

Dentinhaftfestigkeit aktueller Bondingsysteme in Abhängigkeit vom Verblasdruck

Inauguraldissertation

zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnmedizin

des Fachbereichs Medizin

der Justus-Liebig-Universität Gießen

vorgelegt von Schmidt, Alexander

aus Bad Langensalza

Gießen 2014

Aus dem Medizinischen Zentrum für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde

Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik

der Justus-Liebig-Universität Gießen

Direktor: Prof. Dr. B. Wöstmann

Gutachter: Prof. Dr. B. Wöstmann

Gutachter: Prof. Dr. R. Frankenberger

Tag der Disputation: 13.10.2015

Meiner Schwester gewidmet

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Ziel der Arbeit	3
3	Literaturübersicht.....	4
3.1	Grundlagen der restaurativen Therapie	4
3.1.1	Zahnhartsubstanzverlust und seine Ursachen	4
3.1.2	Aufbau und strukturelle Merkmale menschlichen Dentins.....	4
3.1.3	Vorgehensweise bei einer Füllungstherapie auf Kompositbasis.....	7
3.2	Adhäsivsysteme und adhäsiver Haftverbund	7
3.2.1	Haftverbund zwischen Adhäsiv und Dentin	8
3.2.2	Einteilung der Adhäsivklassen.....	8
3.2.3	Materialzusammensetzung/ Lösungsmittel/ Polymerisation	12
3.3	Typische Anwendungsfehler	14
3.3.1	Überätzen des Dentins	15
3.3.2	Feuchtigkeitsmanagement.....	15
3.3.3	Einwirkzeit und Applikationsart	16
3.3.4	Verdunstungszeit.....	17
3.3.5	Schichtdicke	20
3.3.6	Abstand der Multifunktionsspritze.....	21
3.3.7	Verblasdruckwert und Verblasdrucktemperatur	22
3.4	Stumpfaufbaumaterialien	24
3.5	Experimentelle Rahmenbedingungen.....	26
3.5.1	Haftverbundprüfung.....	26

3.5.2 Bestimmung des Verblasdruckes und der Strömungsgeschwindigkeit	27
3.5.3 Bovines Dentin als vergleichbares Untersuchungsmaterial.....	28
4 Material und Methode	30
4.1 Methodikübersicht.....	30
4.2 Versuchsaufbau und Verblasdruckmessung.....	32
4.2.1 Übersicht	32
4.2.2 Membrandruckregler Minifix	33
4.2.3 Digitaler Strömungsmessumformer EE75	33
4.2.4 Digitalmanometer LEO 2.....	34
4.2.5 Dentale Multifunktionsspritze	34
4.3 Prüfkörperherstellung	35
4.3.1 Rahmenbedingungen.....	35
4.3.2 Prüfsubstrat	35
4.3.3 Vorbereitung der Rinderzähne und Einbettung	36
4.3.4 Befestigung in der Prüfkörperhalterung.....	37
4.3.5 Freilegung des Dentins	39
4.4 Prüfmaterialien und Adhäsivapplikation.....	40
4.4.1 Optibond FL.....	41
4.4.2 Clearfil SE Bond	42
4.4.3 iBond Self Etch	43
4.4.4 GBond	43
4.4.5 Scotchbond Universal	44
4.4.6 Clearfil S3 Bond Plus.....	44
4.5 Befestigung des Stumpfaufbaumaterials	45

4.6 Haftverbundprüfung	46
4.7 Weiterführende Materialuntersuchungen	47
4.7.1 Kontaktwinkelmessung	48
4.7.2 Bestimmung der Oberflächentopografie	48
4.7.3 Viskositätsmessung	48
4.7.4 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen	49
4.8 Statistische Auswertung	49
5 Ergebnisse.....	51
5.1 Auswertung I	52
5.1.1 Lösungsmittelabhängigkeit I.....	53
5.2 Auswertung II.....	55
5.2.1 Lösungsmittelabhängigkeit II	56
5.3 Ergebnisse der weiterführenden Materialuntersuchungen	57
5.3.1 Kontaktwinkelmessung	57
5.3.2 Bestimmung der Oberflächentopografie	58
5.3.3 Viskositätsmessung	60
5.3.4 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen	64
5.4 Gesamtvergleich der Self-Etch-Systeme	67
5.5 Zusammenfassung der Ergebnisse	68
6 Diskussion	69
6.1 Methodikdiskussion.....	70
6.1.1 Prüfsubstrat und Einbettung.....	71
6.1.2 Auswahl der Adhäsivsysteme	71
6.1.3 Versuchsaufbau und Verblasdruckmessung	72

6.1.4 Auswahl des Stumpfaufbaumaterials.....	73
6.1.5 Haftverbundprüfung.....	73
6.1.6 Kontaktwinkelmessung.....	74
6.1.7 Bestimmung der Oberflächentopografie.....	75
6.1.8 Viskositätsmessung.....	75
6.1.9 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen	76
6.1.10 Statistische Verfahren	76
6.2 Ergebnisdiskussion.....	78
6.2.1 Optibond FL und Clearfil SE Bond	78
6.2.2 iBond Self Etch und GBond	79
6.2.3 Scotchbond Universal	91
6.2.4 Clearfil S3 Bond Plus.....	92
6.2.5 Lösungsmittelabhängigkeit	93
6.2.6 Vergleich der Mehrflaschen- und Einflaschen-Self-Etch-Adhäsive.....	93
6.3 Zusammenfassung der Diskussion	94
6.4 Schlussfolgerung	94
6.5 Ausblick.....	95
7 Zusammenfassung	96
8 Summary.....	97
9 Darstellungsverzeichnis.....	98
9.1 Abbildungsverzeichnis	98
9.2 Tabellenverzeichnis.....	99
10 Literaturverzeichnis.....	100

11 Anhang	112
11.1 Inhaltsstoffe der verwendeten Adhäsive	112
12 Erklärung	114
13 Danksagung	115
14 Lebenslauf	117

1 Einleitung

Karies stellt die häufigste Ursache für die Zerstörung der Zahnhartsubstanz dar. Zur Wiederherstellung der verlorengegangenen Zahnhartsubstanz sowie der Erhaltung der Gesundheit des Kauorgans sollen die zahnärztlichen Maßnahmen beitragen. Um die bei der Karies demineralisierte Zahnhartsubstanz zu restaurieren, muss die Karies zuerst vollständig entfernt (exkaviert) werden⁹⁴. Je nach Größe der Zerstörung kann die anschließende Wiederherstellung des Zahnes auf direktem (Herstellung am Patienten) oder indirektem Weg (Herstellung in einem Dentallabor) erfolgen. Bei der direkten Restauration erfolgt die Wiederherstellung der Hartsubstanzverluste durch plastische Füllungsmaterialien. Dabei kommen heutzutage vorzugsweise Materialien auf Kompositbasis zur Anwendung. Diese Füllungsmaterialien werden dabei direkt im Mund modelliert, ausgearbeitet und ausgehärtet. Direkte Restaurationen können als endgültige Füllung oder als Aufbaufüllung für indirekt hergestellte Arbeiten dienen⁷². Wenn der Zahnhartsubstanzdefekt so groß ist, dass eine Füllung zur Restauration des Zahnes nicht mehr ausreicht, kommen indirekt hergestellte Restaurationen zur Anwendung. Durch diese Methode können im Vergleich zu den plastischen Füllungsmaterialien formstabilere Versorgungen wie Inlays, Teilkronen oder Kronen hergestellt werden. Fehlende Zähne können durch Brückenversorgungen ersetzt werden.

Zur Aufnahme einer indirekten Restauration muss der Zahn jedoch zunächst vorbereitet werden. Dabei kommen häufig Stumpfaufbaumaterialien auf Kompositbasis zur Anwendung, um verlorengegangene Haftsubstanz wieder aufbauen zu können und eine ausreichende Retention für die Restauration zu schaffen. Im Anschluss erfolgt eine Abformung des Zahnes. Aus dieser Abformung wird im Dentallabor ein Modell hergestellt, auf welchem der Zahnersatz durch den Zahntechniker modelliert und gefertigt wird. Im Anschluss wird dem Patienten die Versorgung durch Haftvermittler wie Zemente oder fließfähige Kompositmaterialien eingesetzt⁹⁵.

Zur Erzeugung eines effektiven Haftverbundes zwischen Zahnhartsubstanz und dentalen Füllungsmaterialien auf Kompositbasis sind Dentaladhäsive unverzichtbar. Sie dienen als Haftvermittler (lat. *adhaerere* = anhaften⁹⁸) und ermöglichen einen dauerhaften Verbund zwischen hydrophilem Dentin und hydrophobem Restaurationswerkstoff. Denn die unvermeidbare Polymerisationsschrumpfung⁶ des Stumpfaufbaumaterials bzw. des zahnfarbenen Füllungsmaterials wirkt einer Eigenhaftung an der Zahnhartsub-

stanz entgegen. In den daraus resultierenden Mikropalt können Speichel und Bakterien eindringen. Sekundärkaries, Pulpairritationen sowie ein vorzeitiger Verlust der Versorgung stellen mögliche Folgen dar⁶⁶.

*Buonocore*¹⁶ konnte im Jahr 1955 erstmalig nachweisen, dass eine Konditionierung der Zahnhartsubstanz einen verbesserten Haftverbund hervorruft. Seitdem gab es stets Neuerungen und innovative Weiterentwicklungen im Bereich der Dentaladhäsive. Mittlerweile existiert eine Vielzahl solcher Produkte auf dem dentalen Markt⁵⁰, welche für ein effektives Haftergebnis jedoch zum Teil vollständig verschieden verarbeitet werden müssen. Durch die gewünschte Zeitersparnis bei der Verarbeitung der unterschiedlichen Adhäsivsysteme, können sich anwendungsbedingte Fehler ergeben. Ein dauerhafter Haftverbund und klinisch gute Ergebnisse lassen sich jedoch nur sicherstellen, wenn die Adhäsive strikt nach Herstellerangaben verarbeitet werden⁸². Anwendungsfehler können zu einem verringerten Haftverbund⁵⁴, zu postoperativen Hypersensitivitäten^{50, 124} und letztendlich zum vollständigen Verlust der Füllung führen¹³².

Adhäsive enthalten zur Erzeugung eines effektiven Haftverbundes komplexe chemische Verbindungen sowie verschiedene Lösungsmittel¹⁷¹. Am häufigsten kommen Aceton, Ethanol, Wasser bzw. Aceton-Wasser oder Ethanol-Wasser Verbindungen vor¹¹⁵. Die Lösungsmittel ermöglichen eine erhöhte Fließfähigkeit der Haftkomponenten, was zu einer besseren Penetration in die Zahnhartsubstanz führt⁷⁵.

Bevor jedoch eine Polymerisation des Adhäsivs erfolgen kann, müssen die Lösungsmittel wieder aus dem Adhäsivsystem entfernt werden^{60, 61, 142}. Nach dem Auftragen des Adhäsivs ist daher ein Verblasen mit einer dentalen Multifunktionsspritze nötig. Bisher gibt es jedoch nur wenige Untersuchungen zum Arbeitsschritt der Lösungsmittelverdunstung von Dentaladhäsiven. Darüber hinaus sind die Versuchsaufbauten sowie die Ergebnisse teilweise stark voneinander abweichend^{42, 75, 151, 154}. Die vorliegende Arbeit untersucht im Detail den Verarbeitungsschritt der Lösungsmittelverdunstung. Seitens der Hersteller der Dentaladhäsive gibt es dahingehend oft nur unzureichende Verarbeitungshinweise. Genaue Angaben über den zu verwendenden Luftdruck, in vorliegender Arbeit als *Verblasdruck* bezeichnet, sowie den Abstand der Multifunktionsspritze von der Zahnoberfläche, werden dabei nicht genannt. Doch gerade diese Anwendungsvorgaben haben einen entscheidenden Einfluss auf den resultierenden Haftwert¹⁵¹ und damit auf die Haltbarkeit der Restauration an der Zahnhartsubstanz.

2 Ziel der Arbeit

In der vorliegenden Arbeit soll dargelegt werden, ob unterschiedliche Verblasdruckwerte einen Einfluss auf den Dentinhaftverbund verschiedener Adhäsivsysteme haben.

Es wurden sechs auf dem Markt befindliche Adhäsive untersucht. Mithilfe einer Universalprüfmaschine wurden auf dem jeweiligen Adhäsiv aufgebrachte Kompositzylinder abgeschert. Die resultierenden Haftwerte wurden miteinander verglichen und statistisch ausgewertet. Die Einstellungen des Versuchsaufbaus (Verblasdruckwert, Abstand der Multifunktionsspritze) wurden so gewählt, dass diese bei einer Patientenbehandlung angewendet werden können.

Folgende Nullhypothese wurde untersucht: Unterschiedliche Verblasdruckwerte der dentalen Multifunktionsspritze rufen keine Unterschiede in den resultierenden Dentinhaftfestigkeiten der einzelnen Adhäsivsysteme hervor.

3 Literaturübersicht

In der Literaturübersicht werden zunächst die Grundlagen der restaurativen Therapie, die Adhäsivsysteme mit den typischen Anwendungsfehlern sowie die Stumpfaufbaumaterialien beschrieben. Im zweiten Teil der Literaturübersicht folgen die experimentellen Rahmenbedingungen, welche zur Durchführung der vorliegenden Arbeit notwendig waren.

3.1 Grundlagen der restaurativen Therapie

3.1.1 Zahnhartsubstanzverlust und seine Ursachen

Karies wird durch säurebildende Bakterien verursacht, welche sich in weichen Zahnbelägen (Biofilm/ Plaque) befinden. Die Bakterien verstoffwechseln die in der Nahrung enthaltenen niedermolekularen Kohlenhydrate (Zucker) und bilden dabei Säuren. Wird der Biofilm nicht durch mechanische Mundhygienemaßnahmen (z. B. Zähneputzen) entfernt, kommt es zur Demineralisation der anorganischen Bestandteile von Zahnschmelz und Dentin. Die organischen Bestandteile werden ebenso durch Bakterien abgebaut. Erfolgt keine Behandlung der Karies, führt diese im weiteren Verlauf unweigerlich zum Zahnverlust. Einen weiteren säurebedingten Zahnhartsubstanzverlust stellt die Erosion dar. Dabei liegt jedoch keine Beteiligung von Mikroorganismen vor. Die häufigsten Ursachen sind säurehaltige Getränke und Nahrungsmittel, welche die Zahnhartsubstanzen bei häufigem Konsum demineralisieren können⁹⁴.

Neben den genannten chemischen Ursachen, kann es auch durch mechanische Einwirkungen zum Zahnhartsubstanzverlust kommen. Hierbei wird zwischen der Attrition und der Abrasion unterschieden. Bei der Attrition kommt es durch den direkten Kontakt benachbarter oder gegenüberliegender Zähne beim Kauen (physiologisch) bzw. beim Knirschen oder Pressen (pathologisch) zum Hartsubstanzverlust. Die Abrasion beschreibt den Substanzverlust durch körperfremde Substanzen (Nahrungsmittel, Zahnpasta)⁷⁰.

3.1.2 Aufbau und strukturelle Merkmale menschlichen Dentins

Der größte Anteil des menschlichen Zahnes besteht aus Dentin, es ist aus anorganischer (70 Gew.%) und organischer Grundsubstanz (20 Gew.%) aufgebaut. Der restliche An-

teil besteht aus Wasser⁷¹. Der anorganische Teil ist hauptsächlich aus Calcium- und Phosphationen im Gewichtsverhältnis von 1 : 2,13 aufgebaut. Diese Ionen liegen in Form von Apatitkristallen vor. Der überwiegende organische Anteil besteht zu 91-92 % aus Kollagen und 8-9 % aus nichtkollagener Grundsubstanz (Glykosaminoglykane, Lipide, Proteine)¹⁴⁷. Dentin ist damit im Gegensatz zu Zahnschmelz als bioaktives Material zu bezeichnen. Es besitzt hydrophile, hochelastische sowie verformbare Eigenschaften.

Dentin wird durch die Odontoblasten gebildet, welche mit ihrem Zellkörper innerhalb der Pulpa liegen. Von diesen reichen Odontoblastenfortsätze bis in die Dentintubuli, die das Dentin zeitlebens versorgen. Weiterhin enthalten die Dentintubuli Dentinliquor sowie Nervenfortsätze. Dentinliquor kann auch als Ultrafiltrat der pulpalen Gefäße bezeichnet werden. *Coffey et al.*²⁴ zeigten in ihren Untersuchungen, dass es in seiner strukturellen Zusammensetzung der interstitiellen Flüssigkeit ähnelt. Über Dentinliquor und Nervenfasern erfolgt die Reizübertragung. Die Anzahl der Tubuli steigt von der Schmelz-Dentin-Grenze zur Pulpa kontinuierlich an. An der Schmelz-Dentin-Grenze sind es im Mittel 20.000, in Pulpanähe ca. 45.000 Dentintubuli pro Quadratmillimeter⁶³. *Mjor und Nordahl*¹¹¹ kommen bei ihren Untersuchungen zu ähnlichen Ergebnissen. *Marshall et al.*¹⁰¹ berichten ebenso von einer Zunahme der Durchmesser der Dentintubuli. Sie betragen an der Schmelz-Dentin-Grenze ca. 0,8 µm, nahe der Pulpa ca. 2,5 µm. Diese Werte sind sowohl vom Alter des Zahnes als auch von der gemessenen Lokalisation innerhalb des Dentins abhängig¹⁴⁴.

Die Kanalwände der Dentintubuli werden durch peritubuläres Dentin ausgekleidet. Es ist hypermineralisiert und strukturell homogen angeordnet. Die Dicke dieser Dentinschicht bestimmt den Durchmesser der Tubuli. Im Alter kann diese Form des Dentins vermehrt gebildet werden, wodurch wiederum die Dentintubuli im Durchmesser abnehmen¹⁵⁹. Das neugebildete Dentin wird als *sklerosiertes Dentin* bezeichnet.

Zwischen den Dentintubuli befindet sich das intertubuläre Dentin. Es ist geringer mineralisiert und besteht zu ca. 50 % aus Kollagenfasern. Das kollagene Geflecht umgibt die Dentinkanäle, da es quer zu deren Verlaufsrichtung angeordnet ist^{71, 147}. Von der Pulpa in Richtung Schmelz-Dentin-Grenze schließt sich den Odontoblasten das nicht mineralisierte Prädentin an. Es folgt das Zwischendentin, das zirkumpulpale Dentin und in der äußersten Schicht das Manteldentin. Diese äußere Schicht ist im Mittel 30 µm stark und weniger dicht mineralisiert¹⁰⁹.

In Abbildung 3.1 ist der Aufbau eines Frontzahnes schematisch dargestellt. Abbildung 3.2 zeigt eine schematische Vergrößerung des Dentinaufbaus.

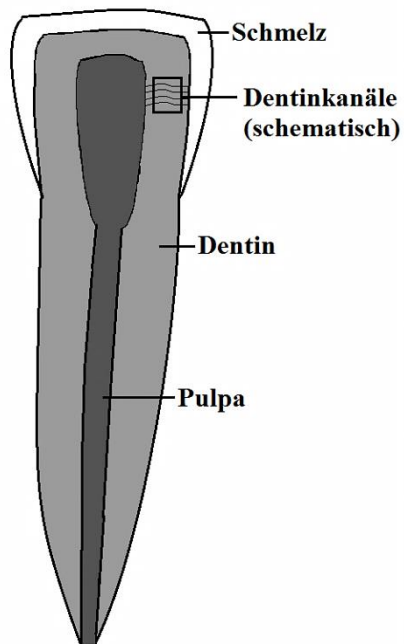


Abb. 3.1 Aufbau eines Frontzahnes (schematisch)

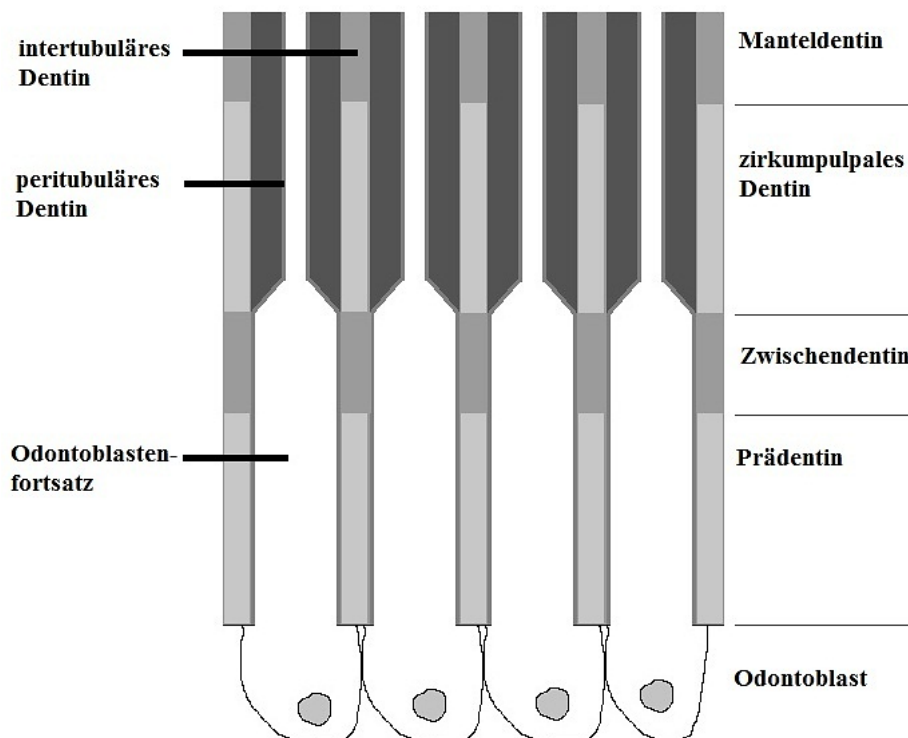


Abb. 3.2 Dentinaufbau schematisch (Ausschnittvergrößerung der Abbildung 3.1)

Dentin unterliegt Anpassungsprozessen und kann zeitlebens neu durch die Odontoblasten gebildet werden. Bis zum Abschluss des Wurzelwachstums wird es als *Primärdentin*, danach als *Sekundärdentin* bezeichnet⁷. Sklerosiertes Dentin wird nicht nur im Alterungsprozess, sondern kann auch als Antwort auf äußere Einflüsse (Karies, Abrasion, Präparationen) neu gebildet werden und wird daraufhin auch als *Tertiärdentin* bezeichnet^{5, 103, 110, 146}.

3.1.3 Vorgehensweise bei einer Füllungstherapie auf Kompositbasis

Wenn es aufgrund einer Karies zu einem Zahnhartsubstanzdefekt gekommen ist, muss diese vor der Restauration des Zahnes entfernt (exkaviert) werden. Dafür kommen häufig rotierende Instrumente zur Anwendung. Nach der Bearbeitung verbleibt eine *Schmierschicht (smear layer)* auf der Dentinoberfläche. Sie besteht aus einem Gemisch von Kollagentrümmern, Resten von Odontoblastenfortsätzen und Apatitkristallen, sowie aus Wasser und Bakterien^{40, 65, 123}. Diese Schicht blockiert die Dentintubuli und dient als Barrierefunktion⁹³. Je nach verwendetem Adhäsivsystem verbleibt die Schmierschicht auf dem Zahn oder wird durch eine angewandte Säure entfernt (siehe Punkt 3.2.2). Im Anschluss der Exkavation des kariösen Materials folgt die Applikation eines Adhäsivs unter trockenen Verhältnissen. Moderne Adhäsivsysteme bestehen aus drei Komponenten. Dem Konditionierer, welcher die Zahnoberfläche durch Demineralisation der anorganischen Bestandteile entsprechend vorbereitet, dem Primer, welcher das zuvor freigelegte Kollagen infiltriert sowie dem Adhäsiv, welches das Kollagengeflecht stabilisiert und die Aufnahme eines hydrophoben Kompositmaterials ermöglicht. Je nach Adhäsivsystem können die verschiedenen Anteile in mehreren oder auch nur in einer Flasche vorkommen. Nach der Applikation und Polymerisation des Adhäsivs wird das Füllungsmaterial/ Stumpfaufbaumaterial aufgebracht, modelliert und polymerisiert⁵². Im Anschluss erfolgen die Ausarbeitung und die Politur des Materials. Wird die Füllung an einem Pfeilerzahn gelegt, folgt nach der Ausarbeitung der Füllung die Präparation zur Aufnahme einer Krone.

3.2 Adhäsivsysteme und adhäsiver Haftverbund

Dentale Füllungsmaterialien zeigen bei der Polymerisation ein Schrumpfungsverhalten. Dies führt zur Randspaltbildung und schränkt den Haftverbund und somit die Haltbar-

keit der Füllungsmaterialien stark ein. Dentaladhäsive dienen an dieser Stelle als Haftvermittler und gewährleisten einen dauerhaften Verbund zwischen hydrophilem Dentin und hydrophobem Kompositmaterial^{27, 38, 39}.

3.2.1 Haftverbund zwischen Adhäsiv und Dentin

Wie bereits in der Einleitung erwähnt, wurde der Grundstein der Schaffung eines Haftverbundes von Kunststoffen an Zahnhartsubstanzen durch *Buonocore*¹⁶ im Jahr 1955 gelegt. Er konnte durch seine Untersuchungen zeigen, dass durch Vorbehandlung mit Phosphorsäure der Haftverbund zwischen Zahnschmelz und Füllungsmaterial verbessert werden kann. Im darauffolgenden Jahr beschrieben *Brudevold et al.*¹⁵ in ihren Untersuchungen, dass sich dieses Vorgehen auch an Dentin anwenden lässt und daraus verbesserte Haftwerte resultieren. Im Jahr 1963 kam *Buonocore*¹⁷ zu dem Ergebnis, dass ein Adhäsiv einen Haftverbund an Schmelz als auch an Dentin eingehen muss. Dieser lässt sich an Schmelz durch den höheren anorganischen Anteil leichter realisieren. Dentin enthält jedoch im Gegensatz dazu Dentintubuli, welche mit Dentinliquor gefüllt sind. Ein vollständiges Trocknen der Tubuli ist jedoch nicht möglich, da dies Pulpairritationen hervorrufen kann. Weiterhin wird die Erzeugung des Haftverbundes durch den hohen organischen Anteil im Dentin erschwert.

Beim Anätzen von Schmelz entsteht durch die Hydroxylapatitkristalle ein mikroretentives Relief, in welchem die Verankerung der Haftmonomere erfolgen kann. Im Gegensatz dazu, muss die Verankerung an der Dentinoberfläche direkt in den Tubuli erfolgen¹¹⁷. Wie bereits in Punkt 3.1.2 beschrieben, kommen noch weitere Faktoren wie Alter oder Anzahl und Durchmesser der Tubuli hinzu, welche die Dentinhaftung beeinflussen. Auch hat der Dentintyp selbst einen Einfluss auf den resultierenden Haftwert³⁶.

3.2.2 Einteilung der Adhäsivklassen

Ursprünglich wurden die verschiedenen Adhäsivklassen chronologisch nach ihrer Markteinführung in Generationen eingeteilt. Seit 2006 steht jedoch der Wirkmechanismus im Vordergrund und die Einteilung erfolgt nach der Anzahl der Applikationsschritte⁵⁰. Im Folgenden soll zum Zwecke der Übersichtlichkeit jedoch eine Einteilung nach Generationen erfolgen.

1. und 2. Generation

Bei der ersten Generation der Adhäsivsysteme wurde versucht, einen chemischen Verbund zwischen Zahnhartsubstanz und Füllungsmaterial herzustellen. Dies sollte durch ein bifunktionelles Monomer erfolgen, welches hydrophile Eigenschaften besaß. Eine funktionelle Gruppe des Monomers hätte einen chemischen Verbund als Phosphatester zum Calcium des Hydroxylapatits im Dentin bzw. den Hydroxyl- oder Aminogruppen des Kollagens eingehen sollen. Auf der anderen Seite des Moleküls sollte der Haftverbund zum Füllungsmaterial über Doppelbindungen hergestellt werden. Diese Form des Haftverbundes erreichte lediglich Haftwerte von 1-3 MPa. Für den dauerhaften klinischen Gebrauch waren diese Systeme nicht zu verwenden⁹³.

Durch weitere Entwicklungen wurde bei den Systemen der zweiten Generation versucht sowohl eine bessere Penetration in die Oberfläche als auch eine Verstärkung der Schmierschicht auf dem Dentin zu erreichen (*Entanglement*)¹⁷⁵.

Das Problem der ersten beiden Generationen bestand zum einen in den mangelnden Haftwerten der Schmierschicht zum Dentin von lediglich 5-6 MPa¹²². Zum anderen wurde durch Speichel oder vom Dentinliquor selbst die modifizierte Schmierschicht unter dem Adhäsiv aufgelöst⁹³. Zu Beginn der Forschung auf dem Gebiet der Adhäsivtechnik wurde davon ausgegangen, dass die Pulpa mittels dieser Schicht durch den Effekt der Herabsetzung der Permeabilität des Dentins geschützt wird^{123, 120}.

Aus genannten Gründen konnten sich die Adhäsive der ersten beiden Generationen jedoch nicht durchsetzen. Daher kommt ihnen heutzutage klinisch keine Bedeutung mehr zu.

3. Generation (selective Etch)

Eine Verbesserung des Haftwertes durch Anätzen mit Phosphorsäure war bis zur Entwicklung der dritten Generation bereits bekannt. Man ging jedoch davon aus, dass die verwendete Phosphorsäure zu stark für die präparierte Dentinfläche sei und dies Schäden an der Pulpa hätte hervorrufen können. Aus diesem Grund wurde bei diesen Systemen lediglich der Schmelz *selektiv* angeätzt. Nachdem die Phosphorsäure vollständig entfernt wurde, erfolgte eine *Dentinkonditionierung* durch einen sauren *Primer*. Dieser enthielt weniger starke Säuren (Maleinsäure, Glutarsäure)⁵⁹. Dadurch wurde die

Schmierschicht partiell aufgelöst, zugleich infiltriert und anorganische Bestandteile herausgelöst. Das freigelegte Kollagen wurde durch im Primer enthaltene amphiphile Monomere (*Hydroxyethylmethacrylat/ HEMA*) infiltriert¹⁶³. Es erfolgte anschließend lediglich ein Verblasen des Primers, um enthaltene Lösungsmittel verdunsten zu lassen. Die restlichen Bestandteile der Schmierschicht verblieben dadurch mit Dentinresten in der Zone zwischen Dentin und Füllungswerkstoff. Ein Bondingharz wurde auf diese Schicht appliziert und stabilisierte das zuvor freigelegte kollagene Netzwerk⁵³. Dabei wurden Mikroporositäten aufgefüllt und es entstand eine sogenannte *Hybridschicht*. Das Harz drang darüber hinaus in die offenen Dentintubuli ein und es bildeten sich Kunststoffzapfen (*tags*) aus^{174, 180}. Theoretisch setzt sich somit die Haftkraft zwischen Dentin und Füllungsmaterial aus der Summe der Haftkräfte der Kunststoffzapfen in den Dentintubuli, der Fläche des infiltrierten intertubulären Dentins sowie der Gesamtgröße der Haftfläche zusammen¹²².

Der klinische Nachteil besteht bei diesen Systemen in der oft nicht durchsetzbaren selektiven Ätzung bei kleinen Kavitäten. Auch die Anzahl der Teilschritte und die der vorhandenen Flaschen wurden von vielen Behandlern als nachteilig angesehen. Die Anwendungsprobleme in Bezug auf kleine Kavitätengrößen konnten durch das gleichzeitige Ätzen beider Zahnhartsubstanzen durch die vierte Bondinggeneration gelöst werden.

4. Generation (Total-Etch/ Etch & Rinse-Technik)

Bei der Total-Etch-Technik/ Etch & Rinse-Technik wird sowohl Schmelz als auch Dentin mit 30- 40 %iger Phosphorsäure angeätzt. Anschließend wird die Säure abgespült und damit werden die Schmierschicht bzw. die gelösten anorganischen Anteile vollständig entfernt¹¹⁷. Die demineralisierte Dentinschicht ist ca. 3- 5 µm stark^{176, 173}. Es verbleibt eine Oberfläche aus freigelegten Kollagenfibrillen und Dentintubuli. *Fusayama et al.*⁶² untersuchten 1979 die Wirkung der gleichzeitigen Ätzung von Schmelz und Dentin durch 40 %ige Phosphorsäure. Sie konnten zeigen, dass sich ein simultanes Ätzen positiv auf den Haftwert auswirkt. Die angewandte Ätzzeit von 60 Sekunden gilt aus heutiger Sicht jedoch als zu lang, denn dadurch kommt es zu einem Zerfall des Kollagennetzwerkes (siehe Punkt 3.3.1). Dadurch kann der anschließend applizierte Primer nicht ausreichend infiltrieren¹⁷⁵. Dies ist jedoch notwendig, um eine Hybridschicht aus-

zubilden, welche eine Verbindung zum hydrophoben Adhäsiv ermöglicht. Durch die Ausbildung von *tags* in den Dentintubuli wird die Haftfläche vergrößert, wodurch höhere Haftkräfte resultieren^{19, 111}. Die Hybridschicht verschließt zudem die Dentintubuli und dichtet diese ab¹⁶⁵.

Gemeinsames Merkmal der Adhäsive der dritten und vierten Generation ist die Anzahl der Flaschen. Der Primer (1. Flasche) ist dünnflüssiger und zeigt daher ein besseres Penetrationsverhalten. Das Bondingharz (2. Flasche) ist dickflüssiger und dadurch nach der Aushärtung belastbarer. Dies soll einen stabilen Haftverbund zum Füllungsmaterial gewährleisten^{178, 180}. Gleichzeitig erhöht sich jedoch die Gefahr der Anwendungsfehler. Die Behandler wünschten sich aufgrund der komplexen Anwendung mehrerer Flaschen einfachere Systeme und die Hersteller reagierten durch die Einführung der Adhäsive der fünften Generation.

5. Generation

Bei den Adhäsiven der 5. Generation sind Primer und Bondingharz in einer Flasche zusammengefasst. Zur Vorbereitung der Zahnoberfläche werden Schmelz und Dentin simultan angeätzt. Nach dem Abspülen des Ätzgels erfolgt die Applikation des Adhäsivs aus einer Flasche.

Die Vereinfachung der Systeme führte jedoch nicht gleichzeitig zu einer Verbesserung der resultierenden Haftwerte. So konnte durch Untersuchungen gezeigt werden, dass Mehrflaschen-Systeme höhere Haftwerte sowohl an Schmelz, als auch an Dentin erzeugen können^{56, 59, 49}.

Parallel zu dieser Entwicklung wurden sogenannte selbstätzende Primer eingeführt. Dabei enthält der Primer bereits eine schwache Säure, wodurch der zusätzliche Schritt des Anätzens bei diesen sogenannten *Self-Etch*-Systemen entfällt^{93, 152}.

