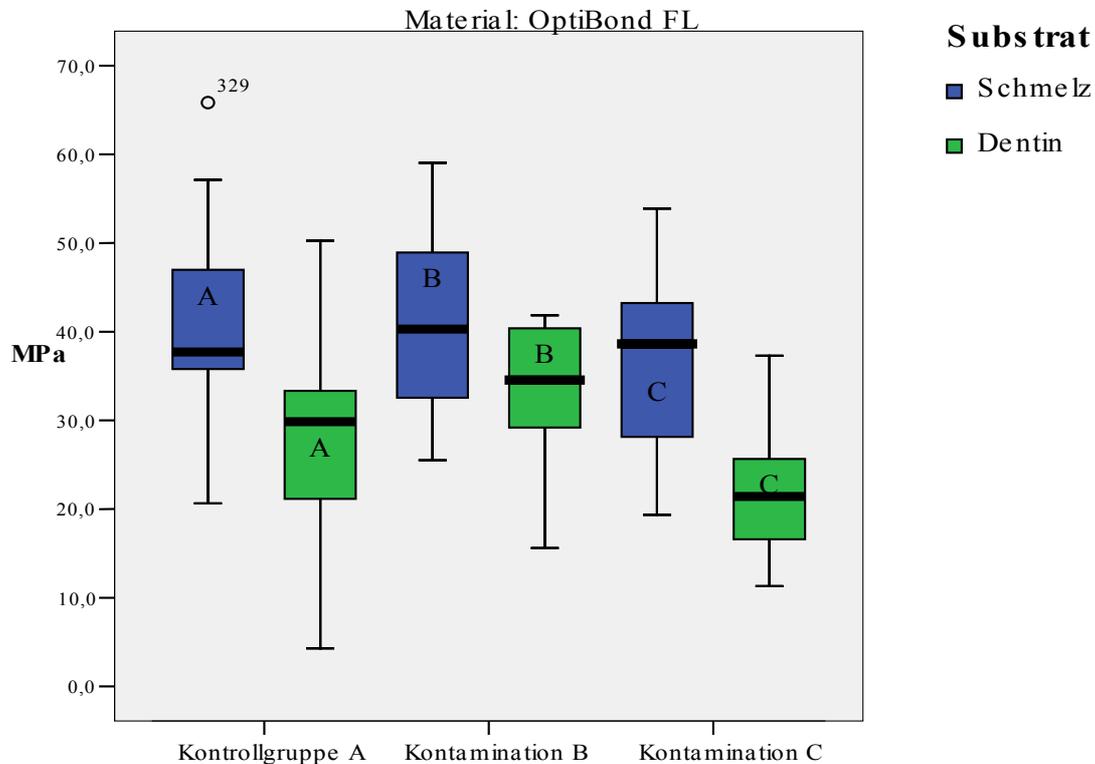


Abbildung 9: Scherfestigkeiten für SE-Bond; Kontrollgruppe A, Kontaminationsgruppe B, Kontaminationsgruppe C; jeweils auf Schmelz und Dentin

Die Testgruppen für das Adhäsivsystem Optibond FL fungierten in dieser Untersuchung als Referenzgruppen, da Optibond FL der 4. Generation der Adhäsivsysteme angehört, welche immer noch, wie auch das Optibond FL im Speziellen, als Goldstandard angesehen werden. Für die Haftwerte auf Dentin ergaben sich in der unkontaminierten Gruppe (Kontaminationsgruppe A/Kontrollgruppe), in der exakt nach Herstellerangabe unter optimalen Bedingungen gearbeitet wurde, eine mittlere Haftkraft von 28,52 MPa und ein Median von 29,86 MPa. Wurde der nach dem Ätzen auf das Dentin aufbrachte Speichel vor Primerapplikation vollständig getrocknet (Kontaminationsgruppe B), so ergaben sich 33,37 MPa als Mittel und als 34,56 MPa Median. Der Mittelwert und der Medianwert für die Versuchsgruppe, in der Speichel mit Primer im gleichen Verhältnis

miteinander gemischt wurde (Kontaminationsgruppe C) betragen 21,9 MPa und 21,42 MPa. Die statistische Auswertung der Messwerte auf Dentin und ein paarweiser Vergleich zwischen den unterschiedlichen Kontaminationsgruppen ergab einen signifikanten Unterschied zwischen der Kontrollgruppe (Gruppe A) und Gruppe B. Ein signifikant besseres Abschneiden der Kontrollgruppe im Vergleich zur Gruppe C konnte ebenso beobachtet werden wie ein besseres Abschneiden der Gruppe B (getrockneter Speichel) im Vergleich mit Gruppe C (Tabelle 8). Die berechneten Mittelwerte der Gruppen A, B und C für Optibond FL auf Schmelz lauteten 39,30 MPa (Gruppe A), 41,45 MPa (Gruppe B) und 35,57 MPa (Gruppe C). Die entsprechenden Medianwerte für die Optibond FL Schmelzgruppen lauteten 37,44 MPa für Gruppe A, 40,30 MPa für Gruppe B und 35,16 MPa für Gruppe C. Die Statistische Auswertung und der paarweise Vergleich zwischen den Kontaminationsbedingungen ergab keine signifikanten Unterschiede der Haftfestigkeiten am Schmelz, unabhängig davon, welcher Kontaminationsmodus gewählt wurde (Tabelle 8). Die graphische Darstellung der Boxplots für die Optibond FL Gruppe findet sich in Abbildung 9.

### 4.1.2 Ergebnisse der Scherversuche nach sechs Monaten für SE-Bond

Das Produkt SE-Bond fungiert als Referenzprodukt zur Produktklasse 2. Der ermittelte Medianwert für Schmelz der Gruppe A lautete 42,14 MPa, der Gruppe B 37,76 MPa und der Gruppe C 43,82 MPa. Der entsprechende Mittelwerte der Schmelz-Gruppe A lautete 40,70 MPa, der Gruppe B 35,36 MPa und der Gruppe C 40,76 MPa. Die statistische Auswertung der Ergebnisse mittels des SPSS-Programms und des durchgeführten Kruskal-Wallis-Tests ergab keine signifikanten Unterschiede für die Haftkräfte des Produkts SE-Bond auf Schmelz(Tabelle 8). Die Auswertung der Dentinproben der Gruppe A ergab eine mittlere Haftkraft 36,05 MPa und einen Medianwert von 33,95 MPa. Der Mittelwert der Gruppe B lag bei 37,45 MPa und der Medianwert bei 35,59 MPa. Der errechnete Mittelwert für die Gruppe C lautete 38,94 MPa und der berechnete Medianwert lag bei 40,05 MPa. Auch zwischen den SE-Bond-Dentinproben mit unterschiedlichen Kontaminationsvarianten ergaben sich entsprechend dem Kruskal-Wallis-Test keine statistisch signifikanten unterschiedlichen Haftkräfte (Tabelle 8).

Abbildung 10 zeigt die graphische Darstellung der Boxplotdiagramme für die Testgruppen mit SE-Bond.

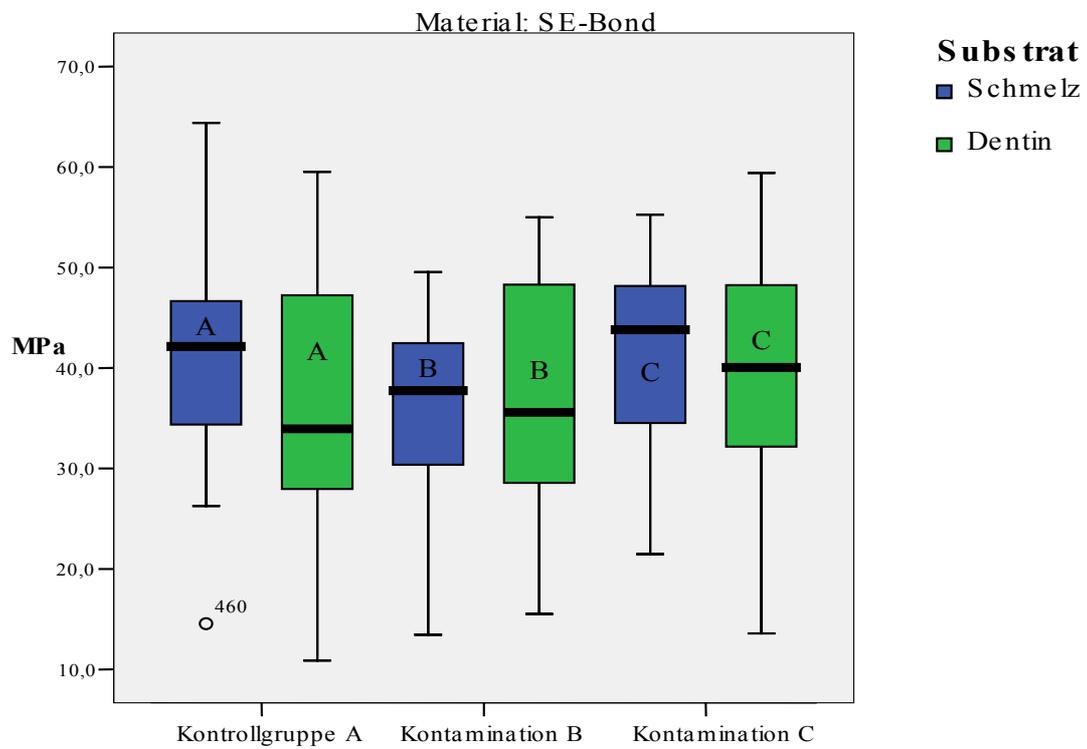


Abbildung 10: Scherfestigkeiten für SE-Bond; Kontrollgruppe A, Kontaminationsgruppe B, Kontaminationsgruppe C; jeweils auf Schmelz und Dentin

## 4.1.3 Ergebnisse der Scherversuche nach sechs Monaten für Tri-S-Bond

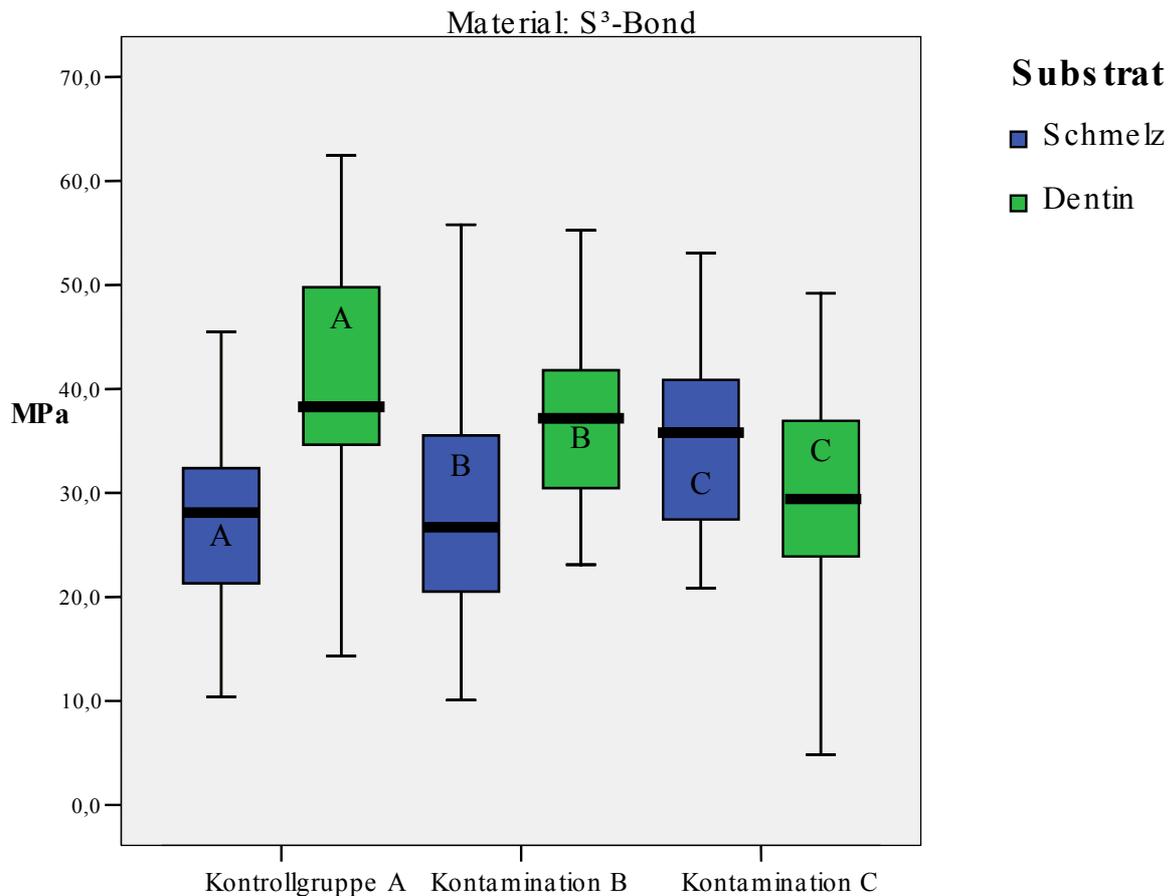


Abbildung 11: Scherfestigkeiten für Tri-S-Bond; Kontrollgruppe A, Kontaminationsgruppe B, Kontaminationsgruppe C; jeweils auf Schmelz und Dentin

Als Ergebnisse für das Adhäsivsystem Tri-S-Bond angewendet auf Schmelz ergaben sich unter optimalen Bedingungen (Kontrollgruppe) 27,01 MPa als mittlere Haftkraft und 28,11 MPa als mediane Haftkraft. In der Kontaminationsgruppe B wurden 28,36 MPa als Mittelwert und 26,71 MPa als Median ermittelt. Für die Kontaminationsgruppe C ergaben sich 35,08 MPa als mittlere Haftkraft und 35,80 MPa als mediane Haftkraft. Die statistische Auswertung der Ergebnisse mittels Kruskal-Wallis- und Mann-Whitney-Test zeigte ein signifikant besseres Abschneiden der Kontaminationsgruppe C im Vergleich zur Kontrollgruppe und zur Kontaminationsgruppe B angewendet auf Schmelz. Keinen signifikanten Unterschied konnte man zwischen der Kontrollgruppe und der Kontaminationsgruppe B bei der Anwendung auf Schmelz feststellen (Tabelle 8). Für die Anwendung von Tri-S-Bond auf Dentin konnte für die Kontrollgruppe eine mittlere

Haftkraft von 39,97 MPa und eine mediane Haftkraft von 38,28 MPa ermittelt werden. Die mittlere Haftkraft und die mediane Haftkraft der Gruppe B lautete 37,20 MPa und 37,19 MPa, die der Kontaminationsgruppe C 30,26 MPa und 30,36 MPa. Hier ergab die statistische Untersuchung mittels Kruskal-Wallis und Mann-Whitney-Test ein signifikant besseres Abschneiden der Gruppen A und B gegenüber der Gruppe C. Kein signifikanter Unterschied konnte zwischen der Kontrollgruppe A und der Gruppe B gemessen werden (Tabelle 8). Es ist also festzustellen, dass sich für das Produkt Tri-S-Bond die Ergebnisse auf Schmelz und Dentin exakt entgegengesetzt verhalten. Während auf dem Substrat Schmelz das Gemisch aus Speichel und Adhäsiv signifikant höhere Haftwerte liefert als die Gruppen A und B mit unkontaminiertem Adhäsiv, so schneiden die Kontrollgruppen A und die Kontaminationsgruppen B auf Dentin als Substrat signifikant besser ab, als die Kontaminationsgruppe C mit Speichel-Adhäsivgemisch. Eine graphische Darstellung mittels Box-Plot-Diagrammen findet sich in Abbildung 11.

## 4.1.4 Ergebnisse der Scherversuche nach sechs Monaten für G-Bond

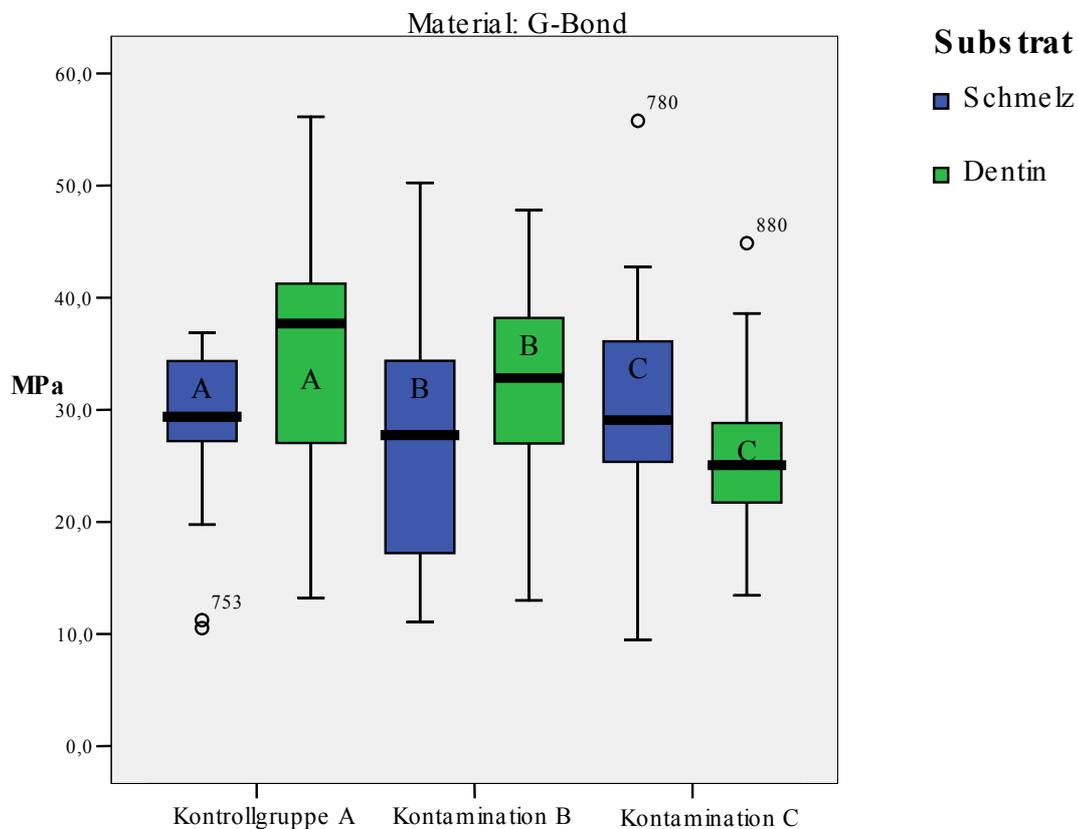


Abbildung 12: Scherfestigkeiten für G-Bond; Kontrollgruppe A, Kontaminationsgruppe B, Kontaminationsgruppe C; jeweils auf Schmelz und Dentin

Das Produkt G-Bond lieferte auf dem Substrat Schmelz in der Kontrollgruppe eine mittlere Haftkraft von 28,33 MPa und eine mediane Haftkraft von 29,38 MPa. In der Kontaminationsgruppe B wurde eine mittlere Haftkraft von 27,27 MPa und ein Median von 27,73 MPa ermittelt. Für die Kontaminationsgruppe C ergaben sich 30,23 MPa als mittlere Haftkraft und 29,09 MPa als mediane Haftkraft. Die statistische Auswertung mittels Kruskal-Wallis und Mann-Whitney-Test zeigte keine signifikanten Unterschiede zwischen allen drei Kontaminationsbedingungen (Tabelle 8). Auf Dentin als Substrat lieferte G-Bond in der Kontrollgruppe A eine mittlere Haftkraft von 34,47 MPa und eine mediane Haftkraft von 37,70 MPa. In der Kontaminationsgruppe B wurden 32,66 MPa im Mittel und 32,83 MPa als mediane Haftkraft erreicht. Für die Kontaminationsgruppe C ergaben sich 25,64 MPa als Mittelwert und 25,07 MPa als Median. Bei der

statistischen Untersuchung mittels Kruskal-Wallis und Mann-Whitney-Test zeigte sich ein signifikant schlechteres Abschneiden der Kontaminationsgruppe C mit Speichel-Adhäsivgemisch sowohl im Vergleich mit der Kontrollgruppe A als auch mit der Kontaminationsgruppe B. Hingegen konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen der Kontaminationsgruppe A und B festgestellt werden (Tabelle 8). Es zeigte sich beim Produkt G-Bond auf Dentin ein dem Tri-S-Bond analoges Verhalten für den Vergleich zwischen den einzelnen Kontaminationsgruppen. Bei beiden Produkten schneiden die Speichel-Adhäsiv-Gruppen signifikant schlechter ab als die Gruppen A und B. Eine graphische Darstellung mittels Box-Plot-Diagrammen findet sich in Abbildung 12.

### **4.1.5 Vergleich der Adhäsivsysteme untereinander auf Schmelz und Dentin als Substrat**

#### **4.1.5.1 Vergleich von Optibond FL mit SE-Bond, Tri-S-Bond und G-Bond auf Schmelz**

Die statistische Untersuchung der Messergebnisse von Optibond FL im Vergleich zum Produkt SE-Bond ergab unter keiner der drei getesteten Kontaminationsbedingungen signifikant unterschiedliche Haftkräfte auf dem Substrat Schmelz. Die Irrtumswahrscheinlichkeit des durchgeführten Mann-Whitney-Tests lag für alle getesteten Bedingungen bei  $p > 0,05$  (Tabelle 2, 3 und 4).

Beim statistischen Vergleich von Optibond FL mit dem Produkt Tri-S-Bond konnte sowohl für den Vergleich zwischen Kontaminationsgruppe A (Kontrollgruppe) als auch für Kontaminationsgruppe B ein hoch signifikant besseres Abschneiden ( $p < 0,000$ ) von Optibond FL festgestellt werden. Der Vergleich der Kontaminationsbedingung C erbrachte keine statistisch signifikanten Unterschiede ( $p > 0,05$ ) zwischen Optibond FL und Tri-S-Bond (Tabelle 2, 3 und 4).

Der statistische Vergleich von Optibond FL mit G-Bond ergab ein ähnliches Bild wie der zwischen Optibond FL und Tri-S-Bond. Sowohl in Kontaminationsgruppe A als auch in Kontaminationsgruppe B lieferte Optibond FL auf Schmelz hoch signifikant bessere Ergebnisse als G-Bond ( $p < 0,000$ ). Der Vergleich zwischen den Kontaminationsgruppen C zeigte mit einem Signifikanzniveau von  $p = 0,055$  einen gerade eben nicht signifikanten Unterschied zwischen Optibond FL und G-Bond (Tabelle 2, 3 und 4).

### 4.1.5.2 Vergleich von Optibond FL mit SE-Bond, Tri-S-Bond und G-Bond auf Dentin

Die statistische Auswertung und der Vergleich der Ergebnisse mittels Mann-Whitney-Test zeigten in der Kontrollgruppe A ein signifikant ( $p=0,030$ ) und in der Kontaminationsgruppe C ein hoch signifikant ( $p<0,000$ ) besseres Abschneiden des Produkts SE-Bond im Vergleich zu Optibond FL. Lediglich in der Kontaminationsgruppe B konnte kein signifikanter Unterschied zwischen den Produkten Optibond FL und SE-Bond nachgewiesen werden (Tabelle 5,6 und 7).

Eine ähnliche Verteilung fand sich beim Vergleich zwischen Optibond FL und Tri-S-Bond. Hier zeigte sich ein hoch signifikant ( $p<0,000$ ) besseres Abschneiden der Kontrollgruppe A des Tri-S-Bond gegenüber der Kontrollgruppe A des Optibond FL. Ebenfalls signifikant höher ( $p=0,005$ ) waren die Haftwerte der Kontaminationsgruppe C des Produkts Tri-S-Bond im Vergleich zur Kontaminationsgruppe C des Optibond FL. Keine signifikanten Unterschiede ( $p=0,261$ ) konnten beim Vergleich der Kontaminationsgruppen B des Optibond FL und des Tri-S-Bond festgestellt werden (Tabelle 5,6 und 7).

Im Vergleich zwischen Optibond FL und G-Bond konnten zwischen den Kontaminationsgruppen B und C keine signifikanten Haftkraftunterschiede (B:  $p=0,676$ ; C:  $p=0,062$ ) gemessen werden. Lediglich beim Vergleich der Kontrollgruppen A konnte ein signifikant besseres Ergebnis ( $p=0,034$ ) des Produkts G-Bond festgestellt werden (Tabelle 5,6 und 7).

### 4.1.5.3 Vergleich von SE-Bond mit Tri-S-Bond und G-Bond auf Schmelz

Die statistische Auswertung und der Vergleich zwischen SE-Bond und Tri-S-Bond zeigte auf dem Substrat Schmelz ein signifikant besseres Abschneiden der Kontaminationsgruppe A (Kontrollgruppe) ( $p<0,000$ ) als auch der Kontaminationsgruppe B ( $p=0,017$ ) des Produkts SE-Bond. Kein signifikanter Unterschied konnte beim Vergleich der Haftkräfte zwischen SE-Bond und Tri-S-Bond der Kontaminationsgruppe C beobachtet werden ( $p=0,083$ ). Es kann also festgestellt werden, dass auf dem Substrat Schmelz SE-Bond durchweg bessere Haftkräfte lieferte als Tri-S-Bond, wenn auch der Unterschied in Kontaminationsgruppe C nicht mehr signifikant ist (Tabelle 2, 3 und 4).

Der Vergleich von SE-Bond mit G-Bond zeigte auf Schmelz als Substrat ein einheitliches Bild. So sind signifikant bessere Haftkräfte von SE-Bond sowohl in der Kontrollgruppe (Kontaminationsgruppe A) ( $p<0,000$ ) als auch in der Kontaminationsgruppe B ( $p =$

0,019) und auch in Kontaminationsgruppe C ( $p=0,002$ ) festzustellen. So ergab sich das eindeutige Bild, dass SE-Bond auf Schmelz unter allen getesteten Bedingungen besser abschneidete als G-Bond (Tabelle 2, 3 und 4).

### **4.1.5.4 Vergleich von SE-Bond mit Tri-S-Bond und G-Bond auf Dentin**

Bei der Untersuchung und statistischen Auswertung der beiden Produkte SE-Bond und Tri-S-Bond auf Dentin als Substrat ergab sich ein uneinheitliches Bild. In der Kontrollgruppe A konnte die statistische Analyse keine signifikant unterschiedlichen Haftkräfte feststellen ( $p=0,162$ ). Auch in der Kontaminationsgruppe B zeigte die statistische Auswertung der Messergebnisse keinen signifikanten Unterschied ( $p=0,871$ ) der Haftkräfte. Lediglich in der Kontaminationsgruppe C lieferte das Produkt SE-Bond auf Dentin eine signifikant höhere Haftkraft als das Produkt Tri-S-Bond ( $p=0,016$ ) (Tabelle 5,6 und 7).

Der Vergleich zwischen SE-Bond und G-Bond zeigte ein dem oben beschriebenen Vergleich zwischen SE-Bond und Tri-S-Bond analoges Bild. Sowohl in der Kontrollgruppe ( $p=0,643$ ) als auch in als auch in Kontaminationsgruppe B ( $p=0,087$ ) konnte kein signifikanter Unterschied zwischen den Haftkräften der einzelnen Produkte festgestellt werden. Erneut fand sich eine signifikant höhere Haftkraft ( $p<0,000$ ) des Produkts SE-Bond nur in Kontaminationsgruppe C, jetzt allerdings im Vergleich mit G-Bond (Tabelle 5,6 und 7).

### **4.1.5.5 Vergleich von Tri-S-Bond mit G-Bond auf Schmelz**

Der Vergleich der in dieser Untersuchung verwendeten Produkte der Adhäsivgruppe 2B, also der Ein-Schritt-All-in-one-Adhäsive auf Schmelz zeigte in keiner der getesteten Kontaminationsgruppen einen signifikanten Unterschied. Vielmehr ist die Irrtumswahrscheinlichkeit  $p$  mit 0,315 in Kontaminationsgruppe A, 0,642 in Kontaminationsgruppe B und 0,146 in Kontaminationsgruppe C auffällig hoch und deutlich vom gewählten Signifikanzniveau von  $p<0,05$  entfernt (Tabelle 2, 3 und 4).

### **4.1.5.6 Vergleich von Tri-S-Bond zu G-Bond auf Dentin**

Ein ähnliches Bild wie der Vergleich zwischen Tri-S-Bond und G-Bond auf Schmelz liefert, fand sich auch auf dem Substrat Dentin. Auch hier konnte in keiner der drei Versuchsgruppen A, B und C ein signifikanter Unterschied festgestellt werden. Jedoch war die Irrtumswahrscheinlichkeit in Kontaminationsgruppe B und C mit Werten von  $p=0,063$  und  $0,064$  nur knapp nicht innerhalb des gewählten Signifikanzintervalls (Tabelle 5,6 und 7).

Zumindest in Kontaminationsgruppe C scheint das Produkt Tri-S-Bond sowohl auf Schmelz als auch auf Dentin tendenziell besser zu funktionieren als das Produkt G-Bond.

für die Tabellen 2-7 Tabellen gilt:

ns: nicht signifikant

s : signifikant

p : Irrtumswahrscheinlichkeit

← oder ↑: zeigt auf den signifikant besseren Vergleichspartner

Tabelle 2: Vergleich auf Schmelz, Kontrollgruppe A

vs	Opti-Bond	SE-Bond	Tri-S-Bond	G-Bond
Opti-Bond	x	x	x	x
SE-Bond	ns (p=0,459)	x	x	x
Tri-S-Bond	s (p<0,000)↑	s (p<0,000)↑	x	x
G-Bond	s (p<0,000)↑	s (p<0,000)↑	ns (p=0,315)	x

Tabelle 3: Vergleich auf Schmelz, Kontaminationsgruppe B

vs	Opti-Bond	SE-Bond	Tri-S-Bond	G-Bond
Opti-Bond	x	x	x	x
SE-Bond	ns (p=0,098)	x	x	x
Tri-S-Bond	s (p<0,000)↑	s (p=0,017)↑	x	x
G-Bond	s (p<0,000)↑	s (p=0,019)↑	ns (p=0,642)	x

Tabelle 4: Vergleich auf Schmelz, Kontaminationsgruppe C

vs	Opti-Bond	SE-Bond	Tri-S-Bond	G-Bond
Opti-Bond	x	x	x	x
SE-Bond	ns (0,184)	x	x	x
Tri-S-Bond	ns (p=0,791)	ns (p=0,083)	x	x
G-Bond	ns (p=0,055)	s (p<0,000)↑	ns (p=0,146)	x

*Tabelle 5: Vergleich auf Dentin, Kontrollgruppe A*

vs	Opti-Bond	SE-Bond	Tri-S-Bond	G-Bond
Opti-Bond	x	x	x	x
SE-Bond	← s (p=0,030)	x	x	x
Tri-S-Bond	← s (p<0,000)	ns (0,162)	x	x
G-Bond	← s (p=0,034)	ns (0,643)	ns (p=0,142)	x

*Tabelle 6: Vergleich auf Dentin, Kontaminationsgruppe B*

vs	Opti-Bond	SE-Bond	Tri-S-Bond	G-Bond
Opti-Bond	x	x	x	x
SE-Bond	ns (p=0,237)	x	x	x
Tri-S-Bond	ns (p=0,216)	ns (p=0,871)	x	x
G-Bond	ns (p=0,676)	ns (p=0,087)	ns (p=0,063)	x

*Tabelle 7: Vergleich auf Dentin, Kontaminationsgruppe C*

vs	Opti-Bond	SE-Bond	Tri-S-Bond	G-Bond
Opti-Bond	x	x	x	x
SE-Bond	← s (p<0,000)	x	x	x
Tri-S-Bond	← s (p<0,005)	s (p=0,016)↑	x	x
G-Bond	ns (p=0,062)	s (p<0,000)↑	ns (p=0,064)	x

*Tabelle 8: Vergleich der Kontaminationsbedingungen innerhalb eines Produkts; (p: Irrtumswahrscheinlichkeit; A/B/C: Benennung des besser abschneidenden Vergleichspartners; s: signifikant; ns: nicht signifikant)*

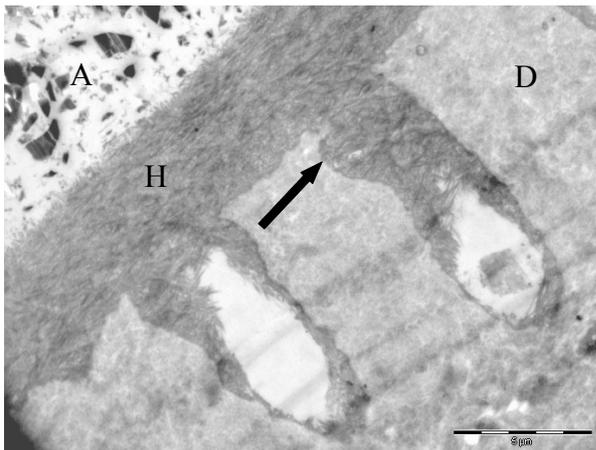
Kontaminationsgruppe	A vs. B	A vs. C	B vs. C
Optibond auf Schmelz	ns (p=0,602)	ns (p=0,446)	ns (p=0,102)
Optibond auf Dentin	s (p=0,047) B	s (p=0,009) A	s (p<0,000) B
SE-Bond auf Schmelz	ns (p=0,102)	ns (p=0,751)	ns (p=0,085)
SE-Bond auf Dentin	ns (p=0,649)	ns (p=0,327)	ns (p=0,676)
Tri-S-Bond auf Schmelz	ns (p=0,702)	s (p=0,010) C	s (p=0,024) C
Tri-S-Bond auf Dentin	ns (p=0,281)	s (p=0,007) A	s (p=0,027) B
G-Bond auf Schmelz	ns (p=0,616)	ns (p=0,953)	ns (p=0,411)
G-Bond auf Dentin	ns (p=0,389)	s (p=0,002) A	s (p=0,001) B

## 4.2 Ergebnisse der TEM-Untersuchungen

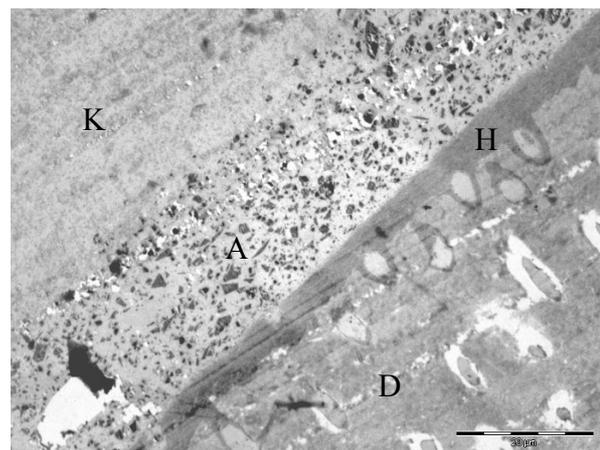
### 4.2.1 Optibond FL

#### 4.2.1.1 Optibond FL Kontrollgruppen

Die TEM-Bilder der Optibond FL-Kontrollgruppen zeigten ein charakteristisches und den Erwartungen entsprechendes Bild. Man konnte eine Hybridisierung sowohl im peri- als auch intratubulären Bereich beobachten (Abb. 13). Die Schichtdicke der Hybridschicht betrug ca. 5 µm und war in allen Proben sehr homogen ausgebildet. Im darüber gelegenen Anteil fand sich eine ca. 20 µm dicke Schicht des gefüllten Optibond FL Adhäsivs (Abb. 14). Es wurden jedoch auch Proben mit Adhäsivschichtdicken von ca. 50 µm gefunden. Bei allen mikroskopierten Proben war die ausgeprägte Zapfenbildung in den Dentintubuli auffällig.



*Abbildung 13: Optibond FL Kontrollgruppe; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 4800x; deutliche Hybridisierung peri- und intratubulär (Pfeil); A=Adhäsivschicht, H=Hybridschicht, D=Dentin*

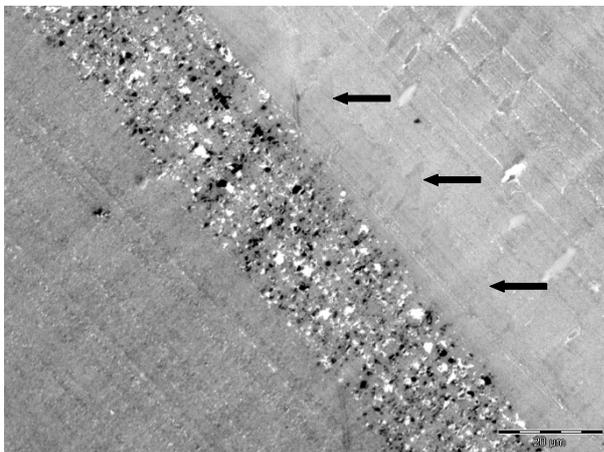


*Abbildung 14: Optibond FL Kontrollgruppe; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 1200x als dunklerer Bereich erkennbare Hybridschicht (H) mit darüber gelegener Adhäsivschicht (A); K=Komposit, D=Dentin*

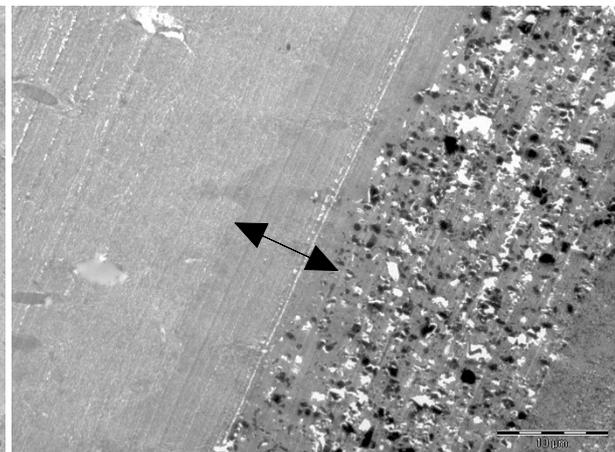
#### 4.2.1.2 Optibond FL Kontaminationsgruppe C

In der Kontaminationsgruppe C, in der Speichel und Primer 1:1 gemischt wurden, änderte sich die Morphologie der Interaktionsschicht zwischen Komposit und Dentin. Die Hybridschicht nahm in der Ausdehnung etwas auf Werte zwischen 6 und 10 µm zu, außerdem erschien die Infiltrationsfront der Hybridschicht eher gewellt und

unregelmäßiger im Vergleich zur Kontrollgruppe. Die Entmineralisierung im Bereich der Hybridschicht war wesentlich stärker ausgeprägt als in den Kontrollgruppen (Abb. 13, 14 und 16). Des weiteren imponierte verbliebenes Wasser an der Grenzfläche zwischen Hybridschicht und Adhäsiv (Abb. 18) und eine aufgelockert erscheinende Adhäsivschicht (Abb. 17). Massive Veränderungen der Hybridschicht in Form von großflächigen Wasseransammlungen konnten nur in einer einzigen Probe beobachtet werden (Abb. 19). In dieser Probe wurde außerdem ein Abriss des Adhäsivs im Bereich der Hybridschicht beobachtet (Abb. 20), wobei ein Teil im Dentintubuli zurückblieb. In anderen Proben dieser Kontaminationsgruppe konnte jedoch keine solche massive Beeinträchtigungen der Hybridschicht festgestellt werden. Es zeigte sich eine weitgehend homogene Struktur der Hybridschicht mit nur sehr kleinen auffälligen Arealen, die entweder eingeschlossene Wasserbläschen oder mit Silber infiltrierte Hohlräume aufwiesen.



*Abbildung 15: Optibond FL Kontaminationsgruppe C; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 890x deutlich sichtbare gewellte Infiltrationsfront (Pfeile) mit unvollständiger Durchdringung der durch Phosphorsäure-Ätzung demineralisierten Bereiche*



*Abbildung 16: Optibond FL Kontaminationsgruppe C; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung 1900x; gewellter Verlauf der Infiltrationsfront, starke Entmineralisierung im Bereich der Hybridschicht (Doppelpfeil)*

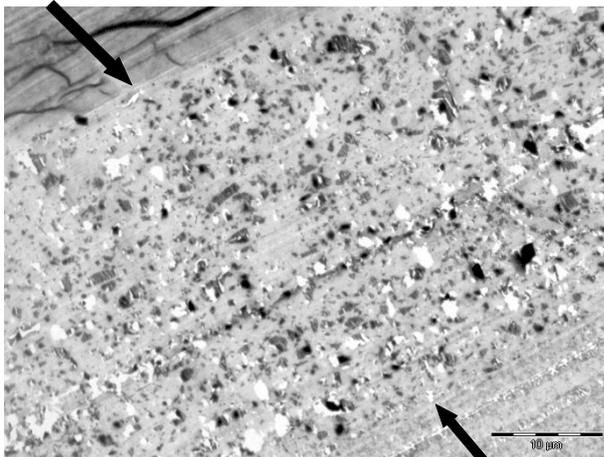


Abbildung 17: Optibond FL Kontaminationsgruppe C; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 1900x Großaufnahme der Adhäsivschicht; erkennbar sind der große Fülleranteil (dunkle Anteile) und die aufgelockerten Areale innerhalb der Adhäsivschicht (von Pfeilen begrenzt)

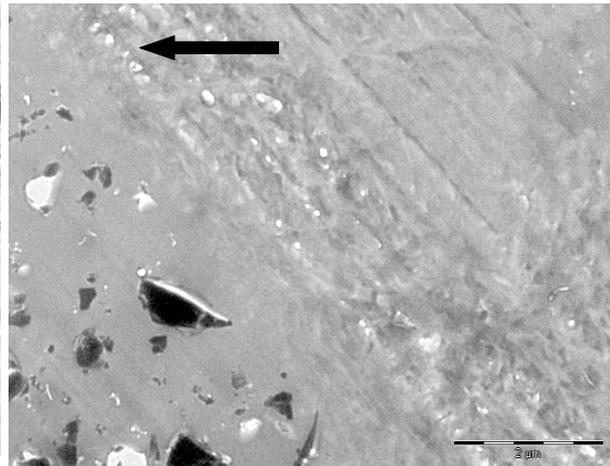


Abbildung 18: Optibond FL Kontaminationsgruppe C; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung : 13000x Übergang zwischen Adhäsivschicht (links) und Hybridschicht (rechts); an der Grenzschicht sind kleinere Wasserbläschen sichtbar (Pfeilspitze)

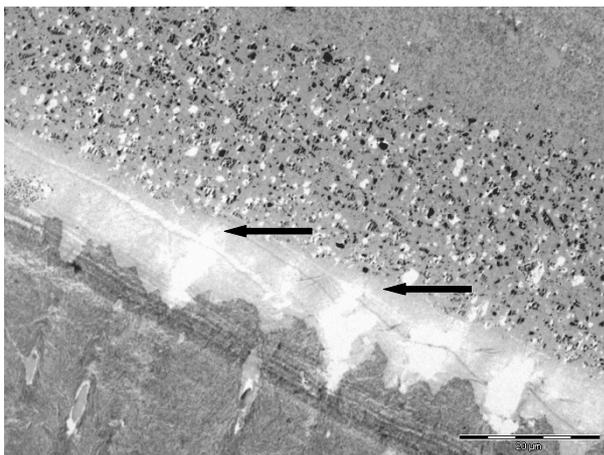


Abbildung 19: Optibond FL Kontaminationsgruppe C; nicht-demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 1200x; deutlich sichtbare, sehr große Fehlstellen innerhalb der Hybridschicht (Pfeile)

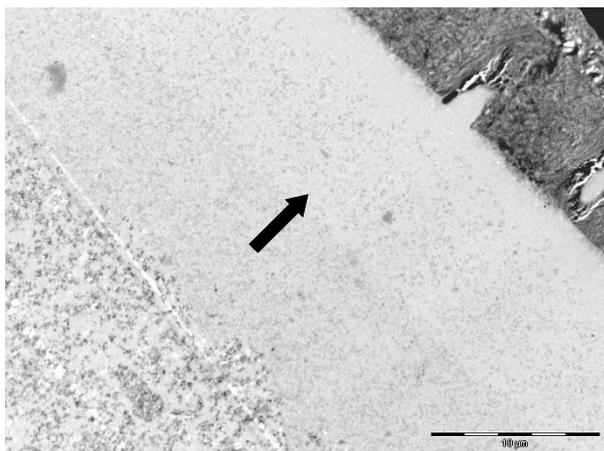


Abbildung 20: Optibond FL Kontaminationsgruppe C; nicht-demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 6800x ; Abriss der Hybridschicht mit verbliebenem Rest im Tubulus (Pfeil)

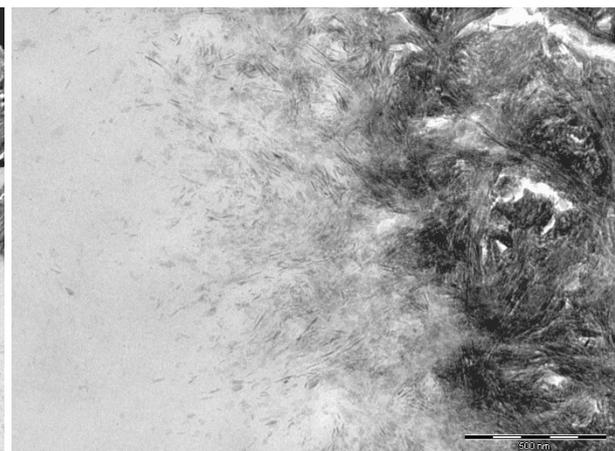
## 4.2.2 SE-Bond

### 4.2.2.1 SE-Bond Kontrollgruppen

Die Kontrollgruppen des SE-Bonds wiesen einige für dieses selbstätzende Produkt charakteristische Strukturen auf. So war in der Interaktionsschicht zwischen Komposit und Dentin eine deutliche Teilungslinie zwischen dem Bereich des Primers und dem des stärker gefüllten Adhäsivs erkennbar (Abb. 21). Hierbei schien es einen abnehmenden Gradienten an Füllkörpern im Bereich des Primers in Richtung der Hybridschicht zu geben. Vermutlich diffundierten diese Füller aus der Adhäsivkomponente in den Primer hinein. Weiterhin zeigte dieses Produkt kaum Infiltration in die Dentintubuli (Abb. 21). Auch war die Dicke der Hybridschicht mit  $0,5\ \mu\text{m}$  im Vergleich zum Optibond FL wesentlich dünner (Abb. 22). Hierbei fiel auf, dass die Dicke der Hybridschicht Schwankungen im Bereich zwischen  $0,3$  und  $0,7\ \mu\text{m}$  unterworfen war.