6. und 7. Generation (All-in-one/ Non-Rinse-Technik)

Es handelt sich bei diesen Adhäsivklassen um selbstätzende sowie selbstkonditionierende Adhäsive. Bei der sechsten Generation werden zwei Flaschen verwendet. Die erste Flasche enthält einen sauren Primer, die zweite ein Adhäsiv. Der Unterschied zur siebten Generation besteht in der Zusammenfassung aller notwendigen Komponenten in

einer Flasche. Daraus ergibt sich die Bezeichnung als *All-in-one*-System. Eine Flasche enthält den sauren Primer und zugleich das Adhäsiv, wodurch ein zusätzliches Anätzen mit Phosphorsäure entfällt. Dadurch ist gerade die Zusammensetzung dieser Adhäsivklasse sehr komplex. Es muss eine ausreichend starke Säure enthalten sein, um sowohl ein retentives Ätzmuster im Schmelz, als auch die Schmierschicht im Dentin freizulegen bzw. die oberflächliche Schicht zu demineralisieren¹¹⁵. Bei diesen Systemen liegt das Problem in der Permeabilität der resultierenden Adhäsivschicht. Es konnte in mehreren Studien nachgewiesen werden, dass diese Adhäsive durch die nicht vorhandene hydrophobe Phase auch nach der Polymerisation noch eine Hydrophilie aufwiesen. Dentinliquor oder Wasser können durch diese Schicht penetrieren und die Haltbarkeit der Versorgung deutlich reduzieren^{18, 20, 55, 164, 161}.

Die verwendete Einteilung der Bondingsysteme nach Generationen lässt, wie zu Beginn des Kapitels erwähnt, keine Rückschlüsse auf ihre jeweilige Verarbeitung bzw. Anwendung zu. Sie gibt lediglich Auskunft über den Zeitpunkt der Markteinführung. Daher hat sich die Klassifizierung heute vereinfacht. Die Einteilung der Systeme erfolgt in Etch & Rinse- bzw. Self-Etch-Adhäsive⁵⁰. Dabei wird meist noch die Anzahl der Flaschen bzw. der Verarbeitungsschritte genannt. Daraus kann das jeweilige System sowie deren Anwendung abgeleitet werden.

3.2.3 Materialzusammensetzung/ Lösungsmittel/ Polymerisation

Im Folgenden sind beispielhaft die Inhaltsstoffe für ein Mehrflaschen Etch & Rinse-System dargestellt.

1. Konditionierer

Bei den frühen Etch & Rinse-Systemen wurden verschiedene Säuren zur Konditionierung genutzt. Angewandt wurden Salpetersäure (4 %), Zitronensäure (10 %), Maleinsäure (2- 4 %) oder wie heute üblich Phosphorsäure (30- 40 %). Auch Komplexbildner wie *Ethylendiamintetraessigsäure/ EDTA* kamen in verschiedenen Konzentrationen zum Einsatz^{93, 176}. Phosphorsäure zählt mit einem pH-Wert von 0,1 zu einer starken Säure.

Die Self-Etch-Systeme lassen sich in starke oder schwache Self-Etch-Systeme klassifizieren. Entweder kommen saure Monomere mit einem pH-Wert von 1,5- 2,5 oder starke Säuren zum Einsatz ($\text{pH} < 1$). Weiterhin können die milden Self-Etch-Systeme schwache Säuren wie Maleinsäure oder Glutarsäure enthalten. Diese liegen mit ihrem pH-Wert bei ca. 2^{12, 115, 174}.

2. Primer

Primer bilden das Brückenglied zwischen hydrophilem Kollagen und hydrophobem Befestigungskomposit. Sie infiltrieren das Kollagen und gewährleisten eine Aufnahme des Adhäsivs. Ermöglicht wird dies durch amphiphile Moleküle wie *Hydroxyethylmethacrylat/ HEMA*, *Triethylen-glycol-dimethacrylat/ TEGDMA* oder *phosphonierte Polymethacrylate*¹⁷¹. Bei Etch & Rinse-Systemen (z. B. Optibond FL) erleichtert das im Primer enthaltene Ethanol, dass vorhandenes Wasser bei der Verdunstung aus dem Kollagenetzwerk besser entfernt werden kann. Gleichzeitig wird durch das enthaltene Wasser die Oberfläche nach dem Verblasen erneut befeuchtet (*rewetting/* siehe Punkt 3.3.2)⁷⁸.

Als Lösungsmittel werden Wasser, Ethanol, Aceton oder Ethanol-Wasser- bzw. Aceton-Wasser-Gemische verwendet. Die Lösungsmittel erleichtern die Penetration des Kollagens. Beispielsweise wird durch Aceton die Viskosität der Haftkomponenten erniedrigt und dadurch die Penetrationsfähigkeit des Bondings in die Dentintubuli erhöht. Gleichzeitig wird die Oberflächenspannung des Wassers herabgesetzt⁷⁵.

Durch einen erhöhten Zusatz von hydrophilem HEMA, welches die Haftkomponenten löst, kann der Anteil des Lösungsmittels erniedrigt werden. Clearfil S3 Bond Plus hat einen hohen Anteil an HEMA und dafür einen geringeren Anteil von Ethanol und Wasser. Im Vergleich dazu haben HEMA-freie Adhäsive wie iBond oder GBond einen höheren Anteil an Lösungsmitteln, in diesem Fall Aceton und Wasser. Der Anteil von HEMA sollte laut einer Studie von *Ikeda et al.*⁷⁹ in Adhäsivsystemen angehoben werden, um die restlichen Lösungsmittel leichter verdunsten lassen zu können. Nachteilig dabei ist jedoch, dass HEMA hydrophil ist und das Adhäsiv dadurch insgesamt hydrophiler wird. Durch die resultierende Wirkung als semipermeable Membran würde die Haltbarkeit eingeschränkt und der Degradation Vorschub geleistet werden^{32, 170}. Gleichzeitig verdunstet HEMA 32-fach schlechter als Wasser. Aus diesem Grund lässt sich

das Wasser aus einer HEMA-Wasser Lösung sehr schlecht entfernen. Das restierende Wasser verbleibt dann in der Hybridschicht. Dies führt zu schlechteren Haftwerten und zu einem schnelleren, unerwünschten Abbau der Hybridschicht¹²⁵.

3. Adhäsiv

Adhäsive bestehen aus unterschiedlichen Monomeren, welche auch in den Befestigungskompositen vorhanden sein können. Es kommen Mono- oder Dimethacrylate, aber auch phosphonierte Mono- oder Dimethacrylate zum Einsatz (META, PMMA, TEGDMA, UDMA). Durch *amphiphile* Monomere kann eine Verbindung zwischen hydrophilem Dentin und hydrophobem Befestigungskomposit erreicht werden. Dafür liegen sowohl hydrophile, als auch hydrophobe Gruppen in der Molekülstruktur des Monomers vor, welche die gewünschten Verbindungen eingehen können¹⁷¹.

Die Polymerisation der Adhäsive kann chemisch sowie durch Lichthärtung erfolgen. Das Adhäsiv reagiert dabei an seiner Oberfläche mit Luftsauerstoff. Diese sogenannte *Sauerstoffinhibitorsschicht* ist ca. 15 µm stark und enthält freie Methacrylatgruppen, an welche das anschließend aufgebraute Stumpfaufbaumaterial anpolymerisieren kann¹⁷⁸. In einer weiteren Untersuchung werden Schichtstärken der Sauerstoffinhibitorsschicht von 7- 84 µm angegeben¹⁴¹.

3.3 Typische Anwendungsfehler

Dank der Weiterentwicklung der Adhäsivtechnik innerhalb der letzten 20 Jahre, ergaben sich bei korrekter Anwendung äußerst vielfältige Möglichkeiten, dauerhafte Restaurationen herzustellen. Wie jedoch anhand zahlreicher Studien dargelegt werden konnte^{43, 54, 124, 180}, werden die Ergebnisse häufig durch den Anwender selbst limitiert. Aus diesem Grund muss auf eine exakte Verarbeitung geachtet werden, um mögliche Anwendungsfehler zu vermeiden bzw. zum größtmöglichen Teil einzuschränken. Im Zusammenhang mit der Fehleranfälligkeit eines Adhäsivs wird auch häufig von der *Techniksensitivität* gesprochen. Ein Adhäsiv, welches gute Haftergebnisse unabhängig von der Anwendung zeigt, ist aus klinischer Sicht generell zu bevorzugen¹⁵⁴. Im Folgenden werden häufige Anwendungsfehler, welche sich bei der Verarbeitung der Adhäsive ergeben können, aufgelistet.

3.3.1 Überätzen des Dentins

Gerade bei den Etch & Rinse-Systemen können in den einzelnen Teilschritten sehr schnell anwendungsbedingte Fehler auftreten. Schmelz und Dentin müssen bei diesen Systemen gleichzeitig angeätzt werden. Dabei unterscheiden sich jedoch die idealen Ätzzeiten zwischen den beiden Zahnhartsubstanzen deutlich voneinander. Während bei Schmelz die optimale Einwirkzeit der Säure für die Konditionierung bei 30 Sekunden liegt, ist diese bei Dentin bereits nach 15 Sekunden erreicht^{54, 130}. Wird die Phosphorsäure länger auf dem Dentin belassen, erfolgt die Demineralisation bis in tiefere Schichten. Der anschließend aufgebraute Primer kann nicht mehr bis in diese Tiefe infiltrieren und es können poröse Zonen innerhalb der Hybridschicht auftreten¹³⁴. Darüber hinaus werden die freigelegten, jedoch nicht infiltrierten Kollagenfasern über die Einwirkdauer hydrolytisch zersetzt. Daraus ergeben sich Randundichtigkeiten und ein frühzeitiger Füllungsverlust. Als erste Anzeichen kann es beim Patienten zu postoperativen Hypersensitivitäten nach dem Legen der Füllung kommen^{50, 124, 132}. Aus klinischer Sicht ist es jedoch oftmals nicht möglich, beim Auftragen der Phosphorsäure ausschließlich Schmelzbereiche zu benetzen⁸⁶. Tritt mehr Säure als gewünscht aus der Applikationspritze aus, kommt das Gel zu früh mit dem Dentin in Kontakt, woraus sich eine Überätzung ergibt. Aus diesem Grund wird empfohlen, bereits zu Beginn der Applikation die Zeitmessung zu starten und sich an die vorgegebene Ätzzeit von Dentin zu halten. Im Vergleich zu den Gefahren von überätztem Dentin, lassen sich für den Schmelz auch bei kürzeren Ätzzeiten gute Haftwerte erzielen^{54, 50}.

Bei Self-Etch-Präparaten führt eine verlängerte Einwirkzeit des Adhäsivs auch zu einer tieferen Penetration und Demineralisation des Dentins¹⁰⁸. Durch die enthaltenen, eher milden bzw. schwachen Säuren und eine sehr gute Dentinhaftung treten postoperative Hypersensitivitäten jedoch selten auf⁵¹.

3.3.2 Feuchtigkeitsmanagement

Nach dem Anätzen muss bei Schmelzbeteiligung die Zahnoberfläche getrocknet werden. Erst dadurch lässt sich feststellen, ob ein ausreichendes Schmelz-Ätz-Muster entstanden ist. Dabei werden unvermeidbar auch Dentinareale mit getrocknet. Dieses *Übertrocknen* führt jedoch zum Kollaps der zuvor freigelegten Kollagenfasern. Dadurch kontrahieren die Dentinfasern und blockieren ein effektives Eindringen des Primers⁸⁷.

¹⁵⁸. Der applizierte Primer kann überätztes Dentin nicht ausreichend infiltrieren. Diese nicht infiltrierten bzw. mangelhaft infiltrierten Bereiche werden als *Nanoleakage* bezeichnet¹⁷². Um einen Kollagenkollaps zu vermeiden, empfiehlt es sich, nach dem Trocknen das Dentin erneut durch Wasser zu befeuchten. Dieser Vorgang wird als *rewetting* bezeichnet und ist gerade bei der Anwendung von Einflaschensystemen notwendig. Dabei ist es wichtig das Dentin so feucht wie nötig, jedoch nicht zu exzessiv anzuweichen. Bei Mehrflaschensystemen ist im Vergleich dazu bereits Wasser als Lösungsmittel vorhanden, wodurch sich das *rewetting* bei diesen Systemen erübrigt. Beim Aufbringen durchdringt das Wasser das Kollagengeflecht und lässt es erneut aufquellen. Einflaschensysteme, welche ausschließlich Aceton oder Ethanol als Lösungsmittel enthalten, besitzen diese Fähigkeit jedoch nicht^{128, 127}. Nicht zu verwechseln ist das *rewetting* mit dem sogenannten *wet-bonding* oder *moist-bonding*. Dabei wird die Zahnoberfläche nach dem Anätzen abgespült und nicht vollständig getrocknet. Flächenansammlungen von Wasser müssen dabei jedoch vermieden werden. Man umgeht dadurch ein Übertrocknen des Dentins und die Haftwerte für Systeme, welche Aceton bzw. Ethanol enthalten sind höher^{84, 86, 87, 178}. Jedoch lässt sich bei diesem Vorgehen nicht beurteilen, ob der Schmelz ausreichend angeätzt wurde.

Bei einigen wasserbasierten All-in-one-Systemen muss das Wasser vor der Polymerisation wieder entfernt werden. Dabei kann es durch zu starkes Verblasen zur Ausbildung sogenannter *dry-spots* kommen. Es wurde in einer Untersuchung von *Frankenberger et al.*⁵⁶ berichtet, dass eine Mehrfachapplikation des Adhäsivs diese Ausbildung verhindern kann.

3.3.3 Einwirkzeit und Applikationsart

Bei der klinischen Anwendung steht neben einem idealen Haftverbund auch die Verarbeitungszeit im Vordergrund. Aus diesem Grund wurde bei der Weiterentwicklung der Adhäsivsysteme stets versucht, die Einwirkzeiten des Primers und damit die gesamte Anwendungszeit des Systems zu verkürzen. Die vom Hersteller genannten Einwirkzeiten für die jeweiligen Systeme mit allen Komponenten sind strikt einzuhalten. Wird bei einem Self-Etch-Bondingsystem die Einwirkzeit des Primers jedoch unterschritten, kann dieser das kollagene Fasernetzwerk nicht ausreichend infiltrieren und für das Adhäsiv vorbereiten. Die Folge sind schlechtere Haftweltergebnisse und ein dauerhafter

Verbund zwischen Adhäsiv und Dentin kann nicht mehr gewährleistet werden^{26, 43, 54, 56, 129}.

Kanca⁸⁸ beschrieb im Jahr 1998, dass eine verlängerte Einwirkzeit des Primers sich sowohl positiv, als auch negativ auf den Haftverbund auswirken kann. Bei den von ihm verwendeten Adhäsiven zeigte sich, dass die wasserbasierten Adhäsive von einer verlängerten Einwirkzeit profitierten. Hingegen führte eine verlängerte Einwirkzeit bei Adhäsiven auf Ethanol- bzw. Acetonbasis zu keinen höheren Haftwerten. Weiterhin zeigen sich Unterschiede in Bezug auf die Applikationsform der Primer. Miyazaki *et al.*¹⁰⁷ beschrieben in ihren Untersuchungen, dass sich die Haftwerte eines aktiv einmassierten Primers von denen eines passiv aufgetragenen unterscheiden. Die Haftwerte wurden durch das aktive Einmassieren zwar verbessert, der Unterschied zum passiven Auftragen war jedoch nicht signifikant. Unterschiede konnten anschließend in der Untersuchung der Bruchflächen herausgefunden werden. Der Bruchspalt verlagerte sich in Richtung des Dentins. Dies zeigte, dass ein aktives Einmassieren zu einer besseren Penetration des Kollagens und der darunterliegenden Dentintubuli führte.

Zwar lassen sich Einflaschenpräparate schneller anwenden, doch zeigen die Mehrfläschchenadhäsive bessere Langzeitergebnisse in den resultierenden Haftwerten^{33, 54, 56-59, 168, 178, 180}. Letztlich entscheiden bei der Anwendung der Adhäsive wenige Minuten darüber, ob die Haltbarkeit der Versorgung über Jahre hinweg gewährleistet werden kann.

Es hängt vom jeweiligen Adhäsiv ab, ob Änderungen in der Anwendungszeit einen Einfluss auf den resultierenden Haftwert haben. Miyazaki *et al.*¹⁰⁸ kamen in Untersuchungen von zwei All-in-one-Systemen zu dem Ergebnis, dass verschiedene Einwirkzeiten von 5- 60 Sekunden keinen signifikanten Einfluss auf das Haftergebnis der untersuchten Adhäsive hatten. Daraus lässt sich jedoch keine Allgemeinaussage treffen, dass dies für alle Systeme zutreffen würde.

3.3.4 Verdunstungszeit

Die Verdunstung des Lösungsmittels stellt einen wesentlichen Aspekt bei der Verarbeitung der Adhäsive dar. Dabei gibt es grundsätzliche Unterschiede zwischen den einzelnen Adhäsivsystemen. Bei Mehrschrittsystemen, welche nach dem Etch & Rinse- oder Self-Etch-Verfahren angewandt werden, liegen üblicherweise keine flüchtigen Anteile in der adhäsiven Phase des Bondings vor. Bei diesen Systemen muss lediglich der Pri-

mer verblasen werden. Bei All-in-one-Systemen liegen jedoch hydrophobe und hydrophile Anteile, Monomere, Füllkörper und Lösungsmittel in einer Flasche vor¹¹⁵. Das Lösungsmittel dient dem Monomer als Transportmedium, um in freigelegtes Kollagen und Dentintubuli einzudringen. Nach dem Eindringen des Monomers, muss das Lösungsmittel jedoch wieder aus dem System entfernt werden. Verbleiben dennoch Lösungsmittelanteile, wird die vollständige Polymerisation des Adhäsivs verhindert. Die Wasseraufnahme kann dann im Laufe der Zeit zunehmen. Daraus resultiert eine kürzere Haltbarkeit des Adhäsivs sowie der Restauration^{151, 162}. Weiterhin kann das Adhäsiv durch Dentinliquor abgebaut werden, falls es nach der Polymerisation hydrophil bleibt und dadurch wie eine semipermeable Membran fungiert^{75, 83}.

1. ausbleibende Verdunstung

Ein gänzliches Verzicht auf das Verblasen hat bei wasserenthaltenen Systemen schlechtere Haftwerte zur Folge. Das überschüssige Wasser separiert sich in Form von Bläschen in der Adhäsivschicht und behindert eine vollständige Anheftung des Adhäsivs am Dentin. In den Kontrollversuchen, bei denen länger bzw. nach Herstellerangaben verblasen wurde, nahmen die Haftwerte signifikant zu^{60, 61, 142}. Die Abnahme der Haftwerte bei einem Verzicht auf den Schritt des Verblasens tritt auch bei Adhäsivsystemen auf, welche kein Wasser als Lösungsmittel enthalten²¹. Auch in anderen Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass es zu einer Abnahme der Haftwerte kommt, wenn generell auf das Verblasen des Primers verzichtet wird^{26, 107}.

Einen Unterschied stellt ein lösungsmittelfreies Adhäsivsystem dar. Bei Untersuchungen von *Takai et al.*¹⁵⁸ wurde ein lösungsmittelfreies All-in-one-System getestet. Dabei kann laut Herstellerangaben gänzlich auf ein Verblasen verzichtet werden, da das Adhäsiv kein flüchtiges Lösungsmittel enthält.

2. Verdunstungszeit zu kurz

Beim Verblasen des Primers wird der Lösungsmittelgehalt erniedrigt und die Haftkomponenten des Primers können auf die Dentineoberfläche einwirken. Wird der Primer zu kurz verblasen und es verbleibt ein zu hoher Restanteil von Lösungsmittel im Adhäsiv, wirkt sich dies negativ auf den Haftverbund aus^{64, 67, 91, 151, 158}. Die nachfolgende Polymerisation kann dann nicht vollständig ablaufen^{64, 83}.

*Ikeda et al.*⁷⁹ untersuchten den Verdunstungsgrad der Lösungsmittel in verschiedenen All-in-one-Adhäsivsystemen. Sie kamen zu dem Ergebnis, dass der Verdunstungsgrad mit der Dauer des Verblasens zunahm. Dabei stiegen gleichermaßen die Haftwerte an. Unterschiede gab es zwischen den einzelnen Adhäsivsystemen in Bezug auf das Vorhandensein von HEMA. Eine längere Verdunstungszeit führte bei dem untersuchten HEMA-haltigen Adhäsiv Clearfil S3 Bond zu einem verbesserten Haftwert. Wurde jedoch nicht ausreichend lang verblasen, verblieben die flüchtigen Anteile des Adhäsivs auf der Zahnoberfläche. Es kam zur *Phasenseparation*¹. Derartige Anteile waren nicht ausreichend aushärtbar und inhibierten eine vollständige Polymerisation des Adhäsivs. Bei dem HEMA-haltigen Clearfil S3 Bond, kam es nicht zu einer Phasenseparation⁷⁹. Denn HEMA besitzt hydrophile Eigenschaften, welche vor der Bildung einer Phasenseparation schützen sollen⁷⁵.

Auch in einer anderen Untersuchung von *Hiraishi et al.*⁷⁵ kam es bei der Verwendung von HEMA-freien Adhäsiven zur Phasenseparation. Dieses Phänomen wurde durch die Verdunstung der Lösungsmittel (Ethanol oder Aceton) erklärt. Die Lösungsmittel liegen im Adhäsiv in einem Überschuss vor und lösen somit alle anderen Komponenten inklusive Wasser. Bei der Verdunstung des Lösungsmittels werden die Komponenten separiert, wodurch eine Phasenseparation entsteht. Der Verdunstungsgrad hängt dabei immer vom enthaltenen Lösungsmittel ab. Bei einem Ethanol-Wasser-System kann durch ein längeres Verblasen auch ein größerer Anteil des Lösungsmittels verflüchtigt werden. Im Vergleich dazu ist der Verdunstungsgrad bei einem System auf reiner Wasserbasis nach gleicher Zeit geringer⁷⁸.

Für das Ethanol-Wasser enthaltene Clearfil S3 Bond wird in einer Untersuchung durch *Ikeda et al.*⁷⁹ darauf hingewiesen, dass nicht nur stark genug, sondern auch lang genug verblasen werden soll, um einen größtmöglichen Anteil des Lösungsmittels aus dem Adhäsiv zu entfernen.

Bei *Hiraishi et al.*⁷⁵ wurde neben einem experimentellen Bonding auch GBond genutzt. Es ist mit verschiedenen Abständen und verschiedenen Verblasdruckwerten gearbeitet worden. So zeigte sich, dass ein niedrigerer Abstand und ein höherer Verblasdruck einen höheren Haftwert zur Folge hatten. Erklärt wurde diese Ergebnisse damit, dass bei

¹ sichtbare Entmischung zweier Flüssigkeiten

geringerem Verblasdruck ein höherer Lösemittel- und Wasseranteil im Adhäsiv verbleibt und dies zu schlechteren Haftwerten führt.

3. Verdunstungszeit zu lang

Wurde der Primer zu lange verblasen, sanken die Haftwerte der untersuchten Gruppe im Vergleich zur Kontrollgruppe, bei welcher exakt nach Herstellerangaben vorgegangen wurde^{54, 61}. Auch in einer anderen Untersuchung wirkte sich ein zu langes Verblasen negativ auf den Haftverbund aus, da der Polymerisationsgrad^{II} des untersuchten acetonhaltigen All-in-one-Adhäsivs durch einen zu hohen Verlust des Lösungsmittels abnahm^{22, 60}. In einer weiteren Studie kollabierte das Kollagen des Dentins bei zu langem Verblasen des Primers eines Etch & Rinse-Systems. Das anschließend applizierte Adhäsiv konnte das kollagene Netzwerk nicht suffizient durchdringen⁷⁸.

Jacobsen *et al.*⁸² konnten in ihren Untersuchungen zeigen, dass vom Hersteller abweichende Zeiten beim Verblasen zu besseren Haftwerten führen können, da diese bei einer längeren Zeit des Verblasens zunahmen. Dabei wurde darauf hingewiesen, die Anleitungen seitens der Entwickler der Adhäsive zu überarbeiten.

Generell benötigen verschiedene Produkte auch jeweils individuelle Zeiten des Verblasens, um ein optimales Haftergebnis zu erzielen. Daher kann keine allgemeine Aussage über die Dauer des Verblasens getroffen werden. Es muss exakt nach den Herstellerangaben vorgegangen werden, wenn diese nicht durch neue Studien revidiert werden^{21, 26, 41, 60, 107, 133}.

3.3.5 Schichtdicke

Bei Mehrflaschenadhäsivsystemen kann neben dem Primer auch das Adhäsiv verblasen werden. Diese Phase enthält im Vergleich zum Primer jedoch kein Lösungsmittel. Beim Verblasen des Adhäsivs wird ein direkter Einfluss auf dessen Schichtstärke genommen, was wiederum zu unterschiedlichen Haftwertergebnissen führen kann.

Die bei der Lichtpolymerisation entstehende Sauerstoffinhibitionsschicht ist üblicherweise ca. 15 µm¹⁷⁸ stark. Letztere bildet sich auf der Oberfläche des Adhäsivs, wo die-

^{II} Anteil der verknüpften Monomerbausteine nach Aushärtung der Adhäsivschicht

ses mit Luftsauerstoff in Verbindung kommt. Bei der Verteilung durch Druckluft ergibt sich das Problem, die Adhäsivschicht so weit auszudünnen, dass die Sauerstoffinhibitionsschicht bis direkt an das Dentin reicht und damit den Haftwert bzw. die Effektivität des Adhäsivs negativ beeinflussen. Gemäß verschiedener Studien sollte daher das Adhäsiv mit einem Microbrush-Bürstchen aufgetragen werden^{74, 140, 178}. Hierbei muss jedoch zwischen den verschiedenen Systemen unterschieden werden. So beschrieben *Zheng et al.*¹⁸⁴ in Untersuchungen, dass bei Liner Bond 2V, einem rein hydrophoben Adhäsiv eines Mehrflaschensystems, die Haftwerte mit zunehmender Schichtstärke ebenfalls zunahmen. Im direkten Vergleich dazu nahmen die Haftwerte von Single Bond, einem hydrophilen Einflaschenadhäsiv auf Ethanol-Wasser-Basis, jedoch mit zunehmender Schichtstärke ab. Begründet wurde dieser Effekt damit, dass in einer zu dicken Adhäsivschicht ein zu hoher Restanteil von Lösungsmittel vorlag. Dieser verhinderte die vollständige Polymerisation, wodurch die Haftwerte abnahmen. Weiterhin kam es ab einer Schichtstärke von über 25 µm zu einer Phasenseparation am Übergang zwischen Adhäsiv und aufgetragenem Kompositmaterial.

Es existieren verschiedene wissenschaftliche Standpunkte über eine sinnvolle adhäsive Schichtstärke. In einigen Studien^{23, 26, 34} werden dickere Schichten aus ungefülltem oder wenig gefülltem Adhäsiv als vorteilhaft angegeben. Diese sollen die Spannungs- und Stressbelastungen im Füllungsmaterial während der Polymerisation reduzieren.

In einer anderen Untersuchung von *Lodovici et al.*⁹⁹ wirkte sich jedoch ein doppeltes Aufbringen des Adhäsivs, welches als flexible Zwischenschicht dienen sollte, nicht positiv auf den Haftverbund aus. Dazu wurde ein hydrophobes Bonding eines 3-Schritt-Etch & Rinse- sowie eines 2-Schritt-Self-Etch-Adhäsivs mehrmals appliziert. Weitere Untersuchungen^{25, 26} zeigten ebenfalls abnehmende Haftwerte durch mehrmaliges Applizieren der verwendeten Adhäsive.

In einer Untersuchungen von *Medina et al.*¹⁰² konnten wiederum keine Unterschiede in den resultierenden Haftwerten verschiedener Schichtstärken festgestellt werden.

3.3.6 Abstand der Multifunktionsspritze

Der Abstand der dentalen Multifunktionsspritze von der Zahnoberfläche kann ebenso einen Einfluss auf den Haftverbund haben. *Kanca*⁸⁷ fand in Untersuchungen eines acetonehaltigen All-in-one-Adhäsivs heraus, dass die Haftwerte sowohl mit zunehmendem

Abstand, als auch mit kürzerer Verblaszeit anstiegen. Bei diesem System musste jedoch im wet-bonding Verfahren gearbeitet werden. Ein Austrocknen der Dentineoberfläche hatte einen negativen Einfluss auf den Haftverbund. Daher wirkten sich ein größerer Abstand sowie eine kürzere Verdunstungszeit positiv auf den resultierenden Haftwert aus.

Aus einem zu großen Abstand der Multifunktionsspritze ergab sich in einer weiteren Untersuchung⁴² ein negativer Einfluss auf den Haftverbund. Dabei konnte das Lösungsmittel bei einem Abstand von zehn Zentimetern nicht ausreichend aus dem System entfernt werden.

In einer Untersuchung von *El-Askary et al.*⁴¹ wurden die Abstände der Multifunktionsspritze sowie unterschiedliche Haftflächengrößen eines 2-Schritt- Etch & Rinse-Adhäsivs auf Ethanol-Wasser-Basis (Adper Single Bond 2) untersucht. Die Abstände der dentalen Multifunktionsspritze wurden auf 1 cm, 5 cm, 10 cm und 20 cm eingestellt. Unabhängig von der Haftfläche wurden die höchsten Haftwerte bei 1 cm Abstand gemessen. Weiterhin wurde darauf hingewiesen, dass die Abstände innerhalb der Gebrauchsanweisungen der Adhäsive angegeben werden sollten.

Durch eine Stichprobe unter den Studenten des Zentrums für Zahnärztliche Prothetik der Justus-Liebig-Universität Gießen wurde ein mittlerer Abstand von 1 cm der Multifunktionsspritze zur Zahnoberfläche herausgearbeitet.

3.3.7 Verblasdruckwert und Verblasdrucktemperatur

Beim Verblasen ermöglicht die Anwendung der dentalen Multifunktionsspritze das stufenlose Arbeiten mit verschiedenen Verblasdruckwerten. Eventuelle Folgen auf den Haftverbund der Adhäsive wurden in nur wenigen Studien untersucht, die nachfolgend beschrieben werden.

*Spreafico et al.*¹⁵⁴ untersuchten die Adhäsive Clearfil SE Bond, GBond, Adper Prompt L-Pop und ein experimentelles Adhäsiv im Hinblick auf einen unterschiedlichen Verblasdruckeinfluss. Dabei wurde bei einem Abstand von zwei Zentimetern mit niedrigem Druck (1,2 bar) und in einer anderen Gruppe mit hohem Druck (6,8 bar) verblasen. Es wurden keine veränderten Haftwerte bei den drei untersuchten auf dem Dentalmarkt befindlichen Adhäsiven festgestellt. Bei dem experimentellen Adhäsiv konnten Unterschiede innerhalb der Bruchstelle erkannt werden. Unter Anwendung eines niedrigen

Verblasdruckes kam es sowohl zu Brüchen zwischen Adhäsiv und Komposit (adhäsiver Bruch), als auch innerhalb des Adhäsivs (kohäsiver Bruch). Bei hohem Verblasdruck lag die Bruchstelle ausschließlich innerhalb des Adhäsivs (kohäsiver Bruch). Nach Betrachtung der Bruchstelle unter dem Makroskop, wurden größere Bereiche mit Fehlstellen sichtbar. Es wurde abschließend von einem zu starken Verblasen abgeraten, da diese Vorgehensweise eine Trennung der Einzelbestandteile des Adhäsivs zur Folge hätte.

*Shinkai et al.*¹⁵¹ untersuchten den Einfluss von Druckluft auf den Haftverbund von zwei All-in-one-Systemen. Dabei unterscheiden sich diese im enthaltenen Lösungsmittel. Clearfil S3 Bond auf Ethanol-Wasser-Basis und Fluoro Bond Shake One auf Aceton-Wasser-Basis. Es wurde mit niedrigem und hohem Verblasdruckwert gearbeitet. Für Clearfil S3 Bond ergaben sich bei hohem Druck signifikant höhere Haftwerte. Bei Fluoro Bond Shake war es umgekehrt. Es konnten signifikant höhere Haftwerte bei niedrigeren Verblasdruckwerten erzielt werden. Die Erklärung für diese Erscheinungen war, dass Ethanol weniger flüchtig als Aceton ist und daher ein höherer Verblasdruck zur Verdunstung des Lösungsmittels notwendig war. Bei Aceton hingegen führt ein zu hoher Verblasdruck zu einem Austrocknen der Dentinoberfläche. Auch wurde von Rissbildungen in der Adhäsivschicht bei zu hohem Verblasdruck berichtet²².

Bei einer Untersuchung von *El-Askary* und *van Noort*⁴² wurden sowohl der Abstand als auch der Verblasdruckwert variiert. Es wurde ein All-in-one-Adhäsiv getestet (Futura-bond M.). Die Abstände wurden mit 2 cm, 5 cm oder 10 cm gewählt. Die Verblasdruckwerte lagen bei 1,0 bar, 2,6 bar und 4 bar. Sowohl der geänderte Verblasdruck, als auch der veränderte Abstand der dentalen Multifunktionsspritze hatten signifikante Änderungen des Haftwertes zur Folge. Bei 1,0 bar und 2,6 bar nahmen die Haftwerte mit zunehmendem Abstand ab. Bei dem Verblasdruckwert von 4,0 bar erzielte der mittlere Abstand von 5 cm den höchsten Haftwert. Es konnten Luftblasen innerhalb des Adhäsivs nachgewiesen werden, welche durch Druckluft eingebracht worden waren. Diese könnten für die teilweise niedrigeren Haftwerte verantwortlich sein. Zusammenfassend wurde darauf hingewiesen, dass bei steigendem Druckluftwert der Abstand der Multifunktionsspritze vom Zahn erhöht werden sollte, um einen besseren Haftwert zu erhalten.

Die verwendete Temperatur des Luftstroms hat einen Einfluss auf den Haftverbund des Adhäsivs. In Untersuchungen von *Klein-Junior et al.*⁹¹ konnte gezeigt werden, dass für ein Ethanol-Wasser basiertes Adhäsiv die Haftwerte bei einem warmen Luftstrom

(60° C) im Vergleich zur Kontrollgruppe (20° C) zunahmen. Auch ein geringeres Auftreten von *Nanoleakage* war die Folge. Durch eine hohe Temperatur kam es zu einer stärkeren Verdunstung und das Lösungsmittel konnte schneller und effektiver aus dem System entfernt werden. Es gab dabei keinen Einfluss auf den Polymerisationsgrad des Adhäsivs. Dieses Ergebnis konnte durch eine Studie von *Reis et al.*¹³⁸ belegt werden. Bei dieser wurden die Haftwerte unmittelbar nach Prüfkörperherstellung sowie nach sechsmonatiger Wasserlagerung gemessen. Die Verwendung eines warmen Luftstroms verbesserte den Haftverbund eines Ethanol-Wasser basierten Systems auch nach sechsmonatiger Wasserlagerung und trug damit positiv zur Haltbarkeit der Versorgung bei. In einer anderen Untersuchung von *Ogura et al.*¹¹⁹ wurde mit 37° C warmer Luft bei drei verschiedenen Applikationszeiten (5, 10, 15 Sekunden) gearbeitet. Hierbei wurde festgestellt, dass sich die Verwendung von warmer Luft positiv auf den Haftverbund auswirkte. Es zeigten sich jedoch Unterschiede im Hinblick auf das enthaltene Lösungsmittel des Adhäsivs. Eine Allgemeinaussage konnte nicht getroffen werden.

3.4 Stumpfaufbaumaterialien

Stumpfaufbaumaterialien aus Komposit dienen in der Zahnärztlichen Prothetik unter anderem zur Wiederherstellung verlorengegangener Zahnhartsubstanz an Pfeilerzähnen für die Aufnahme von Kronen- und Brückenversorgungen. Sie ähneln im Aufbau und der Zusammensetzung sehr stark den Füllungskompositen und bestehen aus drei Hauptbestandteilen. Der organischen Matrix, einer dispersen, anorganischen Phase (Füllstoffe) und einer haftvermittelnden Verbundphase. Im Vergleich zu den Füllungskompositen können diese sowohl zahnfarben als auch bunt eingefärbt sein, um den Übergang von Aufbaumaterial zur Zahnhartsubstanz besser sichtbar machen zu können.

Die organische Matrix besteht im Wesentlichen aus Monomeren, Stabilisatoren, Initiatoren und weiteren Zusatzstoffen. Die Monomere liegen meist als mehrfunktionelle Methacrylate vor, welche sich schematisch durch die Grundformel *MA-R-MA* beschreiben lassen. *MA* beschreibt hierbei ein Methacrylatsäureester-Rest und *R* eine kohlenwasserstoffhaltige Molekülkette als Zwischenglied, welches hauptsächlich für die mechanischen Eigenschaften verantwortlich ist. Die enthaltenen Initiatoren zerfallen durch Licht oder durch chemische Aktivierung beim Mischen der Komponenten in freie Radikale, welche mit den Monomeren zu polymeren Kettenmolekülen reagieren. Sie bewir-

ken eine vollständige Aushärtung des Materials. Die enthaltenen Stabilisatoren schützen vor einer verfrühten Aushärtung und stellen die Haltbarkeit des Materials sicher¹³⁶.

Die disperse Phase dient zur Verbesserung der mechanischen und physikalischen Eigenschaften (Biegefestigkeit, Druckfestigkeit, E-Modul). Als Füllstoffe kommen häufig Mischungen aus Siliziumdioxid, Quarz oder Glas zum Einsatz. Die Größe der Füllstoffpartikel bestimmt die physikalischen Eigenschaften⁷³.

Die Verbundphase stellt den dauerhaften Zusammenschluss zwischen organischer Matrix und anorganischen Füllkörpern her.

Während der Polymerisation entstehen im Material häufig Spannungen, welche eine Kontraktion bedingen. Diese sogenannte Polymerisationschrumpfung liegt im Mittel bei 1,7- 3 Vol.-% und erfordert zur Minimierung ein schichtweises Einbringen des Materials⁷².

Im Dentalmarkt befinden sich chemisch härtende, lichthärtende und dualhärtende (sowohl licht- als auch chemisch härtende) Komposite. Bei den chemisch härtenden Kompositen erfolgt die Polymerisation durch Redoxinitiatorsysteme, welche, je nach System, häufig tertiäre Amine als Koinitiatoren enthalten. Werden diese Komposite mit Self-Etch-Bondingsystemen verarbeitet, findet eine Säure-Base-Reaktion zwischen Amin und saurem Haftvermittler des Bondings statt, welche beim Initiatorsystem Aminmoleküle blockiert. Die Bildung von Starterradikalen wird dadurch vermindert und eine vollständige Aushärtung des Komposits kann nicht mehr erfolgen. Daher sollten All-in-one-Adhäsive oder Mehrflaschen-Self-Etch-Systeme nicht mit chemisch- oder dualhärtenden Stumpfaufbaumaterialien verwendet werden. Auch zusätzlich angebotene, systemzugehörige Aktivatoren haben sich nur selten als wirksam erwiesen. Diese müssen mit dem Adhäsiv vermischt werden und sollen die Inkompatibilität zwischen Adhäsiv und Stumpfaufbaumaterial verhindern^{90, 112, 137}.

Bei lichthärtenden Stumpfaufbaumaterialien kommen Polymerisationslampen mit Halogen- oder LED-Lichtquellen zur Anwendung. Durch die Lichtenergie wird das Photosensibilisatorsystem angeregt und es entsteht ein Komplex, der in Radikale zerfällt und damit gleichzeitig die Abbindereaktion startet. Die Polymerisationslampe sollte bei der Aushärtung so nah wie möglich am Stumpfaufbaumaterial platziert werden, denn die Lichtintensität nimmt bei vergrößertem Abstand stark ab. Dies hat eine geringere Quantenausbeute und damit eine unvollständigere Aushärtung des Komposits zur Folge¹⁰⁰.

3.5 Experimentelle Rahmenbedingungen

3.5.1 Haftverbundprüfung

Haftverbundprüfungen können durch Zug-, Ausstoß- oder Abscherversuche durchgeführt werden. Sie können zum Teil in mikroskopische und makroskopische Versuche unterteilt werden. Ausschlaggebend dafür ist die Größe der Haftverbundfläche. Bereits im Jahr 1989 kamen *van Noort et al.*¹⁸¹ in ihren Untersuchungen zu dem Ergebnis, dass bei Zug- oder Abscherversuchen ein standardisiertes Verfahren notwendig ist. Erst dadurch ließen sich die Ergebnisse von verschiedenen Untersuchungen miteinander vergleichen.

Beim Zugversuch wird der Prüfkörper an beiden Enden in die Prüfmaschine eingespannt und ein kontinuierlicher Zug auf ihn ausgeübt. Dabei werden die benötigte Kraft und der zurückgelegte Weg bis zum Abriss gemessen⁴⁷.

Ausstoßversuche eignen sich sehr gut, um Haftverbundprüfungen in Hohlkörpern durchzuführen. Als Beispiel sind hier Wurzelstiftverankerungen zu nennen³⁷. Dabei wird ein Untersuchungsmaterial in einem Prüfkörper befestigt und anschließend in Scheiben zersägt. Danach werden die Prüfkörper eingespannt und ein Stempel drückt das zu untersuchende Material aus dem Prüfkörper. Dabei wird der zurückgelegte Weg sowie die Kraft bis zum Ausstoß gemessen⁹⁷.

Makroskopische Ausstoß- oder Zugversuche werden häufig für Haftversuche von Zementen an Metall- oder Keramikoberflächen genutzt^{2, 1, 89}. Auch zur Bestimmung der Retentionswerte von Stiftaufbauten in Wurzelkanälen, eignet sich dieses Verfahren^{114, 185}.

Die Haftfläche von Mikrozugversuchen beträgt in der Regel 1 mm² oder weniger. Diese Methode wurde durch *Sano et al.*¹⁴³ im Jahr 1994 erstmals etabliert und zählt zu den am häufigsten durchgeführten Haftverbundprüfungen³⁰. Der Vorteil liegt darin, mehr Prüfkörper aus dem jeweiligen Substrat herstellen zu können. Darüber hinaus besteht eine geringere Gefahr, versehentlich verschiedene Dentinschichten zu untersuchen. Im Vergleich zu anderen Untersuchungsmethoden ist dieses Verfahren jedoch sehr aufwendig durchzuführen¹²¹.

Abscherversuche lassen sich in mikroskopische und makroskopische Haftverbundprüfungen unterteilen. Bei diesen Verfahren wird der Prüfkörper in eine Vorrichtung auf einer beweglichen Traverse eingespannt und gegen einen feststehenden Prüfzylinder

gefahren. Ein auf dem Prüfkörper befindlicher Festkörper (beispielsweise ein Kompositzylinder) wird dadurch abgesichert. Dabei wird die einwirkende Kraft bis zur Abscherung gemessen.

Der Mikroabscherversuch wurde 2002 etabliert¹⁵⁰. Dabei wird auf eine vergleichsweise sehr kleine Haftfläche eine dicke Adhäsivschicht aufgebracht. Durch die große Variation der adhäsiven Schichtstärke, in Bezug auf die Größe der Haftfläche, kommt es zu starken Belastungsabweichungen während der Haftverbundprüfung. Durch den relativ hohen Aufwand und die möglichen Variationen während der Prüfung wird dieses Verfahren seltener angewandt^{135, 179}.

Neben dem Mikrozugversuch ist der makroskopische Abscherversuch das mit am häufigsten angewandten Verfahren für die Haftverbundprüfung. Es lässt sich im Vergleich zu anderen Prüfverfahren schneller und dadurch leichter durchführen. Hinzu kommen standardisierte Durchführungsprotokolle und -apparaturen. In der vorliegenden Dissertation wurden Apparaturen der Firma Ultradent verwendet. Auch eine bestehende ISO-Norm *Dental materials – Testing of adhesion to tooth structure*⁸¹ gibt genaue Vorgaben zu Prüfungsdurchführung.

3.5.2 Bestimmung des Verblasdruckes und der Strömungsgeschwindigkeit

Membrandruckregler eignen sich sehr gut zur Regulierung von Druckluftwerten sowie zum Ausgleich von Druckluftschwankungen. Mithilfe einer eingebauten Membran wird der Leistungsdruck auf der Eingangsseite auf den gewünschten Betriebsdruck reguliert. Durch eine Federkraft kann der Druck in einem definierten Bereich stufenlos eingestellt werden. Durch Bewegungen eines Reglerkolbens, welcher auf die Membran wirkt, werden evtl. auftretende Druckschwankungen ausgeglichen und ein gleichmäßiger Druck auf der Ausgangsseite erzielt⁴⁴.

Je nach Druck und Strömungsgeschwindigkeit ändert sich auch die Temperatur der Druckluft. Dieser Effekt hat einen direkten Einfluss auf den Verdunstungsgrad der Lösungsmittel der Adhäsive (siehe Punkt 3.3.7). Durch einen Strömungsmessumformer kann sowohl die Durchflussgeschwindigkeit als auch die anliegende Temperatur simultan gemessen werden.

Bei kompressiblen Medien kann es durch Verwirbelungen und Querschnittsänderungen zu Schwankungen des Druckes kommen. Gerade zur Messung kleiner Druckluftwerte

eignen sich digitale Manometer sehr gut. Die Messung kann durch verschiedene Verfahren erfolgen (Piezoelektrischer Effekt, induktive Messumformung, Dehnungsmessstreifen, Widerstandsänderung von Halbleitern, Kapazitätsänderung von Kondensatoren). Bei dem Verblasdruck einer Multifunktionsspritze handelt es sich um dynamische Druckluftwerte. Diese können gezielt durch ein Manometer, welches auf einem piezoelektrischen Effekt basiert, gemessen werden. Dabei erzeugt der anliegende Druck eine auf einen Piezokristall (Quarz, Bariumtitanat) einwirkende Kraft. Dies erzeugt eine elektrische Aufladung der Kristalloberfläche, welche gemessen und durch das Gerät simultan umgerechnet werden kann¹¹. Die Druckluftwerte [bar] werden auf zwei Kommastellen genau angegeben.

3.5.3 Bovines Dentin als vergleichbares Untersuchungsmaterial

Da die Beschaffung menschlicher Zähne für in-vitro Untersuchungen sehr aufwendig ist, suchte man bereits früh nach geeigneten Ersatzmaterialien. Die grundsätzlichen Eigenschaften des Prüfsubstrates sollten dabei vergleichbar sein. Bereits 1983 untersuchten *Nakamichi et al.*¹¹⁸, ob sich bovine Zähne als Ersatz für menschliche Zähne eignen, da diese in nahezu unbegrenzter Menge verfügbar waren. Dazu wurden oberflächliche Dentinschichten frischer menschlicher sowie boviner Zähne miteinander verglichen. Es ergaben sich keine signifikanten Unterschiede in den Ergebnissen der Haftverbundprüfungen, obwohl die mittleren Haftwerte bei Rinderzähnen unter denen der menschlichen Zähne lagen. Beim Vergleich älterer Rinderzähne waren die Haftwerte in oberflächlichen Dentinschichten jedoch höher als in tiefer liegenden Schichten. Die höheren Haftwerte könnten durch das fortgeschrittene Alter des Dentins erklärt werden. Nahe-liegender war jedoch die Tatsache, dass sowohl die Dichte, als auch die Radien der Dentintubuli in tieferen Dentinschichten signifikant zunahmen.

1989 untersuchten *Tagami et al.*¹⁵⁷ die Permeabilität von menschlichem und bovinem Dentin, denn diese steht in direktem Zusammenhang zur Größe, Anzahl und Länge der vorhandenen Dentintubuli. Sie kamen zu dem Ergebnis, dass das Dentin von Rinderfrontzähnen eine sechs bis achtmal geringere Permeabilität als humanes Dentin von Weisheitszähnen aufwies. Die Permeabilität glich jedoch der des menschlichen Wurzel-dentins.

Im Unterschied zu den Untersuchungen von *Tagami et al.*¹⁵⁷ konnte in einer weiteren Studie durch *Schmalz et al.*¹⁴⁵ festgestellt werden, dass Rinderdentin in Bezug auf die Permeabilität nahe der Schmelz-Zementgrenze mit menschlichem coronalem Dentin vergleichbar ist. Erneut zeigten sich Unterschiede bei der Anzahl und der Durchmesser der Dentintubuli.

Die unterschiedlichen Ergebnisse der einzelnen Studien können auf verschiedene Dentinschichten der untersuchten Proben zurückzuführen sein¹⁴⁵. Denn die Abstände und Durchmesser der Dentintubuli variieren in den unterschiedlichen Dentinschichten. Diese sind in oberflächlichem Rinderdentin kleiner als in tieferen Dentinschichten¹⁵⁷. *Nakamichi et al.*¹¹⁸ kamen zu dem Ergebnis, dass sich Rinderzähne als Ersatzmaterial für menschliche Zähne zur Haftverbundprüfung eignen, wenn oberflächliche Dentinschichten zur Untersuchung genutzt werden. Auch *Schilke et al.*¹⁴⁴ konnten nachweisen, dass sich bovine Rinderfrontzähne als Ersatzmaterial für menschliches Dentin der Molaren eignen.

4 Material und Methode

Im Folgenden wird zunächst eine allgemeine Übersicht über das methodische Vorgehen gegeben. Es folgt die detaillierte Beschreibung des Versuchsaufbaus sowie der Prüfkörperherstellung bis zur Haftverbundprüfung. Danach werden die weiterführenden Materialuntersuchungen und die statistische Auswertung beschrieben.

4.1 Methodikübersicht

Für die durchgeführte in-vitro Studie wurden 192 Prüfkörper aus Rinderfrontzähnen hergestellt. Da Haftverbundprüfungen von aufgebrachtem Stumpfaufbaumaterial auf Adhäsiv und Dentin durchgeführt werden sollten, wurden die Prüfkörper bis auf oberflächliche Dentinschichten freigelegt. Auf diese Dentinoberfläche (jeweils $n=32$ Prüfkörper) sind sechs verschiedene Dentaladhäsive aufgebracht worden. Es wurden zwei unterschiedliche Verblasdruckwerte zur Verdunstung des Lösungsmittels verwendet. (Prüfkörper: $n=16$ bei 1,5 bar/ $n=16$ bei 3,0 bar). Nach der Polymerisation der Adhäsive wurde lichthärtendes Stumpfaufbaumaterial aufgebracht, polymerisiert und die Prüfkörper für 24 Stunden bei 37° C in destilliertem Wasser gelagert. Im Anschluss wurden Haftverbundprüfungen durchgeführt und statistisch ausgewertet. Dadurch sollte herausgefunden werden, ob unterschiedliche Verblasdruckwerte einen Einfluss auf die resultierenden Dentinhaftfestigkeiten der Adhäsive haben.

Abbildung 4.1 zeigt die Prüfkörperverteilung in einer schematischen Übersicht.

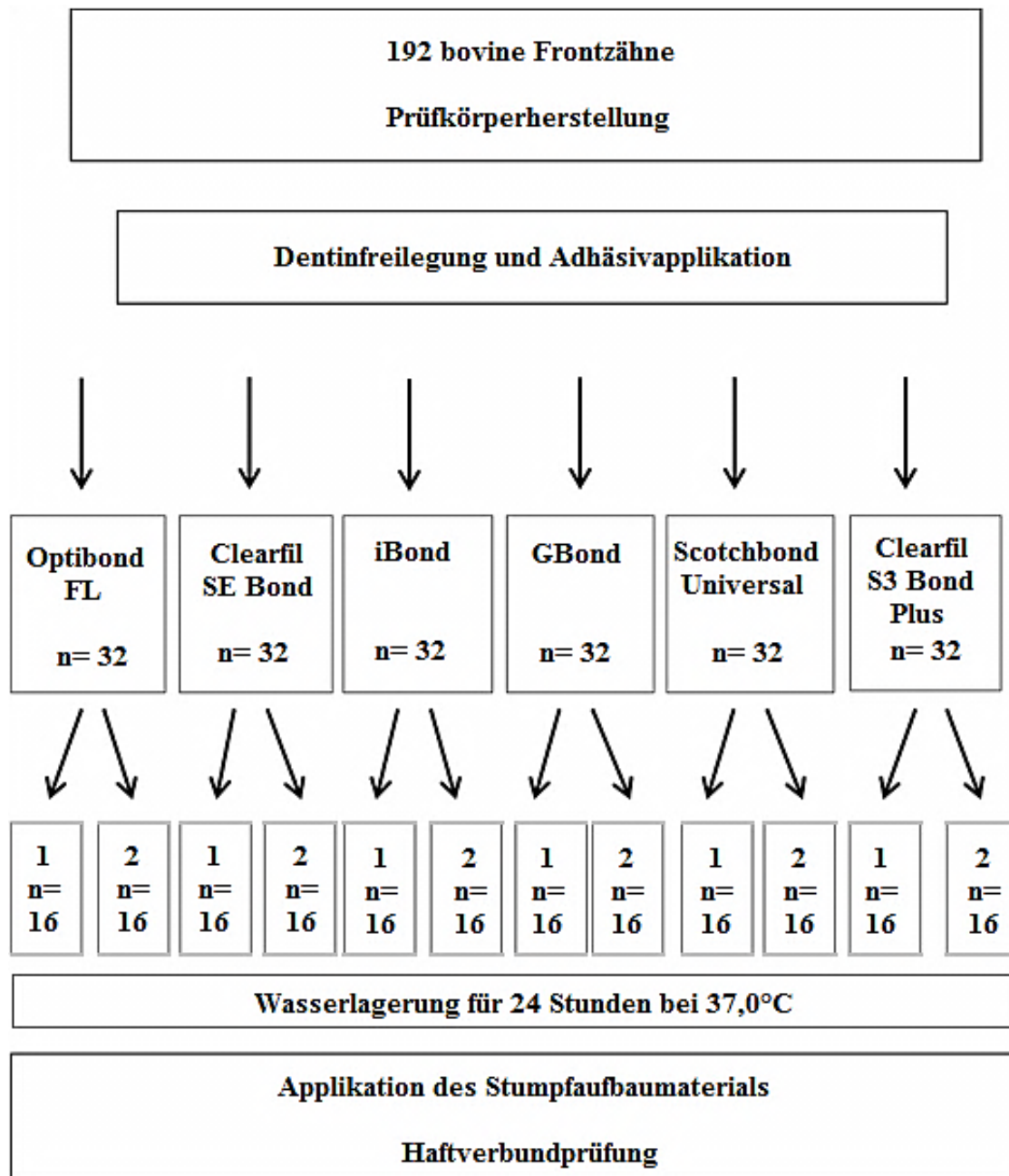


Abb. 4.1 Methodikübersicht zur Prüfkörperverteilung

Legende: 1 = Verblasdruckwert 1,5 bar

2 = Verblasdruckwert 3,0 bar

4.2 Versuchsaufbau und Verblasdruckmessung

4.2.1 Übersicht

Um den Einfluss des Verblasdruckes auf den Haftwert der einzelnen Adhäsivsysteme vergleichend zu untersuchen, wurde ein einheitlicher Versuchsaufbau gewählt. Weiterhin waren reproduzierbare Verblasdruckwerte notwendig, um eine Aussage über eventuell auftretende Unterschiede in den resultierenden Dentinhaftfestigkeiten treffen zu können. In der vorliegenden Arbeit wurde mit zwei unterschiedlichen Verblasdruckwerten gearbeitet. Als niedriger Wert wurde die Versuchseinheit auf 1,5 bar dauerhaft eingestellt. Dieser Verblasdruck liegt knapp über dem atmosphärischen Druck von 1,0 bar und entspricht einem subjektiv schwachen, aber fühlbaren Luftstrom. Als hoher Wert wurde 3,0 bar eingestellt. Moderne Dentaleinheiten haben einen maximalen Betriebsdruck von ca. 3,3 bar. Die verwendeten Verblasdruckwerte sind dadurch an jeder Dentaleinheit zu erreichen. Der gesamte Versuchsaufbau ist in Abbildung 4.2 schematisch dargestellt.

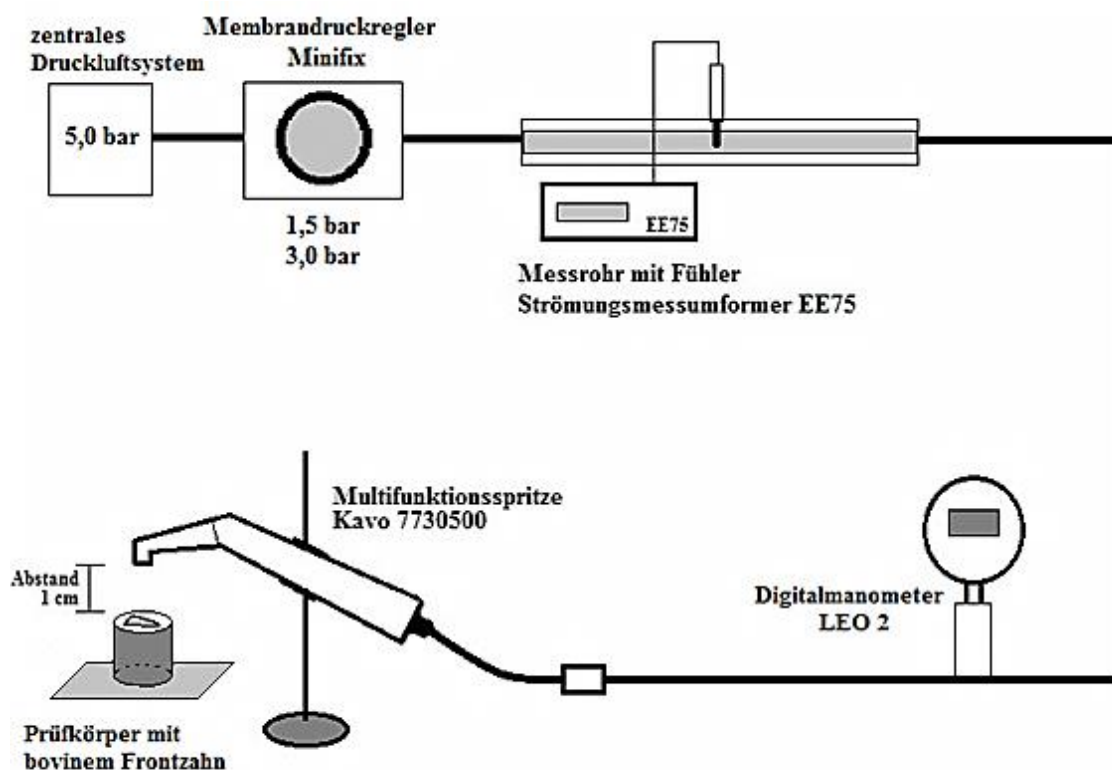


Abb. 4.2 Versuchsaufbau schematisch

4.2.2 Membrandruckregler Minifix

Der Leitungsdruck der Druckluftanlage des Zentrums für Zahn- Mund- und Kieferheilkunde in Gießen lag bei ca. 5,0 bar. Um diesen Druck regulieren zu können, kam ein vordruckunabhängiger Membrandruckregler *Minifix* (Riegler/ Bad Urach, Deutschland) zum Einsatz (Abb. 4.3). Der mögliche Regelbereich lag in einem Bereich von 0,2-6 bar. Damit wurde der Druckluftwert voreingestellt und der anliegende Systemdruck auf die gewünschten Werte reguliert.



Abb. 4.3 Membrandruckregler Minifix

4.2.3 Digitaler Strömungsmessumformer EE75

Im weiteren Verlauf gelang die Druckluft durch ein Schlauchsystem zu einem Messrohr (Teseo/ Brescia, Italien) mit einer Gesamtlänge von 400 mm bei einem Durchmesser von 25 mm. In der Mitte des Messrohres befand sich ein abgesetzter, druckdichter Fühler für den Strömungsmessumformer *EE75* (E+E Elektronik/ Engerwitzdorf, Österreich) (Abb. 4.4). Dieser ermittelte während der Versuche Daten bezüglich der Strömungsgeschwindigkeit und der Temperatur der verwendeten Druckluft. Die Strömungsgeschwindigkeit wurde dabei über das Prinzip der Heißfilmmanometrie gemessen. Innerhalb des Fühlers sind zwei Widerstandsmeander verbaut. Durch einen der beiden Widerstände wird dauerhaft die vorhandene Temperatur gemessen. Der andere wird auf eine konstante Übertemperatur erhitzt und durch die vorbeiströmende Druckluft abgekühlt. Durch Messung der elektrischen Leistung, welche zum Aufrechterhalten des konstanten Temperaturabstandes zwischen den beiden Widerständen (Heizwiderstand und Temperaturmeander) notwendig ist, wird die Strömungsgeschwindigkeit ermittelt¹¹.



Abb. 4.4 Digitaler Strömungsmessumformer EE75

4.2.4 Digitalmanometer LEO 2

Nach der Strömungsmessung gelangte die Druckluft zu einem digitalen Manometer LEO2 (Keller AG/ Winterthur, Schweiz) (Abb. 4.5), mit welchem der exakt anliegende Verblasdruckwert innerhalb der Versuchseinheit ermittelt wurde. Eventuelle Druckluftschwankungen wurden durch Nachregulieren am Druckluftregler ausgeglichen. Somit konnten konstante Druckluftwerte während der Messungen sichergestellt werden. Die Messung des Verblasdruckwertes [bar] erfolgte auf zwei Nachkommastellen.



Abb. 4.5 Digitalmanometer LEO 2

4.2.5 Dentale Multifunktionsspritze

Um klinisch übliche Ausgangsbedingungen der Druckluft an der Austrittsöffnung sicher zu stellen, wurde eine handelsübliche dentale Multifunktionsspritze Typ 773.0500 (Kavo/ Biberach, Deutschland) verwendet (Abb. 4.6). Innerhalb dieser erfolgt bei der Anwendung eine Trennung von Luft und Wasser. Ein gewünschter Spraynebel wird erst ca. 1-2 cm vor der Spritzenöffnung generiert. Da während der Versuche eine Kontamination der Dentinoberfläche durch eventuell austretendes Wasser verhindert werden

sollte, wurde die Spritze ausschließlich mit Druckluft betrieben. Bei einer durch Fingerdruck regulierten Spritze kann die austretende Druckluft jedoch nicht genau spezifiziert werden. Aus diesem Grund wurde innerhalb des Ventilkörpers der verwendeten Multifunktionsspritze der Druckluftminderer entfernt. Dadurch wurde ein dauerhafter Maximaldurchfluss erzielt. Diese Einstellung ist mit einem maximalen Fingerdruck auf die Multifunktionsspritze identisch und kann jederzeit an anderen Dentaleinheiten durch vollständiges Drücken der Drucklufttaste erzeugt werden. Die Multifunktionsspritze wurde in einem Stativständer im 90° Winkel zum Prüfkörper fixiert (Abb.4.6). Dabei wurde darauf geachtet, einen gleichbleibenden Abstand von einem Zentimeter zwischen Austrittsöffnung der Multifunktionsspritze und freigelegter Dentinoberfläche einzuhalten.

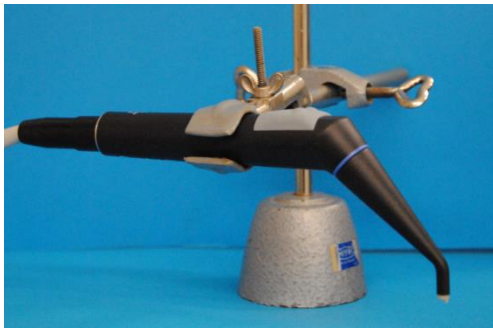


Abb. 4.6 Dentale Multifunktionsspritze im Stativständer

4.3 Prüfkörperherstellung

4.3.1 Rahmenbedingungen

Alle Versuche wurden in Laborräumen bei konstanter Luftfeuchtigkeit von $50 \% \pm 10 \%$ und einer Raumtemperatur von $23^{\circ} \text{C} \pm 1^{\circ} \text{C}$ durchgeführt. Alle Materialien wurden nach Herstellerangaben und den jeweils gültigen Gebrauchsinformationen verarbeitet.

4.3.2 Prüfsubstrat

Pro Prüfserie wurden 16 Prüfkörper untersucht, daraus ergab sich eine Gesamtanzahl von 192 Prüfkörpern. Da die Beschaffung menschlicher Zähne in solch einer Menge nur schwer möglich war, wurden Rinderfrontzähne als Prüfsubstrat verwendet. Als Grundlage bei der Herstellung der Prüfkörper dienten die Vorgaben der ISO/ TS 11405:2003

(E) *Dental materials - Testing of adhesion to tooth structure*⁸¹. Diese gibt für Scher-
kraftfestigkeitsversuche die Verwendung boviner Frontzähne als Alternative zu
menschlichem Dentin an. Weiterhin ist vorgegeben, dass die bovinen Frontzähne von
Rindern stammen sollten, welche nicht älter als fünf Jahre sind. Ebenso müssen die
Zähne innerhalb von sechs Monaten nach der Extraktion verarbeitet werden.

4.3.3 Vorbereitung der Rinderzähne und Einbettung

Die extrahierten Rinderzähne wurden von anhaftenden Gingivaresten gesäubert, an-
schließend deren Wurzel abgetrennt und vorhandene Pulpabestandteile entfernt. Zur
Desinfektion erfolgte eine Lagerung der Zähne über 5 Tage in 0,5 % wässriger Chlor-
amin-T-Lösung im Kühlschrank bei $7,5^{\circ}\text{C} \pm 2,5^{\circ}\text{C}$. Danach wurden die Zähne mit
destilliertem Wasser abgespült und bis zur weiteren Verwendung in destilliertem Was-
ser im Kühlschrank aufbewahrt. Um eine Kontamination durch Mikroorganismen zu
verhindern, wurde das destillierte Wasser jeweils spätestens nach sieben Tagen gewech-
selt und durch neues ausgetauscht. Durch die Lagerung in destilliertem Wasser wurde
ein Austrocknen des Dentins verhindert.

Am Tag der Prüfkörperherstellung wurden die Zähne aus dem destillierten Wasser ent-
nommen und überschüssiges Wasser aus dem Wurzelkanal behutsam mit Druckluft ent-
fernt. Damit während der anschließenden Einbettung in Kunststoff kein flüssiges Mate-
rial in die Pulpakammer eintrat, wurde diese durch ein knetbares A-Silikon *Aquasil
Hard Putty Fast Set* (Dentsply DeTrey/ Konstanz, Deutschland^{III}) aufgefüllt und abge-
dichtet (Abb. 4.7).



Abb. 4.7 Rinderfrontzahn (Pulpakammer durch A-Silikon verschlossen)

^{III} Charge: 1308000239 Haltbarkeit: 2016-02

Anschließend wurden die Zähne mit der vestibulären Fläche nach unten in identischen Einbettformen fixiert. Als Kunststoffeinbettmaterial wurde das Kaltpolymerisat *Tech-novit 4004* (Heraeus Kulzer/ Hanau, Deutschland^{IV}) verwendet. Die Einbettform bestand aus einem ca. 24 mm hohen Zylinder mit einem Durchmesser von 24 mm samt abnehmbarem Bodenverschluss (Abb. 4.8).



Abb. 4.8 Einbettformen

Die Einbettform wurde zunächst mit einer dünnen Schicht Vaseline benetzt, damit das Kaltpolymerisat keinen Haftverbund mit dieser eingehen konnte. Der Bodenverschluss wurde aufgesetzt und die Rinderzähne mit der vestibulären Fläche nach unten in die Einbettform gelegt. Das Kaltpolymerisat wurde laut Herstellerangaben im Mischungsverhältnis von 2 : 1 (Pulver : Flüssigkeit) in einem Resimix-Becher homogen angemischt und innerhalb von einer Minute in die Einbettform mit Rinderzahn dünnfließend und blasenfrei eingefüllt. Um eine vollständige Aushärtung sicherzustellen, wurde der Prüfkörper 10 Minuten bei Raumtemperatur stehen gelassen. Nach der Aushärtung wurde der Bodenverschluss abgenommen und der eingebettete Rinderzahn aus der Form entfernt. Die überschüssige Vaseline wurde mit Zellstofftüchern entfernt. Um ein Austrocknen des Dentins zu vermeiden, wurde der Prüfkörper bis zur weiteren Verwendung für maximal einen Tag in destilliertem Wasser gelagert.

4.3.4 Befestigung in der Prüfkörperhalterung

Zur reproduzierbaren Durchführung der Haftverbundprüfung ist eine Planparallelität der Prüfkörperflächen nötig. Diese Planparallelität wurde mithilfe eines Schleifprozesses

^{IV} Charge: 013390 (Pulver)/ 013195 (Flüssigkeit) Haltbarkeit: 2016-06 (Pulver)/ 2017-01 (Flüssigkeit)

erzeugt. Da eine maximale Abweichung von 160 μm der planparallelen Prüfkörperflächen nicht überschritten werden durfte und eine Einzelbearbeitung der Prüfkörper sehr zeitaufwendig war, wurde im Rahmen der Studie eine Prüfkörperhalterung entwickelt (Abb. 4.9). Dadurch war es möglich, die Oberflächen von acht Prüfkörpern gleichzeitig zu bearbeiten. Um beim Schleifen eine sichere Fixierung der Prüfkörper gewährleisten zu können, war eine Spannvorrichtung notwendig. Die Halterung hatte einen Gesamtdurchmesser von ca. 151 mm bei einer Dicke von 15 mm. Es wurden acht Bohrungen im Durchmesser von jeweils 25 mm eingebracht. In die Stirnseite sind Bohrungen mit Gewinde im Maß M6, mit einer Steigung von 1 mm zur Aufnahme von Maschinenschrauben eingebracht worden. Durch Festziehen der Schrauben bei eingebrachten Prüfkörpern, konnten diese fixiert werden.