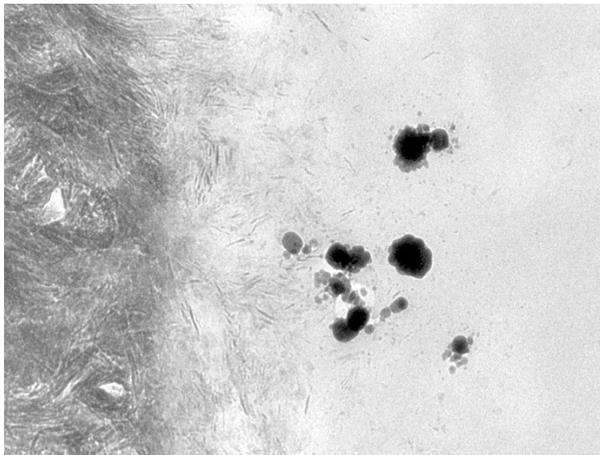
*Abbildung 21: SE-Bond Kontrollgruppe; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 2900x; sichtbar sind 2 Phasen innerhalb der Adhäsivschicht (Pfeil direkt an der Phasengrenze) und eine geringe Tubuliinfiltration*



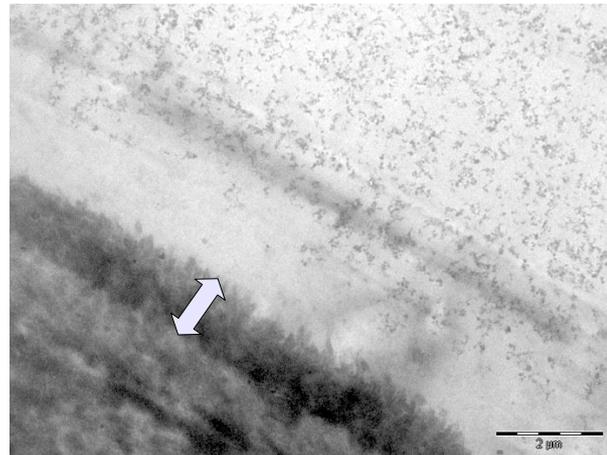
*Abbildung 22: SE-Bond Kontrollgruppe; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 49000x; Hybridschicht mit einer Schichtdicke von ca. 500 nm*

### 4.2.2.2 SE-Bond Kontaminationsgruppe C

Die morphologischen Strukturen der Kontaminationsgruppe unterschieden sich nur unwesentlich von denen der Kontrollgruppe. So konnte auch hier eine deutliche Abgrenzung zwischen Primer und Adhäsivkomponente und eine ebenfalls nur geringe Infiltration der Dentintubuli festgestellt werden. In einigen Proben wurden Hybridschichtdicken von ca. 1-1,2  $\mu\text{m}$  beobachtet (Abb.24), während in anderen Proben die Schichtdicken nur bei 0,5  $\mu\text{m}$  lagen. Auffällig war jedoch, dass zum einen die Strukturen der Hybridschicht unruhiger wurden und weniger konstant waren und zum anderen an oder in der Hybridschicht teilweise auch größere Ansammlungen von Wasser in Form von Einschlüssen und silberinfiltrierten Arealen beobachtet werden konnten (Abb.23).



*Abbildung 23: SE-Bond Kontaminationsgruppe C; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 68000x; Einlagerungen in Hybridschicht*



*Abbildung 24: SE-Bond Kontaminationsgruppe C; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 9300x; breite Hybridschicht von ca. 1,2  $\mu\text{m}$  (Pfeil)*

### 4.2.3 Tri-S-Bond

#### 4.2.3.1 Tri-S-Bond Kontrollgruppe

Die TEM-Bilder der Kontrollgruppe des Tri-S-Bonds zeigten nicht überall die zu erwarteten Strukturen eines All-in-one-Produkts der Gruppe 2B. Es fand sich eine zweischichtige, ca. 10  $\mu\text{m}$  dicke Lage des Adhäsivs zwischen dem Komposit und Dentin (Abb. 25). Die ausgebildete Hybridschicht war lediglich ca. 0,5  $\mu\text{m}$  stark (Abb. 26). Ebenso war eine fast vollständig fehlende Hybridisierung der Dentintubuli zu

beobachten (Abb. 25). In der nicht demineralisierten Silberfärbung fiel auf, dass auch bei den unkontaminierten Kontrollgruppen die Schichtdicken der Hybridschicht zwischen Werten von 0,6 und 0,3  $\mu\text{m}$  schwankten (Abb. 28) und es auch zu Wasser- bzw. Silbereinlagerungen innerhalb der Adhäsivschicht kam (Abb. 27). Außerdem wurden auch Dicken der Adhäsivschicht von nur ca. 6  $\mu\text{m}$  beobachtet.

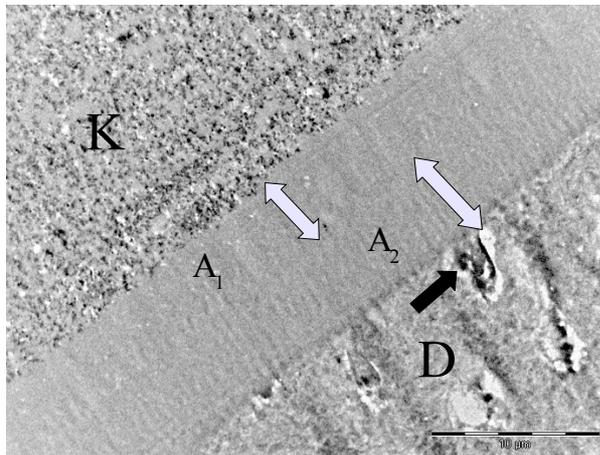


Abbildung 25: Tri-S-Bond Kontrollgruppe; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 2900x; Übersicht (K=Komposit,  $A_{1/2}$ = 2-schichtige Adhäsivschicht (weiße Doppelpfeile), D=Dentin) und geringe Tubulihybridisierung (schwarzer Pfeil)

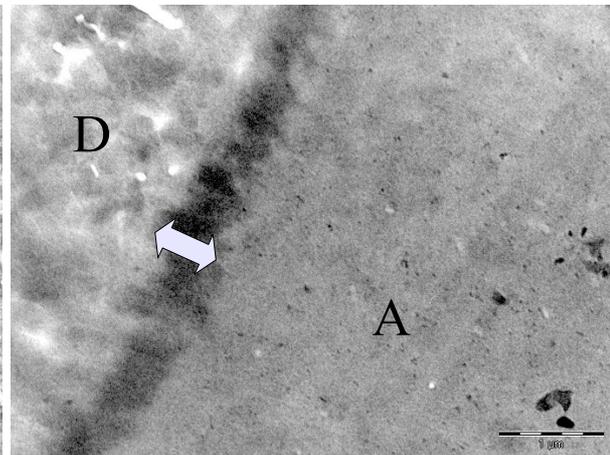


Abbildung 26: Tri-S-Bond Kontrollgruppe; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 18500x; Hybridschichtdicke ca. 0,5  $\mu\text{m}$  (Pfeilenden); A=Adhäsivschicht, D=Dentin

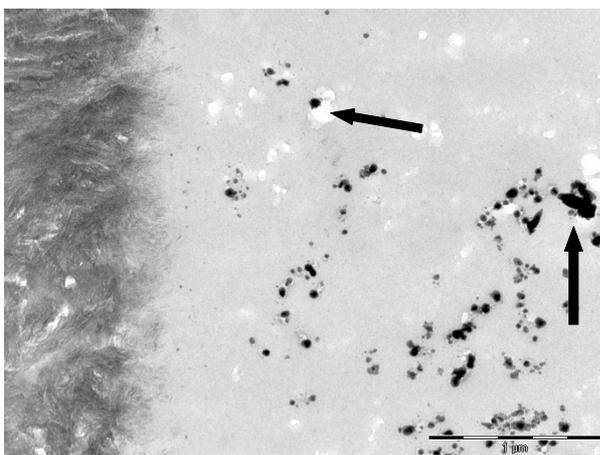


Abbildung 27: Tri-S-Bond Kontrollgruppe; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 30000x; Wassereinlagerungen in Adhäsivschicht (Pfeile)

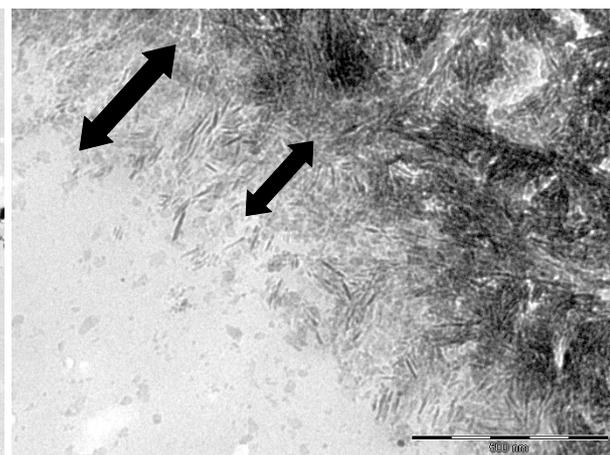


Abbildung 28: Tri-S-Bond Kontrollgruppe; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 68000x; schwankende Hybridschichtdicke (Pfeilenden Doppelpfeile)

#### 4.2.3.2 Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C

Die Kontaminationsgruppe C des Tri-S-Bond wies starke morphologische Ähnlichkeit mit der Kontrollgruppe auf. Unterschiede gab es in der Anzahl und dem Ausmaß der zu beobachtenden Wasser- bzw. Silbereinlagerungen in die Adhäsivschicht, die in dieser Kontaminationsgruppe wesentlich häufiger und ausgedehnter auftraten als in der Kontrollgruppe (Abb. 29 und 30). Außerdem traten extrem dünne Hybridschichtdicken von nur knapp mehr als  $0,1 \mu\text{m}$  auf (Abb. 32). In diesem Zusammenhang ließen sich auch stark schwankende Schichtstärken auf sehr kurzen Strecken beobachten (Abb. 31 und 32). Ein Phänomen, das ebenfalls in den Kontaminationsgruppen auftrat, war die schwankende Schichtdicke der gesamten Adhäsivschicht zwischen Werten von 7 bis  $12 \mu\text{m}$ .

In mehreren Proben konnte hier außerdem ein Abreißen beobachtet werden. Dabei löste sich die Kompositschicht von der Adhäsivschicht entlang einer Linie von Wassertropfen und kleinen Spalten direkt an der Kontaktfläche von Komposit und Adhäsiv (Abb. 33, 34 und 35). Auch ließ sich feststellen, dass es in allen Proben der Kontaminationsgruppe zu einer im Vergleich mit der Kontrollgruppe deutlich verminderten Füllereinfiltration in die obere Schicht des Adhäsivs kam (Abb. 33 und 34).

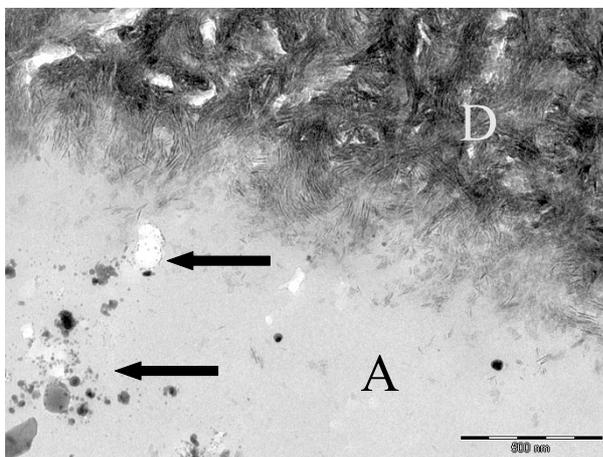


Abbildung 29: Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C;  
nicht demineralisiert, silbergefärbt;  
Vergrößerung: 49000x;  
Wassereinlagerungen (Pfeile),  
D=Dentin, A=Adhäsivschicht

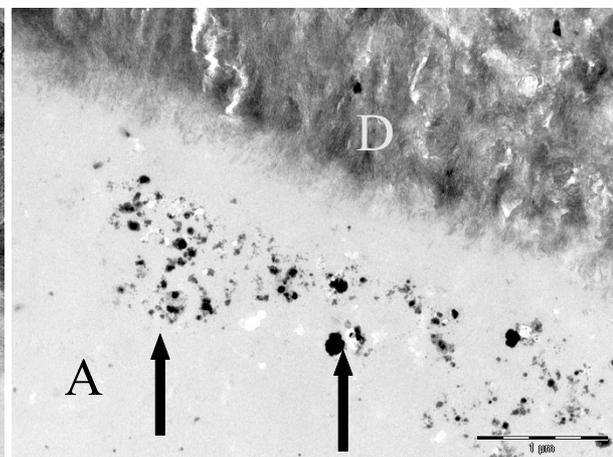


Abbildung 30: Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C;  
nicht demineralisiert, silbergefärbt;  
Vergrößerung: 23000x;  
Wassereinlagerungen (Pfeile),  
D=Dentin, A=Adhäsivschicht

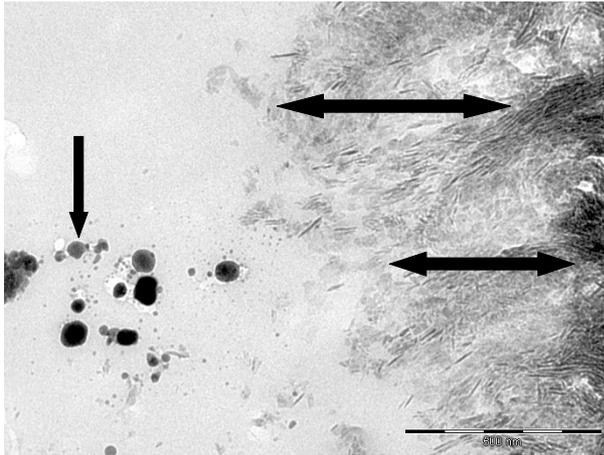


Abbildung 31: Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 68000x; breite Hybridschicht mit stark variierender Breite (Doppelpfeile) Wassereinlagerungen an der Hybridschicht (Pfeil)

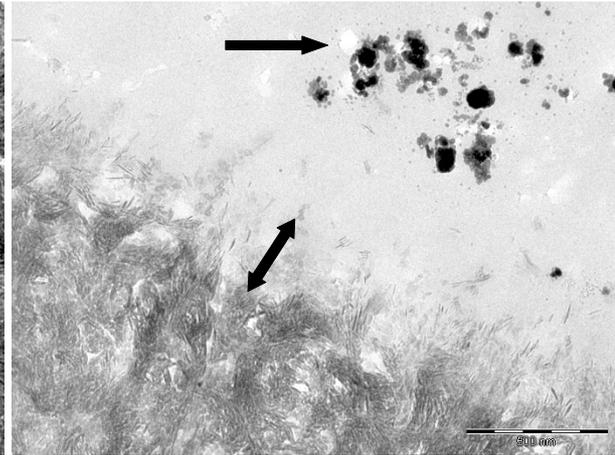


Abbildung 32: Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 49000x; dünne Hybridschicht (Doppelpfeil), Wassereinlagerungen an der Hybridschicht (Pfeil)

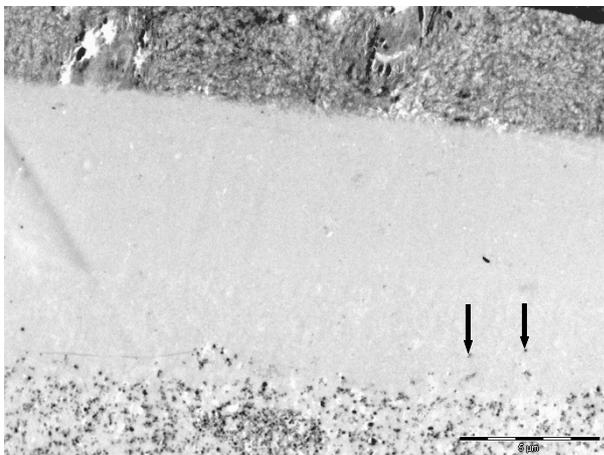


Abbildung 33: Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C; nicht demineralisiert, nicht silbergefärbt; Vergrößerung: 4800x; geringe Füllereinfiltration aus Komposit in oberste Adhäsivschicht (Pfeile auf einzelne Füllkörper)

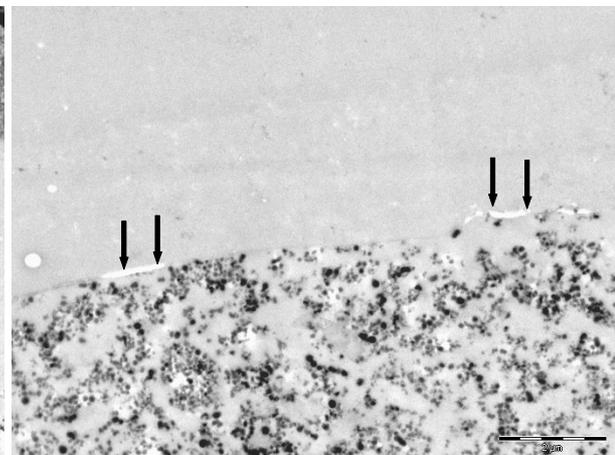


Abbildung 34: Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C; nicht demineralisiert, nicht silbergefärbt; Vergrößerung: 9300x; beginnender Abriss (Pfeile)

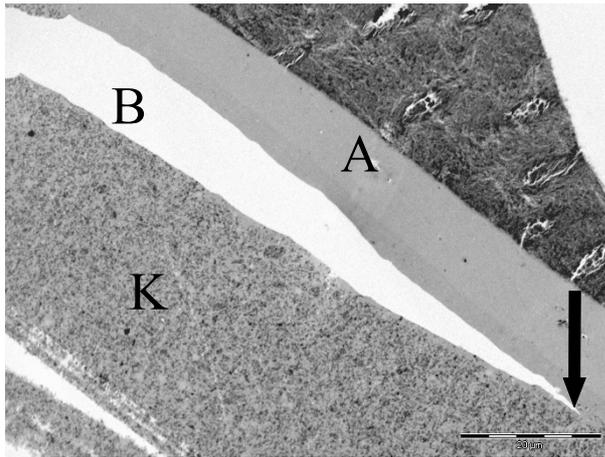


Abbildung 35: Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C; nicht demineralisiert, nicht silbergefärbt; Vergrößerung: 1200x; kompletter Abriss (Pfeil an Bruchspitze) des Komposits (K) von der Adhäsivschicht (A), breiter Bruchspalt (B)

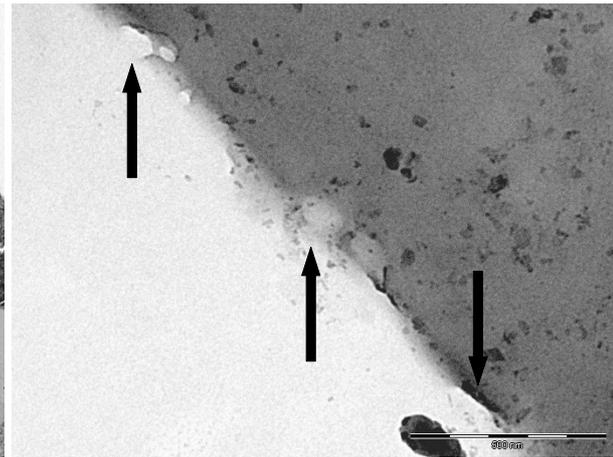


Abbildung 36: Tri-S-Bond Kontaminationsgruppe C; nicht demineralisiert, nicht silbergefärbt; Vergrößerung: 68000x; Bruchkante mit Wasserblasen (Pfeile)

#### 4.2.4 G-Bond

##### 4.2.4.1 G-Bond Kontrollgruppen

Die Kontrollgruppen des Adhäsivs G-Bond zeigten ein recht homogenes Bild der Interaktionszone zwischen Komposit und Dentin. So fand sich in allen untersuchten Proben eine zweilagige Adhäsivschicht mit einer Gesamtdicke von 8-10 µm, wobei die dem Komposit zugewandte Schicht nur ca.  $\frac{1}{4}$ - $\frac{1}{2}$  der Gesamtdicke ausmachte. In dieser oberen Adhäsivlage fanden sich teils Füllkörper des Komposits wieder (Abb. 37). Jedoch sah man ebenfalls deutlich, dass die im Adhäsiv vorhandenen Füller eine Tendenz zur Ansammlung in Richtung der Hybridschicht hatten (Abb. 37). Die Hybridschicht wies bei diesem Adhäsiv Schichtstärken von 0,3-0,7 µm auf (Abb 38). Teilweise konnten größere und kleinere Einlagerungen von Wasser direkt an oder in der Hybridschicht beobachtet werden (Abb. 39 und 40).