Abb. 4.9 Prüfkörperhalterung mit Spannvorrichtungen

Um ein gleichmäßiges Einspannen der Prüfkörper gewährleisten zu können, wurde auf einer planen Ebene ein Messingring als Abstandshalter aufgelegt. Der Außendurchmesser betrug 60 mm bei einer Höhe von 5 mm. Auf den Messingring wurde die Prüfkörperhalterung gelegt und mit den hergestellten Prüfkörpern bestückt. Die Spannschrauben wurden bei gleichzeitiger Druckausübung auf die Proben in Richtung der planen Ebene festgezogen. Dadurch konnte gewährleistet werden, dass sich die acht Prüfkörper sowohl mittig in der Prüfkörperhalterung befanden als auch während des Schleifens sicher fixiert waren.

4.3.5 Freilegung des Dentins

Das Rinderdentin der eingebetteten Zähne wurde erst kurz vor Beginn der Versuchsreihen freigelegt. Dazu wurde die Prüfkörperhalterung mit den eingespannten Prüfkörpern auf eine Tellerschleifmaschine Knuth-Rotor (Struers/ Willich, Deutschland) aufgelegt. Der Durchmesser des Tellers betrug ca. 215 mm und wurde extern durch Wasser gekühlt. Dadurch wurde das Dentin während der Bearbeitung feucht gehalten, Schleifstaub gebunden und dieser vom Prüfkörper gleichmäßig entfernt. Bis zum Erreichen der eigentlichen Dentinschicht wurde Siliciumcarbid-Schleifpapier der Körnung P 120 (Grit 120^V) (Leco Corporation/ St. Joseph, USA) verwendet. Anschließend erfolgte eine Glättung der freigelegten Oberfläche mit Schleifpapier der Körnung P 600 (Grit 600^{VI}) (Leco Corporation/ St. Joseph, USA). Dadurch wurde bereits eine künstliche Schmier-schicht auf dem Dentin erzeugt, welche auch bei der späteren Adhäsivapplikation noch vorhanden war¹²⁰. Es wurde darauf geachtet, das Dentin nur in oberflächlicher Schicht freizulegen. Prüfkörper mit zu geringer Distanz zur Pulpakammer sowie einer Perforation wurden verworfen.

Um die notwendige Planparallelität der Prüfkörperoberflächen sicherzustellen, musste auch die Unterseite beschliffen werden. Dazu wurde die Probenkörperhalterung erneut auf die plane Ebene ohne Messingring aufgelegt und die Spannschrauben gelöst. Dadurch lag die Halterung auf der planen Fläche auf und die Spannschrauben konnten erneut fixiert werden. Die Deckflächen der Prüfkörper waren dadurch bündig mit der Prüfkörperhalterung verbunden. Durch erneutes Auflegen auf die Tellerschleifmaschine konnten die Prüfkörper gleichmäßig auf eine identische Höhe beschliffen werden. Die Planparallelität wurde mithilfe einer elektronischen Schieblehre *Absolute Digimatic* (Mitutoyo/ Kawasaki, Japan) überprüft.

Nach dem Schleifprozess wurden die Prüfkörper erneut mit destilliertem Wasser abgespült und anschließend in destilliertem Wasser bei Raumtemperatur von 23° C ± 1° C gelagert. Die Applikation der Adhäsive erfolgte noch am gleichen Tag.

^V Charge: 810-079-E

^{VI} Charge: 875-000-243

4.4 Prüfmateriale und Adhäsivapplikation

Die in der vorliegenden Untersuchung verwendeten Adhäsivsysteme waren aktuell im Dentalhandel erhältliche Produkte. Bis zur endgültigen Verwendung für die Prüfungen wurden diese wie vom jeweiligen Hersteller angegeben gelagert. Die Lagerung erfolgte bei Raumtemperatur ($23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$). Produkte, welche laut Hersteller gekühlt gelagert werden mussten, wurden in einem Kühlschrank bei einer Temperatur von $7,5^{\circ}\text{C} \pm 2,5^{\circ}\text{C}$ zwischengelagert. Alle verwendeten Adhäsive und das Stumpfaufbaumaterial sind zusammen mit den jeweils zugehörigen Chargennummern und Haltbarkeiten in Tabelle 4.1 aufgelistet.

Material	Lösungs- mittel	System	Hersteller	Charge	Haltbarkeit
Optibond FL Primer & Adhäsiv	Ethanol, Wasser	3-Schritt Etch & Rinse	Kerr/ Bioggio, Schweiz	Primer: 4960302 Adhäsiv: 4934059	Primer: 2015-08 Adhäsiv: 2015-01
Clearfil SE Bond Primer & Bond	Wasser	2-Schritt Self- Etch	Kuraray/ Okayama, Japan	Primer: 480028 Bond: 440048	Primer: 2015-09 Bond: 2015-09
iBond Self Etch	Aceton, Wasser	1-Schritt Self- Etch	Heraeus Kulzer/ Hanau, Deutschland	010702	2015-06
GBond	Aceton, Wasser	1-Schritt Self- Etch	GC/ Tokyo, Japan	1308221	2018-08
Scotchbond Universal	Ethanol, Wasser	1-Schritt Self- Etch	3M Espe/ St. Paul, USA	541421	2016-01
Clearfil S3 Bond Plus	Ethanol, Wasser	1-Schritt Self- Etch	Kuraray/ Okayama, Japan	6E0012	2016-07

Tab. 4.1 verwendete Adhäsivsysteme

Das verwendete Ätzelgel sowie das verwendete Stumpfaufbaumaterial sind in Tabelle 4.2 aufgelistet.

Material	Beschreibung	Hersteller	Charge	Haltbarkeit
Vococid Ätzelgel	Ätzelgel	Voco/ Cuxhaven, Deutschland	1339496	2016-01
Clearfil Photo Core	lichthärtendes Stumpfaufbau- komposit	Kuraray/ Okayama, Japan	0175AA	2016-04

Tab. 4.2 verwendetes Ätzelgel und Stumpfaufbaumaterial

Die untersuchten Adhäsive lassen sich in Self-Etch- und Etch & Rinse-Systeme einteilen. Optibond FL wurde im Etch & Rinse-Verfahren angewandt. Vor dem Aufbringen wurde das Dentin separat mit Ätzelgel konditioniert. Die restlichen Adhäsive lassen sich alle in die Gruppe der Self-Etch-Adhäsive einordnen. Innerhalb dieser gibt es eine weitere Unterteilung, die nach der Anzahl der Flaschen im System erfolgt. Clearfil SE Bond war das einzige untersuchte Self-Etch-Präparat, welches aus zwei Flaschen besteht. Die übrigen Adhäsive sind den sogenannten All-in-one-Systemen zuzuordnen. Dabei sind alle Inhaltsstoffe miteinander gemischt und in nur einer Flasche enthalten.

Als Stumpfaufbaumaterial wurde Clearfil Photo Core PLT verwendet. Es handelt sich dabei um ein stopfbares, rein lichthärtendes Komposit.

4.4.1 Optibond FL

Optibond FL (Abb. 4.10) ist ein 3-Schritt 2-Flaschensystem, welches im Etch & Rinse-/Total-Etch-Verfahren eingesetzt wird. Die hergestellten Prüfkörper wurden vorsichtig mit einem Luftstrom getrocknet. Anschließend wurde das Dentin mit dem Ätzelgel für 15 Sekunden angeätzt. Dann wurde die Oberfläche für 15 Sekunden mit Wasser abgespült, um das Ätzelgel vollständig zu entfernen. Danach wurde der Optibond FL Primer direkt aus der Flasche auf ein Applikationsbürstchen getropft und in das Dentin für 15 Sekunden einmassiert. Es folgte ein 5-sekündiges Verblasen des Primers mit Druckluft (siehe Punkt 4.2). Daraufhin wurde etwas Optibond FL Adhäsiv auf ein neues Applikationsbürstchen getropft und damit eine dünne Schicht auf das Dentin appliziert. Die Lichtleistung des Lichthärtegerätes Espe Elipar Trilight (3M ESPE/ St. Paul, USA)

wurde am Gerät geprüft (800 mW/ cm²), danach erfolgte eine 20-sekündige Aushärtung. Anschließend wurde mit der Platzierung des Stumpfaufbaumaterials fortgefahren (siehe Punkt 4.5).



Abb. 4.10 Optibond FL mit Ätzelgel Vocacid

4.4.2 Clearfil SE Bond

Clearfil SE Bond (Abb. 4.11) ist ein 2-Schritt Zweiflaschensystem, welches im *Self-Etch* Verfahren eingesetzt wird. Eine separate Konditionierung des Dentins durch Ätzelgel ist nicht notwendig, da der Primer bereits eine saure Komponente enthält. Das Dentin wurde vorsichtig mit Druckluft getrocknet. Danach wurde etwas Clearfil SE Primer auf ein Applikationsbürstchen getropft, das Dentin benetzt und für 20 Sekunden ruhend belassen. Im Anschluss erfolgte das Verblasen des Primers (siehe Punkt 4.2). Dann wurde Clearfil SE Bond auf ein neues Applikationsbürstchen aufgebracht und dünn auf der Dentinefläche verteilt. Die Lichtleistung des Lichthärtegerätes Espe Elipar Trilight (3M ESPE/ St. Paul, USA) wurde am Gerät geprüft (800 mW/ cm²), danach erfolgte eine 15-sekündige Aushärtung. Anschließend wurde mit der Platzierung des Stumpfaufbaumaterials fortgefahren (siehe Punkt 4.5).



Abb. 4.11 Clearfil SE Primer und Bond

4.4.3 iBond Self Etch

iBond Self Etch (Abb. 4.12) ist ein 1-Schritt Einflaschensystem, welches im Self-Etch-Verfahren eingesetzt wird. Dazu wurde das Dentin vorsichtig durch Druckluft getrocknet und anschließend etwas iBond auf ein Applikationsbürstchen getropft. Damit wurde die Dentinfläche benetzt und für 20 Sekunden leicht einmassiert. Danach erfolgte ein 10-sekündiges Verblasen der Dentinoberfläche (siehe Punkt 4.2). Es musste laut Herstellerangaben sichergestellt werden, dass eine glänzende Oberfläche sowohl nach dem Aufbringen als auch nach dem Verblasen vorlag. Wäre dies nicht der Fall gewesen, hätte die Applikation wiederholt werden müssen. Die Lichtleistung des Lichthärtegerätes Espe Elipar Trilight (3M ESPE/ St. Paul, USA) wurde am Gerät geprüft (800 mW/cm^2), danach erfolgte eine 20-sekündige Aushärtung. Anschließend wurde mit der Platzierung des Stumpfaufbaumaterials fortgefahren (siehe Punkt 4.5).



Abb. 4.12 iBond Self Etch

4.4.4 GBond

GBond (Abb. 4.13) ist ein 1-Schritt Einflaschensystem, welches im Self-Etch-Verfahren eingesetzt wird. Das Dentin wurde behutsam mit Druckluft getrocknet und etwas GBond auf ein Applikationsbürstchen getropft. Die Dentinfläche wurde vollständig benetzt und für zehn Sekunden ruhend belassen. Es folgte ein 5-sekündiges Verblasen (siehe Punkt 4.2). Im Anschluss musste laut Hersteller gewährleistet werden, dass eine raue und dünne Adhäsivschicht vorlag, welche sich unter Drucklufteinfluss nicht weiter bewegen ließ. Die Lichtleistung des Lichthärtegerätes Espe Elipar Trilight (3M ESPE/ St. Paul, USA) wurde am Gerät geprüft (800 mW/cm^2), danach erfolgte eine 15-sekündige Aushärtung. Anschließend wurde mit der Platzierung des Stumpfaufbaumaterials fortgefahren (siehe Punkt 4.5).



Abb. 4.13 GBond

4.4.5 Scotchbond Universal

Scotchbond Universal (Abb. 4.14) ist ein 1-Schritt Einflaschensystem, welches im Self-Etch Verfahren eingesetzt wird. Das Dentin wurde vorsichtig mit Druckluft getrocknet und etwas Scotchbond Universal auf ein Applikationsbürstchen getropft. Damit wurde das Dentin für 20 Sekunden einmassiert. Anschließend wurde die Fläche für fünf Sekunden verblasen (siehe Punkt 4.2). Die Lichtleistung des Lichthärtegerätes Espe Elipar Trilight (3M ESPE/ St. Paul, USA) wurde am Gerät geprüft (800 mW/cm^2), danach erfolgte eine 15-sekündige Aushärtung. Anschließend wurde mit der Platzierung des Stumpfaufbaumaterials fortgefahren (siehe Punkt 4.5).



Abb. 4.14 Scotchbond Universal

4.4.6 Clearfil S3 Bond Plus

Clearfil S3 Bond Plus (Abb. 4.15) ist ein 1-Schritt Einflaschensystem, welches im Self-Etch Verfahren eingesetzt wird. Das Dentin wurde behutsam mit Druckluft getrocknet und etwas Clearfil S3 Bond Plus auf ein Applikationsbürstchen getropft. Die Dentinfläche wurde benetzt und für zehn Sekunden ruhend belassen. Anschließend wurde das aufgetragene Adhäsiv mit Luftstrom für sechs Sekunden verblasen (siehe Punkt 4.2). Die Lichtleistung des Lichthärtegerätes Espe Elipar Trilight (3M ESPE/ St. Paul, USA)

wurde am Gerät geprüft (800 mW/ cm^2), danach erfolgte eine 15-sekündige Aushärtung. Anschließend wurde mit der Platzierung des Stumpfaufbaumaterials fortgefahren (siehe Punkt 4.5).



Abb. 4.15 Clearfil S3 Bond Plus

4.5 Befestigung des Stumpfaufbaumaterials

Für die Haftverbundprüfung wurde ein standardisierter Kompositzylinder aus Stumpfaufbaumaterial mit definiertem Durchmesser auf die Adhäsivfläche polymerisiert. Dafür kam die standardisierte Einspannvorrichtung der Firma Ultradent (Ultradent Products/ South Jordan, USA) zur Anwendung (Abb. 4.16). Diese Vorrichtung bestand aus einer Boden- und Deckplatte, welche durch zwei Gewindestäbe samt Messingrohren miteinander verbunden wurden. Durch die Gewindestäbe konnte anhand von zwei Rändelschrauben der Abstand zwischen Boden- und Deckplatte beliebig verändert werden. In die Deckplatte wurde eine Kunststoffschablone (Ultradent Products/ South Jordan, USA) eingebracht. Diese enthielt eine konische Vertiefung, welche in eine Bohrung mit einem Durchmesser von 2,33 mm, bei einer Höhe von 2,5 mm überging. Sowohl der Durchmesser als auch die Höhe der Bohrung spiegelten die späteren Ausmaße des Kompositzylinders wieder.



Abb. 4.16 Einspannvorrichtung mit Kunststoffschablone (Ultradent)

Der vorbereitete Prüfkörper mit aufgebrachtter Adhäsivschicht wurde in die Vorrichtung eingelegt und durch die Rändelschrauben gleichmäßig und mit moderatem Druck fixiert. Ein Verrutschen oder erneutes Fixieren des Prüfkörpers wurde vermieden, da die Gefahr der Beschädigung der Adhäsivschicht bestand. Das Stumpfaufbaumaterial wurde mithilfe einer Applikationsspritze blasenfrei in die Bohrung der Kunststoffschablone eingebracht und mit einem Zementstopfer verdichtet. Es wurde darauf geachtet, dass das Einbringen unter Luftausschluss erfolgt. Überschüsse des Materials wurden nacheinander durch zwei Kunststoffspatel aus der konischen Vertiefung entfernt. Diese unterschieden sich durch eine etwas breitere bzw. schmalere und abgerundete Spitze. Anschließend wurde das Stumpfaufbaumaterial mit dem Lichthärtegerät Espe Elipar Tri-light (3M ESPE/ St. Paul, USA) für 40 Sekunden nur auf der Oberseite belichtet.

Nach der Lichthärtung wurden die Rändelschrauben gleichmäßig gelöst und die Deckplatte angehoben. Im Idealfall verblieb der gesamte Prüfkörper dabei auf der Bodenplatte. Falls er jedoch mit der Deckplatte angehoben wurde, musste der Zapfen durch behutsame Drehbewegungen des Prüfkörpers aus der Kunststoffplatte entfernt werden. Die Drehbewegung durfte nur axial erfolgen, da hebelnde oder kippende Bewegungen zu einem vorzeitigen Ablösen des Kompositzylinders geführt hätten.

Anschließend wurde eine erneute Lichthärtung von vier Seiten für 30 Sekunden durchgeführt. Dadurch wurde eine vollständige Durchhärtung des Stumpfaufbaumaterials sichergestellt. Die fertigen Prüfkörper wurden anschließend in destilliertem Wasser für 24 Stunden im Wärmeschränk bei 37° C gelagert.

4.6 Haftverbundprüfung

Die Haftverbundprüfung erfolgte an einer Universalprüfmaschine *Typ 1454* (Zwick-Roell/ Ulm, Deutschland). Der Prüfkörper wurde in eine Abschervorrichtung der Firma Ultradent (Ultradent Products/ South Jordan, USA) eingespannt. Die Traversenge-

schwindigkeit betrug bei der Prüfung 1 mm/ min. Der Abscherstempel wies eine halbmondförmige Aussparung auf, welche den gleichen Durchmesser wie der hergestellte Stumpfaufbauzylinder auf dem Prüfkörper hatte. Die zum Abscheren benötigte Kraft [N] wurde gemessen und in Relation zur Haftverbundfläche umgerechnet. Gemäß Definition für Druck ergibt sich aus Kraft pro Fläche die Druckspannung bzw. der Haftwert $[N/mm^2 \triangleq MPa]$.

Zur Prüfung wurden die Prüfkörper aus dem destillierten Wasser entnommen, abgetrocknet und in der Abschervorrichtung auf der Traverse der Universalprüfmaschine befestigt. Die Fixierung erfolgte durch zwei Rändelschrauben. Zwischen dem Abscherstempel und der Dentinoberfläche wurde ein Abstand von 160 μm mithilfe einer Lehre eingestellt, um die Berührung des Stempels mit der Prüfkörperoberfläche zu vermeiden. Die Abschervorrichtung wurde mit eingespanntem Prüfkörper manuell mittig unter der halbmondförmigen Aussparung des Sensorkopfes positioniert. Es wurde darauf geachtet, dass der Zylinder exakt in der Mitte der Aussparung lag, damit die einwirkende Kraft gleichmäßig auf den Zylinder übertragen werden konnte. Unter Anwendung des systemeigenen Programms testXpert (Version 10.11) wurde mit der Prüfung begonnen. Nach der durchgeführten Verbundprüfung wurde zur Erkennung eventueller Dentinausrisse der abgescherte Prüfkörper optisch untersucht. Auftretende Besonderheiten wurden problembezogen dokumentiert.

4.7 Weiterführende Materialuntersuchungen

Da sich im Laufe der Untersuchung hochsignifikante Unterschiede bei dem Adhäsiv GBond ergaben, wurden zur besseren Interpretation der Ergebnisse weiterführende, materialkundliche Untersuchungen der speziell ausgewählten und ähnlich aufgebauten Adhäsive iBond und GBond durchgeführt. Dadurch sollten die primär in der Untersuchung erhaltenen Ergebnisse interpretiert werden. Für die Kontaktwinkelmessung wurden die Adhäsive auf Ethanol-Wasser-Basis (Scotchbond Universal; Clearfil S3 Bond Plus) aufgrund des HEMA-Gehaltes als Vergleichsmaterialien mit einbezogen.

4.7.1 Kontaktwinkelmessung

Die Kontaktwinkelmessungen der Einflaschenadhäsive erfolgten am Drop Shape Analysis System 10-MK2 (Krüss Optronic GmbH/ Hamburg, Deutschland). Die Prüfkörper wurden, wie unter Punkt 4.3 beschrieben, jedoch ohne Kompositzapfen neu hergestellt. Es wurden identische bovine Rinderfrontzähne, wie sie bereits für die Abscherversuche zur Anwendung kamen, verwendet. Bei der Messung wurde ein Tropfen destilliertes Wasser mit definiertem Volumen (4 µl) durch das automatische Dosiersystem auf die Adhäsivoberfläche aufgebracht. Die Messung des Kontaktwinkels nach 30 Sekunden wurde sowohl im unausgehärtetem, als auch im ausgehärteten Zustand der Adhäsive (siehe Punkt 4.4) durchgeführt. Die Auswertung der Daten erfolgte durch das systemzugehörige Programm Drop Shape Analysis (Version 1.91.0.2).

4.7.2 Bestimmung der Oberflächentopografie

Die Bestimmung der Oberflächeneigenschaften der abgescherten Prüfkörper (GBond) wurden mit dem MicroProf CWL F High Resolution Optical Sensor (Fries Research & Technology/ Bergisch Gladbach, Deutschland) durchgeführt (Sensor 600 µm/ Präzision 200 nm). Die Auswertung erfolgte mit dem systemzugehörigen Programm FRT Mark III (Version 3.9.4.1).

4.7.3 Viskositätsmessung

Die Bestimmung der Viskositäten an den beiden speziell ausgewählten Adhäsiven i-Bond und GBond wurden am Rheometer HAAKE RheoStress 600 (Thermo-Fisher/ Waltham, USA) durchgeführt. Dazu wurden ca. 2 ml der Adhäsive auf einem Uhrglas in einem Trockenschrank bei $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ für fünf Tage dunkel gelagert und durch Verdunsten von den enthaltenen Lösungsmitteln befreit. Dadurch wurde gewährleistet, dass die übrig gebliebenen Massen frei von flüchtigem Lösungsmittel waren. Die Messungen wurden mit einem Platte-Platte-System bei einem Durchmesser von jeweils 20 mm durchgeführt. Dafür wurde ca. 1,0 ml Harzmischung mit einem Kunststoffspatel blasenfrei auf der Messplatte positioniert. Die Messungen fanden unter Lichtausschluss statt. Es wurde eine Auf- und Abwärtsrampe bei einer Scherrate von jeweils 0 1/s bis 100 1/s, in einer Zeit von jeweils 180 Sekunden gefahren. Die grafische Darstellung

der Messdaten in Diagrammen erfolgte durch das systemzugehörige Programm Haake Rheo Win Data Manager (Version 3.50.0012).

4.7.4 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen

Die Aufnahmen der Dentinoberflächen der abgescherten Prüfkörper bzw. der abgescherten Kompositzylinder der Adhäsive iBond und GBond erfolgten am Rasterelektronenmikroskop Model 1610 (Amray Incorporation/ Bedford, USA) bei einer Spannung von 10 kV. Die Bilder wurden mithilfe des Programms Digital Image Processing System (Version 2.9.2.3) ausgewertet.

4.8 Statistische Auswertung

Die statistische Auswertung wurde mit dem Programm SPSS Statistics (Version 22.0.0.2) (IBM/ Armonk, USA) durchgeführt. Unterschiede bei Mittelwertvergleichen, die bei einem statistischen Signifikanzniveau von $p < 0,05$ lagen, wurden als *signifikant*, bei $p < 0,01$ als *sehr signifikant* und bei $p < 0,001$ als *hochsignifikant* bezeichnet.

Es wurden Daten aus zwölf unterschiedlichen Adhäsiv/ Verblasdruck-Kombinationen bestimmt. Die Fallzahl der einzelnen Adhäsive betrug jeweils 16 pro angewandtem Verblasdruckwert (1,5 bar/ 3,0 bar). Die Messdaten wurden vor der statistischen Analyse auf Normalverteilung (Kolmogorov-Smirnov/ Shapiro-Wilk) und Varianzhomogenität (Levene Test) geprüft. Es lag eine Normalverteilung für alle Bondingsysteme vor und die Varianzhomogenität war gegeben⁴⁶. Aus diesem Grund erfolgte ein paarweiser Vergleich der Mittelwerte der erhobenen Daten durch T-Tests für unabhängige Stichproben. Dadurch konnten die Bondingsysteme untereinander verglichen werden.

Als Besonderheit des vorliegenden Datensatzes sind die Haftwerte unter der Nachweisgrenze zu nennen. Bei insgesamt 20 (10,5 %) der gesamten 190 Fälle lag kein Haftwert für einen maschineninduzierten Abriss in der Universalprüfmaschine vor, da der Abriss bei der Herausnahme des Prüfkörpers aus der Ultradentvorrichtung zur Prüfkörperherstellung erfolgte. Diese Daten sind bezüglich der nicht zu messenden Haftintensität von besonderer Bedeutung. Aus diesem Grund wurden bei der Datenauswertung zwei Berechnungen durchgeführt. In der ersten Berechnung wurden die fehlenden Haftwerte

nicht einbezogen (Auswertung I), in der zweiten wurden die fehlenden Haftwerte gleich null gesetzt (Auswertung II).

Anschließend wurden die Adhäsive in einer zweifaktoriellen Varianzanalyse verglichen, um herauszufinden, ob sich die Adhäsive auf gleicher Lösungsmittelbasis (iBond und GBond auf Aceton-Wasser-Basis/ Scotchbond Universal und Clearfil S3 Bond auf Ethanol-Wasser-Basis), unter Anwendung eines unterschiedlichen Verblasdruckes, ähnlich verhalten.

5 Ergebnisse

Für die sechs untersuchten Bondingsysteme liegen Verbunddaten aus zwölf unterschiedlichen Adhäsiv-/ Verblasdruckkombinationen vor. Die Fallzahl pro Prüfung betrug jeweils 16. Von insgesamt 192 möglichen Messwerten konnten zwei nicht gewertet werden, da der Durchmesser des Kompositzylinders nicht den Vorgaben entsprach. Dies betraf einen Prüfkörper bei der Untersuchung von iBond (3,0 bar) sowie einen Prüfkörper bei der Verwendung von Scotchbond Universal (3,0 bar). Weiterhin kam es bei insgesamt 20 von 190 Fällen (10,5 %) bereits beim Herausnehmen der Prüfkörper aus der Ultradentvorrichtung zu einem Abriss des Stumpfaufbaumaterials.

Im Folgenden ist die Anzahl der hergestellten und später tatsächlich messbaren Prüfkörper aufgelistet (Tab. 5.1).

Adhäsiv	Verblasdruck [bar]	Anzahl Prüfkörper	Anzahl messbar	Gewertete Prüfkörper [%]
Optibond FL	1,5	16	16	100
	3,0	16	16	100
Clearfil SE Bond	1,5	16	16	100
	3,0	16	16	100
iBond Self Etch	1,5	16	11	68,8
	3,0	16	12	75,0
GBond	1,5	16	15	93,8
	3,0	16	16	100
Scotchbond Universal	1,5	16	16	100
	3,0	16	13	81,3
Clearfil S3 Bond Plus	1,5	16	12	75,0
	3,0	16	11	68,8

Tab. 5.1 Anzahl der gemessenen und ausgewerteten Prüfkörper

5.1 Auswertung I

Im Folgenden sind die Haftwerte der untersuchten Adhäsive in Form von Boxplots dargestellt. In Abbildung 5.1 sind die fehlenden Haftwerte nicht einberechnet. Rot umrahmte Boxplots zeigen hochsignifikante Unterschiede der Haftwerte im Hinblick auf die verwendeten Verblasdruckwerte.

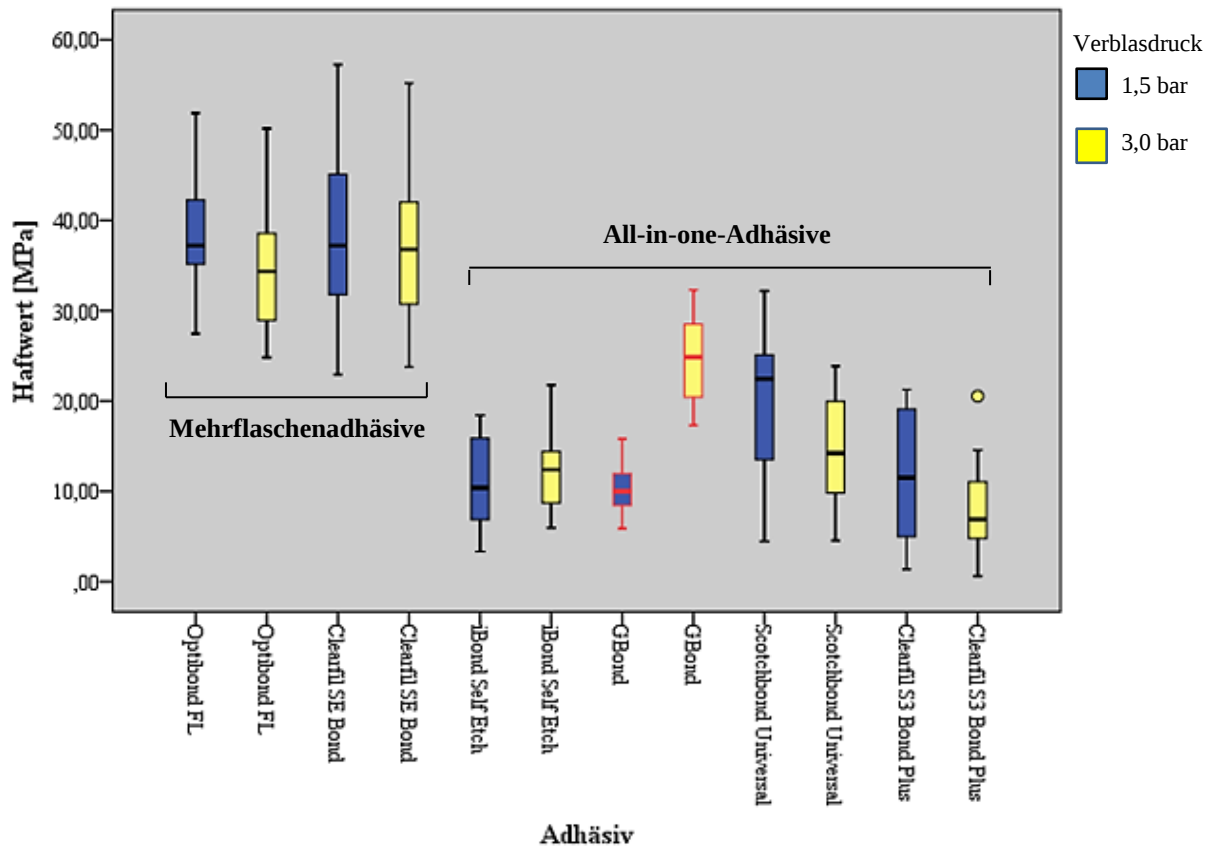


Abb. 5.1 Haftwerte bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten

Die zugehörigen Mittelwerte der Haftwerte sind in Tabelle 5.2 aufgelistet. Die Standardabweichungen sind jeweils in Klammern angegeben.

Mittelwerte der Haftwerte (SD)/[MPa]						
Verblasdruck	Optibond FL	Clearfil SE Bond	iBond	GBond	Scotchbond Universal	Clearfil S3 Bond Plus
1,5 bar	38,6 (6,8)	37,9 (9,0)	11,1 (5,5)	10,3 (2,5)	19,7 (8,9)	11,9 (7,4)
3,0 bar	34,7 (7,1)	37,8 (9,0)	12,3 (5,5)	24,6 (4,9)	14,3 (6,3)	7,9 (6,0)

Tab. 5.2 Mittelwerte und Standardabweichung der Haftwerte

Tabelle 5.3 zeigt die Ergebnisse der paarweise durchgeführten Mittelwertvergleiche (T-Test) für die jeweiligen Verblasdruckwerte der einzelnen Adhäsive.

Adhäsiv	Verblasdruck [bar]	Signifikanzniveau
Optibond FL	1,5/ 3,0	0,124
Clearfil SE Bond	1,5/ 3,0	0,958
iBond	1,5/ 3,0	0,559
GBond	1,5/ 3,0	0,000
Scotchbond Universal	1,5/ 3,0	0,076
Clearfil S3 Bond Plus	1,5/ 3,0	0,183

Tab. 5.3 T-Tests für unterschiedliche Verblasdruckwerte

5.1.1 Lösungsmittelabhängigkeit I

Nachfolgend wurde untersucht, ob sich bei unterschiedlichen Adhäsiven auf gleicher Lösungsmittelbasis signifikante Unterschiede bei den Haftwerten unter Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte ergeben.

1. Aceton-Wasser

In einer zweifaktoriellen Varianzanalyse wurden die beiden All-in-one-Adhäsive iBond und GBond bei verschiedenen Verblasdruckwerten verglichen. In Tabelle 5.4 sind die Ergebnisse der T-Tests aufgeführt.

Adhäsiv	Verblasdruck [bar]	Signifikanzniveau
iBond/ GBond	1,5	0,637
iBond/ GBond	3,0	0,000

Tab. 5.4 T-Tests für gleichen Verblasdruck bei unterschiedlichen Adhäsiven

2. Ethanol-Wasser

In einer zweifaktoriellen Varianzanalyse wurden die beiden All-in-one-Adhäsive Scotchbond Universal und Clearfil S3 Bond Plus bei verschiedenen Verblasdruckwerten verglichen. In Tabelle 5.5 sind die Ergebnisse der T-Tests aufgeführt.

Adhäsiv	Verblasdruck [bar]	Signifikanzniveau
Scotchbond Universal/ Clearfil S3 Bond Plus	1,5	0,021
Scotchbond Universal/ Clearfil S3 Bond Plus	3,0	0,021

Tab. 5.5 T-Tests für gleichen Verblasdruck bei unterschiedlichen Adhäsiven

Die vorliegenden Daten zeigen, dass es lediglich bei GBond zu hochsignifikanten Unterschieden unter Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte kam. In Bezug auf das Lösungsmittel kam es bei den Adhäsiven iBond und GBond lediglich bei einem Verblasdruck von 3,0 bar zu hochsignifikanten Unterschieden. Signifikante Unterschiede zeigten sich bei beiden Verblasdruckwerten für die Adhäsive Scotchbond Universal und Clearfil S3 Bond Plus.

5.2 Auswertung II

Im Folgenden sind die Haftwerte der untersuchten Adhäsive in Form von Boxplots dargestellt. In Abbildung 5.2 sind die fehlenden Haftwerte gleich null gesetzt worden. Rot umrahmte Boxplots zeigen hochsignifikante Unterschiede der Haftwerte im Hinblick auf die verwendeten Verblasdruckwerte. Grün umrahmte Boxplots zeigen signifikante Unterschiede.

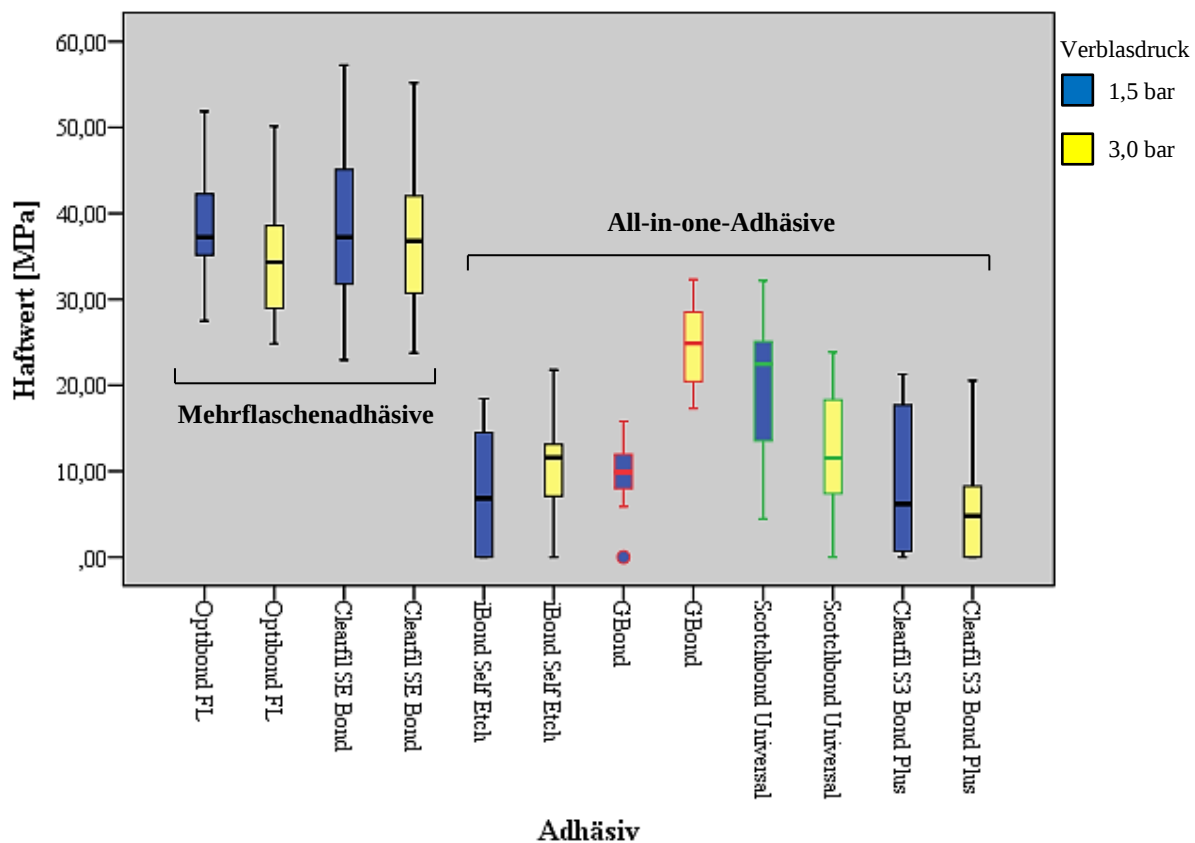


Abb. 5.2 Haftwerte bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten

Die zugehörigen Mittelwerte der Haftwerte sind in Tabelle 5.6 aufgelistet. Die Standardabweichungen sind jeweils in Klammern angegeben.

	Mittelwerte der Haftwerte (SD)/[MPa]					
Verblasdruck	Optibond FL	Clearfil SE Bond	iBond	GBond	Scotchbond Universal	Clearfil S3 Bond Plus
1,5 bar	38,6 (6,8)	37,9 (9,0)	7,6 (7,0)	9,6 (3,5)	19,7 (8,9)	8,9 (8,3)
3,0 bar	34,7 (7,1)	37,8 (9,0)	9,9 (6,4)	24,6 (4,9)	12,4 (7,7)	5,5 (6,2)

Tab. 5.6 Mittelwerte und Standardabweichung der Haftwerte

Tabelle 5.7 zeigt die Ergebnisse der paarweise durchgeführten Mittelwertvergleiche (T-Test) für die jeweiligen Verblasdruckwerte der einzelnen Adhäsive.

Adhäsiv	Verblasdruck [bar]	Signifikanzniveau
Optibond FL	1,5/ 3,0	0,124
Clearfil SE Bond	1,5/ 3,0	0,958
iBond	1,5/ 3,0	0,362
GBond	1,5/ 3,0	0,000
Scotchbond Universal	1,5/ 3,0	0,021
Clearfil S3 Bond Plus	1,5/ 3,0	0,195

Tab. 5.7 T-Tests für unterschiedliche Verblasdruckwerte

5.2.1 Lösungsmittelabhängigkeit II

Nachfolgend wurde untersucht, ob sich bei unterschiedlichen Adhäsiven auf gleicher Lösungsmittelbasis signifikante Unterschiede bei den Haftwerten unter Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte ergeben.

1. Aceton-Wasser

In einer zweifaktoriellen Varianzanalyse wurden die beiden All-in-one-Adhäsive iBond und GBond bei verschiedenen Verblasdruckwerten verglichen. In Tabelle 5.8 sind die Ergebnisse der T-Tests aufgeführt.

Adhäsiv	Verblasdruck [bar]	Signifikanzniveau
iBond/ GBond	1,5	0,326
iBond/ GBond	3,0	0,000

Tab. 5.8 T-Tests für gleichen Verblasdruck bei unterschiedlichen Adhäsiven

2. Ethanol-Wasser

In einer zweifaktoriellen Varianzanalyse wurden die beiden All-in-one-Adhäsive Scotchbond Universal und Clearfil S3 Bond Plus bei verschiedenen Verblasdruckwerten verglichen. In Tabelle 5.9 sind die Ergebnisse der T-Tests aufgeführt.

Adhäsiv	Verblasdruck [bar]	Signifikanzniveau
Scotchbond Universal/ Clearfil S3 Bond Plus	1,5	0,001
Scotchbond Universal/ Clearfil S3 Bond Plus	3,0	0,01

Tab. 5.9 T-Tests für gleichen Verblasdruck bei unterschiedlichen Adhäsiven

Die vorliegenden Daten zeigen, dass es bei GBond zu hochsignifikanten Unterschieden unter Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte kam. Bei Scotchbond Universal zeigten sich signifikante Unterschiede. In Bezug auf das Lösungsmittel kam es bei einem Verblasdruck von 3,0 bar zu hochsignifikanten Unterschieden bei den Adhäsiven iBond und GBond. Bei den Adhäsiven Scotchbond Universal und Clearfil S3 Bond Plus zeigten sich hochsignifikante Unterschiede bei 1,5 bar sowie sehr signifikante Unterschiede bei 3,0 bar.

5.3 Ergebnisse der weiterführenden Materialuntersuchungen

5.3.1 Kontaktwinkelmessung

Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen der Einflaschenadhäsive sind in Tabelle 5.10 aufgelistet. Die Standardabweichungen sind jeweils in Klammern angegeben. Es wurden die Mittelwerte der gemessenen Werte zu Beginn der 30. Sekunde nach dem Auftragen des destillierten Wassers berechnet. Aufgrund der hochsignifikanten Unterschiede der Haftwerte bei GBond (siehe Punkt 5.1/ 5.2), wurden die Kontaktwinkelmessungen für beide Verblasdruckwerte (1,5 bar/ 3,0 bar) durchgeführt.

Adhäsiv	Mittelwerte der Kontaktwinkel (SD)/[°]	
	vor Polymerisation	nach Polymerisation
iBond 1,5 bar	26,0 (3,0)	34,5 (1,6)
GBond 1,5 bar	28,7 (1,3)	34,2 (1,4)
GBond 3,0 bar	25,9 (3,8)	32,6 (0,9)
Scotchbond Universal 1,5 bar	12,1 (0,8)	28,1 (1,7)
Clearfil S3 Bond Plus 1,5 bar	16,8 (1,8)	29,1 (1,1)

Tab. 5.10 Mittelwerte der Kontaktwinkelmessungen θ [°]

Die Mittelwerte der gemessenen Kontaktwinkel bei GBond (3,0 bar) vor und nach der Polymerisation unterschieden sich signifikant. Bei allen anderen untersuchten Einflaskenadhäsiven lagen hochsignifikante Unterschiede zwischen den gemessenen Kontaktwinkeln vor und nach der Polymerisation vor. Weiterhin lagen hochsignifikante Unterschiede bei den gemessenen Kontaktwinkeln nach der Polymerisation zwischen den Aceton-Wasser basierten Adhäsiven (iBond; GBond) und Ethanol-Wasser basierten Adhäsiven (Scotchbond Universal; Clearfil S3 Bond Plus) vor.

5.3.2 Bestimmung der Oberflächentopografie

Im Folgenden sind die Abbildungen der Oberflächentopografie der Bruchflächen auf Dentin für GBond unter Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte dargestellt.

Abbildung 5.3 zeigt die gesamte Verbundfläche eines abgesicherten Prüfkörpers auf Dentin bei einem Verblasdruck von 1,5 bar. Der Abstand vom Boden der Dentinoberfläche (kreisrunde Begrenzung des Stumpfaufbaumaterials) bis zur Oberfläche der Adhäsivschicht betrug ca. 25 μm . Die Oberfläche der unbeschädigten Adhäsivschicht um den Kompositzylinder zeigt eine teils regelmäßige und glatte Struktur.

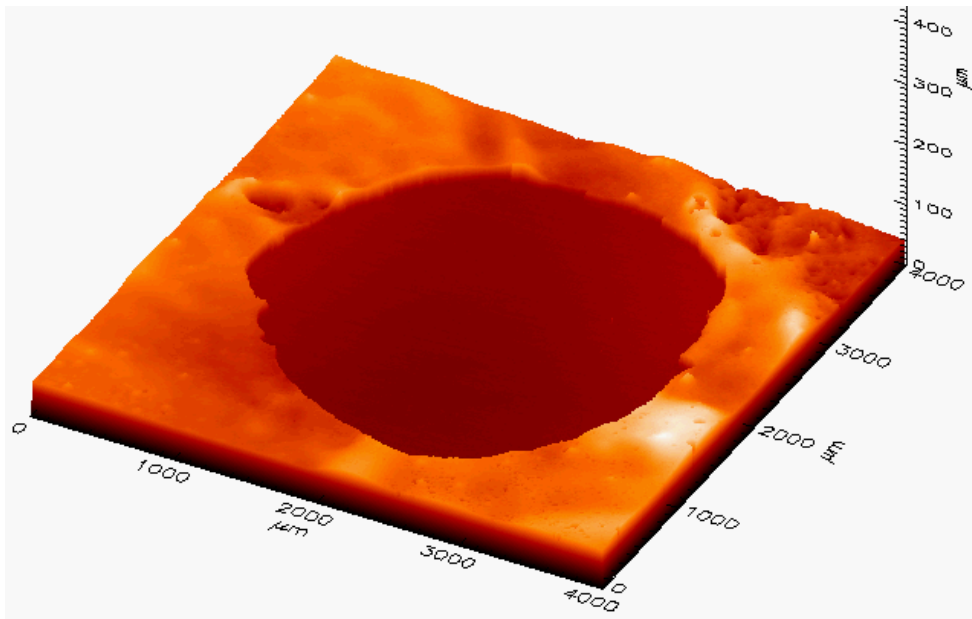


Abb. 5.3 Oberflächenaufnahme des Prüfkörpers von GBond bei 1,5 bar

Abbildung 5.4 zeigt die gesamte Verbundfläche eines abgescherten Prüfkörpers auf Dentin bei einem Verblasdruck von 3,0 bar. Der Abstand vom Boden der Dentinoberfläche (kreisrunde Begrenzung des Stumpfaufbaumaterials) bis zur Oberfläche der Adhäsivschicht betrug ca. 10 μm . Am äußeren, oberen Rand der kreisrunden Begrenzung befanden sich Reste vom Stumpfaufbaumaterial. Die Oberfläche der unbeschädigten Adhäsivschicht um den Prüfzylinder zeigt eine unregelmäßige und raue Struktur.

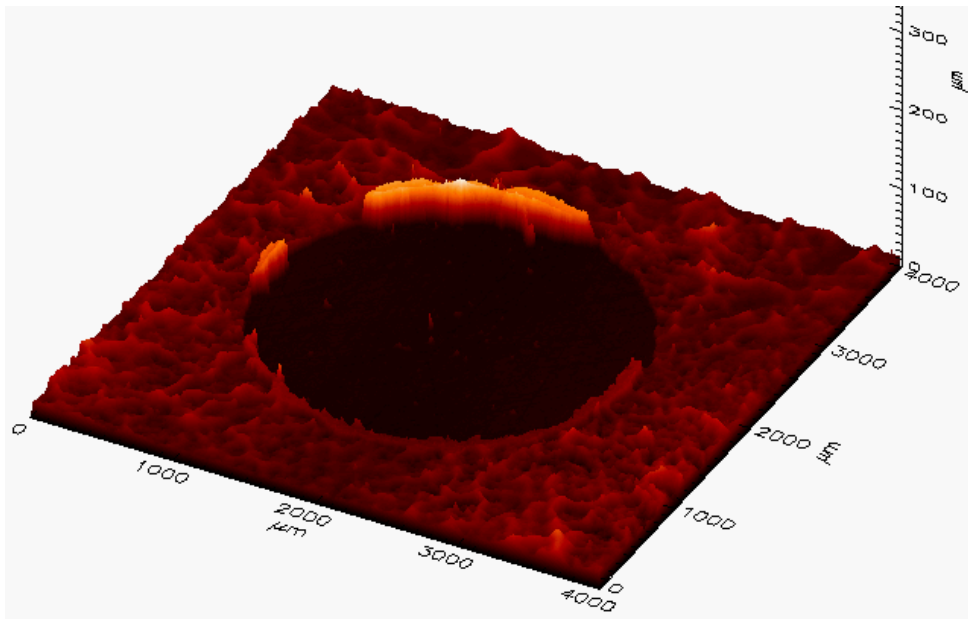


Abb. 5.4 Oberflächenaufnahme des Prüfkörpers von GBond bei 3,0 bar

Während sich bei der Anwendung eines Verblasdruckes von 1,5 bar eine gleichmäßige und glatte adhäsive Schichtstärke von ca. 25 µm ergab, entstand bei einem Verblasdruck von 3,0 bar eine raue Adhäsivschicht mit einer Stärke von ca. 10 µm.

5.3.3 Viskositätsmessung

Nachfolgend sind die Ergebnisse der Viskositätsmessungen grafisch dargestellt. Abbildung 5.5 zeigt die Daten der Viskositätsmessung des Harzrückstandes von iBond. Auf der x-Achse ist die Scherrate (Schergeschwindigkeit) $\dot{\gamma}$ [1/s] abgebildet. Die blaue Kurve beschreibt die Schubspannung τ [Pa] in Abhängigkeit der Scherrate $\dot{\gamma}$. Die zugehörigen Achsenwerte sind auf der linken y-Achse abgebildet. Die rote Kurve beschreibt gleichzeitig die Änderung der Viskosität η [mPas] in Abhängigkeit der Scherrate $\dot{\gamma}$. Die zugehörigen Achsenwerte sind auf der rechten y-Achse abgebildet.

Mit zunehmender Scherrate bei der Aufwärtssrampe R_{auf} (von $\dot{\gamma} = 0$ bis 100 1/s) nimmt die Schubspannung kontinuierlich zu. Bei der Abwärtssrampe R_{ab} (von $\dot{\gamma} = 100$ bis 0 1/s) fällt die Schubspannung in fast gleichem Verlauf wieder ab. Die Viskosität steigt bei der Aufwärtssrampe R_{auf} kurzfristig bis zu einer Scherrate von ca. $\dot{\gamma} = 4$ 1/s steil an und fällt danach kontinuierlich mit einem hyperbelähnlichen Verlauf ab. Bei der anschließenden Abwärtssrampe R_{ab} steigt die Viskosität kontinuierlich wieder an.

Sowohl die Kurve der Schubspannung, als auch die Kurve der Viskosität sind bei der Auf- und Abwärtsrampe fast deckungsgleich. Die Schubspannung liegt in einem Bereich von ca. 0- 40.000 Pa, die Viskosität in einem Bereich von ca. 1.080.000- 375.000 mPas.

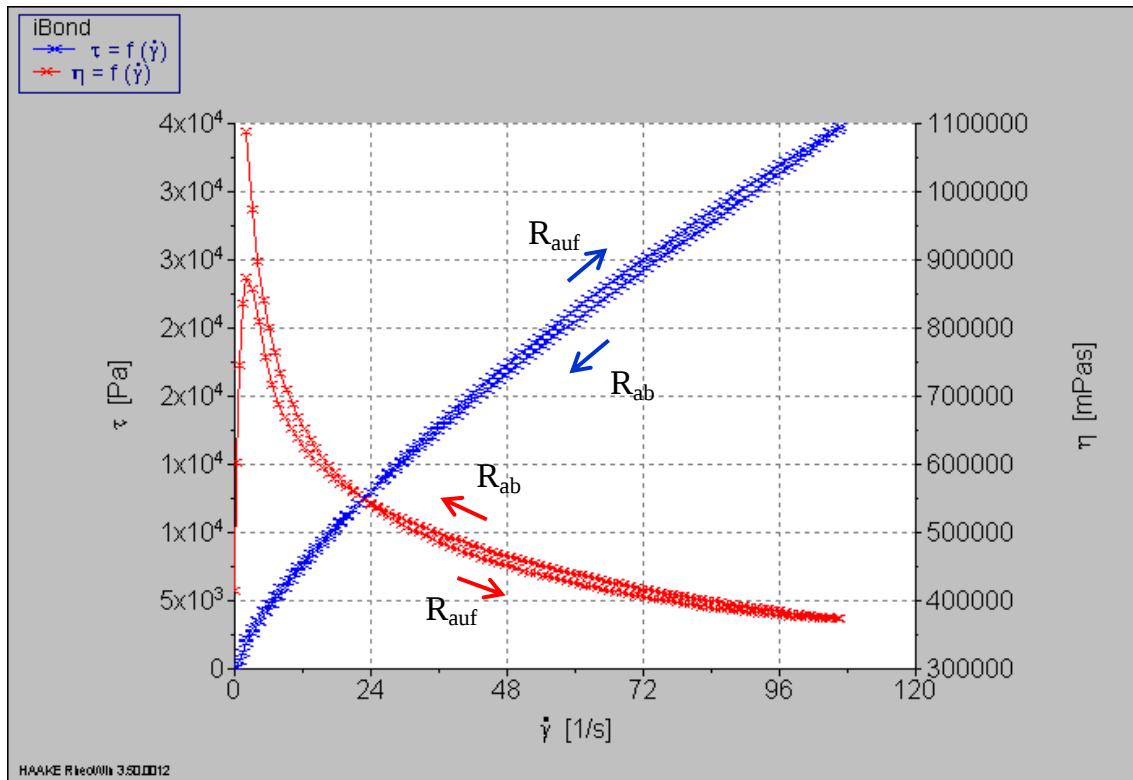


Abb. 5.5 Viskositätsmessung des Harzrückstandes von iBond

Abbildung 5.6 zeigt die Viskositätsmessung des Harzrückstandes von GBond. Zur Erläuterung der Achsenbeschriftungen siehe oben (Viskositätsmessung des Harzrückstandes von iBond).

Bei der Aufwärtsrampe der Scherrate R_{auf} (von $\dot{\gamma} = 0$ bis 100 1/s) nimmt die Schubspannung bei steigender Scherrate R_{auf} stark zu. Im Gegensatz dazu nimmt sie bei der Abwärtsrampe R_{ab} (von $\dot{\gamma} = 100$ bis 0 1/s) fast linear ab. Daraus ergibt sich eine Hysteresekurve. Gleichzeitig steigt unmittelbar zu Beginn die Viskosität kurz an und nimmt bei weiter steigender Scherrate R_{auf} ab, um dann zeitversetzt bei der Abwärtsrampe R_{ab} wieder anzusteigen. Der Anstieg der Kurve erfolgt in der Anfangsphase der Abwärtsrampe R_{ab} sehr flach, in der Endphase deutlich steiler. Sowohl die Kurve der Schubspannung, als auch die Kurve der Viskosität sind nicht deckungsgleich. Die Schubspannung liegt

in einem Bereich von ca. 0- 6.800 Pa, die Viskosität in einem Bereich von ca. 600.000-60.000 mPas.

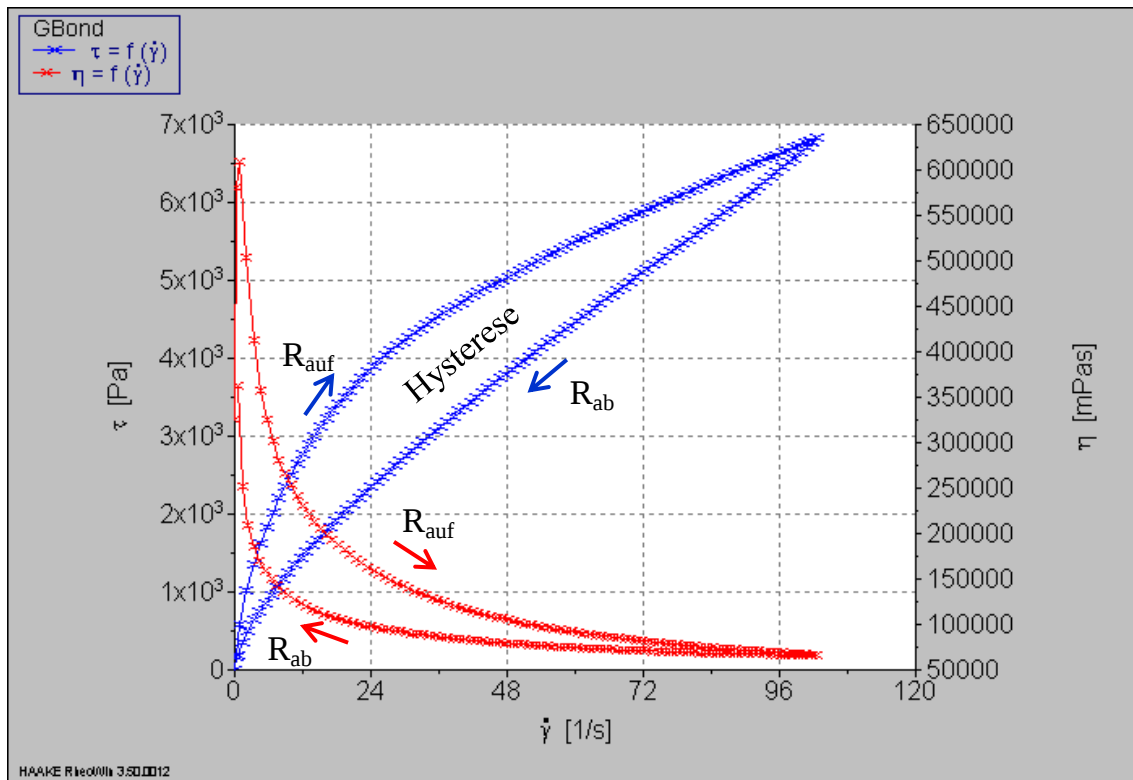


Abb. 5.6 Viskositätsmessung des Harzrückstandes von GBond

Zur optischen Illustration des Fließverhaltens der Harzrückstände sind im Folgenden auf einem Objektträger aufgebrachte Harzproben von iBond und GBond abgebildet. Es handelt sich dabei um die gleichen Proben, welche für die Viskositätsmessungen herangezogen wurden. Beide Proben wurden mithilfe eines Kunststoffspatels aufgebracht.

Abbildung 5.7 zeigt die Harzproben auf dem Objektträger. Die Proben wurden lichtgeschützt bei 37 °C gelagert.

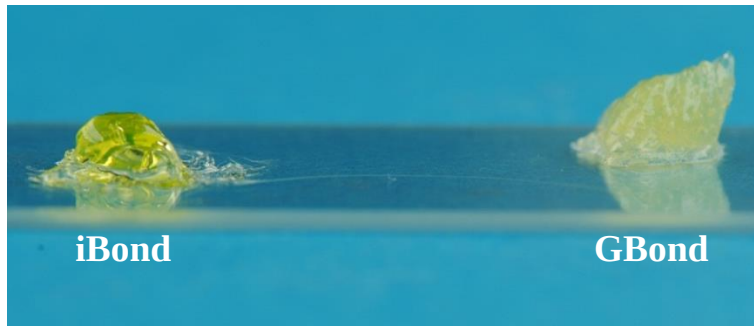


Abb. 5.7 Harzproben von iBond und GBond vor Verblasdruckanwendung

Abbildung 5.8 zeigt die Harzproben von iBond und GBond nach der Anwendung eines Verblasdruckes von 3,0 bar. Für die Messung wurde der gleiche Versuchsaufbau wie in Punkt 4.2 gewählt. Während der Verblasdruck bei iBond keinen Einfluss auf die Konsistenz hatte, zeigte sich bei GBond ein deutliches Fließverhalten.

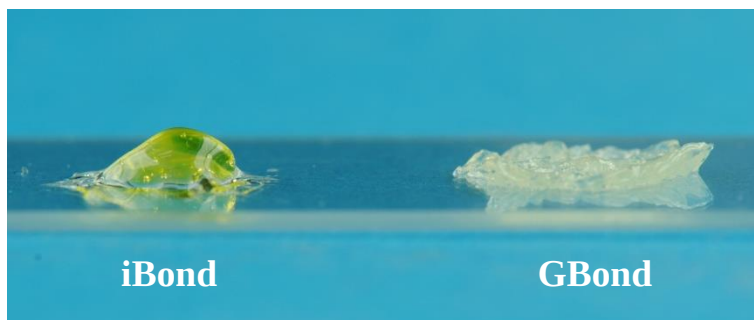


Abb. 5.8 Harzproben von iBond und GBond nach Verblasdruckanwendung (3,0 bar)

Durch die Viskositätsmessungen konnte das unterschiedliche Verhalten der beiden Adhäsive gezeigt werden. Aus Abbildung 5.5 wird deutlich, dass die beiden Kurven einen fast identischen Verlauf bei der Auf- und Abwärtsrampe zeigen. Im Gegensatz dazu zeigen die Kurven in Abbildung 5.6 einen unterschiedlichen Verlauf bei der Auf- und Abwärtsrampe, es ist eine deutliche Hysteresekurve erkennbar. Dieses Verhalten lässt

sich eindrucksvoll durch die Abbildungen 5.7 und 5.8 in der Gegenüberstellung der Harzproben zeigen.

5.3.4 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen

Im Folgenden sind die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Dentinoberflächen der Prüfkörper bzw. der abgesicherten Kompositzylinder unter Anwendung von GBond bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten abgebildet.

Abbildung 5.9 zeigt einen Ausschnitt der Dentinoberfläche eines abgesicherten Prüfkörpers bei einem Verblasdruck von 1,5 bar (Vergrößerung 1260-fach). Es ist deutlich zu erkennen, dass ein großer Teil der Dentintubuli zum Teil vollständig frei und ohne eindiffundiertes Adhäsiv vorlag. Nur teilweise waren Reste von Dentin- bzw. Adhäsivtrümmern als Bestandteile in den Dentintubuli anzutreffen. Auf der Dentinoberfläche sind zum Teil Linien zu erkennen, welche durch den Schleifprozess bei der Freilegung des Dentins hervorgerufen wurden (adhäsiver Bruch).

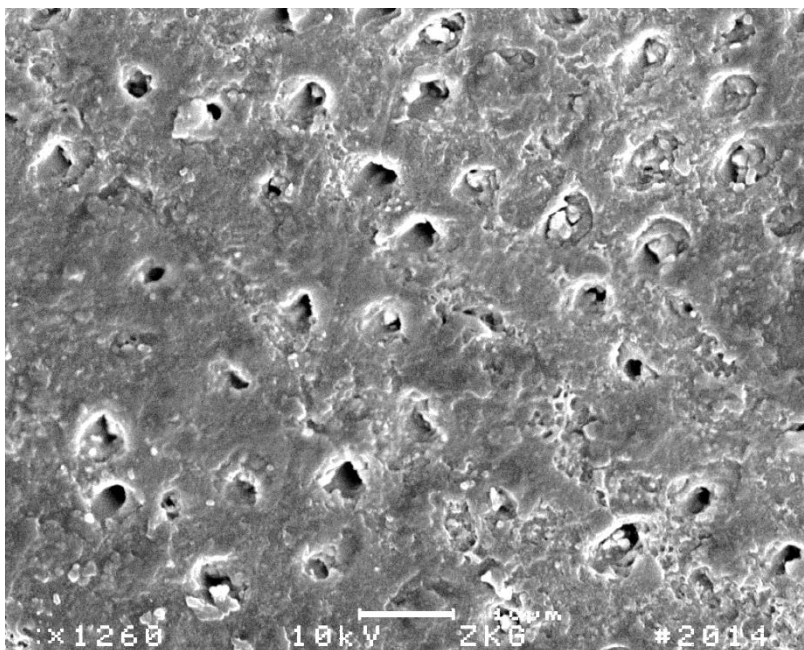


Abb. 5.9 REM-Aufnahme der Dentinoberfläche nach Abscherung (GBond/ 1,5 bar)

Abbildung 5.10 zeigt einen Ausschnitt der Pendantoberfläche eines korrespondierenden, abgescherten Kompositzylinders (Vergrößerung 2000-fach). Aufgrund der schrägen Blickperspektive wird deutlich, dass sich eine noppenartige Struktur abzeichnet. Diese Noppen spiegeln eine oberflächliche Verteilung des Adhäsivs auf der Dentineoberfläche, jedoch keine Diffusion in die Dentintubuli wieder. Dunkle Stellen im Bild zeigen das Vorhandensein von Artefakten und Fehlstellen.

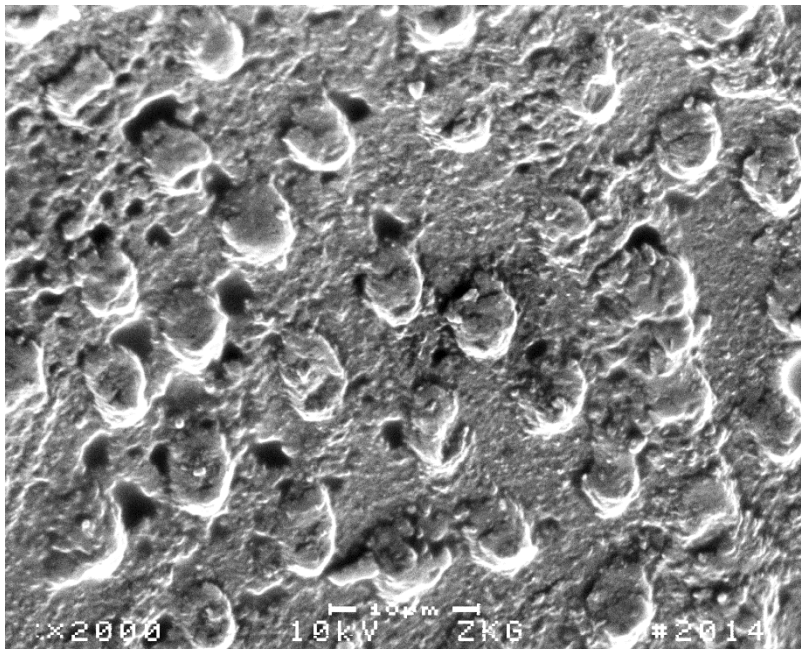


Abb. 5.10 REM-Aufnahme eines abgescherten Kompositzylinders (GBond/ 1,5 bar)

In Abbildung 5.11 ist ein Ausschnitt der Dentineoberfläche eines abgescherten Prüfkörpers bei einem Verblasdruck von 3,0 bar abgebildet (Vergrößerung 1260-fach). Ausnahmslos alle vorhandenen Dentintubuli sind vollständig durch Kunststoffzapfen (*tags*) verschlossen, welche bei der Haftverbundprüfung abgerissen sind. Weiterhin befinden sich Reste der Adhäsivschicht auf der Dentineoberfläche (kohäsiver Bruch). Schleifspuren der Dentinefreilegung wie in Abbildung 5.9 sind nicht erkennbar.

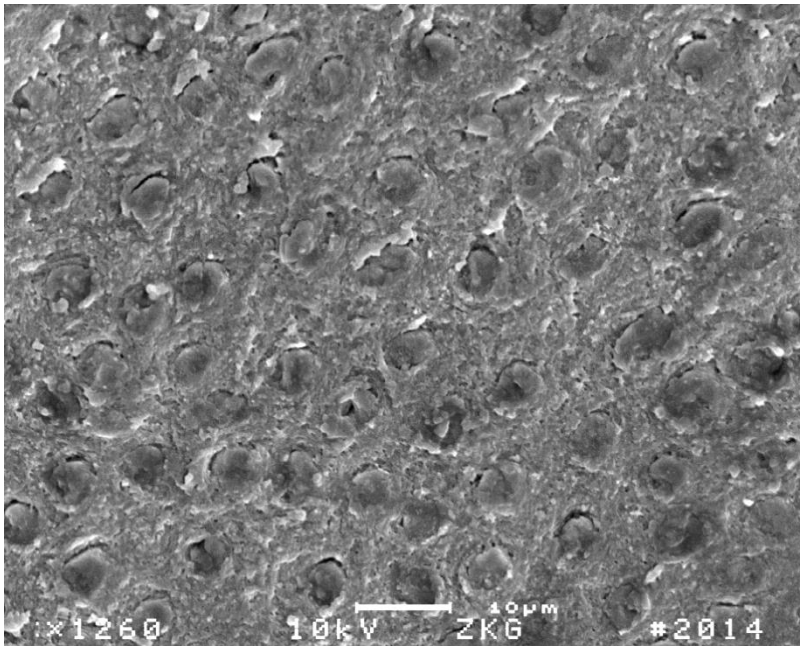


Abb. 5.11 REM-Aufnahme der Dentinoberfläche nach Abscherung (GBond/ 3,0 bar)

In Abbildung 5.12 ist ein Ausschnitt der Pendantoberfläche eines korrespondierenden, abgescherten Kompositzylinders abgebildet. Die ovalen, hell umrandeten Bereiche zeigen die abgerissenen Kunststoffzapfen (*tags*) ohne Noppenstruktur. Die hellen und dunklen Stellen mittig sowie unten im Bild zeigen das Auftreten von Artefakten bzw. Fehlstellen.