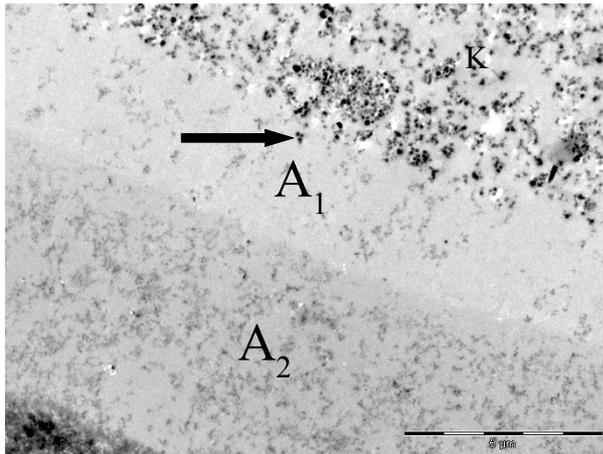


Abbildung 37: G-Bond Kontrollgruppe; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 6800x; 2-lagige Adhäsivschicht (A<sub>1</sub> und A<sub>2</sub>), Füllkörper aus Kompositschicht (K) (Pfeilspitze); Ansammlung von Füllern des Adhäsivs in A<sub>2</sub>

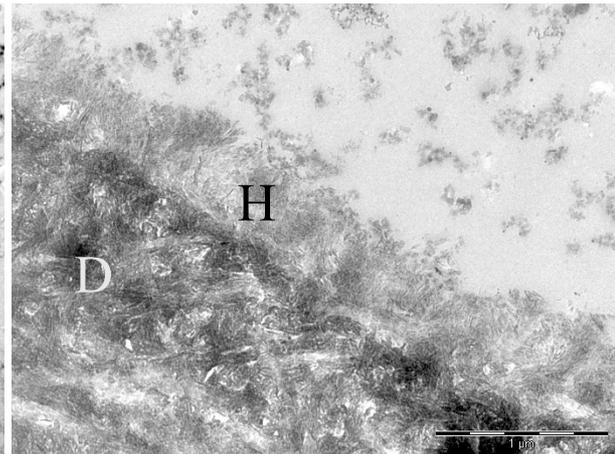


Abbildung 38: G-Bond Kontrollgruppe; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 30000x; dichte Hybridschicht (H); D=Dentin

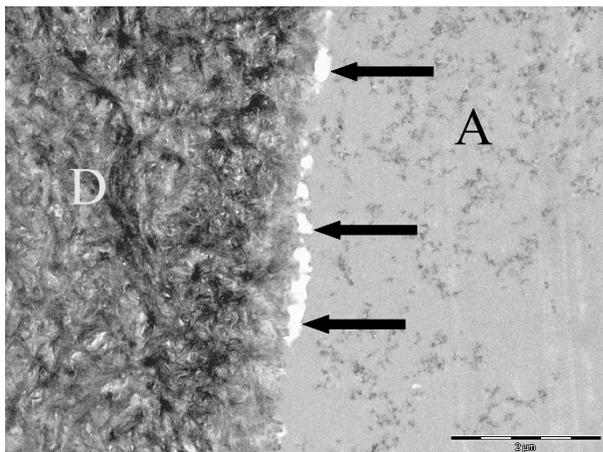


Abbildung 39: G-Bond Kontrollgruppe; nicht demineralisiert, nicht silbergefärbt; Vergrößerung: 11000x; Wasserbläschen an der Hybridschicht (Pfeile); D=Dentin, A=Adhäsivschicht

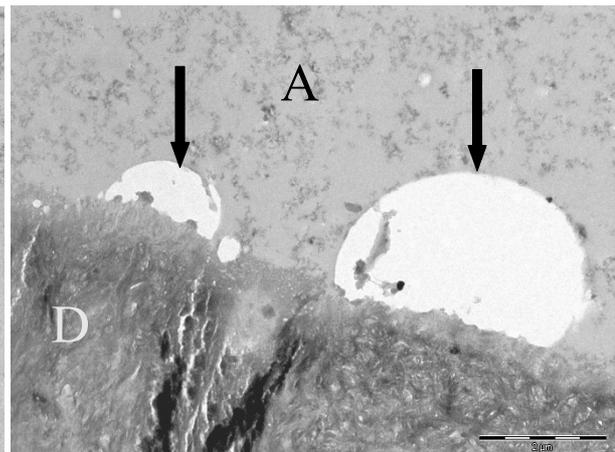


Abbildung 40: G-Bond Kontrollgruppe; nicht demineralisiert, nicht silbergefärbt; Vergrößerung: 13000x; große Wasserblasen (Pfeile); D=Dentin, A= Adhäsivschicht

#### 4.2.4.2 G-Bond Kontaminationsgruppe C

Die Kontaminationsgruppen zeigten gegenüber den Kontrollgruppen des G-Bonds einige deutliche Unterschiede. So war die Zweilagigkeit der Adhäsivschicht teilweise nicht mehr zu erkennen (Abb. 42) und auch die Füllereinfiltration aus dem Komposit in die oberste Adhäsivschicht war nicht mehr zu beobachten. Die Schichtstärke der Adhäsivschicht nahm etwas zu und erreichte Werte von bis zu 13  $\mu\text{m}$ . Die Hybridschicht wurde inhomogener und schwankte in ihrer Ausdehnung. Teilweise bestand die Hybridschicht nur aus vereinzelt Kollagenfibrillen, die zwar immer noch eine Schichtstärke von 0,5  $\mu\text{m}$  erreichten, jedoch sehr grazil wirkten (Abb. 41) Ebenfalls konnten Wassereinlagerungen direkt an der Hybridschicht beobachtet werden (Abb. 43) bzw. in einigen wenigen Proben sogar ein Abriss entlang der Hybridschicht (Abb. 44).

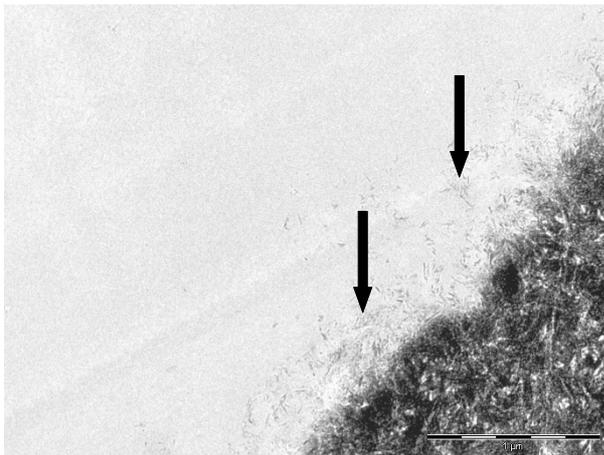


Abbildung 41: G-Bond Kontaminationsgruppe C; nicht demineralisiert, nicht silbergefärbt; Vergrößerung: 30000x; grazile Kollagenfibrillen und HAP-Kristallite (Pfeile)

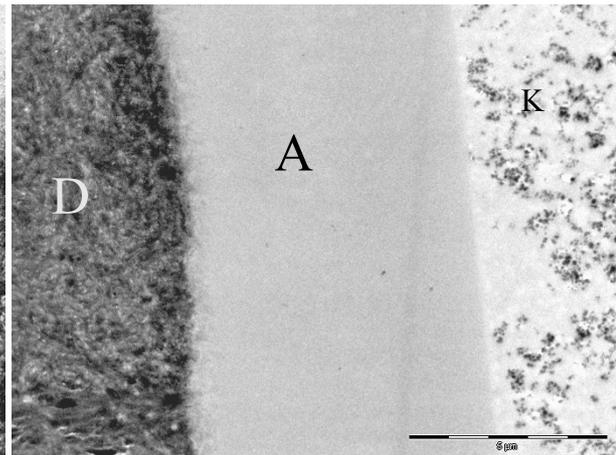


Abbildung 42: G-Bond Kontaminationsgruppe C; nicht demineralisiert, nicht silbergefärbt; Vergrößerung: 11000x; homogene Adhäsivschicht (A) umschlossen von Dentin (D) und Komposit (K)

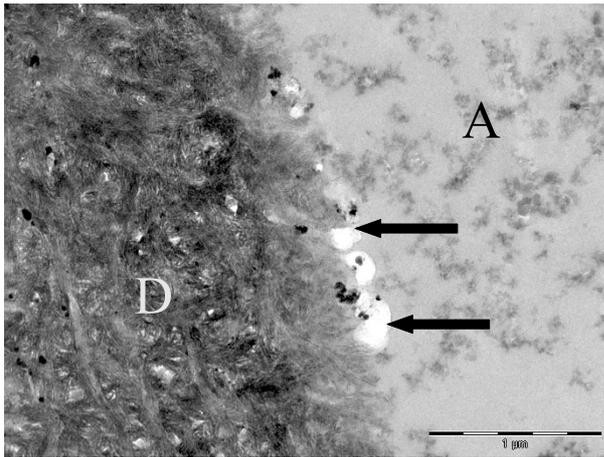


Abbildung 43: G-Bond Kontaminationsgruppe; nicht demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 11000x; kleine Wasserblasen an der Hybridschicht (Pfeile); D=Dentin, A=Adhäsivschicht

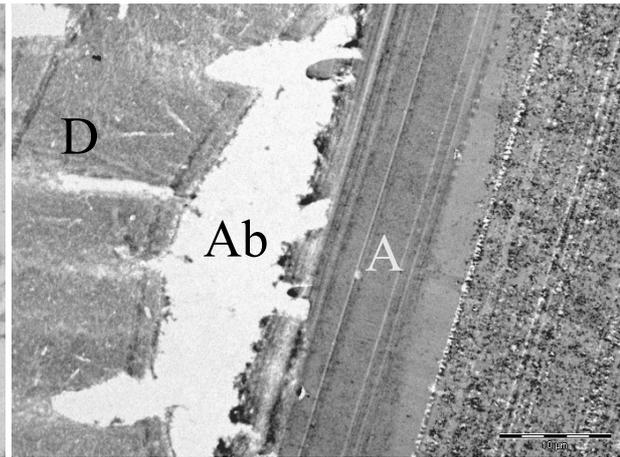


Abbildung 44: G-Bond Kontaminationsgruppe C; demineralisiert, silbergefärbt; Vergrößerung: 1900x; Abriss (Ab) des Dentins von der Adhäsivschicht (A)

## 5 Diskussion

### 5.1 Diskussion Material und Methode

#### 5.1.1 Dentin und Schmelzsubstrate

Dentin:

In dieser Untersuchung wurden die Dentinproben aus extrahierten menschlichen Molaren der zweiten Dentition gewonnen. Hauptsächlich handelte es sich hierbei um Weisheitszähne, die entweder gar nicht oder nach ihrem Durchbruch lediglich einen kurzen Zeitraum in der Mundhöhle exponiert waren. Alle Zähne wurden jedoch vor Verwendung makroskopisch auf vorhandene kariöse Läsionen hin untersucht. Zähne, die erkennbare kariöse Läsionen aufwiesen, wurden nicht für die weitere Probenherstellung verwendet, um eine Verfälschung der Messwerte durch schlechtere Haftwerte der Kompositzylinder an kariös verändertem Dentin zu verhindern (SAY et al., 2005). Wie berichtet wird, führt kariöses oder kariös verändertes Dentin nicht nur zu funktionellen Beeinträchtigungen des adhäsiven Verbundes in Form von herabgesetzten Haftfestigkeitswerten, sondern beeinflusst auch ganz entscheidend die Schichtstärke der sich ausbildenden Hybridschicht, die in kariösem Dentin bis zu 60 µm erreichen kann (YOSHIYAMA et al., 2003). Auch auf sklerosiertem Dentin funktionieren Adhäsivsysteme weniger gut als auf unverändertem, gesunden Dentin (VAN MEERBEEK et al., 1994).

Des Weiteren wurde bei der Positionierung der Kompositzylinder auf der Dentinscheibenoberfläche darauf geachtet, dass die Areale genau oberhalb der Pulpahörner freigelassen wurden. Einige Autoren sehen zwar keinen Zusammenhang zwischen Haftfestigkeiten von Kompositen auf Dentin und der Nähe zur Pulpa (PROENCA et al., 2007; YEŞILYURT et al., 2006; BURROW et al., 1994), jedoch lassen es die offensichtlichen morphologischen Unterschiede zwischen pulpanahem Dentin und pulpaferem Dentin, insbesondere der zunehmende Anteil der Dentintubulifläche in den zentralen Dentinarealen (HELLWIG et al., 2003) aus Gründen der Probenhomogenität sinnvoll erscheinen, nur Areale mit ähnlichen morphologischen Voraussetzungen der Probenherstellung zuzuführen, zumal andere Autoren sehr wohl signifikant unterschiedliche Haftwerte für pulpanah und pulpafern angewandte Adhäsivsysteme feststellen konnten (KAADEN et al., 2002) bzw. es als allgemein

anerkannt betrachten, dass pulpanahe Dentinareale geringer Haftwerte liefern als oberflächliche Dentinbereiche (SANO et al., 1994).

Schmelz:

Die verwendeten Schmelzproben in dieser Untersuchung wurden aus extrahierten Schneidezähnen der 2. Dentition von Schlachtrindern gewonnen. Aufgrund der wesentlich größeren Schmelzmenge eines Zahns im Vergleich zu humanen Zähnen konnte so eine ausreichend große Anzahl von Kompositzylindern pro Probenzahn hergestellt werden.

Vergleichende morphologische und histologische Untersuchungen von humanem und bovinem Schmelz haben ergeben, dass es Unterschiede zwischen beiden Schmelzarten gibt. Zum einen weist Rinderschmelz eine erhöhte Porosität und dünnere Kristallite auf als humaner Schmelz (WHITTAKER et al., 1983), zum anderen wurde ein wesentlich höherer Carbonatgehalt festgestellt (SYDNEY-ZAX et al., 1991). Außerdem wurde dem carbonatreichen Schmelz eine wesentlich höhere Anfälligkeit gegenüber kariösen Läsionen bzw. gegenüber Säureangriffen nachgewiesen (HALLSWORTH et al., 1972). Trotz dieser Unterschiede sind die vergleichenden Ergebnisse bzgl. der Haftfestigkeit von humanem und bovinem Schmelz nicht einheitlich. So finden einige Autoren beim menschlichen Schmelz höhere Haftwerte, während andere Autoren das genaue Gegenteil feststellen (NAKAMICHI et al., 1983). LOPES et al. (2003) folgern, dass die Ergebnisse, die mit Hilfe von bovinen Substraten gewonnen werden, nicht automatisch exakt auf die Verhältnisse bei humanen Präparaten übertragen werden können. So konnte diese Autorengruppe während ihrer Versuchsreihe feststellen, dass die gewonnenen Ergebnisse bezüglich der Vergleichbarkeit zwischen den Präparaten verschiedener Herkunft auch von den verwendeten Adhäsivsystemen abhängen. Der Hauptgrund für das festgestellte bessere Abschneiden einzelner Systeme wurde jedoch auf die erhöhte Säurelöslichkeit der tierischen Substrate zurückgeführt, wodurch sich eine Erklärung für höhere Haftwerte bei Etch&Rinse-Systemen ergibt. Gleichzeitig wurde jedoch auch festgestellt, dass die Unterschiede der gemessenen Haftfestigkeitswerten zwischen den unterschiedlichen Substratgruppen in keinem Fall signifikant waren. Aufgrund der weltweit in der Adhäsivforschung eingesetzten Methode der Substratsubstitution aus Mangel an humanen Zähnen und der bisher nicht feststellbaren signifikanten Unterschiede zwischen den Substraten menschlicher und tierischer Herkunft, kann die

Verwendung boviner Schmelzproben auch für die hier vorliegende Untersuchung als aussagefähig angesehen werden.

### 5.1.2 Adhäsivsysteme

Die verwendeten Adhäsivsysteme stellen einen Querschnitt der momentan am Markt verfügbaren Systeme dar. Es handelt sich um Vertreter aus der Gruppe 1A sowie aus der Gruppe 2A und 2B. Insbesondere die Vertreter der Gruppe 2B wurden in den letzten Jahren umfangreichen Untersuchungen unterzogen, zumal durch Industrie und Handel stark beworben und von Praktikern ob ihrer einfachen Handhabung bevorzugt. Wie bei solchen Untersuchungen üblich, wurde als Referenzprodukt das weithin als Goldstandard akzeptierte Adhäsiv Optibond FL (*Kerr Corporation, Orange/California, USA*) eingesetzt, das sich durch eine besonders geringe Schwankungsbreite der Messwerte und gute Haftfestigkeiten auszeichnet (FRANKENBERGER et al., 1999; MOLL et al., 2002; HALLER et al., 2003; DE MUNK et al., 2005; RITTER, 2007). Aus der Gruppe 2A wurde das in einer Reihe von Studien als verlässliches Präparat bewertete und von den nicht Etch&Rinse-Systemen die besten Haftfestigkeitswerte erzielende Clearfil SE-Bond (*Kuraray Corporation, Osaka, Japan*) eingesetzt (PROENCA et al., 2007; PEUMANS et al., 2005a/b). Teilweise wird sogar von exzellenten klinischen Leistungen dieses Präparats berichtet (PEUMANS et al., 2005a/b), so dass auch hier davon ausgegangen werden kann, dass die Wahl auf eines der besten am Markt verfügbaren Adhäsivsysteme dieser Gruppe gefallen ist.

Die beiden anderen Produkte gehören der Gruppe 2B an, also der Gruppe der Ein-Schritt Systeme, die sich unter Praktikern aufgrund ihrer Zeitersparnis gegenüber den Mehr-Schritt-Systemen großer Beliebtheit erfreuen, aber sowohl in klinischen Untersuchungen wie auch bei In-vitro-Tests bisher keine Ergebnisse auf dem Niveau der Gruppe 1A und 2A liefern konnten (CARDOSO et al., 1999; ERNST et al., 2002; FRANKENBERGER, 2002; HANNIG und BOTT, 2000). Das neben dem Tri-S Bond (*Kuraray Corporation, Osaka, Japan*) verwendete G-Bond (*GC-Europe, Leuven, Belgien*) zeichnet aus, dass im Gegensatz zu allen anderen verwendeten Produkten kein HEMA enthalten ist. HEMA wird nicht nur eine erhebliche allergene Potenz zugeschrieben, sondern außerdem wird dieses hydrophile Monomer u.a. für eine herabgesetzte hydrolytische Stabilität des adhäsiven Verbundes verantwortlich gemacht, die auf der Bindung von sehr kleinen,

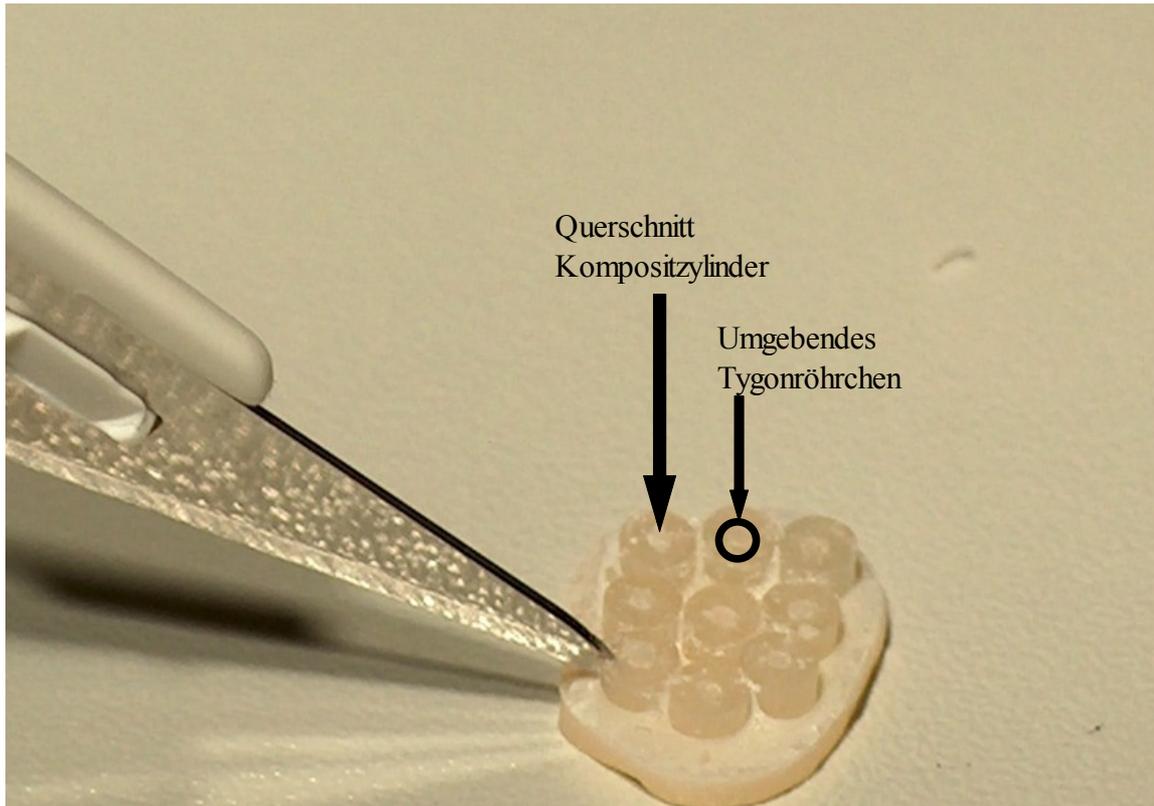
nicht evaporierbaren Wassermengen an dieses Monomer beruht (DE MUNK et al., 2005; VAN MEERBEEK et al., 2006). Durch das Entfernen dieses Monomers aus dem Adhäsivsystem sollten also die Degradationserscheinungen, insbesondere unter Bedingungen wie dem hier gewählten Versuchsaufbau, verhindert werden, wobei jedoch schlechtere Eigenschaften bei der Monomerinfiltration in die Hybridschicht zu befürchten sind. Aus diesem Grund stellt G-Bond für diesen Versuch ein interessantes Produkt dar, dessen Eigenschaften im Vergleich mit HEMA-haltigen Systemen zu beurteilen sind.

Die ausgewählten Adhäsivsysteme beinhalten also sowohl bewährte Produkte wie auch neue Entwicklungen. Bei der Vielzahl von am Markt verfügbaren Adhäsivsystemen, insbesondere der Generation 2B, muss aus Gründen der Durchführbarkeit der Untersuchung jedoch auf eine sehr reduzierte Zahl von Systemen zurückgegriffen werden. Die in dieser Studie verwendeten Produkte erscheinen sowohl aufgrund ihrer klinischen Bewährung, wie auch ihrer materialtechnischen Eigenschaften als geeignete Untersuchungsobjekte.

### **5.1.3 Probenlagerung und Herstellung**

Die extrahierten Zähne wurden in mehreren zahnärztlichen Praxen über einen Zeitraum von einigen Wochen eingesammelt. Zur Lagerung wurden den Praxen Gefäße mit 0,1%iger, antimykotisch wirkender Thymollösung zur Verfügung gestellt, um ein Austrocknen der Zähne zu verhindern. Bis zur weiteren Verarbeitung der Zähne wurden sie bei ca. 8°C weiter in 0,1%iger Thymollösung gelagert. Bei der nachfolgenden Herstellung der Dentinscheiben bzw. Schmelzscheiben wurde darauf geachtet, dass es auch bei diesen Arbeitsschritten zu keiner artifiziellen Schädigung der Zahnhartsubstanzen kam. Aus diesem Grund erfolgte das Herausschneiden der jeweiligen Scheiben aus dem Zahn mit Hilfe eine unter Wasserkühlung arbeitenden Niedriggeschwindigkeitssäge. So kann eine thermische Schädigung insbesondere der organischen Dentinstrukturen verhindert werden. Auch bei der nachfolgenden Oberflächenbearbeitung mit Siliziumcarbid-Schleifpapier stellte die Wasserkühlung niedrige Proben Temperaturen sicher. Bis zur Herstellung der Komposit-Zylinder auf den jeweiligen Probenkörpern wurden diese für mindestens 24 Stunden in destilliertem Wasser bei 8°C gelagert.

Zur Probenherstellung wurden die Dentin- und Schmelzscheiben jeweils einzeln aus den Behältnissen entnommen und das überschüssige Wasser mit sanftem Luftstrom entfernt. Die Applikation des jeweiligen Adhäsivsystems erfolgte durch ein und dieselbe Person gemäß Herstellerangaben unter exakter Einhaltung der angegebenen Zeiten mittels Stoppuhr. Herstellungsbedingte Fehler, die von unterschiedlichen Behandlern, nicht eingehaltenen Verarbeitungszeiten, suboptimalen Verarbeitungsbedingungen o.ä. stammen, können somit für das gesamte Probenaufkommen nahezu ausgeschlossen werden. Das Befüllen der Tygon-Röhrchen mit Komposit stellte den schwierigsten Teil der Probenherstellung dar, da diese lediglich über einen bei der Positionierung auf dem nicht ausgehärteten Adhäsiv aufgeworfenen Überschuss an den Dentin- und Schmelzscheiben hafteten. Dieser Verbund löste sich während des Befüllens der Innenlumina der Tygonröhrchen sehr leicht, was dann zum Verwerfen des entsprechenden Zylinders führte. Auch wurden Zylinder beobachtet, in denen aufgrund kapillärer Wirkungen übermäßig dicke Adhäsivschichten festzustellen waren. Einige Autoren berichten im Zusammenhang mit solchen Phänomenen, dass es zu einem umgekehrt proportionalen Zusammenhang zwischen der Adhäsivschichtstärke und der Haftkraft des Komposites kommt (ZHENG et al., 2001; BITTENCOURT et al., 2008). Dies wird zurückgeführt auf eine schlechtere Stressabsorptionswirkung und Problemen bei der Lösungsmittelveaporation. Aus diesem Grund wurden auch Tygon-Röhrchen, welche eine solch makroskopisch feststellbare, überbreite Adhäsivschichtstärke aufwiesen, ebenfalls nicht in die Untersuchung mit einbezogen. Nichtsdestotrotz ist davon auszugehen, dass innerhalb der Tygon-Röhrchen, durch das Anpressen auf die nicht polymerisierte Adhäsivschicht, eine größere Schichtstärke des Adhäsivs erreicht wurde, als dies unter optimalen Bedingungen der Fall ist. Eine entsprechende Kompromittierung des adhäsiven Verbundes wie oben beschrieben scheint also möglich. Vor dem Einbringen der Proben in das Lagerungsmedium wurden die Tygon-Röhrchen um die ausgehärteten Komposit-Zylinder durch seitliches Auftrennen entfernt (Abb. 45). Diese Maßnahme wurde mit einem scharfen Skalpell durchgeführt, um Belastungen auf den innen liegenden Kompositzylinder so gering wie möglich zu halten. Jedoch konnte bei diesem Arbeitsschritt aufgrund des Versuchsaufbaus eine horizontale Krafteinwirkung nicht vermieden werden.



*Abbildung 45: Dentinscheibe mit 9 Kompositzylindern in den Tygonröhrchen; Entfernen der Tygonröhrchen mittels Skalpell*

#### **5.1.4 Probenlagerung während der Versuchsdauer**

Sowohl die Dentin- als auch die Schmelzproben wurden nach Fertigstellung für sechs Monate in humanen Speichel eingelagert. Der Speichel wurde während der Lagerungsdauer im 7-Tagesrhythmus bei sämtlichen Proben gewechselt. Die Lagerungstemperatur betrug über sechs Monate konstant 37°C.

Die schweren Bestandteile des Speichels wie Zellen, Zellreste, Bakterien und Muzine wurden vor Einlagerung bei -80°C durch Zentrifugieren entfernt. Ziel der Lagerung war es, die natürlichen Bedingungen der Mundhöhle möglichst gut zu simulieren. In vielen Versuchen wird hierzu entweder destilliertes Wasser oder künstlicher Speichel verwendet. Außer diesen beiden Medien werden noch mehrere andere von verschiedenen Forschungsgruppen eingesetzt. Es zeigt sich jedoch, dass die Materialeigenschaften der Zähne, z.B. durch Lagerung in Thymol herabgesetzt werden und die zu messenden Haftkraftwerte sinken (TITLEY et al., 1998). Da in dieser Untersuchung die ermittelten Haftkräfte jedoch nicht mit externen Untersuchungen verglichen werden sollen, sondern

lediglich Vergleiche der absoluten Werte innerhalb der Versuchsreihe vorgenommen werden, spielt die nur während der Zahnaquirierung durchgeführte Thymollagerung eine untergeordnete Rolle bezüglich der Verwertbarkeit der gewonnenen Ergebnisse.

Für die Probenlagerung in humanem Speichel während der sechs-monatigen Versuchsdauer sprechen Untersuchungen, die dem Speichel und den darin enthaltenen Enzymen degradationsfördernde Wirkungen nachweisen konnten. Zum einen konnte die Aktivität von unspezifischen Speichelhydrolasen festgestellt werden, welche gegenüber Polymeren mit Etylenglykolgruppen die größte Aktivität aufwiesen (MUNKSGAARD et FREUND, 1990). Zum anderen konnte auch nachgewiesen werden, dass insbesondere die Pseudocholesterin-Esterase und die Cholesterin-Esterase, welche nachweislich in der Lage sind, Matrix-Bestandteile moderner Kompositsysteme zu spalten (SANTERRE et al., 1999), in ausreichend hoher Aktivität im Speichel vorliegen, um ihre hydrolysierenden Eigenschaften gegenüber dem Komposit zu entfalten (FINER et al., 2004).

Um auf die Komposit-Dentin-Interaktionszone einen möglichst großen enzymatischen, degradativ wirkenden „Stress“ aufzubauen und während der Versuchsdauer auch aufrecht zu erhalten, erscheint die Verwendung von humanem, wöchentlich erneuertem Speichel sinnvoller und wirksamer als die Verwendung gängiger Lagerungsmedien wie destilliertem Wasser.

### **5.1.5 Testverfahren und Testdurchführung**

Bisher gibt es keine international einheitlichen Vorgaben und keine industriellen Standards zur Untersuchung der Haftfestigkeitswerte von Dentinadhäsiven. Eine Vielzahl unterschiedlicher Methoden zur Messung dieser Haftwerte werden deshalb in der Literatur beschrieben und von verschiedenen Forschergruppen zur Beurteilung der verschiedenen Adhäsivsystemen angewandt. Diese Methoden unterscheiden sich dabei sowohl im Belastungsmodus der Zahn-Adhäsiv-Grenzschicht, als auch den getesteten Größendimensionen. Ein gravierender Mangel dieses Zustandes sind die daraus resultierenden, zwischen den Forschungsgruppen nicht vergleichbaren Untersuchungsergebnisse. Selbst bei gleichen Untersuchungsverfahren sind die Ergebnisse häufig auch deshalb nicht miteinander vergleichbar, da schon geringste Unterschiede in der Probengeometrie zu großen Abweichungen in den Messergebnissen führen. Dies wird dadurch verursacht, dass nicht die tatsächliche Haftkraft der Proben an

ihrem Substrat gemessen wird, sondern die erforderliche Kraft, um ein Versagen an den durch die Proben- und Lasteinleitungsgeometrie am stärksten belasteten Stellen zu verursachen (VAN NOORT et al., 1989). Ein weiteres Problem, welches bei der Verwendung von Adhäsivsystemen mit guten Haftwerten sowohl bei den häufig verwendeten Zug-, wie auch Scherversuchen auftritt, sind Kohäsionsfrakturen im unter der Klebefläche liegenden Dentin (SANO et al., 1995). Einen solchen Fehlermodus gilt es selbstverständlich zu vermeiden, da er keine Aussage über die Haftfestigkeit des verwendeten Adhäsivsystems mehr zulässt. Dieser Grund führte zur Entwicklung eines sogenannten Mikro-Zug-Versuchs, der laut PASHLEY et al. (1999) diesbezüglich verlässliche Werte liefert. Der in dieser Untersuchung angewendete Mikro-Scher-Versuch (engl.: micro shear bond test) mit Drahtschlinge wurde erstmals durch MCDONOUGH et al. (2002) beschrieben. Aber auch bei diesem Testverfahren können die Variablen wie Probengeometrie und Testmodus starken Einfluss auf die gemessenen Ergebnisse haben, weshalb MCDONOUGH et al. empfehlen, die Verfahren zur Ergebniserzeugung präzise zu dokumentieren und die in seiner Studie gefunden, optimalen Lasteinleitungsbereiche im unteren Zehntel der Prüfkörperhöhe einzuhalten. Trotz der zahlreichen, zuvor beschriebenen Einschränkungen des in dieser Arbeit angewendeten Testverfahrens muss jedoch auch berücksichtigt werden, dass es sich um ein bewährtes Verfahren handelt, welches einfach durchzuführen ist, aufgrund der zahlreichen Einzelproben pro Probenkörper äußerst effizient mit extrahierten Zähnen umgeht und welches innerhalb der Untersuchung vergleichbare Ergebnisse liefert. Da es nicht Ziel dieser Untersuchung war, die absoluten Haftfestigkeitswerte mit fremden Werten zu vergleichen, sondern lediglich Vergleiche zwischen den mit gleichen Methoden und Instrumenten gewonnenen Ergebnissen angestellt werden sollten, kann die Art und Weise der Testdurchführung als für den Zweck angemessen erscheinen.

### **5.1.6 Kontaminationsbedingungen**

Die Kontamination einer Füllungskavität kann zu verschiedenen Zeitpunkten auftreten. Dies ist hauptsächlich dann der Fall, wenn, wie immer noch größtenteils praktiziert, ohne Kofferdam gearbeitet wird (SCHULTE ALTENROXEL, 2005). Eine Kontamination vor Beginn der Zahnhartsubstanzkonditionierung ist dabei als unproblematisch zu betrachten, da keine direkten Effekte auf die verwendeten Materialien auftreten (HITMI et al., 1999).

Somit wird deutlich, dass der in dieser Untersuchung unter Kontaminationsgruppe B angewandte Modus lediglich auf eine Beeinträchtigung der getesteten Etch&Rinse-Systeme abzielt. Auch bestätigen andere Untersuchungen den fehlenden Effekt einer vor der Säureätzung stattfindenden Speichelkontamination auf den adhäsiven Verbund (BECHER-ROSA et al., 2007)

Kritischer und somit auch wirkungsvoller scheint jedoch Kontaminationsmodus A zu sein. Die hier simulierte Kontamination während der Primer bzw. Primer-Adhäsiv-Applikation muss offensichtlich deutlichen Einfluss auf die Eigenschaften des adhäsiven Verbundes haben (BECHER-ROSA et al. 2007; HITMI et al., 1999; TOWNSEND et al., 2004).

Speichelkontaminationen zu späteren Zeitpunkten, also nach dem Aushärten des Adhäsivs, haben lediglich Auswirkungen auf den Verbund zwischen dem Adhäsiv und dem nachfolgend aufgetragenen Komposit. Da dieser Verbund nicht Gegenstand der Betrachtung sein sollte, wurde in der hier vorliegenden Untersuchung auf einen solchen Kontaminationsmodus verzichtet.

Der Speichel wurde also in den kontaminationssensitiven Phasen der Adhäsivverarbeitung zugesetzt, um eine maximale Wirkung auf den adhäsiven Verbund zu erzielen.

### **5.1.7 Auswertung der gewonnenen Ergebnisse**

In dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Untersuchungsmethoden zur Beurteilung der Eigenschaften der Adhäsivsysteme angewendet. Die mechanischen Eigenschaften wurden mittels Mikro-Scherversuchs-Apparatur ermittelt und elektronisch über ein entsprechendes Programm (Labmaster) aufgezeichnet. Der Mikro-Scherversuchstest ist neben dem Mikro-Zugversuch in fast allen materialkundlichen Veröffentlichungen zum Thema Dentinhaftung zu finden. Die statistische Auswertung erfolgte anschließend über das Statistikprogramm SPSS (SPSS Inc., Chicago, Illinois, USA) mit Ermittlung statistisch signifikanter Unterschiede zwischen den einzelnen Testgruppen und Erstellung entsprechender graphischer Ergebnisse. Bei SPSS handelt es sich um ein Statistikprogramm, welches alle Anforderungen an wissenschaftliche statistische Analysen, wie sie im Rahmen einer Untersuchung wie dieser anfallen, erfüllt (PRVAN et al., 2002).

Da bei den abgescherten Kompositproben auf eine mikroskopische Untersuchung der Frakturstelle verzichtet wurde, kann aus diesen Daten also keine Aussage darüber getroffen werden, welcher Versagensmodus vorgelegen hat. Um dennoch die insbesondere erwarteten Degradationsprozesse innerhalb der Hybridschicht beurteilen zu können, wurden separate Proben für die TEM-Analyse angefertigt, die den gleichen Lagerungsbedingungen ausgesetzt wurden, wie die Scherversuchsproben. Da im Schmelz keine Degradationsvorgänge von organischen Substanzen in bedeutendem Maße möglich sind, wurde auf die Herstellung solcher TEM-Proben verzichtet.

Die TEM-Analyse ermöglicht im Gegensatz zur REM-Analyse die direkte Abbildung der untersuchten Proben ohne die Herstellung eines Replikamodells. Die Bildqualität hängt neben den verwendeten Linsensystemen vor allem von der Herstellung der TEM-Proben ab. Je größer die Probenstärke ist, desto mehr wird der Elektronenstrahl absorbiert, was zu einer verminderten Darstellungsqualität führt. Auch hat der Ablauf der Entmineralisierung, Kontrastierung und Einbettung der Proben großen Einfluss auf die Bildqualität bzw. die Auflösung. Die vorgenommene Silberfärbung bzw. das Entmineralisieren dient dabei lediglich dem besseren Sichtbarmachen interessierender Strukturen, da die geringen Massenunterschiede der in Dentin und Komposit vorhandenen Atome nur einen schwachen Kontrast erzeugen. Um außerdem eine möglichst gleich bleibende Bildqualität zu gewährleisten, wurden alle Proben nach dem Schema in Tabelle 1 durch eine einzige Person eingebettet. Die Struktur der zu untersuchenden Proben wird dabei nicht ergebnisrelevant verändert und kann zerstörungsfrei mikroskopiert werden (URBANI, 2004; STÖHR, 2007). Die Analyse und Dokumentation erfolgte mittels einer CCD (charge-coupled-device)-Kamera. Somit lassen sich Fehler in der Auswertung vermeiden, die auf den Herstellungsprozess analoger Fotografien zurück zu führen sind (URBANI, 2004). In nahezu allen ultrastrukturellen Untersuchungen werden heute nicht nur auf dem Gebiet der Zahnmedizin TEM-Analysen eingesetzt. Die TEM-Analyse hat sich als Standarduntersuchungsmethode insbesondere bei der Untersuchung von Dentin-Komposit-Interaktionszonen etabliert.

### 5.2 Diskussion Ergebnisse

Es entspricht der allgemeinen Erwartung, dass Adhäsivsysteme, die gemäß der Herstellerangabe angewendet werden, am besten funktionieren. Außerdem entspricht es den aktuellen wissenschaftlichen Erkenntnissen, dass Etch&Rinse-Systeme den nachfolgenden Generationen bezüglich ihrer Haftkraft noch immer überlegen sind (PEUMANS et al., 2005a). Spezifisch für das Substrat Schmelz, welches den Verbund zu Kompositen über ein mikroretentives Relief der Oberfläche erzeugt, sind die veränderten Oberflächeneigenschaften. Die vergrößerte Oberfläche und die bessere Benetzbarkeit bzw. Reaktionsfähigkeit des säurekonditionierten Schmelzes machen es notwendig, auch hier auf eine unkontaminierte Oberfläche zu achten. Speichelproteine lagern sich bei Kontakt einer solchen konditionierten Oberfläche auf und kompromittieren den Haftverbund zu Kompositen (HELLWIG et al., 2003), indem die enthaltenen Proteine die neu entstandenen Porositäten verstopfen, bzw. für eine Herabsetzung der Oberflächenenergie sorgen (RAJAGOPAL et al., 2004) und die Benetzbarkeit der Schmelzoberfläche mit Adhäsivsystemen oder Kompositen behindern. Spezifisch für das Substrat Dentin ist die Haftung des Komposits über die Hybridschicht. Auch hier ist eine Speichelkontamination der konditionierten Oberfläche zu vermeiden, um die bereits erwähnten Effekte von Degradation sowohl des Dentin-, als auch des Komposit-Anteils zu vermeiden. Bezogen auf die in dieser Studie untersuchten Materialien sollte man also folgendes Verhalten erwarten.

1. Die Kontrollgruppen (=Kontaminationsgruppe A) sind den Kontaminationsgruppen B und C bei jedem getestetem Adhäsiv überlegen.
2. Das getestete Etch&Rinse-System ist den anderen getesteten Adhäsiven überlegen oder zumindest gleichwertig.

#### 5.2.1 Diskussion der Ergebnisse innerhalb der Testgruppen

##### 5.2.1.1 Diskussion der Ergebnisse auf Schmelz

Für das Produkt Optibond FL fällt auf, dass es auf dem Substrat Schmelz zwischen keiner der getesteten Kontaminationsgruppen einen signifikanten Unterschied gab. Dieses Ergebnis steht im Widerspruch zu den erwarteten Ergebnissen und im Widerspruch zu dem, was uns das Verständnis der Vorgänge des Schmelzbonding lehrt. Die Effekte von Speichel auf säurekonditionierten Schmelzoberflächen sind seit langem bekannt und wissenschaftlich belegt (XIE et al., 1993; RAJAGOPAL et al., 2004) und

beziehen sich meistens auf die negativen Eigenschaften der in dieser Studie teilweise aus dem Speichel entfernten Proteine. Die negative Beeinflussung des Haftverbundes durch Speichelkontamination sowohl bei Anwendung der Säure-Ätz-Technik als auch bei selbstätzenden Adhäsiven wurde bereits ebenfalls beschrieben (PASCHOS et al., 2007). Trotzdem stehen die hier gefundenen Ergebnisse im Einklang mit anderen Untersuchungen, insbesondere aus der Kieferorthopädie. In diesem Fachbereich wird aufgrund der Aufgabenstellung besonders intensiv am Verhalten der Schmelzhaftung unter Kontaminationsbedingungen geforscht. Die hierbei gefundenen Ergebnisse bestätigen das in dieser Untersuchung festgestellte Verhalten. Insbesondere Bondingmaterialien, die hydrophile Monomere wie HEMA enthalten, zeigen keine signifikanten Unterschiede in der Scherhaftung nach Speichelkontamination. Lediglich Blutkontamination führte zu statistisch signifikanten Unterschieden. Für Bondingmaterialien, die lediglich hydrophobe Monomere enthalten, konnte jedoch ein deutlicher Abfall der Scherhaftung nach Speichelkontamination festgestellt werden (FALTERMEIER et al., 2007). Als zugrunde liegender Mechanismus wird vermutet, dass es durch die Beteiligung des hydrophilen HEMA den hydrophoben Anteilen des Adhäsivs ermöglicht wird, durch Wasser bzw. Speichel zu diffundieren, im Kontakt mit der kontaminierten Substratoberfläche kleinere dihedrische Winkel (Kontaktwinkel) zu bilden und so die kontaminierte Oberfläche besser zu benetzen. Der negative Effekt der Speichelproteine auf die Benetzbarkeit der Oberfläche und somit auf den Haftverbund scheint in diesem Zusammenhang vernachlässigbar (FALTERMEIER et al., 2007; RAJAGOPAL et al., 2004; ITHO et al., 1999). Entsprechend dieses Mechanismus weisen auch die HEMA-haltigen Adhäsive SE-Bond und Tri-S-Bond in der Kontrollgruppe keine besseren Ergebnisse auf als in der Kontaminationsgruppe. Nur spekuliert werden kann über den der Tatsache des besseren Abschneidens der Tri-S-Bond-Kontaminationsgruppe zugrunde liegenden Mechanismus. Keine Studie konnte bisher eine Verbesserung der Hafteigenschaften durch Speichelkontamination feststellen. Vorstellbar wäre jedoch eine Verbesserung der Ätzwirkung durch das zur Verfügung stellen von mehr Wasser, welches in All-in-one-Adhäsiven essentiell zur Dissoziation der sauren Monomere benötigt wird. Umgekehrt könnte dies also bedeuten, dass auf getrocknetem Schmelz zu wenig Wasser zur Verfügung steht, bzw. der Schmelz Wasser aus dem Adhäsiv aufnimmt, welches somit den sauren Adhäsivanteilen nicht mehr als Dissoziationspartner zur Verfügung steht und somit die Ätzwirkung kompromittiert wird.

Ähnliche Phänomene wurden in umgekehrter Weise auf Dentin festgestellt, wobei beobachtet werden konnte, dass wasserfreie, selbststän­dige Adhäsive aufgrund von im Dentin vorhandenem Wasser dennoch eine Ätzwirkung erzielen konnten, obwohl dies chemisch ohne Wasser gar nicht möglich ist (HIRAISHI et al., 2005). So scheint auf Schmelz als Substrat, wo eine alleinige mechanische Retention stattfindet, die Ätzwirkung des Adhäsivs die einzige Variable zu sein, welche durch Speichel positiv beeinflusst werden kann. Im Übrigen muss auch berücksichtigt werden, dass der verwendete proteinreduzierte Speichel zwar auch eine Pellikel bildet, diese aber in ihrer Schichtstärke nicht die Maße der Pellikel von Vollspeichel erreicht. Somit muss also zumindest mit einem reduziertem negativen Effekt auf die Haftfestigkeiten gerechnet werden.

Diese Überlegungen sollten analog auch für das ebenfalls der Gruppe 2B angehörende Adhäsiv G-Bond gelten. Hier zeigen sich jedoch erneut keine signifikanten Unterschiede der Schmelzhaftung, obwohl der gleiche Mechanismus vermutet werden könnte. Erklärlich wird dies dadurch, dass G-Bond bereits einen hohen Wasseranteil von 20 % besitzt, während Tri-S-Bond einen deutlich geringeren Wasseranteil besitzt (SICHERHEITSDATENBLÄTTER). Somit dürfte G-Bond wesentlich unempfindlicher auf Änderungen seines Wassergehalts reagieren als Tri-S-Bond.

### **5.2.2 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin**

#### **5.2.2.1 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin für Optibond FL**

Ein den Erwartungen entsprechendes Ergebnis lieferte das Produkt Optibond FL auf Dentin. So schniedete die Kontaminationsgruppe C signifikant schlechter ab, als die Kontroll- bzw. Kontaminationsgruppe B. Als Gründe für das schlechtere Abschneiden werden in der Literatur mehrere Mechanismen genannt. Zum einen entsteht durch die Mischung des Primers 1:1 mit Speichel eine verdünnte Lösung des Primers, in der sich alle Komponenten nicht mehr in der vom Hersteller vorgesehenen Konzentration befinden. Dieser Verdünnungseffekt hat entscheidenden Einfluss auf die Eigenschaften des Primers. Laut WANG et al. (2002) hat ein geringer Lösungsmittelanteil, wie er außer durch Verdunstung auch z.B. durch Verdünnung entstehen kann, eine schlechtere Penetration des durch Phosphorsäureätzung freigelegten Dentin-Kollagenflechts zur Folge. Dies führt WANG ursächlich auf eine größere Viskosität der Monomere und auf eine schlechter wasserersetzende Funktion des Lösungsmittels (Ethanol) zurück. Er

vermutet, dass die Menge des Lösungsmittels nicht mehr ausreicht, um das gesamte im Kollagennetzwerk vorhandene Wasser zu ersetzen und somit eine suffiziente Monomerinfiltration zu ermöglichen. Der von ihm festgestellte optimale Lösungsmittelanteil liegt bei ungefähr 30% Ethanol. Da auch das Produkt Optibond FL Ethanol als Lösungsmittel verwendet, sind die Ergebnisse von WANG auch in der hier vorliegenden Studie anwendbar. Eine Bestätigung dieser Theorie findet sich auch in den angefertigten TEM-Bildern. Vergleicht man die Abbildungen 13 und 14 der Kontrollgruppe mit den Abbildungen 15 und 16 der Kontaminationsgruppe C, so fällt der deutlich gewellte Verlauf der Infiltrationsfront der Hybridschicht in Kontaminationsgruppe C im Vergleich zur absolut geradlinigen Infiltrationsfront der Kontrollgruppe auf. In den Abbildungen 15 und 16 kommt es tatsächlich zu einer unvollständigen Infiltration des durch die Phosphorsäureätzung freigelegten Kollagengerüsts und in der Folge der TEM-Probenverarbeitung dann zu einer Demineralisation der Hybridschicht, was sich letztlich in einer deutlich schwächeren Elektronendichte äußert.