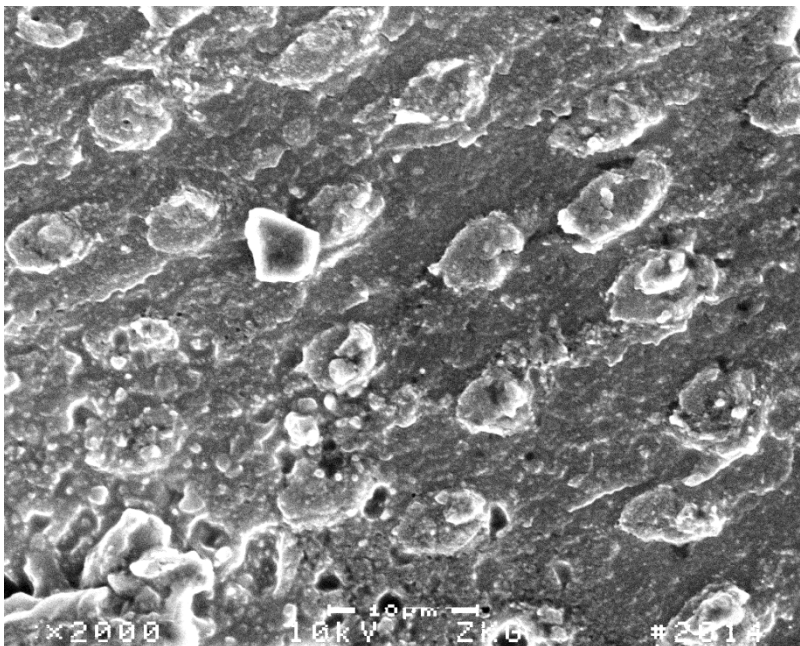


Abb. 5.12 REM-Aufnahme eines abgescherten Kompositzylinders (GBond/ 3,0 bar)

5.4 Gesamtvergleich der Self-Etch-Systeme

Wie in Abbildung 5.1 und 5.2 deutlich zu erkennen ist, lieferte das Etch & Rinse System Optibond FL Haftwerte in gleicher Größenordnung wie das Self-Etch System Clearfil SE Bond. Optibond FL wurde statistisch jedoch nicht weiter betrachtet, da sich Optibond FL und alle untersuchten Self-Etch Systeme grundlegend in ihrem Wirkmechanismus voneinander unterscheiden.

Im Folgenden wurden die Self-Etch-Systeme mit unterschiedlicher Flaschenanzahl bei verschiedenen Verblasdruckwerten durch T-Tests verglichen. Dies war Clearfil SE Bond als Zweiflaschen Self-Etch Adhäsiv mit den All-in-one Self-Etch Adhäsiven iBond, GBond, Scotchbond Universal und Clearfil S3 Bond Plus. Es ergab sich kein Unterschied bezüglich der Haftwerte zwischen den als fehlend gekennzeichneten Werten und den Werten, die gleich null gesetzt worden waren. Daher erfolgt die Darstellung in nur einer Tabelle.

Sowohl bei 1,5 bar, als auch bei 3,0 bar wurden mit dem Zweiflaschensystem hochsignifikant höhere Haftwerte als mit allen anderen Systemen erzielt. Tabelle 5.11 zeigt die Ergebnisse der paarweise durchgeführten T-Tests.

Adhäsiv	Verblasdruck [bar]	Signifikanzniveau
Clearfil SE Bond/ iBond	1,5	0,000
Clearfil SE Bond/ GBond	1,5	0,000
Clearfil SE Bond/ Scotchbond Universal	1,5	0,000
Clearfil SE Bond/ Clearfil S3 Bond Plus	1,5	0,000
Clearfil SE Bond/ iBond	3,0	0,000
Clearfil SE Bond/ GBond	3,0	0,000
Clearfil SE Bond/ Scotchbond Universal	3,0	0,000
Clearfil SE Bond/ Clearfil S3 Bond Plus	3,0	0,000

Tab. 5.11 T-Tests der Self-Etch Adhäsive mit unterschiedlicher Flaschenanzahl

5.5 Zusammenfassung der Ergebnisse

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen, dass es sowohl in Auswertung I, als auch in Auswertung II bei GBond zu hochsignifikanten Unterschieden der Haftwerte bei Anwendung unterschiedlicher Verblasdruckwerte kam. Durch einen hohen Verblasdruckwert (3,0 bar) konnten höhere Haftwerte erzeugt werden. Bei Scotchbond Universal kam es lediglich in Auswertung II zu signifikanten Unterschieden der Haftwerte unter Anwendung unterschiedlicher Verblasdruckwerte. Dabei erzeugte ein niedriger Verblasdruck (1,5 bar) höhere Haftwerte. Bei allen anderen untersuchten Adhäsiven gab es weder in Auswertung I noch in Auswertung II signifikante Unterschiede der Haftwerte unter Anwendung unterschiedlicher Verblasdruckwerte.

Die aufgestellte Nullhypothese konnte dadurch teilweise widerlegt werden. Unterschiedliche Verblasdruckwerte der dentalen Multifunktionsspritze riefen teils hochsignifikante Unterschiede in den resultierenden Haftwerten einzelner Adhäsivsysteme hervor.

6 Diskussion

Die bereits genannten Einflussgrößen (Verblasdruck und Abstand der Multifunktionsspritze) bei der Lösungsmittelverdunstung der Adhäsive wurden in nur wenigen Studien untersucht, die nachfolgend näher erläutert werden. Bei diesen wurde jedoch nicht unter kliniknahen Rahmenbedingungen gearbeitet. *Shinkai et al.*¹⁵¹ untersuchten den Einfluss des Verblasdruckes auf zwei All-in-one-Adhäsive. Methodisch wurde zwischen einem hohen und einem niedrigen Verblasdruckwert unterschieden. Es wurde zwar eine dentale Multifunktionsspritze verwendet, doch wurde deren Luftstrom auf eine elektrische Waage gerichtet, um den Verblasdruck als Krafteinwirkung auf die Waage zu quantifizieren. Dieser Versuchsaufbau ist nicht reproduzierbar, da mehrere Einflussgrößen wie Durchmesser der Wägeplatte, Typ der Waage sowie der genaue Abstand von der Multifunktionsspritze nicht angegeben sind. *El-Askary* und *van Noort*⁴² untersuchten sowohl den Einfluss des Abstandes, als auch verschiedener Verblasdruckwerte auf den Haftverbund bovinen Dentins. Der Abstand der dentalen Multifunktionsspritze wurde hierbei auf 1 cm, 5 cm bzw. 10 cm im 45° Winkel zur Zahnoberfläche eingestellt. In diesem Winkel sind effektiv in klinischer Hinsicht jedoch kaum mehr als 1 cm Abstand realisierbar. Der Verblasdruck wurde mit 1,0 bar, 2,6 bar und 4,0 bar gewählt. Dabei ist der Luftdruck von 1,0 bar als sehr gering und kaum realisierbar einzustufen, da dieser je nach Versuchsaufbau und Messmethode dem atmosphärischen Luftdruck gleicht. Ein Verblasdruck von 4,0 bar ist mit einer konventionellen Dentaleinheit nicht erreichbar.

Den genannten Studien ist gemeinsam, dass jeweils sehr individuelle und damit kaum vergleichbare Versuchsaufbauten angewandt wurden. Darüber hinaus sind nur wenige der vordefinierten Parameter auf eine klinische Situation am Patienten übertragbar. Auch bei der Messung der beschriebenen Parameter gab es gravierende Unterschiede. Um klinisch relevante und reproduzierbare Daten zu erhalten, wurde deshalb bei der vorliegenden Dissertation mit einer handelsüblichen dentalen Multifunktionsspritze (Typ 773.0500/ Kavo/ Biberach, Deutschland) gearbeitet. Der Abstand wurde konstant auf 1 cm eingestellt. Dieser Abstand entspricht der klinisch durchführbaren Situation beim Verblasen des Adhäsivs und führte in einer anderen Studie zu den höchsten Haftwerten⁴¹. Eine intern durchgeführte Studie unter den Studierenden der Abteilung für Zahnärztliche Prothetik des Zentrums für Zahn- Mund- und Kieferheilkunde der Justus-Liebig-Universität Gießen brachte ein ähnliches Ergebnis hervor. Des Weiteren wurde

in der vorliegenden Arbeit mit Verblasdruckwerten von 1,5 bar und 3,0 bar gearbeitet, welche sich als optimal und zielführend herausstellten. Die in dieser Arbeit verwendeten Dentaladhäsive sind aktuell im Handel erhältliche Produkte. Damit waren alle vorhandenen Einflussgrößen so ausgewählt und eingestellt, dass sie einer klinischen Situation am Patienten bestmöglich entsprachen.

6.1 Methodikdiskussion

Um erste Erkenntnisse über das Verhalten von Dentalmaterialien zu erhalten, sind *in-vitro* Studien notwendig. Damit können Prognosen über das Verhalten von Einflussgrößen und klinischen Erfolgsaussichten bezüglich eines Materials erstellt werden. Üblicherweise folgen tiefer gehende klinische Studien, um Langzeitergebnisse beim Patienten zu erhalten⁶⁹. Bei klinischen Studien sollte laut *Duke* und *Lindemuth*³⁶ ein breites Spektrum an Patienten unterschiedlichen Alters gewählt werden, um unterschiedliche altersbedingte Veränderungen des Dentins berücksichtigen zu können.

Die in einer Studie ermittelten Haftwerte sind hierbei oftmals sehr stark vom Studienaufbau abhängig. Aus einer Übersichtsarbeit von *Heintze*⁶⁸ geht hervor, dass die Haftwerte von All-in-one-Systemen oftmals nur bei ca. 10 MPa lagen. Diese Ergebnisse der Haftverbundprüfungen liefern oftmals keine genauen Aussagen zur Randspaltbildung zwischen Adhäsiv und der Dentinoberfläche. Die *American Dental Association (ADA)* fordert für ein Adhäsiv, dass in zwei unabhängigen klinischen Studien bewiesen werden muss, dass 90 % der Restaurationen eine Haltbarkeit von über 1,5 Jahren aufweisen. Durch die unterschiedlichen Versuchsaufbauten der einzelnen Studien kann es zu signifikanten Unterschieden der Ergebnisse kommen. Die ermittelten Haftwerte sollten jedoch nicht weniger als 10 MPa betragen.

Üblicherweise dient die Betrachtung von Haftwerten neben anderen Einflussgrößen als erster, einfach zu bestimmender Parameter bei der Beurteilung der Effektivität eines Adhäsivsystems. Darüber hinaus liefern die Haftwerte erste Anhaltspunkte bezüglich der Eigenschaften des Adhäsivs und bieten eine solide Grundlage, um weiterführende Untersuchungen planen zu können. An dieser Stelle soll jedoch noch einmal auf die Zielsetzung der vorliegenden Arbeit hingewiesen werden. Die durch die Scherversuche generierten Haftwerte sind nicht als Absolutwerte zu betrachten. Vielmehr sollten even-

tuell auftretende Unterschiede in den Haftwerten den Einfluss verschiedener Verblasdruckwerte veranschaulichen.

6.1.1 Prüfsubstrat und Einbettung

Für die Haftverbunduntersuchungen wurden bovine Frontzähne als Ersatzmaterial für menschliches Dentin herangezogen. Diese eignen sich als Prüfsubstrat und sind im Vergleich zu menschlichen Zähnen in fast unbegrenzter Menge verfügbar. Durch die sofortige Verarbeitung nach der Extraktion konnten degenerative Veränderungen innerhalb des Dentins weitestgehend ausgeschlossen werden. Die Zähne wurden gemäß Prüfnorm ISO/TS 11405⁸¹ verarbeitet. Bei der Freilegung des Dentins wurde darauf geachtet, nur die obere Dentinschicht direkt unter der Schmelz-Dentin-Grenze freizulegen. Abweichungen in der verbliebenen Restschichtdicke des Dentins rufen bei der Verbundprüfung unterschiedliche Haftwerte hervor^{118, 145}. Vor diesem Hintergrund und da es sich bei Dentin um ein natürliches Material mit wechselnder Struktur und Zusammensetzung handelt, resultieren daraus Prüfkörper mit nicht immer identischen Eigenschaften. Dadurch lassen sich die Standardabweichungen bei den Haftverbundprüfungen erklären. Sie entsprechen den aus anderen Untersuchungen bekannten Daten⁸⁰ und liegen in der vorliegenden Arbeit zwischen 2,5 und 9,0 MPa.

6.1.2 Auswahl der Adhäsivsysteme

Bei der Auswahl der Adhäsivsysteme wurden aktuelle, häufig angewandte und leicht im Markt verfügbare Produkte ausgewählt. Es wurde darauf geachtet, Vertreter der Mehrflaschensysteme nach dem *Etch & Rinse* (Optibond FL) sowie dem *Self-Etch* (Clearfil SE Bond) System zu verwenden. Diese erlangten in anderen Studien die höchsten Haftwerte auf Dentinoberflächen^{4, 49, 166}. Auch die klinischen 3-Jahres-Überlebensraten von Optibond FL (100 %¹⁷⁷) sowie die 5-Jahres-Überlebensraten von Clearfil SE Bond (98 %¹³¹) sind als sehr gut einzuschätzen. Weiterhin wurden diese Systeme als Referenzmaterialien in einer anderen Studie¹⁶⁸ verwendet und haben sich heute als *Goldstandard* etabliert. Dies war der Grund, sie in der vorliegenden Arbeit als Standardreferenzmaterialien einzusetzen.

Die Auswahl der All-in-one-Systeme erfolgte im Hinblick auf das enthaltene Lösungsmittel. iBond und GBond als HEMA-freie, auf Aceton-Wasser basierende und Scotch-

bond Universal sowie Clearfil S3 Bond Plus als HEMA-haltige, auf Ethanol-Wasser basierende Einflaschenadhäsive. Mögliche Unterschiede im Haftwert bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten sind aufgrund verschieden hoher Dampfdruckwerte⁷⁷ bei Adhäsivsystemen mit unterschiedlichen Lösungsmittelgemischen mit hoher Wahrscheinlichkeit zu erwarten. *Söderholm et al.*¹⁵³ verglichen die klinischen 4-Jahres-Überlebensraten von iBond und Clearfil SE Bond in zervikalen Läsionen (87,8 %). Dabei zeigten sich keine signifikanten Unterschiede zwischen der Haltbarkeit der beiden Self-Etch-Adhäsive. Darüber hinaus kamen die für die vorliegende Arbeit ausgewählten Adhäsive auch in weiteren Studien zur Anwendung^{31, 28, 29, 79, 139, 167}.

6.1.3 Versuchsaufbau und Verblasdruckmessung

Der Versuchsaufbau wurde so gewählt, dass sich die in-vitro Untersuchungen bestmöglich auf in-vivo Situationen übertragen lassen. Die verwendete öl- und wasserfreie Druckluft hat den gleichen Anschlussbetriebsdruck wie an modernen Dentaleinheiten. Die Einstellung auf 1,5 bar gleicht einem niedrigen Luftstrom, leicht über dem atmosphärischen Druck von 1,0 bar. Der Maximaldruck moderner Dentaleinheiten liegt bei ca. 3,3 bar. Daher wurde für diese Arbeit ein hoher Druckluftwert von 3,0 bar gewählt. Innerhalb von Druckluftleitungen kann es zu Verwirbelungen und damit einhergehend zu minimalen Temperaturschwankungen kommen. Während jeder Adhäsivapplikation konnte durch den im Versuchsaufbau integrierten Strömungsmessumformer die gleichbleibende Temperatur und der konstante Druck überwacht werden. Abweichungen wären sofort erkannt worden. Im Vergleich zu den Laborbedingungen liegen im Mund Temperaturen von mehr als 30° C bei unterschiedlicher Luftfeuchtigkeit vor⁸⁵. Bei der Herstellung von idealisierten Prüfkörpern und der Applikation der Adhäsive können diese Einflussgrößen nicht berücksichtigt werden, da diese bei einer Raumtemperatur von 23° C ± 1° C und einer konstanten Luftfeuchtigkeit von 50 % ± 10 % hergestellt und verarbeitet wurden. Durch die konstanten Laborbedingungen konnten jedoch erste Aussagen über das Verhalten der Adhäsive, ohne den Einfluss unterschiedlicher Temperaturen getroffen werden. Verschiedene Temperaturen würden aufgrund der voneinander differierenden Dampfdruckwerte⁷⁷ der in den Adhäsiven enthaltenen Lösungsmitteln zu abweichenden Verdunstungen führen, wodurch die resultierenden Ergebnisse schwer miteinander vergleichbar wären.

Es wurde ein Abstand der Multifunktionsspritze von der Prüfkörperoberfläche von einem Zentimeter gewählt. *De Munck et al.*²⁸ nutzten in ihrer Studie den gleichen Abstand. Dieser spiegelt die klinische Situation am besten wieder und stellt sich als sehr sinnvoll heraus, da bei der intraoralen Positionierung der Multifunktionsspritze im 90° Winkel zur Zahnoberfläche kaum größere Abstände wählbar sind.

6.1.4 Auswahl des Stumpfaufbaumaterials

Bei der Wahl des Stumpfaufbaumaterials kam kein dualhärtendes bzw. chemisch härtendes Material in Betracht. Denn beim Auftragen des Stumpfaufbaumaterials auf Self-Etch Adhäsivschichten können die im Adhäsiv enthaltenen Phosphonsäuren mit dem Amin eines selbsthärtenden Stumpfaufbaumaterials chemisch reagieren und dadurch dessen Aushärtung verhindern (siehe Punkt 3.4). Aus diesem Grund wurde ein rein lighthärtendes Stumpfaufbaumaterial (*Clearfil Photo Core PLT/ Kuraray/ Okayama, Japan*) gewählt, um eine unvollständige sowie fehlerhafte Aushärtung zu vermeiden. Dieses Material kam bereits in anderen Studien zur Anwendung^{3, 113}. Dabei wurden Haftwerte zwischen Wurzeldentin und Stiftaufbauten durch die Anwendung verschiedener Adhäsiv-Befestigungskomposit-Kombinationen untersucht.

In der vorliegenden Arbeit erfolgte die Platzierung des Materials als Zapfen auf dem Prüfkörper mithilfe einer standardisierten Vorrichtung der Firma Ultradent (Ultradent Products/ South Jordan, USA). Somit konnten bei allen Prüfkörpern Kompositstümpfe gleicher Dimension hergestellt werden. Diese Voraussetzung ist für standardisierte Haftverbundprüfungen notwendig, da voneinander abweichende Durchmesser der Zylinder und damit verschieden große Haftverbundflächen zu unterschiedlichen Haftwerten führen würden⁴¹.

6.1.5 Haftverbundprüfung

Wie durch *Van Noort et al.*¹⁸¹ im Jahr 1989 beschrieben, sind standardisierte Prüfverfahren bei Zug- oder Abscherversuchen notwendig, um die Ergebnisse verschiedener Studien miteinander vergleichen zu können. Auch *Strydom*¹⁵⁵ beschreibt in seinem Übersichtsartikel im Jahr 2004, dass eine Vielzahl von Studien mit Abscherversuchen durchgeführt worden sind, bei denen die resultierenden Ergebnisse aufgrund nicht standardisierter Aufbauten jedoch nicht miteinander vergleichbar waren. Bei der vorliegen-

den Arbeit wurde daher die Methode der Firma Ultradent eingesetzt. Da bei dieser der Abscherstempel über dem halbmondförmigen Ausschnitt am Kompositzylinder anliegt, ist die Kraftübertragung gleichmäßiger und reproduzierbarer. Dadurch hält der Adhäsivverbund höheren Kräften stand, wodurch die Verbundwerte ansteigen¹²⁶. *Braga et al.*¹⁴ berichten, dass die Abschergeschwindigkeit keinen Einfluss auf die Haftergebnisse hat. *Tamura et al.*¹⁶⁰ konnten dagegen in ihren Untersuchungen zeigen, dass bei der Verwendung von Self-Etch-Systemen aus einer höheren Abschergeschwindigkeit auch höhere Haftwerte resultieren. In der vorliegenden Arbeit wurde eine Abschergeschwindigkeit von 1 mm/ min gewählt. Dieser Wert entspricht dem mittleren Wert der Untersuchungen von *Tamura et al.*¹⁶⁰ und wurde auch in anderen Studien eingesetzt^{21, 82, 151}. Die in der vorliegenden Untersuchung erreichten Haftwerte sind dabei im Vergleich zum Verhalten der Adhäsive in-vivo als relativ anzusehen. Denn im Unterschied zum in-vitro Abscherversuch, bei welchem eine immer gleiche und damit idealisierte Abschergeschwindigkeit herrscht, liegt intraoral eine andere Situation vor. Beim Kauprozess treten keine konstanten Druckbelastungen auf, vielmehr kommt es zu immer wiederkehrenden und wechselnden Stressbelastungen. Durch diese kann es nach und nach zu feinen Rissbildungen, später zu Frakturen, bis hin zum Abriss des Materials kommen⁹⁶. Damit jedoch erste Aussagen über eventuell auftretende unterschiedliche Effekte bei der Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte getroffen werden konnten, sind vergleichbare in-vitro Abscherversuche durchgeführt worden.

Da sich nach erster Untersuchung der Adhäsivsysteme hochsignifikante Unterschiede für GBond bei der Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte ergaben, wurden weiterführende Materialuntersuchungen durchgeführt. Diese dienten der Ursachenaufdeckung der ersten Ergebnisse.

6.1.6 Kontaktwinkelmessung

Grundsätzlich geben die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen nur einen Überblick über das Verhalten der Adhäsive bei Flüssigkeitskontakt. Die Dentinoberfläche stellt in erster Linie eine feuchte Oberfläche dar. Durch die geöffneten Dentintubuli kann neuer Dentinliquor aufsteigen und vor der Polymerisation in das Adhäsiv eindringen. Dadurch könnte die Hydrophilie bereits vor der Aushärtung beeinflusst werden. Dabei ist zu be-

achten, dass sich die Zusammensetzung von Dentinliquor und destilliertem Wasser unterscheidet (siehe Punkt 3.1.2). Als weitere Einflussgröße auf den Kontaktwinkel ist die Oberflächenstruktur als bedeutend zu nennen. Da die vorliegende Oberflächenrauigkeit der Adhäsivschicht die Größe der Kontaktflächen bestimmt⁹².

Die durchgeführten Kontaktwinkelmessungen dienen zur Veranschaulichung des Bestrebens des Adhäsivs, sich auf der feuchten Dentinoberfläche auszubreiten. Die Messung im unausgehärteten Zustand charakterisiert dabei das Verhalten des Adhäsivs auf der feuchten Dentinoberfläche. Im ausgehärteten Zustand spiegelt die Messung das Verhalten der Adhäsivoberfläche vor dem Aufbringen des Stumpfaufbaumaterials wider.

6.1.7 Bestimmung der Oberflächentopografie

Mit Hilfe der Topografiemessung wurde die Oberfläche der Prüfkörper nach Abscherung betrachtet und charakterisiert. Üblicherweise werden mit dieser Methode Rauigkeitsmessungen durchgeführt. Das Gerät ermöglicht die Beschreibung und Differenzierung von Höhenunterschieden, wodurch die Schichtstärken der Adhäsivschicht von GBond bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten ermittelt werden konnten. Hierbei wurde der Abstand von der Oberfläche der unbeschädigten Adhäsivschicht zur Grundfläche des freigelegten Dentins an der Bruchfläche ermittelt, auf welchem der Kompositzylinder positioniert war. Mögliche, auf der Dentinfläche verbliebene Reste des Adhäsivs sind bei der Messung mit einbezogen worden.

6.1.8 Viskositätsmessung

Vor der Messung der Viskositäten wurden die Adhäsive iBond und GBond für fünf Tage im Trockenschrank bei 37° C unter Lichtausschluss gelagert. Dadurch wurde sichergestellt, dass die Adhäsive frei von flüchtigen Lösungsmittelresten waren. Eine direkte Messung der Adhäsive nach Entnahme aus der Flasche ist nicht möglich, da die Verdunstung der Lösungsmittel die Messungen stark beeinflusst und je nach Verdunstungsgrad unterschiedliche und somit nicht vergleichbare Messdaten liefern würde. Außerdem wurde aufgrund der im Adhäsiv enthaltenen Photoinitiatoren unter Lichtausschluss gearbeitet, da sich die Viskosität des Harzes während der Messung durch eine unbeabsichtigte Belichtung und eine daraus resultierende Aushärtung ändern kann. Fehlerhafte

Messwerte wären die Folge. Aufgrund der Zusammensetzung der Harzmischung der Adhäsive und der enthaltenen Füllstoffe wurde eine Messung mit einem Kegel-Platte-System vermieden. Durch den gerätebedingten, vordefinierten Abstand zwischen Kegel und Platte (0,027 mm beim vorliegenden Gerät) wäre das Drehmoment zu stark angestiegen und eine genaue Messung nicht möglich gewesen. Aus diesem Grund wurden die Messungen mit einem Platte-Platte-System, bei einem konstanten Messabstand der Platten von 0,1 mm durchgeführt. Die Proben wurden blasenfrei und mit definierter Menge aufgebracht. Es wurde darauf geachtet, dass während der Messungen die Platten gleichmäßig bedeckt waren. Über- oder Unterschussapplikationen wurden aufgrund resultierender fehlerhafter Messungen vermieden¹⁰⁵.

6.1.9 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen

Durch die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen wurden sowohl die Oberflächenstruktur der Dentinverbundfläche als auch die Struktur der Dentintubuli dargestellt. Derartige Aufnahmen werden üblicherweise zur Untersuchung von Dentinoberflächen herangezogen und sind in weiteren Untersuchungen verwendet worden^{29, 42, 154}. Vorhandene Fehlstellen bzw. Artefakte in der Darstellung sind durch den Herstellungsprozess leider nicht immer zu vermeiden, da die Aufnahmen erst nach Abscherung angefertigt werden können, bei welcher es zur Fragmentbildung sowie zu Ausrissen innerhalb des Dentins bzw. des Adhäsivs kommen kann.

6.1.10 Statistische Verfahren

Bei der vorliegenden Untersuchung kam es bei insgesamt 20 (10,5 %) von 190 Fällen bereits zu einem Abriss des Stumpfaufbaumaterials beim Herausnehmen der Prüfkörper aus der Ultradentvorrichtung. Die Haftkraft des Adhäsivs war so gering, dass sie einer kurzfristigen Belastung bei der Entnahme aus der Ultradentvorrichtung nicht standhielt und der Haftwert durch den Abscherversuch nicht ermittelt werden konnte. Es gab zwei Möglichkeiten, diese geringen, nicht messbaren Haftwerte in die statistische Auswertung einzubeziehen. Einerseits konnten die Proben bei der Wertung als fehlend betrachtet werden, andererseits konnten sie mit dem Haftwert gleich null gesetzt werden (Wertung durch den Verfasser). Da jede Variante die Ergebnisse entweder verbesserte oder verschlechterte, erfolgte in der vorliegenden Arbeit eine parallele Auswertung nach bei-

den Verfahren. Auffallend war, dass die Abrisse nur bei All-in-one-Adhäsiven auftraten. Bei den Mehrflaschenadhäsiven (Optibond FL/ Clearfil SE Bond) kam es nicht zu derartigen Erscheinungen und zu keinen frühzeitigen Abrissen.

Die ermittelten Haftwerte wurden nicht für multiples Testen korrigiert. Aufgrund der Alphafehlerkumulierung beim multiplen Testen sind die Ergebnisse als explorativ anzusehen, besonders bei Ergebnissen mit p-Werten nur knapp unter dem gesetzten Grenzwert von 0,05. Dabei ergibt sich der Vorteil, dass der Betafehler bei fehlendem Korrigieren der Mehrfachvergleiche nicht unangemessen hoch wird⁴⁵.

Zunächst wurden diejenigen Abrisse nicht berücksichtigt, welche direkt nach der Herstellung der Prüfkörper auftraten und es wurden paarweise Vergleiche mittels T-Tests durchgeführt.

Nachfolgend wurden in einer zweifaktoriellen Varianzanalyse die Adhäsive auf Basis gleicher Lösungsmittel (iBond/ GBond; Scotchbond Universal/ Clearfil S3 Bond Plus) daraufhin untersucht, ob zwischen den Adhäsiven bei der Verwendung von unterschiedlichen Verblasdruckwerten (1,5 bar und 3,0 bar) und gleichem Lösungsmittel in Bezug auf die Interaktion zwischen den beiden Faktoren signifikante Effekte auf den Haftwert zu beobachten waren.

Es zeigte sich, dass in der Anova der Adhäsive auf Aceton-Wasser Basis sowohl beide Haupteffekte als auch die Interaktion hochsignifikant ausgewiesen wurden (alle $p < 0,001$). Bei den Adhäsiven auf Ethanol-Wasser Basis war dies nicht der Fall. Der Levene Test zeigte eine Varianzheterogenität der Daten, die aufgrund der unterschiedlichen Fallzahlen in den Gruppen zu verzerrten Standardfehlern und p-Werten führen kann. Die Varianzheterogenität wurde jedoch als nicht erheblich eingeschätzt und aufgrund der sehr deutlichen Ergebnisse wurde auf eine Modellierung der Varianzheterogenität (mittels Prozedur *MIXED*) verzichtet⁷⁶.

In der zweiten Auswertung, bei denen die fehlenden Haftwerte gleich null gesetzt worden waren, wurde die gleiche statistische Auswertung durchgeführt. Dieses Vorgehen kam in den folgenden Studien zur Anwendung. So wurden bei den Untersuchungen von *Zander-Grande et al.*¹⁸³ zum einen die nicht messbaren Proben herausgelassen, zum anderen mit einem resultierenden Haftwert von null gleichgesetzt. Dabei wurden die Überlebensraten einzelner Adhäsive bzw. deren Änderung der Haftwerte nach sechsmonatiger Belastung im Thermowechselbad untersucht. *Reis et al.*¹³⁹ haben in ihren

Untersuchungen ebenso verschiedene Auswertungen für Mikrozugversuche herangezogen. Zum einen wurden die verfrühten Abrisse mit einberechnet, zum anderen herausgelassen.

6.2 Ergebnisdiskussion

6.2.1 *Optibond FL und Clearfil SE Bond*

Die beiden verwendeten Zweiflaschenadhäsive (Optibond FL und Clearfil SE Bond) lieferten als Referenzmaterialien, wie bereits in anderen Studien^{4, 49, 166} belegt werden konnte, auch in der vorliegenden Arbeit die höchsten Haftwerte. Jedoch gab es keinen signifikanten Einfluss des Verblasdruckes auf die resultierenden Haftwerte der beiden Adhäsivsysteme. Dieses Ergebnis wird durch eine Untersuchung von *Spreafico et al.*¹⁵⁴ für Clearfil SE Bond bestätigt. In dieser kam es bei den angewandten Verblasdruckwerten von 1,2 bar und 6,8 bar zu keinen unterschiedlichen Haftwerten im Mikrozugversuch bei der Verwendung von Clearfil SE Bond. Für Optibond FL konnten in der Literatur keine Vergleichsuntersuchungen gefunden werden.

Anhand des Systemaufbaus mit zwei Flaschen ließe sich erklären, dass unterschiedliche Verblasdruckwerte bei Mehrflaschenadhäsiven keine Veränderung in den Haftwerten hervorrufen. Durch die räumliche Trennung der hydrophilen und hydrophoben Anteile des Adhäsivsystems in zwei separaten Behältern, können die nicht durchmischbaren Komponenten in zwei getrennten Schritten appliziert werden, damit sie ihre volle Wirkung entfalten können. Dadurch wird der Haftverbund sowohl zum Dentin, als auch zum Komposit in optimaler Weise ausgebildet⁷⁹. Eine Änderung des Verblasdruckwertes bei der Lösungsmittelverdunstung des Primers (1. Flasche) von Optibond FL bzw. Clearfil SE Bond hat keinen signifikanten Einfluss auf die resultierenden Haftwerte. Wenn der Primer ausreichend lang einmassiert wird, reicht dies unabhängig vom Verblasdruck aus, das Kollagen ausreichend zu infiltrieren und eine Basis für das hydrophobe Adhäsiv (2. Flasche) zu schaffen. Der einwirkende Verblasdruck auf den Primer hat dabei keinen Einfluss auf die resultierende gesamte Schichtdicke des Adhäsivsystems. Das im Anschluss an den Primer applizierte Adhäsiv sollte, wie bereits in Punkt 3.3.5 erwähnt, jedoch nicht durch Verblasen auf der Zahnoberfläche verteilt werden. Dabei kann es zu einem zu starken Ausdünnen der Adhäsivschicht kommen, wodurch die entstehende Sauerstoffinhibitionsschicht immer dichter in Richtung der Dentinober-

fläche rückt, was zu einer Abnahme der Haftfestigkeit des Adhäsivs führen kann^{74, 140, 178}.

6.2.2 iBond Self Etch und GBond

Bei den untersuchten HEMA-freien, auf Aceton-Wasser basierenden Adhäsiven iBond und GBond, kam es bei GBond zu hochsignifikanten Unterschieden in den Haftwerten bei der Anwendung unterschiedlicher Verblasdruckwerte (siehe Tabelle 5.3 und Tabelle 5.7). Diese Ergebnisse stehen im Widerspruch zu den Untersuchungen durch *Spreafico et al.*¹⁵⁴, bei denen keine signifikanten Unterschiede in den Haftwerten bei GBond unter Anwendung eines niedrigen (1,2 bar) und eines hohen (6,8 bar) Verblasdruckwertes festgestellt werden konnten.

Die Rahmenbedingungen der Untersuchung von *Spreafico et al.*¹⁵⁴ lassen sich allerdings nicht auf eine Patientensituation übertragen. Dentaleinheiten haben einen Maximaldruck von ca. 3,3 bar, zudem lassen sich intraoral Verblasdruckwerte von 6,8 bar klinisch nicht realisieren und anwenden. Dieser Verblasdruckwert überschreitet den maximalen Betriebsdruck einer Dentaleinheit um mehr als das Doppelte und könnte für die nur gering höheren Haftwerte verantwortlich sein. Darüber hinaus kam statt einer dentalen Multifunktionsspritze ein Druckluftspray (EM Clean spray/ Nisshin EM Co./ Tokyo, Japan¹⁵⁴) zur Anwendung, wobei keine Angaben über die Größe der Austrittsöffnung der Druckluft vorliegen. Weiterhin kam es zu verfrühten Abrissen eines zusätzlich untersuchten experimentellen Adhäsivs. Die Abrisse wurden durch die Verwendung eines zu hohen Verblasdruckwertes erklärt. Dieser ließ offensichtlich das Lösungsmittel zu schnell verdunsten und hätte dazu geführt, dass Luftblasen aus der Dentinoberfläche in das Adhäsiv eingeschlossen wurden, welche die niedrigeren Haftwerte erzeugten. Zusammenfassend wurde von der Anwendung hoher Verblasdruckwerte abgeraten, wodurch die Herstellerangaben von GC durch *Spreafico et al.*¹⁵⁴ für GBond abgelehnt wurden. Durch den abweichenden Versuchsaufbau und die unterschiedlich gewählten Parameter in Bezug auf den Verblasdruck, sind die Ergebnisse der genannten Studie jedoch nicht direkt mit den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit vergleichbar.