Des Weiteren führt der durch die Mischung mit Speichel erhöhte Wassergehalt des Primers zu Problemen mit der Evaporation. Durch den nur zarten Luftstrom zur Verdunstung des Lösungsmittels bleibt überschüssiges Wasser zurück, welches die Polymerisation des nachfolgend aufgetragenen Adhäsivs behindert, zur Lösung des Kunststoffes führt, das Auftreten von starken Formen der Nanoleakage begünstigt und somit die mechanischen Eigenschaften des Adhäsivs kompromittiert (KOSHIRO et al., 2005; HASHIMOTO et al., 2006). Durch das Vorhandensein überschüssigen Wassers werden die allgemeinen Mechanismen der Kollagendegradation verstärkt, da sowohl schlechte Infiltration als auch mangelnde Polymerisation zu den die Degradation erst ermöglichenden, nackten Kollagenfibrillen führen. Außerdem wurden Phänomene wie Mizellenbildung und fehlende Integrität der Hybridschicht beobachtet (TAY et al. 1996a/b). Auch diese Phänomene lassen sich teils deutlich in den TEM-Bildern nachweisen. So kann man in Abbildung 19 eine deutlich kompromittierte, von großen Fehlstellen durchsetzte Hybridschicht erkennen. Der in Abb. 20 erkennbare Abriss scheint jedoch artifizieller Natur zu sein, oder zumindest durch ein Mikrotomschärfe induziert zu sein, da der im Tubuli befindliche Komposit-Zapfen an der Stelle mit dem größten Durchmesser nahezu gerade durchtrennt wurde.

Zusätzlich wird der adhäsive Verbund noch durch die im Speichel vorhandenen Enzyme geschwächt. Durch diese Vielzahl von negativen Faktoren erklärt sich folglich auch das schlechtere Abschneiden der Kontaminationsgruppe C im Vergleich mit den Gruppen A und B. Über die Ursache des besseren Abschneidens der Kontaminationsgruppe B im Vergleich zur Kontrollgruppe A kann hingegen nur spekuliert werden. Als einzig plausible Möglichkeit kommt ein Übertrocknen des Dentins nach der Phosphorsäureätzung durch den Probenhersteller in Frage. Dieses Übertrocknen führt zum Kollaps des Kollagengeflechts und zu einer deutlich verschlechterten Hybridschichtbildung. Im Gegensatz zur Kontrollgruppe A wäre bei Kontaminationsgruppe B ein Rückbefeuchten des Dentins durch den Speichel denkbar, das auch den anschließenden adhäsiven Verbund positiv beeinflusst. Im Übrigen liegt die Irrtumswahrscheinlichkeit beim Vergleich der Kontrollgruppe A und Kontaminationsgruppe B von Optibond FL auf Dentin mit  $p=0,047$  nahe an der gewählten Signifikanzgrenze von  $p=0,05$ .

### **5.2.2.2 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin für SE-Bond**

Viel weniger anfällig gegenüber Speichelkontamination scheint das Produkt SE-Bond auf Dentin zu sein. Hier ergibt sich zwischen allen getesteten Gruppen kein signifikanter Unterschied in der gemessenen Haftkraft. Dieses Ergebnis entspricht den Erwartungen zumindest für Kontaminationsgruppe B, da das Verunreinigen der Dentinoberfläche mit Speichel bereits vor dem ersten Verarbeitungsschritt des Adhäsivs stattfindet und somit nach erfolgter Entfernung der Speichelkontamination keine negativen Einflüsse mehr auf den adhäsiven Verbund zu erwarten sind. Ein Effekt wäre nur nach vorheriger Phosphorsäureätzung zu erwarten. Nicht den Erwartungen entspricht die Tatsache, dass auch die Mischung des Primers mit Speichel unveränderte Haftkräfte liefert. PARK et al. (2004) testeten ebenfalls das Adhäsiv SE-Bond und fanden heraus, dass eine Speichelkontamination nach Primerapplikation zu schlechteren Haftwerten führt und nur durch erneute Primerapplikation nach Trocknung zu verhindern ist. Beachtung sollte jedoch die Tatsache finden, dass in der zitierten Untersuchung unveränderter humaner Speichel verwendet wurde, während in der hier vorliegenden Untersuchung ein zentrifugierter, proteinreduzierter Speichel verwendet wurde. Offensichtlich führt also das Verdünnen der Primers zu keinem starken Abfall der Ätzwirkung und zu keiner starken Kompromittierung der Hybridschichtbildung. Eine mögliche Erklärung liefert

u.a. die Tatsache, dass alle Anteile des Primers stark hydrophil sind, Wasser als Lösungsmittel eingesetzt wird und somit ein zusätzliches Einbringen von Wasser/Speichel lediglich Einfluss auf den pH-Wert des Primers und somit auf die Infiltrationstiefe hat und nicht auf die Qualität der entstehenden Hybridschicht. Außerdem wird laut Herstellerangabe die Zahnoberfläche solange mit einem zarten Luftstrom getrocknet, bis alle flüchtigen Anteile evaporiert sind, somit also auch das überschüssige Wasser, womit auch negative Auswirkungen auf den anschließenden Bondingschritt vermieden werden. Diese Vermutungen werden jedoch von den TEM-Bildern nur teilweise gestützt. So konnte bei der Dicke der Hybridschicht kein deutlicher Unterschied zwischen der Kontrollgruppe und der Kontaminationsgruppe C festgestellt werden. Jedoch erschien die Hybridschicht bzw. die Kollagenfibrillen in den Kontaminationsgruppen teilweise unruhiger und ungleichmäßiger als in der Kontrollgruppe. Dies könnte jedoch auch auf die Inhomogenität des Substrats Dentin zurück zu führen sein. Ebenfalls konnten Einlagerungen von kleinen Wasseranteilen in die Primerschicht beobachtet werden (Abb. 23). Jedoch waren diese beiden Erscheinungen eher selten in den Proben der Kontaminationsgruppen zu finden und scheinen aufgrund ihrer Häufigkeit einen eher unbedeutenden Einfluss auf den Haftverbund darzustellen. Über die Gesamtheit aller Proben der Kontaminationsgruppe C des SE-Bonds betrachtet fällt es schwer, regelmäßig auftretende Unterschiede zur Kontrollgruppe festzustellen. Im Übrigen wurde bereits mehrfach über den dauerhaft gleichmäßigen Verbund insbesondere für SE-Bond berichtet. Dauerhaft gleichmäßig meint in diesem Zusammenhang, dass auch bei Schutz des Komposit-Dentin-Verbundes durch einen Komposit-Schmelz-Verbund eine gleichmäßige Alterung des Komposit-Dentin-Verbundes auftritt. Dies bedeutet, dass die bei allen Adhäsivtypen messbare Degradation (HASHIMOTO et al., 2001; REIS et al., 2004) speziell beim Produkt SE-Bond keiner Variation unterliegt. Als Grund hierfür, als auch für das bessere Abschneiden der 2-Schritt-Self-Etch-Adhäsive im Vergleich mit den 1-Schritt-Self-Etch-Adhäsive, wird die hydrophobe Adhäsivschicht genannt, die dem hydrophilen Primer überlagert wird. Dadurch wird wahrscheinlich eine Wasseraufnahme in die Hybridschicht zumindest verlangsamt und somit die Entwicklung von Degradationserscheinungen gebremst (REIS et al., 2004; REIS et al., 2008). Dies wäre auch eine Erklärung für das durch die Speichelkontamination des Primers unbeeinflusste Verhalten von SE-Bond in der hier vorliegenden Arbeit. Denn selbst wenn vermehrt das Phänomen der Nanoleakage

auftritt, so ist dennoch eine ausreichende Wasserdiffusion notwendig, um die Degradationsvorgänge zu begünstigen. Dies scheint jedoch bei unbeeinflusster, hydrophober Adhäsivschicht nur in geringem Ausmaß möglich, wodurch auch die gefundenen Ergebnisse für SE-Bond erklärlich werden.

### 5.2.2.3 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin für Tri-S-Bond

Erwartungsgemäß fallen jedoch die Ergebnisse für die 1-Schritt-Self-Etch-Adhäsive Tri-S-Bond und G-Bond aus. Diese zeigten den erwarteten signifikanten Abfall der Haftfestigkeit für die Kontaminationsgruppe C gegenüber der Kontrollgruppe A bzw. der Kontaminationsgruppe B und keine signifikanten Unterschiede zwischen der Kontrollgruppe A (Kontaminationsgruppe A) und der Kontaminationsgruppe B. Neben den bereits dargestellten Einflüssen von Wasser und Speichel auf die Dentindegradation scheint es bei dieser Produktgruppe und besonders beim Produkt Tri-S-Bond zu weiteren, systemimmanenten Problemen zu kommen. In allen TEM-Bildern sowohl der Kontroll- als auch der Kontaminationsgruppen konnte eine deutliche Zweischichtung der Adhäsivschicht beobachtet werden, obwohl es sich beim Tri-S-Bond um ein nur einmalig aufgetragenes, einphasiges Produkt handelt. Es wurde berichtet, dass insbesondere die 1-Schritt-Systeme aufgrund ihrer komplexen Gemische aus hydrophilen und hydrophoben Stoffen zur Entmischung neigen (VAN LANDUYT et al 2005; TAY et al 2001 und 2002). Jedoch wird von anderen Autoren berichtet, dass es bei diesen Entmischungen der Produkte häufig zur Tröpfchenbildung innerhalb der Adhäsivschicht kommt. Dieses Phänomen konnte jedoch in den vorliegenden Kontrollgruppen-Proben des Tri-S-Bond nicht in den beschriebenen Formen beobachtet werden. Vielmehr scheint es sich um das morphologisch leicht veränderte Korrelat der sauerstoff-inhibierten Adhäsivschicht zu handeln, da die obere Schicht völlig geradlinig und homogen von der unteren, zum Dentin gelegenen Schicht abgegrenzt ist. Alternativ bietet sich als Erklärung noch eine vom Hersteller propagierte Einstellung eines Gradienten von hydrophilen und hydrophoben Monomeren innerhalb des Adhäsivs an, was jedoch dem Phänomen der Entmischung recht nahe kommt. Gegen einen solchen Gradienten spricht allerdings die deutlich sichtbare, scharfe Abgrenzung zwischen beiden Schichten. In den Proben der Kontaminationsgruppe C des Tri-S-Bond kommt es jedoch zu einem Phänomen, das auch VAN LANDUYT et al. (2007) in exakt gleicher Form beobachtet haben. Die Bildung kleiner Tröpfchen entlang der Kontaktfläche zwischen Adhäsiv und Komposit, die für

einen signifikanten Abfall der gemessenen Haftkräfte verantwortlich sind. In einigen Proben der Kontaminationsgruppe C kann sogar im TEM-Präparat ein Abriss des Komposits vom Adhäsiv ausgehend von dieser Tröpfchenlinie beobachtet werden (Abb. 33-36). Die Ursache dieser Tröpfchenbildung ist laut VAN LANDUYT et al. jedoch keine Entmischung von Adhäsivkomponenten, sondern die Ansammlung von Wasser, welches aus dem Dentin über Diffusion bzw. Osmose dort hin gelangt. Dieser Effekt hängt in seiner Stärke entscheidend davon ab, wie lange die Polymerisation des Komposits nach Applikation verzögert wird. Offensichtlich führt das Mischen des Adhäsivs mit Speichel zu einer Beschleunigung dieses Effekt, bzw. liefert der Speichel dieses Wasser sofort, das sich dann im „hyperosmolaren Bereich der Sauerstoffinhibitionsschicht“ (VAN LANDUYT et al., 2007) ansammelt. Hyperosmolar deshalb, weil sich dort ein Überschuss an unpolymerisierten Monomeren und ein Unterschuss an Wasser im Vergleich zum Dentin befindet, so dass freies Wasser sich immer dort sammelt. Der Zusammenhang zwischen dieser Tröpfchenansammlung und der verminderten Haftkraft im Scherversuch scheint offensichtlich, da, wie bereits beschrieben, diese Linie Ausgangspunkt mehrerer Abrisse ist. Besondere Beachtung gebührt den in den Abbildungen 27 und 29-32 festgestellten Einlagerungen. Hier ließen sich zum einen Silberansammlungen erkennen, aber auch weniger elektronendichte Objekte, die erkennbar kein Silber enthalten. Hierbei könnte es sich entweder um Füllkörper handeln oder aber um den Ausdruck des Entmischungsphänomens in Form von Ansammlungen der hydrophoben Monomere. Ebenfalls denkbar wäre eine Mizellenbildung durch Speichelproteine, zumindest in der Kontaminationsgruppe. Unabhängig davon, welche Erklärung zutreffend ist, so zeigt sich jedoch, dass die Eigenschaften dieses Produkts zu negativen Effekten innerhalb der Hybridschicht bzw. der Adhäsivschicht führen.

### **5.2.2.4 Diskussion der Ergebnisse auf Dentin für G-Bond**

Das Verhalten des G-Bond ist aufgrund seiner chemischen Zusammensetzung jedoch anders zu beurteilen. Alleinstellungsmerkmal dieses Adhäsives ist der Verzicht auf HEMA bei seinen einzelnen Bestandteilen. Dies kann dazu führen, dass bei unsachgemäßer Verarbeitung, d.h. nicht ausreichend starkem Luftstrom von 10 sec. vor dem Polymerisieren des Adhäsivs, eine Durchsetzung der Adhäsivschicht mit Wassertröpfchen verschiedener Größenklassen entsteht (VAN LANDUYT et al., 2005

und 2007; VAN MEERBECK et al., 2006). Dieses Phänomen ist in den TEM-Aufnahmen der Kontrollgruppen nur in schwacher Form zu beobachten (Abb. 39 und 40) und bei weitem nicht so dramatisch wie z.B. von VAN MEERBECK et al. (2006) gezeigt. Die Ursache der starken Wassertröpfchenbildung liegt im Verzicht auf HEMA. Dieses hydrophile Monomer ist bei anderen Adhäsivsystemen u.a. dafür verantwortlich, dass freies Wasser im Adhäsiv gelöst bleibt und nicht ausfällt. Diese Funktion entfällt bei G-Bond. Laut Hersteller und Wissenschaft wird durch Phasenseparation frei werdendes Wasser durch den starken Luftstrom vor der Polymerisation verdunstet. Dieser Effekt sollte theoretisch auch evtl. vorhandenes, überschüssiges Wasser aus dem Speichel verdunsten lassen und so negative Einflüsse auf den Haftverbund verhindern. Die TEM-Bilder liefern hierzu widersprüchliche Informationen. Zum einen konnten keine größere Wasseransammlungen in allen Kontaminationsproben beobachtet werden. Zum anderen fanden sich ähnliche kleine Ansammlungen von Wasser entlang der Hybridschicht (Abb. 43), wie sie auch in den Kontrollgruppen zu beobachten waren (Abb. 40). Außerdem scheint die Hybridschicht weniger dicht (Abb. 41). Dass es zu Veränderungen durch die Speichelkontamination kommt, ist um so deutlicher, als dass die Haftwerte der Scherversuche ein signifikant schlechteres Abschneiden der Kontaminationsgruppe C gegenüber der Kontrollgruppe wie auch der Kontaminationsgruppe B zeigen. Spekuliert werden muss nun jedoch über die Ursache des schlechteren Abschneidens. Ein Ausdruck der schlechteren Verbundqualität findet sich in Abb. 44, in der als einziger Aufnahme ein Abriss entlang der Hybridschicht beobachtet werden kann. Dieser Riss geht aus von einer Ansammlung von Wassertröpfchen in unmittelbarer Nähe der Hybridschicht. Ausgeschlossen scheint aufgrund der vorliegenden TEM-Bilder ein Phänomen, ähnlich dem des Tri-S-Bonds, da hier keine entsprechenden morphologischen Korrelate gefunden werden. Außerdem wird von anderen Autoren berichtet, dass es bei G-Bond zu keinen osmotischen Ansammlungen von Wasser entlang der Komposit-Adhäsiv-Grenzschicht kommt (VAN LANDUYT et al., 2007). Zurückgeführt wird dies auf das fehlende HEMA, welches dem Wasser nicht die zügige Diffusion durch das Adhäsiv ermöglicht. So verbleiben als mögliche Ursache für den signifikanten Haftkraftabfall der Kontaminationsgruppe C noch mehrere Möglichkeiten. Zum einen kann eine schlechtere Ätzwirkung aufgrund der enormen Verdünnung des ursprünglichen Produkts für schlechter Ergebnisse verantwortlich sein. Dafür sprechen die in den TEM-Bildern zu beobachtenden zart aussehenden Kollagenfibrillen der Hybridschicht. Gleichzeitig

könnten aber diese zarten, vereinzelt Kollagenfibrillen auch Ausdruck eines stattgefundenen Degradationsprozesses sein. Außerdem gilt es zu beachten, dass die Mischung einer Vielzahl von Stoffen unterschiedlichster Eigenschaften und Hydrophilie immer noch enorme Probleme mit sich bringt. So konnte man sowohl in der Kontaminationsgruppe, als auch in der Kontrollgruppe eine deutliche Affinität der vorhandenen Adhäsivfüllkörper zur hydrophilen Seite der Adhäsivschicht beobachten. Andererseits gibt es Proben (Abb. 42), in denen es nur eine homogene Adhäsivschicht zu beobachten gab. Dies könnte ein Indiz dafür sein, dass es sich bei der meistens zu beobachteten zweiten Schicht evtl. doch nicht um das Korrelat der Sauerstoffinhibitionsschicht, sondern um eine durch Entmischung entstandene Schicht handelt. Welcher der genannten Faktoren und Mechanismen nun ursächlich für die abfallende Haftkraft der G-Bond Kontaminationsproben ist, oder ob es sich um ein multifaktorielles Geschehen handelt, das durch alle genannten möglichen Ursachen bedingt ist, kann anhand der hier gewählten Untersuchungsmethoden nicht abschließend beurteilt werden.

Deutlich wird allerdings, dass die Systeme der Gruppe 2B im Vergleich mit den Systemen der Gruppe 1A und 2A deutlich inhomogenere, mit Entmischungsphänomenen und Abrisserscheinungen durchsetzte Adhäsivschichten aufweisen. Diese Phänomene sind dabei nicht nur auf die Kontaminationsgruppen begrenzt, sondern auch in den Kontrollgruppen teilweise schon sichtbar.

### **5.2.3 Diskussion der Ergebnisse zwischen den verschiedenen Testgruppen**

#### **5.2.3.1 Diskussion der Testergebnisse auf Schmelz**

Die Testergebnisse auf Schmelz zeigten teilweise die zu erwartenden Ergebnisse. So entspricht es der in der Literatur beschriebenen Überlegenheit der „Etch&Rinse“-Systeme über die Ein-Schritt-All-in-one-Systeme, wenn das Produkt Opti-Bond FL signifikant besser abschneidet als Tri-S-Bond und G-Bond unter regelgerechten Bedingungen. Auch dass es keinen signifikanten Unterschied zwischen Opti-Bond FL und SE-Bond gab, spiegelt die bisher in anderen Untersuchungen gefundenen Resultate annähernd wider (DE MUNK et al., 2005). Erstaunlich ist es hingegen bereits, dass im Vergleich der Kontaminationsgruppen B identische Ergebnisse erzielt wurden, wie in Kontrollgruppe A. Hier würde man ein Abfall der Leistung des Etch&Rinse-Systems

erwarten, da Speichel auf geätztem Schmelz nach allgemeiner Auffassung einen negativen Einfluss auf die Haftkraft ausübt. Dass diese Auffassung nur teilweise zu zutreffen scheint, belegen die o.g. Daten aus der Kieferorthopädie (FALTERMEIER et al., 2007). Noch überraschender sind die Vergleiche zwischen den verschiedenen Produkten in der Kontaminationsgruppe C. Hier gab es mit Ausnahme des signifikant besseren Abschneidens von SE-Bond im Vergleich zu G-Bond keine signifikanten Unterschiede mehr zwischen den einzelnen Produkten. Daraus lässt sich ableiten, dass die unter normalen, d.h. nicht kontaminierten Bedingungen, überlegenen Produkte wie OptiBond FL und SE-Bond ihre Überlegenheit gegenüber den Ein-Schritt-Systemen einbüßen. Die Ursachenforschung gestaltet sich schwierig und bedürfte weitergehender Untersuchungen, insbesondere durch TEM-Bilder, um die Strukturen der Adhäsivkomponenten bzw. deren Veränderungen aufzuklären. Da sich die Adhäsion am Schmelz jedoch verglichen mit den Mechanismen des Dentins durch vergleichsweise einfache Vorgänge auszeichnet, ergeben sich nur wenige Angriffspunkte, an denen eine Kompromittierung des adhäsiven Verbunds statt finden kann. Zum einen kann durch die Speichelkontamination die Ätzwirkung des aufgetragenen Agenz verschlechtert werden, zum anderen kann durch verbleibendes Wasser die Polymerisation des anschließend aufgetragenen Adhäsivs oder Kunststoff kompromittiert werden, wodurch auch ein Haftkraftverlust zu erwarten wäre. Ebenfalls spielt die Bildung einer Pellikel auf der Schmelzoberfläche, auch bereits vor dem ersten Verarbeitungsschritt, eine bedeutende Rolle für die Benetzbarkeit des Substrates mit dem Adhäsivsystem. Die hier zugrunde liegenden Mechanismen bedürfen also zur Aufklärung weiterer Untersuchungen.

### **5.2.3.2 Diskussion der Testergebnisse auf Dentin**

Sehr unerwartet fallen die Ergebnisse auf Dentin aus. So sollte das Goldstandard-Produkt Optibond FL der Erwartung nach auch auf Dentin unter nicht kontaminierten Bedingungen die besten Leistungen erbringen. Doch die Ergebnisse des Mikro-Scherversuchs zeigten ein genau gegenteiliges Bild. Unter Standardbedingungen schnitt Optibond FL signifikant schlechter ab, als alle anderen getesteten Produkte. Zwischen allen anderen Produkten ließ sich in der Kontrollgruppe kein signifikanter Unterschied feststellen. Diese Ergebnisse scheinen umso verwunderlicher, als in der Kontaminationsgruppe B, deren Kontamination eigentlich keine Auswirkungen auf die

Haftfestigkeit haben sollte, gar keine signifikanten Unterschiede mehr feststellbar waren. Die Kontaminationsgruppe C zeigte fast identische Ergebnisse mit der Kontrollgruppe, jedoch mit dem Unterschied, dass SE-Bond im Vergleich mit allen anderen Produkten nun signifikant besser abschnitt.