Auch bei einer Untersuchung durch *De Munck et al.*²⁸ konnten keine signifikanten Unterschiede in den Haftwerten bei der Verwendung von GBond und angewandten Verblasdruckwerten von 1,0 bar und 4,0 bar festgestellt werden. Es wurden statische und

dynamische Ermüdungsbrüche getestet. In allen Fällen konnten jedoch Blasen innerhalb bzw. an der Frakturstelle des Adhäsivs nachgewiesen werden. Die Frakturen lagen innerhalb der Adhäsivschicht, an der Grenze zum Komposit bzw. teilweise im Komposit selbst. Es kam zu keinen Abrissen an der Grenze zwischen Adhäsiv und Dentin. Die trotz hohem Verblasdruck immer noch vorhandenen Blasen innerhalb der Adhäsivschicht konnten durch den Versuchsaufbau erklärt werden. Es wurden Klasse I Kavitäten präpariert und untersucht, bei denen sich im Vergleich zu einer flächigen Kavität die Lösungsmittel schlechter verdunsten ließen. Dass in der genannten Untersuchung GBond besser abschnitt als in einer ähnlich aufgebauten Studie mit iBond, wurde durch den höheren Anteil von Füllstoffen erklärt, wodurch die Adhäsivschicht von GBond dicker erscheint und dadurch besser auf einwirkenden Stress reagieren konnte³¹. Das verwendete Füllungsmaterial könnte, in Verbindung mit der gewählten Kavitätenpräparation, die in der Untersuchung beschriebenen Haftweltergebnisse verursachen. Es wurden quaderförmige Kavitäten präpariert, bei welchen sich der Schrumpfungsfaktor des Füllungsmaterials deutlich negativ auf den Haftverbund auswirken kann¹³. Weiterhin wurde in der Untersuchung zuerst das Adhäsiv eingebracht, ein geringer Verblasdruck angewandt und danach der Zahn getrennt. Erst im Anschluss erfolgte die Anwendung eines höheren Verblasdruckwertes an einer der beiden Hälften. Dadurch könnten die ähnlichen Ergebnisse der Haftwerte bei unterschiedlichem Verblasdruck erklärt werden, welche im Unterschied zur vorliegenden Arbeit generiert werden konnten.

Die hochsignifikanten Unterschiede der Haftwerte von GBond können die Untersuchungen durch *Hiraishi et al.*⁷⁵ bestätigen. In dieser Untersuchung traten, wie auch in der vorliegenden Arbeit, signifikante Unterschiede in den Haftwerten unter Verwendung von GBond bei Anwendung unterschiedlicher Verblasdruckwerte auf. Dabei kam jedoch keine dentale Multifunktionsspritze zur Anwendung. Der Abstand zwischen Druckluftaustrittsöffnung und Dentinoberfläche betrug 30 cm, wodurch ein nur schwacher Luftstrom an der Oberfläche des Prüfkörpers erzielt werden konnte. Ergänzend wurde mit einem Abstand von 10 cm gearbeitet, um einen 5-fach höheren Luftstrom auf der Dentinoberfläche zu erzielen. Genaue Werte sind jedoch in der Veröffentlichung nicht angegeben. Die resultierenden niedrigen Haftwerte bei der Verwendung eines geringen Verblasdruckes wurden durch einen zu hohen Restanteil von Lösungsmittel erklärt. Leider sind die gewählten Abstände von 10 bzw. 30 cm klinisch nicht sinnvoll

und realisierbar, da sich unter diesen Bedingungen die dentale Multifunktionsspritze theoretisch bereits weit außerhalb der Mundhöhle befinden würde.

In einer weiteren Arbeit durch *De Munck et al.*²⁹ ergab sich ein signifikanter Unterschied in den Haftwerten bei Verwendung eines niedrigen (1,0 bar) und eines hohen Verblasdruckes (4,0 bar) für GBond. Die Untersuchungen wurden auf Schmelz- und Dentinproben durchgeführt. Die Haftwerte auf Dentin nahmen bei hohem Verblasdruck signifikant zu. Beim Aufbringen auf Schmelz kam es jedoch zu keinen signifikanten Unterschieden. Erklärt wurden die Ergebnisse über einen zu hohen Restanteil von Lösungsmittel bei zu niedrigem Verblasdruck. Der Unterschied zu den Ergebnissen welche am Zahnschmelz erzielt werden konnten, wurde durch die generell bei niedrigem und hohem Verblasdruck fehlenden Lösungsmittelinlagerungen im Schmelz erklärt. Über die Verwendung einer dentalen Multifunktionsspritze gab es keine Angaben.

Im Gegensatz zu GBond konnten in der vorliegenden Arbeit bei iBond keine Unterschiede unter den verwendeten Verblasdruckbedingungen festgestellt werden. Bei einer Untersuchung von iBond durch *De Munck et al.*³¹ konnten, wie auch in der vorliegenden Arbeit, nur sehr niedrige Haftwerte erreicht werden. Es wurde dabei der Mikrozugversuch angewandt und es kam ebenso zu verfrühten Abrissen des Kompositmaterials.

Obwohl die chemische Zusammensetzung beider Adhäsive relativ ähnlich ist, wodurch theoretisch auch ein analoges Verhalten der beiden Adhäsive hätte erwartet werden können, zeigten sich bei iBond keine signifikanten Unterschiede. Im Vergleich zu GBond enthält iBond neben Aceton und Wasser jedoch zusätzlich Glutaraldehyd und keinen anorganischen Füllstoff. Glutaraldehyd soll zur Proteinkoagulation und damit zur Stabilisierung der Kollagenmatrix führen. Gleichzeitig soll dieser geöffnete Dentintubuli versiegeln^{8, 35, 148}. Der Glutaraldehydgehalt könnte einen möglichen Einfluss auf die im Unterschied zu GBond gleichbleibenden Haftwerte bei Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte haben.

Zahlreiche Untersuchungen betrachteten bereits die Funktion und Wirkung von Aceton als Lösungsmittel bei verschiedenen Adhäsiven. *Swift et al.*¹⁵⁶ beschreiben, dass Aceton die Funktion der Viskositätserniedrigung übernimmt und dadurch die Penetration in das freigelegte Kollagen verbessert wird. Des Weiteren führt Aceton zur Herabsetzung der Oberflächenspannung von Wasser. *Shinkai et al.*¹⁵¹ zeigten in ihren Untersuchungen, dass ein zu hoher Verblasdruck bei Aceton-Wasser-basierenden Systemen zur Dehydra-

tation und Übertrocknung der Dentinoberfläche führen kann. *Cho* und *Dickens*²² beschrieben in ihren Untersuchungen, dass niedrige Acetonkonzentrationen eines Adhäsivs den Haftverbund zwar nicht vermindern, die geringen Konzentrationen jedoch zu einer höheren Penetration des Adhäsivs in das Dentin führen. Es kann davon ausgegangen werden, dass Aceton sowohl polare, als auch unpolare Verbindungen löst. Daher eignet es sich sehr gut als Lösungsmittel in Adhäsiven, welche sowohl hydrophile, als auch hydrophobe Inhaltsstoffe besitzen¹⁷¹. Wird jedoch Aceton als alleiniges Lösungsmittel für Adhäsive ohne Beimischung von Wasser verwendet, erhöht sich die Gefahr der Übertrocknung. Das Auftreten von *Nanoleakage* stellt dann eine mögliche Folge dar¹⁷².

Beim Auftragen der Adhäsive iBond und GBond auf die Dentinoberfläche konnte in der vorliegenden Arbeit eine Phasenseparation direkt nach der Applikation beobachtet werden. Dies bestätigt die Ergebnisse der Untersuchungen durch *van Landuyt et al.*¹⁶⁸ und *Ikeda et al.*⁷⁹. Letztere beschrieben in ihren Studien, dass es bei GBond zur Phasenseparation kam, welche auch nach längerer Verdunstungszeit immer noch bestehen blieb. Dabei trat eine Blasenbildung innerhalb der Adhäsivschicht auf. Diese wurde in der Untersuchung für die schlechteren Haftwerte bei geringerer Verdunstungszeit verantwortlich gemacht. Die Herstellerangaben geben jedoch einen maximalen Verblasdruck bei der Verarbeitung vor, welcher nach der Argumentation von *Ikeda et al.*⁷⁹ die Phasenseparation bzw. eine Blasenbildung verhindern und dadurch die Haftwerte erhöhen sollen. *Finger et al.*⁴⁸ haben in Ihren Untersuchungen von iBond und GBond jedoch herausgefunden, dass eine auftretende Phasenseparation nicht zu verminderten Haftwerten führt. Falls das Adhäsiv vor der Anwendung in einer Lichtschutzbox aufbewahrt wurde, sollte dieses vor der Applikation auf die Zahnoberfläche jedoch durch ein Microbrush-Bürstchen ausreichend durchmischt werden.

Durch die Aufbewahrung des Adhäsivs in einer Lichtschutzbox verdunstet das Aceton bereits zu einem großen Teil und es verbleibt die reine Harzmischung (Anmerkung des Verfassers).

*Van Landuyt et al.*¹⁶⁷ konnten in ihren Untersuchungen von iBond sowie von experimentellen Adhäsiven auf Aceton-Wasser- bzw. Ethanol-Wasser-Basis zeigen, dass das enthaltene Lösungsmittel für eine Phasenseparation verantwortlich ist. Es verdunstet und dabei bleibt teilweise Wasser in der Adhäsivschicht zurück. Diese Phasenseparation ist jedoch nicht spezifisch für ein bestimmtes Lösungsmittel. Aus diesem Grund wurde

die Anwendung eines hohen Verblasdruckwertes empfohlen, um restierendes Wasser aus der Lösung entfernen zu können. *Giannini et al.*⁶⁴ konnten in ihren Untersuchungen zeigen, dass die Zusammensetzungen der Adhäsive dafür verantwortlich sind, inwieweit unterschiedliche Verdunstungsformen einen Einfluss auf den Umsetzungsgrad der Adhäsive haben. Es gab sowohl Ethanol-Wasser- als auch Aceton-Wasser-Systeme, bei denen es durch verschieden lange Verdunstungszeiten sowie der Anwendung von unterschiedlichen Verblasdruckwerten zu stark variierenden Ergebnissen kam, bei denen diese Parameter keinen Einfluss hatten.

Kontaktwinkelmessung

Wie bereits oben beschrieben, wurden in bisherigen Untersuchungen immer wieder die restierenden Lösungsmittel für unterschiedliche Haftwerte verantwortlich gemacht. Diese haben offensichtlich einen Einfluss darauf, ob sich das Adhäsiv eher hydrophil oder hydrophob verhält. Da jedoch keine hinreichenden Daten zur Oberflächenspannung der Adhäsive vorlagen, sind zur Klärung der hydrophilen und hydrophoben Eigenschaften Kontaktwinkelmessungen, der in dieser Arbeit verwendeten Einflaschenadhäsive durchgeführt worden. Durch diese Messungen sollte weiterhin folgende Hypothese über das unterschiedliche Verhalten von GBond bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten aufgrund der vorhandenen Lösungsmittelanteile geklärt werden: Hat ein niedriger Verblasdruckwert einen höheren Restanteil von Lösungsmittel zur Folge (Adhäsiv ist hydrophiler), wird das Dentin zwar besser infiltriert werden, der Haftverbund zum hydrophoben Komposit ist jedoch schlechter. Hat im Gegensatz dazu ein hoher Verblasdruckwert einen geringeren Restanteil von Lösungsmittel zur Folge (Adhäsiv ist hydrophober), ist die Penetration in das Dentin zwar erschwert, die Haftkraft zum Komposit jedoch erhöht. Dadurch lassen sich höhere Haftwerte durch einen hohen Verblasdruck erklären.

Bisherige Untersuchungen teilten die Adhäsive in hydrophobe bzw. hydrophile Eigenschaften über das Vorhandensein von HEMA ein. GBond und iBond enthalten kein HEMA. Daher wurde GBond in anderen Studien als hydrophob beschrieben^{169, 168}. iBond enthält zwar ebenso kein HEMA, dafür jedoch Glutaraldehyd. Daher wurde es als hydrophil eingestuft¹⁶⁸, da Glutaraldehyd in unendlicher Menge in Wasser löslich ist¹⁰.

Die Ergebnisse, der in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Kontaktwinkelbestimmungen, sind in Tabelle 5.10 aufgelistet. Bei den untersuchten Einflaschenadhäsiven ergaben sich hochsignifikante Unterschiede der Kontaktwinkel zwischen unausgehärtetem und ausgehärtetem Zustand. Bei GBond und der Verwendung eines Verblasdruckes von 3,0 bar kam es zu signifikanten Unterschieden. Alle untersuchten Adhäsive zeigten im ausgehärteten Zustand im Vergleich zum unausgehärteten Zustand ein andeutungsweise hydrophoberes Verhalten. Die größte Zunahme der Hydrophobie wurde bei den HEMA-haltigen Adhäsiven Scotchbond Universal (mehr als 2-fache Zunahme) und Clearfil S3 Bond Plus (mehr als 1,5-fache Zunahme) beobachtet. Die Adhäsive iBond und GBond lassen sich im ausgehärteten Zustand anhand der Messwerte als andeutungsweise hydrophober, jedoch nicht als vollständig hydrophob einstufen. Erst ab einem Kontaktwinkel von $\theta = 80-140^\circ$ liegt ein hydrophobes Material vor¹⁴⁹. Das sonst als vermeintlich hydrophob eingestufte Adhäsiv GBond zeigte eher einen Normalzustand (Kontaktwinkel $\theta = 10-80^\circ$). iBond zeigte in den vorliegenden Untersuchungen trotz des Glutaraldehydgehaltes ein ähnliches Verhalten wie GBond.

Leider konnten die vorliegenden Ergebnisse die aufgestellte Hypothese über das Verhalten von GBond bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten auf Basis der vorhandenen Lösungsmittelanteile nicht erklären. Dieses Ergebnis lässt gleichermaßen bisherige Begründungen mit dem Argument der restierenden Lösungsmittel in anderen Untersuchungen als zweifelhaft erscheinen. Denn darin wurde bei höheren Verblasdruckwerten ein niedrigerer Restanteil von Lösungsmittel für die besseren Haftwerte verantwortlich gemacht⁷⁵. Eine eindeutige Aussage über die hydrophilen bzw. hydrophoben Eigenschaften eines Adhäsivs nach dem Aufbringen auf die Dentinoberfläche lässt sich jedoch nicht treffen. Das Adhäsiv kann vor der Aushärtung durch aufsteigenden Dentinliquor erneut mit Flüssigkeit durchsetzt werden, was wiederum zu einer Zunahme der Hydrophilie führen kann. *Tay und Pashley*¹⁶³ beschrieben in ihren Untersuchungen, dass es trotz vollständiger Entfernung des Wassers aus dem Adhäsivsystem, sehr schnell zu neuer Einlagerung von wässrigem Dentinliquor über die Dentintubuli kommen kann. Dies kann zur vorzeitigen Degeneration des Adhäsivs sowie des Kompositaufbaus führen. Nur durch ein direktes Aufbringen eines hydrophoben Adhäsivs bzw. dünnfließenden Kompositmaterials kann dies verhindert werden.

Neben dem Anteil an Lösungsmittel, können auch die unterschiedlichen Rauigkeiten der Bondingoberflächen, welche sich durch die geänderten Verblasdruckwerte ergeben

(siehe Abbildung 5.3 und 5.4), ursächlich für die unterschiedlichen Kontaktwinkel sein⁹². Klärende Studien zu diesem Thema sind wünschenswert und müssen noch erfolgen.

Leider werden nicht alle Inhaltsstoffe der Adhäsivsysteme seitens der Hersteller angegeben. Sollte ein Adhäsiv zusätzliche Komponenten enthalten, welche die Oberflächenspannung von Wasser herabsetzen, würden die Kontaktwinkelmessungen dadurch möglicherweise stark beeinflusst werden.

Aufgrund der beschriebenen Einflussgrößen sowie der kleinen Fallzahl der durchgeführten Versuche kann an dieser Stelle keine allgemeingültige Aussage über die Oberflächeneigenschaften der Adhäsivschichten bei Dentinkontakt getroffen werden. Außerdem kann nicht abschließend geklärt werden, ob in den Adhäsivschichten auf der Zahnoberfläche noch Lösungsmittel enthalten sind bzw. ob neue Flüssigkeiten (Dentinliquor) zusätzlich hineindiffundieren. Die unmittelbar beginnende Phasenseparation von iBond und GBond nach der Applikation bestätigt jedoch eine unmittelbar beginnende Verdunstung der vorhandenen Lösungsmittel. Diese wird durch die höhere Mundtemperatur und den dünnen Film der aufgetragenen Adhäsive bei intraoraler Anwendung zusätzlich deutlich beschleunigt werden. *Yiu et al.*¹⁸² kommen in ihren Untersuchungen zu dem Ergebnis, dass Aceton aus einer Aceton-Wasser-Lösung durch den relativ hohen Dampfdruck (246 mbar bei 20° C⁷⁷) schneller verdunstet als Ethanol (58 mbar bei 20° C⁷⁷) bzw. Wasser (23 mbar bei 20° C⁷⁷). Außerdem besitzt Aceton unter den für Adhäsiven verwendeten Lösungsmitteln mit 56° C⁷⁷ den niedrigsten Siedepunkt. Damit verdunstet es deutlich schneller als andere Lösungsmittel (Ethanol 78° C/ Wasser 100° C⁷⁷) in Dentaladhäsiven. Es bleibt also fraglich, ob sich nach dem Aufbringen auf die Zahnhartsubstanz noch restierendes Lösungsmittel innerhalb der Adhäsivschicht befindet.

Die aufgestellte Hypothese, GBond würde durch ein hydrophoberes Verhalten bei höheren Verblasdruckwerten bessere Haftwerte erzielen, konnte durch die ersten vorliegenden Daten der bei dieser Arbeit durchgeführten Kontaktwinkelmessungen nicht bestätigt werden. Weitere Untersuchungen mit höheren Fallzahlen sind notwendig, um einen repräsentativeren Nachweis zu erbringen.

Bestimmung der Oberflächentopografie

Um Unterschiede in den Schichtstärken der Adhäsivschicht von GBond bei verschiedenen Verblasdruckwerten zu ermitteln, wurden Oberflächentopografiemessungen angefertigt. Während ein niedriger Verblasdruckwert eine ca. 25 µm starke Adhäsivschicht erzeugte (siehe Abbildung 5.3), führte ein hoher Verblasdruckwert zum Ausdünnen der Adhäsivschicht auf ca. 10 µm (siehe Abbildung 5.4). Die in der vorliegenden Arbeit gemessenen Schichtstärken bestätigen die Untersuchungen von *van Landuyt et al.*¹⁶⁸, welche Schichtstärken für GBond von ca. 10- 15 µm ermitteln konnten.

Neben den adhäsiven Schichtdicken wurden zusätzlich subjektiv erkennbare Unterschiede der Oberflächenstrukturen bei verschiedenen Verblasdruckwerten beobachtet. Bei einem niedrigen Verblasdruckwert war die Oberflächenstruktur der applizierten Adhäsivschicht erkennbar glatter als bei einem hohen Verblasdruckwert, bei dem deutliche Wellenstrukturen auf der Oberfläche erkennbar waren. Eine raue Oberfläche bietet im Vergleich zu einer glatten Oberfläche neben einer größeren Retention auch eine größere Kontaktfläche für das Kompositmaterial. Dieser Effekt trägt zusätzlich zu einem höheren Verbund bei.

Viskositätsmessung

Der in der wissenschaftlichen Literatur häufig beschriebene Effekt der restierenden Lösungsmittel in der Adhäsivschicht konnte die in dieser Arbeit resultierenden unterschiedlichen Haftwerte bei der Anwendung von verschiedenen Verblasdruckwerten nicht schlüssig erklären. Aus diesem Grund wurden Viskositätsmessungen an den zuvor von Lösungsmittel befreiten Harzkomponenten der Adhäsive iBond und GBond durchgeführt. Zur Klärung der aufgetretenen Effekte wurde nachfolgende Hypothese aufgestellt: Für die unterschiedlichen Haftwerte von iBond und GBond bei Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte, könnten unterschiedliche Viskositäten der Adhäsivharze verantwortlich sein, da eine geringere Viskosität eine bessere Penetration des Adhäsivs in das Dentin ermöglicht. Daraus folgt, dass ein höherer Verblasdruck einen Einfluss auf die Fließfähigkeit der Adhäsivkomponenten unter den Versuchsbedingungen haben kann. Um diese Hypothese zu bestätigen, wurden Viskositätsmessungen mit einem Rheometer bei den Harzkomponenten aus eingedunsteten Adhäsivflüssigkeiten durchgeführt (siehe Punkt 4.7.3).

Es wurden zur Ermittlung unterschiedlicher Viskositätseigenschaften Messungen mit dem Rheometer für Auf- und Abwärtsrampen (R_{auf} / R_{ab}) der Scherraten durchgeführt. Bei iBond stieg, wie in Abbildung 5.5 erkennbar, die Schubspannung (τ) bei der Aufwärtsrampe R_{auf} nicht linear an. Bei der Abwärtsrampe R_{ab} erfolgte in fast gleichem Maß ein nicht linearer Abfall der Schubspannung. Die Viskosität (η) stieg zu Messbeginn kurz steil an und dann erfolgte ab einer Scherrate ($\dot{\gamma}$) von ca. 4 1/s ein kontinuierlicher Abstieg mit hyperbelähnlichem Verlauf. Bei der Abwärtsrampe R_{ab} nahm die Viskosität kontinuierlich zu.

Aus dem nicht linearen Anstieg der Schubspannung sowie dem konstanten Abfall der Viskositätskurve bei gleichzeitiger Zunahme der Scherrate, lässt sich für iBond ein scherverdünnendes Verhalten für die im Adhäsiv enthaltenen Harzrückstände ableiten¹⁰⁶. Im Gegensatz dazu würde bei einer idealviskosen Flüssigkeit nach Newton (z. B. Wasser) bei zunehmender Scherrate die Viskosität konstant bleiben und der Anstieg der Schubspannung exakt linear erfolgen¹⁰⁴.

Wie bei der Messung der Harzrückstände von GBond in Abbildung 5.6 zu erkennen, steigt die Schubspannung von Beginn der Messung an hyperbelartig an und fällt bei der Abwärtsrampe R_{ab} nicht linear ab. Es ergibt sich eine deutliche *Hysteresefläche* (siehe Abbildung 5.6). Die Viskosität nimmt gerade zu Beginn kurz zu und fällt im weiteren Verlauf der Aufwärtsrampe R_{auf} sehr stark ab. Dabei zeigt die Kurve einen hyperbelähnlichen Verlauf, der später flacher wird. Der Kurvenverlauf steigt bei der Abwärtsrampe R_{ab} erst sehr stark verzögert wieder an. Aus der sich ergebenden *Hysteresefläche* der Schubspannung und der Abnahme der Viskosität ist der Harzrückstand von GBond eindeutig als thixotrop sowie scherverdünnend einzustufen¹⁰⁶.

Der anfänglich kurzzeitige und steile Anstieg der Viskositäten bei iBond und GBond (dort nur minimal ausgeprägt) und der später folgende gleichmäßige Abfall können auf eine mögliche Agglomeratbildung bzw. auf eine Fließgrenze mit transienter Viskosität innerhalb der Probe zurückzuführen sein. Durch die fortlaufende Scherung werden diese Anteile jedoch zerstört und erscheinen bei der anschließenden Abwärtsrampe R_{ab} als messtechnisch nicht mehr erfassbar¹⁰⁶.

Der Kenntnisstand auf dem Gebiet der Viskositätsmessungen von Adhäsiven und Adhäsivrückständen ist sehr begrenzt und es sind bisher keine Beiträge in der wissenschaftlichen Literatur zum Thema zu finden. Lediglich bei Inhaltsstoffen der Adhäsive konnten

Beun *et al.*⁹ in ihrer Untersuchung für experimentelle, fließfähige Füllungsmaterialien zeigen, dass mit steigender Menge an Füllstoffen sowohl die Viskosität, als auch der scherverdünnende Effekt zunahm. Gleichzeitig traten bei einigen getesteten Materialien thixotrope Eigenschaften auf. Weiterhin wurden rheologische Untersuchungen mit Rohstoffkomponenten von Dentalkompositen durchgeführt. Aus diesen Ergebnissen lässt sich jedoch kein Verhalten dieser Bestandteile in anderen Zusammensetzungen und Produkten ableiten.

Um den Einfluss der unterschiedlichen Viskositäten von iBond- und GBond-Harzurückständen in Abhängigkeit von verschiedenen Verblasdruckwerten zu verdeutlichen, wurden jeweils die Viskositätswerte bei einer Scherrate von $\dot{\gamma} = 4 \text{ 1/s}$ sowie bei $\dot{\gamma} = 24 \text{ 1/s}$ miteinander verglichen. Bei iBond beträgt die Viskosität bei $\dot{\gamma} = 4 \text{ 1/s}$ ca. 870.000 mPas und bei $\dot{\gamma} = 24 \text{ 1/s}$ ca. 550.000 mPas. Bei einer Scherrate von $\dot{\gamma} = 24 \text{ 1/s}$ beträgt damit die Viskosität noch ca. 63,2 % der Viskosität des ersten Messpunktes beim Start der Messung. Daraus ergibt sich eine Abnahme der Viskosität von ca. 36,8 % zwischen den genannten Messpunkten.

Bei GBond beträgt die Viskosität bei $\dot{\gamma} = 4 \text{ 1/s}$ ca. 575.000 mPas und bei $\dot{\gamma} = 24 \text{ 1/s}$ ca. 150.000 mPas. Bei einer Scherrate von $\dot{\gamma} = 24 \text{ 1/s}$ beträgt die Viskosität noch ca. 26 % der Viskosität des ersten Messpunktes beim Start der Messung. Daraus ergibt sich eine Abnahme der Viskosität von ca. 74 % zwischen den genannten Messpunkten. Dadurch wird ersichtlich, dass bei GBond im Vergleich zu iBond bereits nach sehr kurzer Zeit der Krafteinwirkung die Viskosität der Harzurückstände um ein Vielfaches abgenommen hat.

Außerdem zeigt ein Vergleich der Viskositätswerte von iBond ca. 375.000 mPas und GBond ca. 60.000 mPas bei Messende ($\dot{\gamma} = 100 \text{ 1/s}$), dass sich diese um mehr als das 6-Fache voneinander unterscheiden. GBond ist unter Krafteinwirkung deutlich fließfähiger als iBond.

Neben den erläuterten Kurvenverläufen der Viskositätsmessung konnte das thixotrope Verhalten von GBond im Vergleich zu iBond durch die Abbildung 5.7 und 5.8 verdeutlicht werden. Bei der Einwirkung eines Verblasdruckes von 1,5 bar behielten beide aufgebrauchte Harzproben die gleiche Form wie nach dem Aufbringen auf den Objektträger bei. Durch die Anwendung eines Verblasdruckes von 3,0 bar zeigte sich bei der Harz-

probe von GBond ein deutliches Fließverhalten. Im Gegensatz dazu behielt der Harzrückstand von iBond seine Form trotz der Einwirkung des Verblasdruckes bei.

Die thixotropen Eigenschaften des Harzrückstandes lassen sich vermutlich auf den Füllstoff und dessen Eigenschaften im GBond zurückführen. Im Gegensatz zu iBond sind bei GBond Füllstoffe auf Basis von Siliziumdioxid enthalten^{79, 169, 168}.

Die oben diskutierten Messergebnisse und Berechnungen zeigen den Unterschied im Viskositätsverhalten von iBond und GBond. Sie zeigen außerdem das unterschiedliche Verhalten der im Adhäsiv enthaltenen Harzsysteme bei einer einwirkenden Kraft (ansteigende Scherrate). Die ansteigende Scherrate entspricht dem angewandten Verblasdruck bei der Versuchsdurchführung. Bei der Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte wirkt eine unterschiedliche Kraft auf die Adhäsivharzschicht ein. Dabei hat ein hoher Verblasdruckwert keinen signifikanten Einfluss auf den Haftwert von iBond. Selbst ein hoher Verblasdruckwert kann diese Adhäsivschicht nicht fließfähiger machen. Im Gegensatz dazu kann bei der Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte ein unterschiedliches Fließverhalten bei GBond erreicht werden. Während bei einem Verblasdruck von 1,5 bar die maximal erreichbare Fließfähigkeit der Harzkomponente noch nicht vollständig erreicht wurde, ist bei einem Verblasdruck von 3,0 bar ein deutlich verändertes Fließverhalten der Harzkomponenten viskositätstechnisch nachweisbar.

Zusammenfassend bleibt festzuhalten, dass sowohl iBond als auch GBond zwar scherverdünnende Eigenschaften besitzen, sich die systemeigenen Viskositäten jedoch grundsätzlich und deutlich voneinander unterscheiden. Darüber hinaus liegt bei GBond ein thixotropes Verhalten der Harzkomponenten vor.

Daraus lässt sich schlussfolgern, dass unterschiedliche Verblasdruckwerte einen Einfluss auf die Viskosität und damit auf das Fließverhalten von GBond haben. Ein höherer Verblasdruckwert verbessert die Penetration der Adhäsivkomponenten in die Dentintubuli durch eine erhöhte Fließfähigkeit von GBond.

Um diese Aussage überprüfen zu können, wurden rasterelektronische Aufnahmen der Bruchflächen der Prüfkörper von GBond bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten angefertigt.

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen

Um die oben aufgestellte Hypothese bezüglich der verschiedenen Viskositätseigenschaften und die dadurch bedingte bessere Penetrationsfähigkeit von GBond nachzuweisen, wurden zusätzlich rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Prüfkörperbruchflächen angefertigt. Dabei konnte gezeigt werden, dass bei der Verwendung von GBond bei einem Verblasdruck von 1,5 bar die Dentintubuli fast vollständig offen verblieben und die Haftharzkomponenten, wenn überhaupt, nur oberflächlich in die Tubuli eingedrungen waren (siehe Abbildung 5.9). Bestätigt wird dieses Ergebnis durch die Gegenseite des abgescherten Kompositzylinders auf der das entsprechende negativ in einer noppenartigen Struktur erkennbar ist (siehe Abbildung 5.10). Aufgrund des geringen Verblasdruckes konnte das Adhäsiv nicht in die Dentintubuli eindringen. Vielmehr entstand lediglich eine Art Deckschicht auf der Dentinoberfläche. Dadurch lassen sich die bei der Haftverbundprüfung entstandenen adhäsiven Brüche an der Grenzfläche zwischen Adhäsiv und Dentin erklären.

Im Vergleich dazu ist bei der Verwendung von 3,0 bar in den rasterelektronischen Aufnahmen deutlich sichtbar, dass die Dentintubuli vollständig durch das Adhäsiv verschlossen wurden. Es bildeten sich Kunststoffzapfen (*tags*) in den Dentintubuli aus, die bei der Verbundprüfung an der Dentinoberfläche abgerissen sind und in dieser verblieben. Darüber hinaus verblieb außerdem eine dünne Restschicht des Adhäsivs auf dem Dentin (siehe Abbildung 5.11). Auf der Gegenseite des abgescherten Kompositzylinders sind abgerissene Strukturen sichtbar (siehe Abbildung 5.12). Bei der Haftverbundprüfung kam es somit zu kohäsiven Brüchen innerhalb des Adhäsivs bzw. der Kunststoffzapfen (*tags*), sowie zu adhäsiven Frakturen auf der Dentinoberfläche. Das unterschiedliche Bruchbild der Prüfkörper für 1,5 bar und 3,0 bar wird auch zusätzlich durch die Schichtdickenmessung der Adhäsivschicht in Punkt 5.3.2 bestätigt. Die Ergebnisse der Schichtstärkemessung werden darüber hinaus durch die Untersuchungen von *van Landuyt et al.*¹⁶⁸ abgesichert. Danach besitzt die Adhäsivschicht bei der Anwendung von 3,0 bar einen geringeren Abstand zur Bruchebene auf dem Dentin, was auf eine Restschicht der Adhäsivkomponenten auf der Dentinoberfläche hindeutet.

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (siehe Punkt 5.3.4) bestätigen somit den Zusammenhang zwischen einem höheren Verblasdruck und dem Fließverhalten des GBond Harzrückstandes. Daraus lässt sich eine Abhängigkeit der Viskosität des GBond Harzrückstandes vom angewandten Verblasdruck ableiten.

6.2.3 *Scotchbond Universal*

Bei dem untersuchten HEMA-haltigen, auf Ethanol-Wasser basierendem Adhäsiv Scotchbond Universal gab es lediglich in Auswertung II (siehe Punkt 5.2) signifikante Unterschiede in den Haftwerten bei der Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte. Bei dem T-Test in Auswertung I (siehe Tabelle 5.3) deutet sich durch einen p-Wert von 0,076 bereits ein Unterschied und damit eine Abnahme der Haftwerte bei höherem Verblasdruck an. In Auswertung II (siehe Tabelle 5.7) liegt der T-Test mit einem p-Wert von 0,021 unter 0,05 und wird somit signifikant. Bei der Verwendung von 1,5 bar kam es bei dem Adhäsiv zu keinerlei Abrissen während der Prüfkörperherstellung und die zugehörige Standardabweichung war mit einem Wert von 8,9 MPa die höchste bei den untersuchten Einflaschenadhäsiven. Bei einem Verblasdruck von 3,0 bar kam es zu insgesamt drei abgerissenen Kompositzylindern während der Prüfkörperherstellung. Dies lässt zwar einen negativen Einfluss des höheren Verblasdruckes auf den Haftverbund vermuten, aufgrund der vorliegenden Daten jedoch statistisch nicht sicher bestätigen. Da die vorgenommene Definition, die Haftwerte würden dem Wert null entsprechen, nicht den tatsächlichen, wenn auch sehr geringen Haftwerten entsprechen, lässt sich an dieser Stelle kein allgemeiner Zusammenhang daraus ableiten, ob die Haftwerte bei höherem Verblasdruck generell abnehmen würden. Wäre dies der Fall, würde sich das Adhäsiv vollkommen gegenläufig zu den erhaltenen Ergebnissen von GBond verhalten.