Betrachtet man nur die Kontrollgruppe und die Kontaminationsgruppe B, so scheint es lediglich eine plausible Erklärung dafür zu geben, dass die Haftfestigkeit des einzigen für Speichelkontamination vor Primerapplikation anfälligen Adhäsivsystems, nämlich Optibond FL, in Kontaminationsgruppe B in Relation zu den anderen Systemen größer wurde, als dies in der Kontrollgruppe der Fall war. Die Ursache hierfür muss wohl in einem Anwendungs- bzw. Verarbeitungsfehler des techniksensitiven Optibond FL liegen. So ist es denkbar, dass das Dentin in der Kontrollgruppe nach dem Ätzen mit Phosphorsäure übertröcknet wurde und dadurch die Infiltration des Primers und folglich auch die Gesamtleistung des Adhäsivs negativ beeinflusst wurde. Ein anderer Mechanismus kommt als Erklärung kaum in Frage, da die Literatur keine Stellen aufweist, die von einer Verbesserung der Hafteigenschaften aufgrund vorhergegangener Speichelkontamination sprechen. Außerdem wird regelmäßig in vielen Studien vom besseren Abschneiden der Adhäsive der Klasse 1 A gegenüber denen der Klasse 2 B berichtet (DE MUNCK et al., 2005). Diese Ergebnisse sind also nicht in Übereinstimmung mit den in der Literatur veröffentlichten und widersprechen auch den bekannten Mechanismen des Dentin-Bondings. Die Ermittlung der genauen Fehlerquelle oder etwaiger doch noch vorhandener anderer Einflussfaktoren bedarf weiterer Untersuchungen. Anders verhält es sich hingegen mit den Ergebnissen der weniger techniksensitiven Produkten der Adhäsivklasse 2. Hier ist insbesondere das Abschneiden der Kontrollgruppe im Vergleich mit Kontaminationsgruppe C interessant. Bestätigt von den Ergebnissen der Kontaminationsgruppe B, ist unter Speichelkontamination ein signifikant besseres Abschneiden des Produkts SE-Bond zu beobachten. Offensichtlich funktioniert das Produkt der Klasse 2 A unter Kontaminationsbedingungen besser oder zeigt zumindest eine größere Toleranz gegenüber Speichelkontamination in der kritischen Phase der Primerapplikation. Bestätigt wird dies zum einen durch die kaum veränderten TEM- Bilder der SE-Bond Kontaminationsgruppe und zum anderen durch die offensichtlich durch die Speichelkontamination hervorgerufenen Integritätsprobleme des Tri-S-Bonds, die auch durch andere Studien in exakt der gleichen Form beobachtet wurden. Lediglich die TEM-Proben des G-Bonds weisen keine morphologische

Veränderungen auf, die auf ein Integritätsproblem, wie das des Tri-S-Bonds, hinweisen. Dennoch ist in Kontaminationsgruppe C ein signifikanter Haftkraftunterschied zwischen SE-Bond und G-Bond zugunsten des SE-Bonds zu messen, der beim Vergleich der entsprechenden Proben der Kontrollgruppe A nicht zu beobachten war. Dies kann wohl auf die in den TEM-Bildern der Kontaminationsgruppe C zu beobachtenden Phänomene wie schlechtere Hybridisierung und vermehrt zu beobachtende Wasser- und Silberansammlungen an der Hybridschicht zurückgeführt werden.

## 6 Schlussfolgerung

Die Arbeitshypothese, dass durch Speichelkontamination nicht lege-artis verarbeitete Adhäsivsysteme nach einer Liegedauer von 6 Monaten unter mundähnlichem Milieu einen Abfall in ihrer Haftkraft zeigen, muss zumindest partiell als widerlegt angesehen werden.

Nur die Dentintestgruppen der Adhäsive Optibond FL, Tri-S-Bond und G-Bond bestätigen die Arbeitshypothese.

Die SE-Bond Dentintestgruppen widerlegen durch ihre statistisch nicht signifikant unterschiedlichen Haftwerte die Arbeitshypothese.

Völlig im Widerspruch zur Arbeitshypothese stehen die Ergebnisse der Schmelzgruppen, bei denen entweder kein signifikanter Unterschied aufgetreten ist (Optibond FL, SE-Bond und G-Bond) oder aber die Kontaminationsgruppen signifikant besser funktionieren (Tri-S-Bond). Aufgrund der nicht angefertigten TEM-Bilder kann über den hier zugrunde liegenden Mechanismus nur mit unzureichender Genauigkeit spekuliert werden.

Die Ergebnisse der Dentingruppen und der Vergleich untereinander führen zu folgenden Schlussfolgerungen:

Nicht alle getesteten Adhäsivsysteme reagieren gleich auf Speichelkontamination. Das Produkt SE-Bond scheint durch Speichelkontamination wenig bis gar nichts an Haftkraft zu verlieren und muss daher als das Produkt der Wahl unter suboptimalen Bedingungen, wie z.B. Arbeiten ohne Kofferdam angesehen werden. Im Gegensatz zu anderen Studien ist das Produkt SE-Bond in dieser Untersuchung auch dem 3-Schritt-System Optibond FL unter optimalen Bedingungen überlegen. Ursache des Haftkraftabfalls sind nicht nur Degradationsprozesse, sondern auch mangelnde Konditionierung durch verdünnte Adhäsivkomponenten, strukturelle Probleme der Interaktionsschicht durch exzessive

Hohlraumbildung in Folge überschüssigen Wassers und produktbedingte Wasseransammlungen in für die Haftkraft sensiblen Bereichen.

Kritisch anzumerken ist, dass diese Aussagen nur für die Kontamination des Primers mit Speichel aussagefähig sind. Über die Auswirkung von Speichelkontamination zu anderen Zeitpunkten der Verarbeitung, wie vor Primerapplikation, während der Adhäsivapplikation und während des Einbringens des Komposits kann hier keine Aussage getroffen werden. Auch erfordern die teilweise überraschenden Ergebnisse auf Schmelz und auch auf Dentin sicherlich noch weitere Untersuchungen.

## 7 Literaturverzeichnis

**Abo, T., Uno, S., Sano, H. (2004):**

Comparison of bonding efficacy of an all-in-one adhesive with a self-etching primer system.  
Eur J Oral Sci 2004; 112: 286–292

**Armstrong, S.R., Keller, J.C., Boyer, D.B. (2001):**

The influence of water storage and C-factor on the dentin-resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin.  
Dent Mater 17: 268–276

**Becher Rosa, C., Nóbrega Cavalcanti, A., Mendonça Fontes, C., Mathias, P., (2007):**

Effect of salivary contamination at different steps of the bonding process on the microleakage around Class V restorations.  
Braz J Oral Sci 6 (23): 1445-49

**Biesecke, G. (2006):**

Qualitative und quantitative Untersuchungen eines selbstkonditionierenden Adhäsivsystems in vitro  
Universität Halle-Wittenberg, Dissertation

**Bittencourt Pazinato, F., Atta, M. T., (2008):**

Influence of Differently Oriented Dentin Surfaces and the Regional Variation of Specimens on Adhesive Layer Thickness and Bond Strength  
J Esthet Dent 2008; 2: 119-128

**Blunk, U. Haller, B. (1999):**

Klassifikation von Bondingsystemen  
Quintessenz 1999; 50: 1021-1033

**Bouvier, D., Duprez, J.P., Nguyen, D., Lissac, M. (1993):**

An *in vitro* study of two adhesive systems: third and fourth generations  
Dent Mater 1993; 9:365-369

**Bowen, R.L.(1965):**

Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissue IV. Bonding to dentin, enamel and fluoroapatite improved by the use of a surface active comonomer

J Dent Res 1965: 906-911

**Buonocore, M. (1955):**

A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling material to enamel surface

J Dent Res 1955: 849-853

**Buonocore, M., Wileman, W., Brudevold, F., (1956):**

A report on a resin Composition capable of bonding to human dentin surfaces

J Dent Res 1956: 846-851

**Burrow, M.F., Takakura, H., Nakajima, M., Inap, N., Tagami, J., Takatsu, T. (1994):**

The influence of age and depth of dentin on bonding

Dent Mater 1994: 241-246

**Burrow, M.F., Harada, N., Kitasako, Y., Nikaido, T., Tagami, J. (2005):**

Seven-year dentin bond strengths of a total- and self-etch system.

Eur J Oral Sci 2005: 265–270

**Cardoso, P.E.C., Placido, E., Francci, C.E., Perdigao, J. (1999):**

Microleakage of Class V resin-based composite restorations using five simplified adhesive systems

Am J Dent 1999: 291-294

**Carrilho, M.R.O., Geraldeli, S., Tay, F.R., de Goes, M.F., Carvalho, R.M., Tjäderhane, L., Reis, A.F., Hebling, J., Mazzoni, A., Breschi, L., Pashley, D. (2007):**

In vivo Preservation of the Hybrid Layer by Chlorhexidine

J Dent Res 2007: 529-533

**De Castro, F.L., De Andrade, M.F., Duarte Junior, S.L., Vaz, L.G., Ahid, F.J. (2003):**

Effect of 2% chlorhexidine on microtensile bond strength of composite to dentin.

J Adhes Dent 2003:129-138

**Causton, B.E., (1984):**

Improved bonding of composite restorative to dentine. A study in vitro of the use of a commercial halogenated phosphate ester.

Br Dent J 1984: 93-5

**Dippel, H.W., Borggreven, J.M., Hoppenbrouwers, P.M. (1984):**

Morphology and permeability of dentinal smear layer

J Prosthet Dent 1984: 657-662

**McDonough, W.G., Antonucci, J.M., He, J., Shimada, Y., Martin, Y.M., Chiang, M.Y.M., Schumacher, G.E., Schultheisz, C.R., (2002):**

A microshear test to measure bond strengths of dentin–polymer interfaces

Bio Mater 2002: 3603–3608

**Eliades, G., Palaghias, G., Vougiouklakis, G., (1990):**

Surface reactions of adhesives on dentin.

Dent Mater 1990: 208-216

**Ellakwa, A., Cho, N., Lee, I.B. (2007):**

The effect of resin matrix composition on the polymerization shrinkage and rheological properties of experimental dental composites

Dent Mater 2007: 1229-1235

**Erickson, R.L. (1989):**

Mechanism and clinical implications of bond formation for two dentin bonding agents.

Am J Dent 1989: 117-123

**Ernst, C.-P., Streicher, S., Willershausen, B. (2002):**

Marginal adaptation of selfetching adhesives in Class II cavities

J Adhes Dent 2002: 223-231

**Ernst, C.P., Holzmeier, M., Willershausen, B. (2003):**

In vitro shear bond strength of self etching adhesives.

Presented at the IADR meeting 2003, June 25-28, Gothenburg, Sweden.

**Ernst, C.P., (2004):**

Positioning self-etching adhesives: versus or in addition to phosphoric acid etching?

J Esthet Dent 2004: 57–69

**Faltermeier, A., Behr, M., Rosentritt, M., Reicheneder, C., Müßig, D. (2007):**

An in vitro comparative assessment of different enamel contaminants during bracket bonding

Eur J Orthod 2007: 559–563

**Feldmann, T. (2005):**

In-vitro-Versuche zum Einsatz von Glycerindimethacrylatphosphat als Haftvermittler

Universität Münster, Dissertation

**Finer, Y., Santerre, J.P. (2004):**

Salivary Esterase Activity and Its Association with the Biodegradation of Dental Composites

J Dent Res 2004: 22-26

**Frankenberger, R., Krämer, N., Petschelt A., (1999):**

Fatigue behaviour of different dentin adhesives

Clin Oral Invest 1999: 11-17

**Frankenberger, R. (2002):**

Zur Dauerhaftigkeit des Dentinverbunds

DZZ 2002: 154-171

**Gängler, P. (1987):**

Klinik der konservierenden Zahnheilkunde  
Berlin, Verlag Gesundheit, 258-259

**Gärtner, A. (2006):**

Untersuchung des Randschlussverhaltens von Füllungen aus Kompositmaterialien in  
approximal dentinbegrenzten Klasse-II-Kavitäten  
Universität des Saarlandes, Dissertation

**Gendron, R., Grenier, D., Sorsa, T., Mayrand, D. (1999)**

Inhibition of the activities of matrix metalloproteinases 2, 8, and 9 by chlorhexidine.  
Clin Diagn Lab Immunol 1999: 437-439

**Guertzen, W. (1989):**

Klinik der Kompositfüllung,  
München, Hanser

**Gwinnett, A.J. (1992):**

Moist versus dry dentin: Its effect on shear bond strength.  
Am J Dent 1992: 127-129

**Gwinnett, A.J. (1994):**

Dentin bond strength after air drying and rewetting.  
Am J Dent 1994: 144-148

**Haller, B. (2000):**

Recent developments in dentin bonding.  
Am J Dent 2000: 44-49

**Haller, B., Blunck, U. (2003):**

Übersicht und Wertung der aktuellen Bondingsysteme  
ZM 2003; (7): 48ff

**Hallsworth, A.S., Robinson, C., Weatherell, J.A. (1972):**

Mineral and magnesium distribution within the approximal carious lesion  
Caries Res 6: 156-168

**Hammer, M. (1997):**

Vergleich von Nd:YAG Laserkürettage und konventioneller Wurzelreinigung bezüglich  
histologischer und morphologischer Veränderungen; eine in vivo Studie.

Dissertation Marburg, Deutschland

**Hannig, M., Reinhardt, K.J., Bott, B. (1999):**

Self-etching primer vs phosphoric acid – an alternative concept for composite-to-enamel-  
bonding.

Oper Dent 1999: 172–180

**Hannig, M., Bott, B. (2000)**

Randschlussverhalten von plastischen zahnfarbenen Füllungen in dentinbegrenzten Klasse-II-  
Kavitäten

DZZ 55: 134-138

**Hannig, M., Bock, H., Bott, B., Hoth-Hannig, W. (2002):**

Inter-crystallite nanoretention of selfetching adhesives at enamel imaged by TEM.

Eur J Oral Sci 2002: 464–470

**Harnirattisai, C., Inokoshi, S., Shimida, Y., Hosoda, H. (1991):**

Penetration pattern of resin into caries affected and acid conditioned dentin.

J Adhes Dent 1991: 147-148

**Hashimoto, M., Ohno, H., Kaga, M., Endo, K., Sano, H., Oguchi, H. (2000):**

In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years.

J Dent Res 2000: 1385-1391

**Hashimoto, M., Ohno, H., Kaga, M., Endo, K., Sano, H., Oguchi, H., (2001):**

Resin-tooth adhesive interfaces after long-term function.

Am J Dent 2001: 211–215

**Hashimoto, M., Ohno, H., Sano, H., Tay, F.R., Kaga, M., Kudou, Y. (2002):**

Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage.

J Biomed Mater Res 2002: 306-311

**Hashimoto, M., Tay, F.R., Ohno, H., Sano H., Kaga, M., Yiu C., Kumagai, H., Kudou, Y., Kubota, M., Oguchi, H. (2003a):**

SEM and TEM Analysis of Water Degradation of Human Dentinal Collagen

J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater 2003; 66B: 287–298

**Hashimoto, M., Ohno, H., Sano, H., Kaga, M., Oguchi, H. (2003b):**

In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy.

Bio Mater 2003: 3795-3803

**Hashimoto, M., Tay, F.R., Svizero, N.R., Gee, A.J.D., Feilzer, A.J., Sano, H., Kaga, M. Pashley, D.H. (2006):**

The effects of common errors on sealing ability of total-etch adhesives

Dent Mater 2006: 560-568

**Hayakawa, T., Kikutake, K., Nemoto, K. (1998):**

Influence of self etching primer treatment on the adhesion of resin composite to polished dentin and enamel.

Dent Mater 1998: 99–105

**Hebling, J., Pashley, D.H, Tjäderhane, L., Tay, F.R. (2005):**

Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo.

J Dent Res 2005: 1-746

**Heidemann, D., Hellwig, E., Hickel, R., Klaiber, B., Stähle, H. (2004)**

Die Bewertung direkter Kompositerestaurationen

Zahnärztliche Mitteilungen 2004; (34)

**Hellwig, E., Klimek, J., T. Attin, T., (2003):**

Einführung in die Zahnerhaltung, 3. Auflage, Seite 162,

Urban und Fischer Verlag, München

**Hiraishi, N., Nishiyama, N., Ikemura, K., Yau, J.Y., King, N.M., Tagami, J., Pashley, D.H., Tay, F.R. (2005):**

Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin

J Dent Res 84(7):653-8

**Hitmi, L., Attal, J.-P., Derange, M., (1999):**

Influence of the time-point of salivary contamination on dentin shear bond strength of 3 dentin adhesive systems

J Adhes Dent 1: 219-232

**Holzmeier, M., (2002):**

Scherhaftuntersuchung zu selbstkonditionierenden Adhäsiven an Schmelz und Dentin im Vergleich zu klassischen Adhäsivsystemen der vierten und fünften Generation

Universität Mainz, Dissertation

**Ianzano, J.A., Gwinnet, A.J. (1994):**

Clinical evaluation of class V restorations using a total etch technique: 1-year results.

Am J Dent 1994: 207-210

**Ilie, N., Jelen, E., Clementino-Lueckmann, T., Hickel, R. (2007):**

Low shrinkage composite for dental application

Dent Mater 2007: 149-155

**Inokoshi, K., Hosoda, H., Harnirattisca, I., Shimada, Y., Tatsumt, I. (1990) :**

A study on the resin impregnated layer of dentin. Part 1: A comparative study on the decalcified and undecalcified sections and the application of argon ion beam etching to disclose the resin impregnated layer of dentin.

Jpn J Cons Dent 1990: 427

**Itoh, T., Matsuto, N., Fukushima, T., Inoue, Y., Oniki, Y., Matsumoto, M., (1999):**

Effect of contamination and etching on enamel bond strength of new light-cured glass ionomer cements

Angle Orthod 1999: 450–456

**Kaaden, C., Powers, J.M., Friedl, K.-H., Schmalz, G. (2002):**

Bond strength of self-etching adhesives to dental hard tissues

Clin oral investig 2002: 155-160

**Koshiro, K., Inoue, S., Sano, H., De Munck, J., Van Meerbeek, B. (2005):**

In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch and an etch-and-rinse adhesive.

Eur J Oral Sci 2005: 341-348

**Van Landuyt, K.L., De Munck, J., Snauwaert, J., Coutinho, E., Poitevin, A., Yoshida, Y., Inoue, S., Peumans, M., Suzuki, K., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B. (2005):**

Monomer-Solvent Phase Separation in One-step Self-etch Adhesives

J Dent Res 2005: 183-188

**Van Landuyt, K.L., Snauwaert, J., De Munck, J., Coutinho, E., Poitevin, A., Yoshida, Y., Suzuki, K., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B. (2007):**

Origin of Interfacial Droplets with One-step Adhesives

J Dent Res 2007: 739-744

**Lopes, M.B., Sinhoret, M.A.C., Correr Sobrinho, L., Consani, S. (2003):**

Comparative study of the dental substrate used in shear bond strength tests.

Pesqui Odontol Bras 2003:171-5

**Marshall, G.W. Jr. (1993):**

Dentin: Microstructure and characterisation.

Quintessence Int 1993: 606-617

**Mashuhara, E., Kojima, K., Kimura, T. (1962):**

Effects of a alkylboran on the polymerisation of methacrylat with a benzylperoxid

Dent Mater 1962: 368-374

**McLean, J.W. (1995):**

Bonding to enamel and dentin

Quintessenz Int 1995: 234

**Van Meerbeek, B., Inokoshi, S., Braem, M., Lambrechts, P. and Vanherle, G. (1992):**

Morphological Aspects of the Resin-Dentin Interdiffusion Zone with Different Dentin

Adhesive Systems

J Dent Res 1992: 1530-1540

**Van Meerbeek, B., Braem, M., Lambrechts, P., Vanherle, G. (1994):**

Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentine

J Dent 1994: 141-146

**Van Meerbeek, B., Yoshida, Y., Snauwaert, J., Hellemans, L., Lambrechts, P., Vanherle, G., Wakasa, K., Pashley, D.H. (1999):**

Hybridization effectiveness of a two-step versus a three-step smear layer removing adhesive system examined correlatively by TEM and AFM

J Adhes Dent 1999: 7-23

**Van Meerbeek, B., Vargas, S., Inoue, S., Yoshida, Y., Peumans, M., Lambrechts, P. (2001):**

Adhesives and cements to promote preservation dentistry.

Oper Dent 2001: 119-144

**Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P. (2003):**

Buonocore memorial lecture: adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges.

Oper Dent 2003: 215-235

**Van Meerbeek, B., VanLanduyt, K., DeMunck, J., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P. (2006):**

The science behind G-Bond: The unique concept of a HEMA-free adhesive

GC-Veröffentlichung 2006

**Moll, K., Park, H.-J., Haller, B., (2002):**

Bond strength of adhesive/composite combinations to dentin involving total- and self-etch adhesives

J Adhes Dent 2002: 171-180

**Müller-Schneemayer, I. (2004):**

Die Amalgamkontroverse in den Zwanziger Jahren des 20. Jahrhunderts

Dissertation 2004, München, Deutschland

**De Munck, J., Van Meerbeek, B., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Suzuki, K.,**

**Lambrechts, P., Vanherle, G. (2003):**

Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin.

J Dent Res 2003: 136–140

**De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M. and Van Meerbeek, B. (2005):**

A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results

J Dent Res 2005: 118-132

**Munksgaard, E.C., Asmussen, E. (1984):**

Bond strength between dentin and restorative resins mediated by mixtures of HEMA and glutaraldehyde.

J Dent Res 1984: 1087-9

**Munksgaard, E.C., Freund, M. (1990):**

Enzymatic hydrolysis of (di)methacrylates and their polymers

Scand J Dent Res 1990; 98: 261-7

**Mutter, J., Naumann, J., Walach, H., Daschner, F. (2005):**

Amalgam: Eine Risikobewertung unter Berücksichtigung der neueren Literatur bis 2005

Universität Freiburg i.B., Institut für Umweltmedizin und Krankenhaushygiene

**Nakabayashi, N., Masuhara, E. (1978):**

Development of adhesive pit and fissure sealants using MMA resin initiated by Tri-n-butyl borane derivat

J Biomed Mater Res 1978: 149-156

**Nakabayashi, N., Kojima, K. and Masuhara, E. (1982a):**

The Promotion of Adhesion by the Infiltration of Monomers into Tooth Substrates,

J Biomed Mater Res 1982: 265-273.

**Nakabayashi, N.; Kojima, K. and Masuhara, E. (1982b):**

Studies on Dental Self-curing Resins (24) - Adhesion to Dentine by Mechanical Interlocking,

Jpn J Dent Mater 1982: 74-77

**Nakabayashi, N., Takarada, K. (1992):**

Effect of HEMA on bonding to dentin,

Dent Mater 1992: 125-130

**Nakamichi, I., Iwaku, M., Fusayama, T., (1983):**

Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test.

J Dent Res 1983: 1076-81

**Nishitani, Y., Yoshiyama, M., Wadgaonkar, B., Breschi, L., Mannello, F., Mazzoni, A., Carvalho, R.M., Tjäderhane, L., Tay, F.R., Pashley, D.H. (2006):**

Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives.

Eur J Oral Sci 2006: 160–166

**Van Noort, R., Noroozi, S., Howard, I.C., Cardew, G. (1989):**

A critique of bond strength measurements

J Dent 1989: 61-67

**Park, J., Lee, K.C. (2004):**

The influence of salivary contamination on shear bond strength of dentin adhesive systems

Oper Dent 2004: 437-442

**Paschos, E., Westphal, J.-O., Ilie, N., Huth, K.C., Hickel, R., Rudzki-Janson, I., (2007):**

Artificial Saliva Contamination Effects on Bond Strength of Self-etching Primers

Angle Orthod 2007: 716–721

**Pashley, D.H., Michelich, V., Kehl, T. (1981):**

Dentin Permeability: Effects of Smear Layer Removal,

J Prosthet Dent 1981

**Pashley, D.H., (1990):**

Interactions of dental materials with dentin. Proceedings of Conference on Enamel-Dentin-Pulp-Bone-Periodontal Tissue Interactions with Dental Materials:

Transactions of the Academy of Dental Research. Vol. 3. Chicago (IL):

Academy of Dental Materials 1990: 55-73

**Pashley, D.H. (1992):**

Smear layer: overview of structure and function

Proceedings of the Finnish Dental Society 1992; Suomen 88 Suppl. 1, 215-224

**Pashley, D.H., Ciucchi, B., Sano, H., Horner, J.A. (1993):**

Permeability of dentin to adhesive agents.

Quintessence Int 1993: 618-631

**Pashley, D.H., Carvalho, R.M., Sano, H., Nakajima, M., Yoshiyama, M., Shono, Y.,  
Fernandes, C.A., Tay, F., (1999):**

The microtensile bond test: a review.

J Adhes Dent 1999: 299–309

**Pashley, D.H., Tay, F.R., Yiu, C., Hashimoto, M., Breschi, L., Carvalho, R.M., Ito, S.  
(2004):**

Collagen Degradation by Host-derived Enzymes during Aging

J Dent Res 2004: 216-221

**Perdigao, J., Swift, E.J., Heymann, H.O., Malek, M.A. (1998):**

Effect of a re-wetting agent on the performance of acetone-based dentin adhesives.

Am J Dent 1998: 207-213

**Perdigao, J., Van Meerbeek, B., Lopes, M.M., Ambrose, W.W. (1999):**

The effect of a re-wetting agent on dentin bonding;

Dent Mater 1999: 282–295

**Peumans, M., Kanumilli, P., De Munck, J., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., Van  
Meerbeek, B. (2005a):**

Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials

Dent Mater 2005: 864-81

**Peumans, M., DeMunck, J., VanLanduyt, K., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B.  
(2005b):**

Three-year clinical effectiveness of a two-step self-etch adhesive in cervical lesions.

Eur J Oral Sci 2005: 512–518

**Proença, J.P., Polido, M., Osorio, E., Erhardt, M.C.G., Aguilera, F.S., García-Godoy, F., Osorio, R., Toledano, M. (2007):**

Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems

Dent Mater 2007: 1542-1548

**Prvan, T., Reid, A., Petocz, P. (2002):**

Statistical Laboratories Using Minitab, SPSS and Excel: A Practical Comparison

Teaching Statistics 2002; 24 (2): 68–75

**Rajagopal, R., Padmanabhan, S., Gnanamani, J. (2004):**

A comparison of shear bond strength and debonding characteristics of conventional, moisture-insensitive, and self-etching primers in vitro

Angle Orthod 2004: 264 – 268

**Ritter, R. (2007):**

Adhesive update 2007

Dentaleconomics 2007

**Reis, A.F., Arrais, C.A.G., Novaes, P.D., Carvalho, R.M., De Goes, M.F., Giannini, M. (2004):**

Ultramorphological analysis of resin-dentin interfaces produced with water-based single-step and two-step adhesives: Nanoleakage expression.

J Biomed Mater Res B; Appl Biomater 2004: 90–98

**Reis, A.F., Giannini, M., Pereira, P.N.R. (2008):**

Effects of a peripheral enamel bond on the long-term effectiveness of dentin bonding agents exposed to water in vitro

J Biomed Mater Res B; Appl Biomater 2008: 10-17

**Sano, H., Shono, T., Sonoda, H., Takatsu, T., Ciucchi, B., Carvalho, R., Pashley, D. H. (1994):**

Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength- Evaluation of a micro-tensile bond test

Dent Mater 1994: 236-240

**Sano, H., Takatsu, T., Ciucchi, B., Russell, C.M., Pashley, D.H. (1995a):**

Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin.

J Dent Res 1995: 1093-1102

**Sano, H., Yoshiyama, M., Ebisu, M., Burrow, M.F., Takatsu, T., Ciucchi, B. (1995b):**

Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer.

Oper Dent 1995:160-167

**Sano, H., Takatsu, T., Ciucchi, B., Horner, J.A., Matthews, W.G., Pashley, D.H. (1995c):**

Nanoleakage: leakage within the hybrid layer.

Oper Dent 1995:18-25

**Sano, H., Yoshikawa, T., Pereira, P.N., Kanemura, N., Morigami, M., Tagami, J. (1999):**

Long-term durability of dentin bonds made with a selfetching primer, in vivo.

J Dent Res 1999: 906-911

**Sano, H. (2006):**

Microtensile Testing, Nanoleakage, and Biodegradation of Resin-Dentin Bonds

J Dent Res 2006: 11-14

**Santerre, J.P., Shajii L., Tsang, H. (1999):**

Biodegradation of commercial dental composites by cholesterol esterase

J Dent Res 1999: 1459-1468

**Say, E.C., Nakajima, M., Senawongse, P., Soyman, M., Özer, F., Tagami, J. (2005):**

Bonding to sound vs caries-affected dentin using photo- and dual-cure adhesives

Oper Dent 2005: 90-98

**Schneider, H. (1995):**

Konservierende Zahnheilkunde.

6. Auflage Apollonia Verlag, Linnich

**Schulte-Altenroxel, C.I. (2005):**

Kofferdam in der Zahnheilkunde

Dissertation; Uni-Bochum

**Shimada, Y., Iwamoto, N., Kawashima, M., Burrow, M.F., Tagami, J. (2003)**

Shear bond strength of current adhesive systems to enamel, dentin and dentin-enamel junction region

Oper Dent 2003: 585-590

**Stöhr, J. (2007):**

Biophysikalische Charakterisierung des Vorläufer- und Endzustandes von Fibrillen aus rekombinanten und natürlichen Prion-Proteinen

Dissertation, S. 38, Universität Düsseldorf

**Sulkala, M., Larmas, M., Sorsa, T., Salo, T., Tjäderhane, L. (2002):**

The localization of matrix metalloproteinase-20 (MMP-20, enamelysin) in mature human teeth.

J Dent Res 2002: 603-607

**Suzuki, M., Kato, H. and Wakumoto, S. (1991):**

Vibrational Analysis by Raman Spectroscopy of the Interface Between Dental Adhesive Resin and Dentin

J Dent Res 1991: 1092-1097

**Sydney-Zax, M., Mayer, I., Deutsch, D. (1991):**

Carbonate content in developing human and bovine enamel.

J Dent Res 1991: 913-916.

**Tao, L., Pashley, D.H., Boyd, L. (1988):**

Effect of different types of smear layers on dentin and enamel shear bond strengths.

Dent Mater 1988: 208-216

**Tay, F.R., Gwinnett, A.J., Pang, K.M. and Wei, S.H.Y. (1996a):**

Resin Permeation into Acid-conditioned, moist and dry Dentin: A Paradigm using Water-free Adhesive Primers

J Dent Res 1996: 1034-1044

**Tay, F.R., Gwinnett, A.J., Wei, S.H.Y. (1996b):**

The overwet phenomenon: A transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface

Am J Dent 1996: 161-166

**Tay, F.R., Gwinnett, J.A., Wei, S.H.Y., (1996c):**

Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free, acetone-based, single-bottle primer/adhesives

Dent Mater 1996: 236-244

**Tay, F.R., Gwinnett, J.A., Wei, S.H. (1998):**

Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure.

J Dent 1998: 147-156

**Tay, F.R., King, N.M., Suh, B.I., Pashley, D.H. (2001):**

Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives.

J Adhes Dent 2001: 207-225

**Tay, F.R., Pashley, D.H., Suh, B.I., Carvalho, R.M., Itthagarun, A. (2002):**

Single-step adhesives are permeable membranes.

J Dent 2002: 371-382

**Titley, K.C., Chernecky, R., Rossouw, P.E., Kulkarni, G.V. (1998):**

The effect of various storage methods and media on shear-bond strengths of dental composite resin to bovine dentine

Arch Oral Biol 1998: 305-311

**Tjäderhane, L., Larjava, H., Sorsa, T., Uitto, V.J., Larmas, M., Salo, T. (1998):**

The activation and function of host matrix metalloproteinases in dentin matrix breakdown in caries lesions

J Dent Res 1998: 1622-1629

**Tjäderhane, L., Palosaari, H., Sulkala, M., Wahlgren, J., Salo, T. (2002):**

The expression of matrix metalloproteinases (MMPs) in human odontoblasts.

In: Ishikawa, T., Takahashi, K., Maeda, T., Suda, H., Shimono, M., Inoue, T.,

Proceedings of the International Conference on Dentin/Pulp Complex 2001.

Chicago: Quintessence Publishing, 2002: 45–51

**Tjäderhane, L., Larjava, H., Sorsa, T., Uitto, V.J., Larmas, M., Salo, T. (1998):**

The activation and function of host matrix metalloproteinase in dentin matrix during breakdown in carious lesions.

J Dent Res 1998: 1622–1629

**Torii, Y., Itou, K., Hikasa, R., Iwata, S., Nishitani, Y. (2002):**

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: 528-533

**Townsend, R.D. and Dunn, W.J. (2004):**

The effect of saliva contamination on enamel and dentin using a self-etching adhesive

J Am Dent Assoc 2004: 895-901

**Tronstad, I. (1973):**

Ultrastructural observations on human coronal dentin

Scand. J. Dent. Res. 1973: 101-111

**Urbani, M. (2004):**

Computerunterstützte und automatische Analyse von Transmissions-  
Elektronenmikroskopischen Aufnahmen der Leber

Dissertation, S. 76 ff., Universität München

**Wang, Y., Spencer, P., Yao, X., Brenda, B. (2002):**

Effect of solvent content on resin hybridization in wet dentin bonding

Wiley InterScience DOI: 10.2002/jbm.a.31232

**Weinmann, W., Thalacker, C., Juggenberger, R. (2005):**

Siloranen in dental composites

Dent Mater 2005, 68-74

**Whittaker, D.K., Green, R.M., Edmunds, D.H., (1983):**

Structural characteristics of bovine enamel

J Dent Res 1983: 439

**Xie, J., Powers, J.M., McGuckin, R.S. (1993):**

In vitro bond strength of two adhesives to enamel and dentin under normal an contaminated  
conditions

Dent Mater 1993: 295-299

**Yeşilyurt, C., Bulucu, B., (2006):**

Bond Strength of Total-Etch and Self-Etch Dentin Adhesive Systems on Peripheral and  
Central Dentinal Tissue: A Microtensile Bond Strength Test.

J Contemp Dent Pract 2006: 26-36

**Yoo, H.M., Oh, T.S., Pereira, P.N.R., (2006):**

Effect of Saliva Contamination on the Microshear Bond Strength of One-step Self-etching Adhesive Systems to Dentin

Oper Dent 2006: 127-134

**Yoshida, Y., Van Meerbeek, B., Nakayama, Y., Snauwaert, J., Hellemans, L., Lambrechts, P., Vanherle, G., Wakasa, K. (2000):**

Evidence for chemical bonding at biomaterial–hard tissue interfaces.

J Dent Res 2000: 709–714

**Yoshiyama, M., Tay, F.R., Torii, Y., Nishitani, Y., Doi, J., Itou, K., Ciucchi, B., Pashley, D.H. (2003):**

Resin adhesion to carious dentin

Am J Dent 2003: 47-52

**Zheng, L., Pereira, P.N.R., Nakajima, M. (2001):**

Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength.

Oper Dent 2001: 97–104

## 8 Anhang

### 8.1 Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildungen
Bzw.	Beziehungsweise
d.h.	das heißt
Engl.	Englisch
EDTA	Ethylendiamin-N-N-N-N-tetraessigsäure
g	Vielfaches der Erdbeschleunigung
geb.	Geboren
Gew.	Gewicht
HAP	Hydroxylapatit
HEMA	Hydroxy-Ethyl-Methacrylat
i.B.	Im Breisgau
l	Liter
mm	Milliliter
4-MET	Trimellitsäure-4-methacryloyloxyethylester
4-META	4-Methacryl-oxiethyl-trimellitsäure-anhydrid
10-MDP	10-Methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphat
MMP	Matix-Metallo-Proteinasen
MPa	Mega-Pascal
MSBS	Micro-shear-bond-strength
NPG-GMA	N-Phenylglycin_Glycidylmethacrylat
o.ä.	oder ähnlichem
o.g.	Oben genannte
p	Wahrscheinlichkeit
PAM	Proprietary phosphoric acid monomer
PENTA	Dipentaerythritol-Pentacrylat-Phosphorsäureester
pH-Wert	Negativer dekadischer Logarithmus der $H_3O^+$ -ionen-Konzentration
S	Seite
s	Sekunde
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
u.a.	Unter anderem
Vgl.	Vergleiche
$\mu m$	Mikrometer
$\mu$ -TBS/-SBS	Micro-Tensile/Shear-Bond-Stength

Tabelle 9:  $\mu$ -SBS-Messwerttabelle Teil 1 (in MPa)

Optibond FL	Kontrolle	18,9	29,9	47,9	50,3	40,0	33,3	11,2	32,8
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 1	41,3	39,7	41,8	38,3	41,8	34,6	20,9	34,6
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 2	16,7	25,2	29,9	12,2	29,1	26,1	23,5	35,7
SE-Bond	Kontrolle	47,7	31,9	49,7	56,1	47,3	56,0	33,8	47,2
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 1	24,9	55,0	35,6	54,0	49,4	27,6	35,5	47,2
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 2	49,7	59,4	35,0	45,6	49,1	58,1	41,8	40,4
Tri-S Bond	Kontrolle	30,4	45,8	36,3	14,3	34,9	36,6	62,4	50,1
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 1	41,0	46,3	54,4	24,7	51,5	37,9	32,0	39,0
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 2	34,5	25,0	25,6	13,7	32,6	4,8	23,6	49,2
G-Bond	Kontrolle	56,1	34,8	40,7	38,6	46,9	36,7	40,6	30,1
G-Bond	Kontaminationsgruppe 1	37,5	47,8	31,7	32,9	26,4	27,9	43,0	42,7
G-Bond	Kontaminationsgruppe 2	21,8	27,6	25,5	28,5	20,4	15,2	25,1	24,0
Optibond FL	Kontrolle	51,5	47,0	41,0	37,7	47,3	29,0	36,2	35,9
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 1	58,0	51,3	42,0	32,3	46,6	54,0	40,3	30,3
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 2	27,7	38,8	49,2	39,6	50,0	29,6	35,2	33,5
SE-Bond	Kontrolle	48,7	41,9	42,5	31,0	14,6	55,5	42,4	32,4
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 1	20,9	42,5	47,4	40,9	39,2	45,1	31,6	30,4
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 2	48,2	55,3	38,4	50,6	45,1	43,8	32,6	44,0
Tri-S Bond	Kontrolle	16,6	25,5	33,7	26,4	45,5	35,7	20,7	13,5
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 1	25,5	35,4	37,6	24,5	35,7	38,1	42,4	55,8
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 2	36,5	35,8	29,9	53,1	51,0	40,0	46,9	41,8
G-Bond	Kontrolle	27,2	33,6	29,3	35,7	36,8	28,3	31,9	19,8
G-Bond	Kontaminationsgruppe 1	35,3	35,5	33,4	44,7	11,1	15,1	15,5	12,3
G-Bond	Kontaminationsgruppe 2	37,7	31,9	35,6	42,7	25,2	55,8	41,5	31,9

8.2  $\mu$ SBS-Test Messwerttabellen

Tabelle 10:  $\mu$ -SBS-Messwerttabelle Teil 2 (in MPa)

Optibond FL	Kontrolle	4,3	21,2	24,8	18,3	32,0	32,4	33,0	28,5
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 1	15,6	31,3	31,4	27,9	21,8	22,3	41,8	40,4
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 2	30,2	18,4	37,3	23,8	22,8	16,5	13,7	19,2
SE-Bond	Kontrolle	32,1	30,9	21,3	24,5	20,7	44,5	10,9	29,6
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 1	49,6	15,5	27,0	34,2	19,0	40,5	42,0	41,8
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 2	41,0	20,9	38,8	22,5	33,8	13,6	27,6	52,4
Tri-S Bond	Kontrolle	52,4	51,9	35,3	38,3	49,3	52,0	49,4	20,2
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 1	29,7	27,0	38,6	28,8	55,3	44,6	45,9	43,8
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 2	28,7	23,9	34,9	18,5	15,3	25,0	44,4	31,5
G-Bond	Kontrolle	30,4	28,5	15,7	20,6	42,8	17,3	25,0	17,8
G-Bond	Kontaminationsgruppe 1	32,9	47,6	37,3	40,9	32,8	38,2	41,6	29,3
G-Bond	Kontaminationsgruppe 2	28,6	22,1	14,5	13,4	27,2	21,3	33,0	32,0
Optibond FL	Kontrolle	38,3	38,1	20,6	26,9	35,8	42,1	57,1	30,7
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 1	33,1	45,0	59,0	41,6	52,6	38,4	25,5	51,7
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 2	28,4	39,1	38,6	27,9	53,9	41,6	21,9	51,9
SE-Bond	Kontrolle	26,3	48,0	38,2	34,9	45,4	64,4	43,4	42,1
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 1	32,0	49,5	24,8	46,3	39,4	44,5	35,4	22,9
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 2	39,6	28,1	21,8	49,3	21,5	52,0	34,5	33,6
Tri-S Bond	Kontrolle	28,1	30,2	33,3	28,1	17,5	32,2	19,7	30,2
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 1	32,0	25,1	27,9	34,6	24,8	18,2	19,2	22,7
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 2	29,0	38,8	41,8	25,7	23,2	25,9	33,5	39,4
G-Bond	Kontrolle	34,1	34,3	28,3	34,4	36,9	19,9	11,2	10,5
G-Bond	Kontaminationsgruppe 1	18,9	31,7	50,2	39,3	31,2	27,5	31,4	27,7
G-Bond	Kontaminationsgruppe 2	26,8	25,5	40,8	33,8	29,2	17,9	28,7	24,7

*Tabelle 11:  $\mu$ -SBS-Messwerttabelle Teil 3 (in MPa)*

Optibond FL	Kontrolle	17,8	25,1	35,8	26,8	13,8	36,1	32,2	43,2
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 1	36,9	41,5	32,4	29,2	32,3	36,4		
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 2	21,7	17,8	24,7	19,4	14,1	21,2	11,3	15,2
SE-Bond	Kontrolle	20,2	42,6	19,8	46,6	27,9	34,1	39,1	59,5
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 1	34,9	52,9	29,6	34,8				
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 2	35,6	20,1	35,9	35,5	47,4	46,5	39,7	49,3
Tri-S Bond	Kontrolle	25,3	52,6	42,5	38,9	30,9	36,9	34,3	
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 1	35,2	38,1	40,8	33,2	34,9	23,1	34,8	37,2
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 2	48,7	42,6	40,2	36,9	36,8	29,3		
G-Bond	Kontrolle	13,2	25,6	39,9	40,3	45,6	43,7	45,7	41,3
G-Bond	Kontaminationsgruppe 1	41,6	13,0	23,8	26,3	23,0	29,0	27,0	23,2
G-Bond	Kontaminationsgruppe 2	31,9	22,2	27,0	21,6	21,9	24,5	18,2	32,4
Optibond FL	Kontrolle	37,2	35,8	33,4	65,8	55,7	41,4	36,7	22,1
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 1	36,0	31,5	29,0	39,8	32,8			
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 2	25,8	30,2	44,9	19,3	20,0			
SE-Bond	Kontrolle	35,9	48,9	38,7	33,1	33,8	43,1	51,1	
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 1	34,8	37,8	13,4	40,1	23,7			
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 2	47,6	36,8	47,8	35,5	49,5			
Tri-S Bond	Kontrolle	21,9	32,5	24,7	30,1	31,0	33,7	10,4	
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 1	10,1	33,5	17,8	14,8	21,9	18,5	36,5	28,3
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 2	22,2	31,2	20,8					
G-Bond	Kontrolle	29,4							
G-Bond	Kontaminationsgruppe 1	20,7	22,3	14,2					
G-Bond	Kontaminationsgruppe 2	27,3	25,5	12,8	24,6	29,1	9,5	36,6	

Tabella 12:  $\mu$ -SBS-Messwerttabelle Teil 4 (in MPa)

Optibond FL	Kontrolle	32,0	35,4	20,4	29,8	26,1	21,2
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 1						
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 2						
SE-Bond	Kontrolle	32,3	26,9	47,7	35,7	35,6	31,4
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 1						
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 2	51,4	30,5	46,9	20,7		
Tri-S Bond	Kontrolle						
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 1	34,9	30,4	41,8	26,9	27,1	
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 2						
G-Bond	Kontrolle	37,7	33,8	41,2			
G-Bond	Kontaminationsgruppe 1	33,4	33,9	30,7	28,6	23,2	
G-Bond	Kontaminationsgruppe 2	38,6	29,0	44,9			
Optibond FL	Kontrolle						
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 1						
Optibond FL	Kontaminationsgruppe 2						
SE-Bond	Kontrolle						
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 1						
SE-Bond	Kontaminationsgruppe 2						
Tri-S Bond	Kontrolle						
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 1						
Tri-S Bond	Kontaminationsgruppe 2						
G-Bond	Kontrolle						
G-Bond	Kontaminationsgruppe 1						
G-Bond	Kontaminationsgruppe 2						

## 9 Danksagung

Bedanken möchte ich mich an erster Stelle bei **Professor Dr. M. Hannig** für die freundliche Überlassung des Themas und die jederzeitige Unterstützung bei der Versuchsdurchführung und Anfertigung dieser Arbeit.

Mein Dank gilt weiterhin Frau Oberärztin **Dr. K. Huber** für das Aufmerksam machen auf dieses interessante Thema und die intensive Betreuung insbesondere während der ersten Versuchsphase.

Außerdem danke ich Herrn Oberarzt **Dr. F. Al-Marrawi** für die gewährte Hilfe bei der statistischen Auswertung und der Anfertigung der TEM-Bilder.

In diesem Zusammenhang gebührt dem Laborteam der Klinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Universität des Saarlandes um Frau **W. Hoth-Hannig** ebenfalls großer Dank, da ohne dessen tatkräftige Unterstützung die Herstellung der TEM-Proben ein Vielfaches an Zeit benötigt hätte.

Abschließend möchte ich mich selbstverständlich bei meinen Eltern **Dr. Adolf und Roswitha Schunck** bedanken, deren voller Unterstützung ich mir nicht nur während der Anfertigung dieser Arbeit, sondern auch während des gesamten Studiums der Zahnmedizin gewiss sein konnte. Letztlich waren sie es, die mich mit der Zahnmedizin in Kontakt gebracht haben und die mir dieses Studium ermöglicht haben. Dafür ein aus tiefstem Herzen kommendes Dankschön.

## 10 Lebenslauf

### **persönliche Daten:**

Name: Manuel Hans Adolf SCHUNCK  
Anschrift: Zweibrücker Straße 7; 66482 Zweibrücken  
Geburtstag/-ort: 17.10.1981 in Zweibrücken  
Nationalität: deutsch  
Familienstand: ledig

### **Schulbildung:**

1988-1992: Pestalozzi-Grundschule Zweibrücken  
1992-2001: Helmholtz-Gymnasium Zweibrücken  
Juni 2001: Allgemeine Hochschulreife

### **Berufsausbildung/Studium:**

2000-2002: Ausbildung und Prüfung zum Berufsluftfahrzeugführer (CPL/IFR)  
2001-2002: Ausbildung zum Rettungssanitäter im Rahmen des Zivildienstes  
2002-2007: Studium der Zahnmedizin an der Universität des Saarlandes; Homburg  
2003-2004: Ausbildung und Prüfung zum Verkehrsflugzeugführer (ATPL)  
Dezember 2007: Zahnärztliche Approbation

### **Berufstätigkeit**

2003-2007: gelegentliche Aushilfstätigkeiten im Werksflugverkehr der Victor's AG  
Saarbrücken und im Flugverkehrskontrolldienst der Flugplätze  
Pirmasens und Zweibrücken  
Dezember 2007  
bis heute: Ausbildungsassistent in der väterlichen Zahnarztpraxis in Zweibrücken

Zweibrücken, den 13.11.2009