Die grundsätzliche Zusammensetzung des Adhäsivs unterscheidet sich jedoch sehr stark von GBond. Neben der andersartigen Lösungsmittelzusammensetzung (Ethanol-Wasser), ist zusätzlich auch HEMA enthalten. Dadurch lässt sich nicht sicher bestimmen, ob sich die Haftkomponente von Scotchbond Universal hydrophiler oder hydrophober verhält, da Restanteile von Wasser aufgrund der unbegrenzten Löslichkeit in HEMA⁷⁷ vermutlich selbst im eingedunsteten Adhäsiv verbleiben würden. *Pashley et al.*¹²⁵ zeigten in ihren Untersuchungen bei der Verdunstung von HEMA-Wasser-Lösungen, dass sich zu Beginn durch Luftstrom eine große Menge Wasser sehr gut verdunsten lässt. Je weniger Restwasser jedoch vorhanden ist, umso schwerer ist die Verdunstung dessen. Eine vollständige Entfernung von Wasser ist bei HEMA-haltigen Adhäsiven daher kaum möglich. Darüber hinaus konnten *Yiu et al.*¹⁸² nachweisen, dass sich der Anteil des restlichen Lösungsmittels umso schwerer aus der Adhäsivschicht entfernen lässt, je hydrophiler das Adhäsiv ist (sowohl bei Aceton-Wasser, als auch bei Ethanol-Wasser basierenden Systemen). *El-Askary* und *van Noort*⁴² beschrieben in ih-

ren Untersuchungen, dass die Effektivität der Lösungsmittelverdunstung mit zunehmenden Abstand deutlich verringert wird und sie erklärten eine Abnahme der Haftwerte bei vergrößertem Abstand der Multifunktionsspritze durch vermehrten Lufteinschluss innerhalb der Adhäsivschicht und den sich daraus ergebenden Kohäsivbrüchen.

Beim Umgang mit Scotchbond Universal konnte zusätzlich festgestellt werden, dass dieses Adhäsiv im Vergleich zu den anderen untersuchten Produkten weniger zähflüssig ist und damit durch einen hohen Verblasdruck vom Prüfkörper heruntergeblasen werden konnte. Da HEMA eine deutlich geringere Viskosität als andere Harzkomponenten (z. B. UDMA) besitzt, ist das Herunterblasen vom Prüfkörper auch leicht erklärbar. Diese Beobachtung bestätigt die Ergebnisse einer Untersuchung von *El-Askary* und *van Noort*⁴², bei welcher ein HEMA-haltiges Adhäsiv auf Ethanol-Wasser-Basis (Futura-bond M) verwendet wurde. Dabei kam es durch die Anwendung eines zu hohen Verblasdruckwertes zu einer Verdrängung des Adhäsivs von der Zahnoberfläche.

Dies könnte die Ursache für die sich abzeichnenden schlechteren Haftwerte bei einem höheren Verblasdruck sein. Da in der vorliegenden Arbeit jedoch nur durch eine spezielle Form der statistischen Auswertung ein signifikanter Unterschied erkennbar war, wurde von weiteren Untersuchungen abgesehen, da dies sonst den Rahmen dieser Arbeit überschritten hätte. Neue, experimentelle Untersuchungen mit größeren Fallzahlen müssten diese ersten Ergebnisse bestätigen.

6.2.4 Clearfil S3 Bond Plus

Für Clearfil S3 Bond Plus ergaben sich in der vorliegenden Arbeit keine signifikanten Unterschiede in den ermittelten Haftwerten bei Anwendung unterschiedlicher Verblasdruckwerte. Dieses Ergebnis steht im Widerspruch zu den Untersuchungen von *Shinkai et al.*¹⁵¹. Dabei kam es unter Anwendung eines hohen Verblasdruckwertes (Messung über Wägeplatte) zu einem Anstieg der resultierenden Haftwerte welche durch Zugversuche ermittelt worden waren. Als Erklärung wurden die restierenden Lösungsmittelanteile in der Adhäsivschicht bei Anwendung eines niedrigen Verblasdruckwertes aufgeführt.

Statt der verwendeten Verblasdruckwerte wurden jedoch lediglich Gewichtsangaben einer elektrischen Waage angegeben, welche nicht reproduzierbar sind. Die Messergebnisse der genannten Studie und der vorliegenden Arbeit lassen sich aus diesem Grund

nicht direkt miteinander vergleichen, da sich die Versuchsaufbauten deutlich voneinander unterscheiden.

In der vorliegenden Arbeit konnten mit Clearfil S3 Bond Plus im Mittel nur sehr niedrige Haftwerte (< 12 MPa) erzielt werden. Darüber hinaus kam es bei der Verarbeitung des Adhäsivs sowohl bei 1,5 bar, als auch bei 3,0 bar zu verfrühten Abrissen der Kompositzylinder bei der Prüfkörperherstellung. Dieses Ergebnis bestätigt die Untersuchungen von *Reis et al.*¹³⁹. Diese hatten bei der Verwendung von Clearfil S3 Bond auch verfrühte Abrisse zu verzeichnen. Erklärt wurde dieses Resultat damit, dass bei Clearfil S3 Bond durch den Hersteller versucht wurde, aus einem Zweiflaschen-Self-Etch-Adhäsiv (Clearfil SE Bond) ein All-in-one-Adhäsiv herzustellen. Hydrophile und hydrophobe Monomere müssen dann in einer homogenen Mischung vorliegen, während das Lösungsmittel (Ethanol) auf der Zahnoberfläche verdunstet.

6.2.5 Lösungsmittelabhängigkeit

Beim Vergleich der Adhäsive mit gleichem Lösungsmittel (Aceton-Wasser bzw. Ethanol-Wasser) konnten teils signifikante Unterschiede festgestellt werden. Da diese unterschiedlichen Ergebnisse jedoch auf einer veränderten Auswertung beruhen (fehlende Haftwerte nicht einberechnet bzw. gleich null gesetzt), lässt sich aus diesem Ergebnis noch keine allgemein gültige Aussage bezüglich des Lösungsmiteleinflusses ableiten.

Aufgrund der erhaltenen Resultate lässt sich dadurch nicht eindeutig nachweisen, dass sich Adhäsivsysteme die eine ähnliche Zusammensetzung oder gleiche Lösungsmittel enthalten, ein gleichartiges Verhalten bei der Anwendung unterschiedlicher Verblasdruckwerte zeigen.

6.2.6 Vergleich der Mehrflaschen- und Einflaschen-Self-Etch-Adhäsive

Alle Haftwerte der beiden verwendeten Mehrflaschenadhäsive Optibond FL und Clearfil SE Bond waren hochsignifikant höher als die der untersuchten Einflaschenadhäsive (siehe Tabelle 5.2, 5.6 und 5.11). Die in dieser Arbeit ermittelten Haftwerte bestätigen die in der Literatur veröffentlichten Daten für Vergleichsuntersuchungen zwischen Mehrflaschensystemen und Einflaschensystemen. *Ishikawa et al.*⁸⁰ konnten in ihren Untersuchungen signifikant höhere Haftwerte für Clearfil SE Bond als für GBond oder

Clearfil S3 Bond aufzeigen. Dieses Ergebnis ist direkt mit den erhobenen Daten der vorliegenden Arbeit vergleichbar, da ebenso mit Abscherversuchen gearbeitet worden ist. In einer Übersichtsarbeit durch *van Landuyt*¹⁶⁸ ergaben sich im Mikrozugversuch signifikant höhere Haftwerte für die Adhäsive Optibond FL und Clearfil SE Bond im Vergleich zu den Einflaschenadhäsiven Clearfil S3 Bond, GBond und iBond. *Munoz et al.*¹¹⁶ konnten beim Vergleich von Clearfil SE Bond und Scotchbond Universal signifikante höhere Haftwerte für Clearfil SE Bond im Mikrozugversuch generieren. Diese Ergebnisse werden durch die vorliegende Arbeit zum Teil bestätigt, da hierbei mit Abscherversuchen gearbeitet worden ist.

Es kam beim Abscherversuch aller Prüfkörper der Mehrflaschenadhäsive zu Kohäsivbrüchen innerhalb des Dentins. Teilweise traten auch gemischte Adhäsiv- und Kohäsivbrüche auf. Die Haftwerte sind dabei durch die Eigenfestigkeit des Dentins bestimmt. Beide Adhäsivsysteme und ihre Verbundwerte sind deshalb auch bestens als Referenz für die vorliegende Studie geeignet.

6.3 Zusammenfassung der Diskussion

Im Zusammenhang mit der aufgeführten Literatur zeigen die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit, dass nicht, wie bisher vielfach beschrieben, allein die vorhandenen Lösungsmittel der Adhäsive für die unterschiedlichen Haftwtergebnisse verantwortlich gemacht werden können. Daher lassen sich trotz ähnlich aufgebauter Adhäsivsysteme, keine Allgemeinaussagen über die Verarbeitung sowie das Verhalten bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten treffen, da die Anwendung und Wirkung unterschiedlicher Verblasdruckwerte sehr komplex ist. Darüber hinaus zeigen die uneinheitlichen Ergebnisse bisheriger Studien, dass wissenschaftliche Untersuchungen unter standardisierten, vergleichbaren sowie definierten Rahmenbedingungen stattfinden müssen. Nur dadurch lassen sich die Ergebnisse unterschiedlicher Untersuchungen miteinander vergleichen.

6.4 Schlussfolgerung

Die vorliegende Arbeit konnte bisher durchgeführte Untersuchungen in Bezug auf den Einfluss verschiedener Verblasdruckwerte auf Adhäsivsysteme teilweise bestätigen. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass ein veränderter Verblasdruckwert neben dem

Einfluss auf restierende Lösungsmittel einen signifikanten Einfluss auf die Schichtstärke sowie die Fließfähigkeit bzw. die Viskosität der Adhäsive, deren Inhaltsstoffe und damit auf den resultierenden Haftwert hat. Dadurch wird umso deutlicher, wie für GBond im vorliegenden Fall gezeigt wurde, dass Fehler bzw. Abweichungen in der Verarbeitung von den Herstellerangaben direkt zu schlechteren Haftwerten führen.

6.5 Ausblick

Die in der vorliegenden Arbeit ermittelten Daten aus Abscherversuchen nach Lagerung für 24 Stunden bei 37° C können durch Thermowechselbelastungen erweitert werden, um in-vitro Daten nach Dauerbelastung zu erhalten¹⁷⁹. Dadurch kann der Feuchtigkeitseinfluss unter Mundbedingungen unter möglichst klinischen Bedingungen simuliert werden.

Weiterhin bieten die Ergebnisse von Scotchbond Universal einen Ansatzpunkt für neue, experimentelle Untersuchungen mit größeren Fallzahlen, die möglicherweise dazu beitragen, ungeklärte Phänomene in Bezug auf unterschiedliche Verblasdruckwerte aufzuklären.

7 Zusammenfassung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit bestand darin, herauszufinden, ob unterschiedliche Verblasdruckwerte einen Einfluss auf den Dentinhaftverbund verschiedener Adhäsivsysteme haben.

Es wurden sechs auf dem Markt befindliche Adhäsive (*Optibond FL*/ Kerr, Bioggio, Schweiz; *Clearfil SE Bond*/ Kuraray, Okayama, Japan; *iBond*/ Heraeus-Kulzer, Hanau, Deutschland; *GBond*/ GC Corporation, Tokyo, Japan; *Scotchbond Universal*/ 3M ESPE, St. Paul, USA; *Clearfil S3 Bond Plus*/ Kuraray, Okayama, Japan) mit zwei unterschiedlichen Verblasdruckwerten (1,5 bar und 3,0 bar) verarbeitet. Pro Verblasdruckwert wurden 16 bovine Frontzähne untersucht, aus welchen Prüfkörper hergestellt wurden. Auf die Prüfkörper wurde nach der Applikation der Adhäsive ein definierter Kompositzylinder aus Stumpfaufbaumaterial (*Clearfil Photo Core*/ Kuraray, Okayama, Japan) aufgebracht, ausgehärtet und nach 24 Stunden Wasserlagerung bei 37° C mithilfe einer Universalprüfmaschine abgeschert. Die resultierenden Haftwerte wurden miteinander verglichen und statistisch ausgewertet.

Bei dem auf Aceton-Wasser basierenden Self-Etch-Adhäsiv *GBond* konnte ein hochsignifikanter Unterschied ($p < 0,001$) bei der Anwendung verschiedener Verblasdruckwerte nachgewiesen werden. Die aufgestellte Nullhypothese, ein veränderter Verblasdruckwert habe keinen Einfluss auf das resultierende Haftergebnis, konnte somit für *GBond* widerlegt werden.

Weiterhin konnte gezeigt werden, dass neben den bisher verantwortlich gemachten Lösungsmittelleffekten auch die Fließfähigkeiten bzw. die Viskositäten der in Bondingsystemen enthaltenen Harzkomponenten für unterschiedliche Haftwerte von Adhäsivsystemen verantwortlich sind.

Schlussfolgernd lässt sich daher feststellen, dass anhand der Zusammensetzung der Adhäsive keine Rückschlüsse auf einen idealen Verblasdruck gezogen werden können. Vielmehr sollten die Hersteller der Dentaladhäsive genaue Angaben über die Anwendungsparameter ihrer Bondingsysteme geben, welche vom Zahnarzt strikt eingehalten werden müssen. Nur dadurch lassen sich auch klinisch langlebige und stabile Haftverbunde erzielen.

8 Summary

The aim of this in-vitro study was to determine the influence of different air-blowing pressures on the shear bond strength of current adhesive systems.

Six dental adhesives, which are located on the dental market (*Optibond FL*/ Kerr, Bioggio, Switzerland; *Clearfil SE Bond*/ Kuraray, Okayama, Japan; *iBond*/ Heraeus-Kulzer, Hanau, Germany; *GBond*/ GC Corporation, Tokyo, Japan; *Scotchbond Universal*/ 3M ESPE, St. Paul, USA; *Clearfil S3 Bond Plus*/ Kuraray, Okayama, Japan), were handled with two different air-blowing pressures (1.5 bar and 3.0 bar). 16 bovine incisor teeth were examined per pressure value. Core build-up material (*Clearfil Photo Core*/ Kuraray, Okayama, Japan) has been placed and light cured on each specimen. After storage in water at 37° C for 24 hours, specimens were subjected to shear bond strength tests. Therefore, mean bond strengths were measured and statistically analyzed.

The one-step self-etch adhesive *GBond*, based on acetone-water, shows significant differences ($p\text{-value} < 0.05$) between the varying kinds of the air-pressure. The hypothesis that different air-blowing pressures have no significant influence on the shear bond strength can be disproved for *GBond*.

Moreover, it has been shown that not only the solvents from the different adhesive systems are responsible for the results in bond strength. As it was explained above, the flowability, and respectively the viscosity, affects the bond strength, too.

To sum up, there cannot be drawn inferences from the composition of the adhesive systems to show the best air-drying pressure. Instead, the manufacturers should give detailed information on the usage of the adhesive systems, which the dentist needs to work accordingly to. Only this approach can produce enduring and satisfactory bond strengths.

9 Darstellungsverzeichnis

9.1 Abbildungsverzeichnis

Abb. 3.1 Aufbau eines Frontzahnes (schematisch)	6
Abb. 3.2 Dentinaufbau schematisch (Ausschnittvergrößerung der Abbildung 3.1)	6
Abb. 4.1 Methodikübersicht zur Prüfkörperverteilung	31
Abb. 4.2 Versuchsaufbau schematisch.....	32
Abb. 4.3 Membrandruckregler Minifix.....	33
Abb. 4.4 Digitaler Strömungsmessumformer EE75.....	34
Abb. 4.5 Digitalmanometer LEO 2	34
Abb. 4.6 Dentale Multifunktionsspritze im Stativständer	35
Abb. 4.7 Rinderfrontzahn (Pulpakammer durch A-Silikon verschlossen).....	36
Abb. 4.8 Einbettformen.....	37
Abb. 4.9 Prüfkörperhalterung mit Spannvorrichtungen.....	38
Abb. 4.10 Optibond FL mit Ätzel Vococid.....	42
Abb. 4.11 Clearfil SE Primer und Bond.....	42
Abb. 4.12 iBond Self Etch	43
Abb. 4.13 GBond	44
Abb. 4.14 Scotchbond Universal.....	44
Abb. 4.15 Clearfil S3 Bond Plus	45
Abb. 4.16 Einspannvorrichtung mit Kunststoffschablone (Ultradent)	46
Abb. 5.1 Haftwerte bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten	52
Abb. 5.2 Haftwerte bei unterschiedlichen Verblasdruckwerten	55
Abb. 5.3 Oberflächenaufnahme des Prüfkörpers von GBond bei 1,5 bar.....	59
Abb. 5.4 Oberflächenaufnahme des Prüfkörpers von GBond bei 3,0 bar.....	60
Abb. 5.5 Viskositätsmessung des Harzrückstandes von iBond	61

Abb. 5.6 Viskositätsmessung des Harzrückstandes von GBond.....	62
Abb. 5.7 Harzproben von iBond und GBond vor Verblasdruckanwendung	63
Abb. 5.8 Harzproben von iBond und GBond nach Verblasdruckanwendung (3,0 bar) .	63
Abb. 5.9 REM-Aufnahme der Dentineoberfläche nach Abscherung (GBond/ 1,5 bar) ...	64
Abb. 5.10 REM-Aufnahme eines abgescherten Kompositzylinders (GBond/ 1,5 bar) ..	65
Abb. 5.11 REM-Aufnahme der Dentineoberfläche nach Abscherung (GBond/ 3,0 bar) .	66
Abb. 5.12 REM-Aufnahme eines abgescherten Kompositzylinders (GBond/ 3,0 bar) ..	66

9.2 Tabellenverzeichnis

Tab. 4.1 verwendete Adhäsivsysteme	40
Tab. 4.2 verwendetes Ätzel und Stumpfaufbaumaterial	41
Tab. 5.1 Anzahl der gemessenen und ausgewerteten Prüfkörper	51
Tab. 5.2 Mittelwerte und Standardabweichung der Haftwerte	52
Tab. 5.3 T-Tests für unterschiedliche Verblasdruckwerte	53
Tab. 5.4 T-Tests für gleichen Verblasdruck bei unterschiedlichen Adhäsiven	53
Tab. 5.5 T-Tests für gleichen Verblasdruck bei unterschiedlichen Adhäsiven	54
Tab. 5.6 Mittelwerte und Standardabweichung der Haftwerte	55
Tab. 5.7 T-Tests für unterschiedliche Verblasdruckwerte	56
Tab. 5.8 T-Tests für gleichen Verblasdruck bei unterschiedlichen Adhäsiven	56
Tab. 5.9 T-Tests für gleichen Verblasdruck bei unterschiedlichen Adhäsiven	57
Tab. 5.10 Mittelwerte der Kontaktwinkelmessungen θ [°]	58
Tab. 5.11 T-Tests der Self-Etch Adhäsive mit unterschiedlicher Flaschenanzahl.....	67
Tab. 11.1 Inhaltsstoffe der verwendeten Adhäsive laut Hersteller (Zusatzangaben siehe Literaturangaben).....	113

10 Literaturverzeichnis

1. Abreu A., Loza M. A., Elias A., Mukhopadhyay S., Looney S., Rueggeberg F. A. Tensile bond strength of an adhesive resin cement to different alloys having various surface treatments. *J Prosthet Dent*; 101: 107-118; 2009.
2. Abreu A., Loza M. A., Elias A., Mukhopadhyay S., Rueggeberg F. A. Effect of metal type and surface treatment on in vitro tensile strength of copings cemented to minimally retentive preparations. *J Prosthet Dent*; 98: 199-207; 2007.
3. Albaladejo A., Osorio R., Aguilera F. S., Toledano M. Effect of cyclic loading on bonding of fiber posts to root canal dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*; 86: 264-269; 2008.
4. Asmussen E., Peutzfeldt A. Short- and long-term bonding efficacy of a self-etching, one-step adhesive. *J Adhes Dent*; 5: 41-45; 2003.
5. Baume L. J. The biology of pulp and dentine. A historic, terminologic-taxonomic, histologic-biochemical, embryonic and clinical survey. *Monogr Oral Sci*; 8: 1-220; 1980.
6. Bausch J. R., de Lange K., Davidson C. L., Peters A., de Gee A. J. Clinical significance of polymerization shrinkage of composite resins. *J Prosthet Dent*; 48: 59-67; 1982.
7. Benzer S. The development and morphology of physiological secondary dentin. *J Dent Res*; 27: 640-646; 1948.
8. Bergenholtz G., Jontell M., Tuttle A., Knutsson G. Inhibition of serum albumin flux across exposed dentine following conditioning with GLUMA primer, glutaraldehyde or potassium oxalates. *J Dent*; 21: 220-227; 1993.
9. Beun S., Bailly C., Dabin A., Vreven J., Devaux J., Leloup G. Rheological properties of experimental Bis-GMA/TEGDMA flowable resin composites with various macrofiller/microfiller ratio. *Dent Mater*; 25: 198-205; 2009.
10. Bioshare; Eigenschaften von Glutaraldehyd-basierten Formulierungen [aktualisiert am 20.10.2014]. Link: http://msdssearch.dow.com/PublishedLiteratureDOWCOM/dh_0048/0901b80380048627.pdf?filepath=biocides/pdfs/noreg/253-01605.pdf&fromPage=GetDoc.
11. Bohl W. Strömungsmesstechnik. Technische Strömungslehre. 12. Auflage. Würzburg: Vogel Buchverlag 2001; Kapitel 6:349-358.
12. Brackett W. W., Tay F. R., Looney S. W., Ito S., Haisch L. D., Pashley D. H. Microtensile dentin and enamel bond strengths of recent self-etching resins. *Oper Dent*; 33: 89-95; 2008.
13. Braga R. R., Boaro L. C., Kuroe T., Azevedo C. L., Singer J. M. Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and 'C' factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. *Dent Mater*; 22: 818-823; 2006.

14. Braga R. R., Meira J. B., Boaro L. C., Xavier T. A. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. *Dent Mater*; 26: e38-49; 2010.
15. Brudevold F., Buonocore M., Wileman W. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res*; 35: 846-851; 1956.
16. Buonocore M. G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*; 34: 849-853; 1955.
17. Buonocore M. G. Principles of Adhesive Retention and Adhesive Restorative Materials. *J Am Dent Assoc*; 67: 382-391; 1963.
18. Carvalho R. M., Chersoni S., Frankenberger R., Pashley D. H., Prati C., Tay F. R. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials*; 26: 1035-1042; 2005.
19. Chappell R. P., Cobb C. M., Spencer P., Eick J. D. Dentinal tubule anastomosis: a potential factor in adhesive bonding? *J Prosthet Dent*; 72: 183-188; 1994.
20. Chersoni S., Suppa P., Grandini S., Goracci C., Monticelli F., Yiu C., Huang C., Prati C., Breschi L., Ferrari M., Pashley D. H., Tay F. R. In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res*; 83: 459-464; 2004.
21. Chiba Y., Yamaguchi K., Miyazaki M., Tsubota K., Takamizawa T., Moore B. K. Effect of air-drying time of single-application self-etch adhesives on dentin bond strength. *Oper Dent*; 31: 233-239; 2006.
22. Cho B. H., Dickens S. H. Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mater*; 20: 107-115; 2004.
23. Choi K. K., Condon J. R., Ferracane J. L. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. *J Dent Res*; 79: 812-817; 2000.
24. Coffey C. T., Ingram M. J., Bjorndal A. M. Analysis of human dentinal fluid. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol*; 30: 835-837; 1970.
25. D'Arcangelo C., Vanini L., Prosperi G. D., Di Bussolo G., De Angelis F., D'Amario M., Caputi S. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent*; 11: 109-115; 2009.
26. Daneshmehr L., Ozer F., Mante F. K., Blatz M. B. Relationship between air-blowing duration and bond strengths of three adhesive systems to dentin after thermal aging. *Dent Mater J*; 32: 767-774; 2013.
27. Davidson C. L., de Gee A. J. Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *J Dent Res*; 63: 146-148; 1984.
28. De Munck J., Arita A., Shirai K., Van Landuyt K. L., Coutinho E., Poitevin A., Peumans M., Lambrechts P., Van Meerbeek B. Microrotary fatigue resistance of a HEMA-free all-in-one adhesive bonded to dentin. *J Adhes Dent*; 9: 373-379; 2007.
29. De Munck J., Ermis R. B., Koshiro K., Inoue S., Ikeda T., Sano H., Van Landuyt K. L., Van Meerbeek B. NaOCl degradation of a HEMA-free all-in-one adhesive bonded to enamel and dentin following two air-blowing techniques. *J Dent*; 35: 74-83; 2007.

30. De Munck J., Mine A., Poitevin A., Van Ende A., Cardoso M. V., Van Landuyt K. L., Peumans M., Van Meerbeek B. Meta-analytical review of parameters involved in dentin bonding. *J Dent Res*; 91: 351-357; 2011.
31. De Munck J., Van Landuyt K., Coutinho E., Poitevin A., Peumans M., Lambrechts P., Van Meerbeek B. Micro-tensile bond strength of adhesives bonded to Class-I cavity-bottom dentin after thermo-cycling. *Dent Mater*; 21: 999-1007; 2005.
32. De Munck J., Van Landuyt K., Peumans M., Poitevin A., Lambrechts P., Braem M., Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*; 84: 118-132; 2005.
33. De Munck J., Van Meerbeek B., Yoshida Y., Inoue S., Vargas M., Suzuki K., Lambrechts P., Vanherle G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*; 82: 136-140; 2003.
34. De Silva A. L., Lima D. A., de Souza G. M., dos Santos C. T., Paulillo L. A. Influence of additional adhesive application on the microtensile bond strength of adhesive systems. *Oper Dent*; 31: 562-568; 2006.
35. Dijkman G. E., Jongebloed W. L., de Vries J., Ogaard B., Arends J. Closing of dentinal tubules by glutardialdehyde treatment, a scanning electron microscopy study. *Scand J Dent Res*; 102: 144-150; 1994.
36. Duke E. S., Lindemuth J. Variability of clinical dentin substrates. *Am J Dent*; 4: 241-246; 1991.
37. Ebrahimi S. F., Shadman N., Nasery E. B., Sadeghian F. Effect of polymerization mode of two adhesive systems on push-out bond strength of fiber post to different regions of root canal dentin. *Dent Res J (Isfahan)*; 11: 32-38; 2014.
38. Eick J. D., Cobb C. M., Chappell R. P., Spencer P., Robinson S. J. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. *Quintessence Int*; 22: 967-977; 1991.
39. Eick J. D., Robinson S. J., Chappell R. P., Cobb C. M., Spencer P. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part III. *Quintessence Int*; 24: 571-582; 1993.
40. Eick J. D., Wilko R. A., Anderson C. H., Sorensen S. E. Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of the electron microprobe. *J Dent Res*; 49: Suppl:1359-1368; 1970.
41. El-Askary F. M., Nassif M. S., Andrade A. M., Reis A., Loguercio A. D. Effect of surface area and air-drying distance on shear bond strength of etch-and-rinse adhesive. *Braz Oral Res*; 26: 418-423; 2012.
42. El-Askary F. S., Van Noort R. Effect of air-drying pressure and distance on microtensile bond strength of a self-etching adhesive. *J Adhes Dent*; 13: 147-153; 2011.
43. El-Din A. K., Abd el-Mohsen M. M. Effect of changing application times on adhesive systems bond strengths. *Am J Dent*; 15: 321-324; 2002.
44. Festo; Druckregler [aktualisiert am 23.05.2014]. Link: <http://www.festo.com/wiki/de/Druckregler>.

45. Field A. Everything you ever wanted to know about statistics. Discovering Statistics Using SPSS. 3. Auflage. London: *SAGE Publications* 2009; Kapitel 2:55-56.
46. Field A. Exploring assumptions. Discovering Statistics Using SPSS. 3. Auflage. London: *SAGE Publications* 2009; Kapitel 5:131-165.
47. Finger W. Begriffsbestimmungen der Werkstoffprüfung. In: Eichner K, Kappert HF (Hrsg.). Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. Band 1. 6. Auflage. Heidelberg: *Hüthig Verlag GmbH* 1996; Kapitel 13:386-387.
48. Finger W. J., Shao B., Hoffmann M., Kanehira M., Endo T., Komatsu M. Does application of phase-separated self-etching adhesives affect bond strength? *J Adhes Dent*; 9: 169-173; 2007.
49. Frankenberger B., Schipper, H. M., Roggendorf, M. J. . Adhäsivtechnik 2010 - Etch-and-Rinse- oder Self-Etch-Systeme? *Quintessenz*; 61: 537-542; 2010.
50. Frankenberger R. Bonding 2006 - Zeitersparnis versus Langzeiterfolg. *Quintessenz*; 57: 485-495; 2006.
51. Frankenberger R. Bonding an Schmelz und Dentin. Adhäsiv-Fibel. 2. Auflage. Balingen: *Spitta Verlag GmbH & Co. KG* 2010; Kapitel 3:64.
52. Frankenberger R. Klinische Anwendung step by step. Adhäsiv-Fibel. 2. Auflage. Balingen: *Spitta Verlag GmbH & Co.KG* 2010; Kapitel 4:79-99.
53. Frankenberger R., Krämer N., Petschelt A. Fatigue behaviour of different dentin adhesives. *Clin Oral Investig*; 3: 11-17; 1999.
54. Frankenberger R., Krämer N., Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. *Oper Dent*; 25: 324-330; 2000.
55. Frankenberger R., Pashley D. H., Reich S. M., Lohbauer U., Petschelt A., Tay F. R. Characterisation of resin-dentine interfaces by compressive cyclic loading. *Biomaterials*; 26: 2043-2052; 2005.
56. Frankenberger R., Perdigao J., Rosa B. T., Lopes M. "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives--a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater*; 17: 373-380; 2001.
57. Frankenberger R., Strobel W. O., Krämer N., Lohbauer U., Winterscheidt J., Winterscheidt B., Petschelt A. Evaluation of the fatigue behavior of the resin-dentin bond with the use of different methods. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*; 67: 712-721; 2003.
58. Frankenberger R., Strobel W. O., Lohbauer U., Krämer N., Petschelt A. The effect of six years of water storage on resin composite bonding to human dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*; 69: 25-32; 2004.
59. Frankenberger R., Tay F. R. Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dent Mater*; 21: 397-412; 2005.
60. Fu J., Pan F., Kakuda S., S K. Sidhu, Ikeda T., Nakaoki Y., Selimovic D., Sano H. The effect of air-blowing duration on all-in-one systems. *Dent Mater J*; 31: 1075-1081; 2012.

61. Furuse A. Y., Peutzfeldt A., Asmussen E. Effect of evaporation of solvents from one-step, self-etching adhesives. *J Adhes Dent*; 10: 35-39; 2008.
62. Fusayama T., Nakamura M., Kurosaki N., Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res*; 58: 1364-1370; 1979.
63. Garberoglio R., Brannstrom M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch Oral Biol*; 21: 355-362; 1976.
64. Giannini M., Arrais C. A., Vermelho P. M., Reis R. S., dos Santos L. P., Leite E. R. Effects of the solvent evaporation technique on the degree of conversion of one-bottle adhesive systems. *Oper Dent*; 33: 149-154; 2008.
65. Gwinnett A. J. Smear layer: morphological considerations. *Oper Dent Suppl*; 3: 2-12; 1984.
66. Hashimoto M., Ohno H., Sano H., Kaga M., Oguchi H. In vitro degradation of resin-dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials*; 24: 3795-3803; 2003.
67. Hashimoto M., Tay F. R., Svizero N. R., de Gee A. J., Feilzer A. J., Sano H., Kaga M., Pashley D. H. The effects of common errors on sealing ability of total-etch adhesives. *Dent Mater*; 22: 560-568; 2006.
68. Heintze S. D. Systematic reviews: I. The correlation between laboratory tests on marginal quality and bond strength. II. The correlation between marginal quality and clinical outcome. *J Adhes Dent*; 9 Suppl 1: 77-106; 2007.
69. Heintze S. D., Zimmerli B. Relevance of in vitro tests of adhesive and composite dental materials. A review in 3 parts. Part 3: in vitro tests of adhesive systems. *Schweiz Monatsschr Zahnmed*; 121: 1024-1040; 2011.
70. Hellwig E., Klimek, J., Attin, T. Ätiologie, Histologie und Epidemiologie der Karies und anderer Zahnhartsubstanzdefekte. Einführung in die Zahnerhaltung. 5. Auflage. Köln: *Deutscher Zahnärzte Verlag* 2010; Kapitel 2:59-61.
71. Hellwig E., Klimek, J., Attin, T. Mikroskopische Anatomie der Zahnhartsubstanzen. Einführung in die Zahnerhaltung. 5. Auflage. Köln: *Deutscher Zahnärzte Verlag* 2010; Kapitel 1:8-10.
72. Hellwig E., Klimek, J., Attin, T. Restaurationen mit plastischen Füllungsmaterialien. Einführung in die Zahnerhaltung. 5. Auflage. Köln: *Deutscher Zahnärzte Verlag* 2010; Kapitel 6:181-191.
73. Hickel R. Moderne Füllungswerkstoffe. *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift*; 52: 572-585; 1997.
74. Hilton T. J., Schwartz R. S. The effect of air thinning on dentin adhesive bond strength. *Oper Dent*; 20: 133-137; 1995.
75. Hiraishi N., Breschi L., Prati C., Ferrari M., Tagami J., King N. M. Technique sensitivity associated with air-drying of HEMA-free, single-bottle, one-step self-etch adhesives. *Dent Mater*; 23: 498-505; 2007.
76. Horton R.L. Additional assumptions necessary for tests of hypotheses. The General Linear Model. New York: *McGraw-Hill* 1978; Kapitel 2:42-48.
77. IFA; Gefahrstoffinformationssystem-Stoffdatenbank [aktualisiert am 20.10.2014]. Link:

[http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis_de/000000.xml?f=templates\\$fn=default.htm\\$vid=gestisdeu:sdbdeu\\$3.0](http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis_de/000000.xml?f=templates$fn=default.htm$vid=gestisdeu:sdbdeu$3.0).

78. Ikeda T., De Munck J., Shirai K., Hikita K., Inoue S., Sano H., Lambrechts P., Van Meerbeek B. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. *Dent Mater*; 21: 1051-1058; 2005.
79. Ikeda T., De Munck J., Shirai K., Hikita K., Inoue S., Sano H., Lambrechts P., Van Meerbeek B. Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of HEMA-rich versus HEMA-free one-step adhesives. *Dent Mater*; 24: 1316-1323; 2008.
80. Ishikawa A., Shimada Y., Foxton R. M., Tagami J. Micro-tensile and micro-shear bond strengths of current self-etch adhesives to enamel and dentin. *Am J Dent*; 20: 161-166; 2007.
81. ISO. ISO/TS 11405:2003(E), Dental materials - Testing of adhesion to tooth structure.; 2003.
82. Jacobsen T., Finger W. J., Kanehira M. Air-drying time of self-etching adhesives vs bonding efficacy. *J Adhes Dent*; 8: 387-392; 2006.
83. Jacobsen T., Soderholm K. J. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater*; 11: 132-136; 1995.
84. Jacobsen T., Soderholm K. J. Effect of primer solvent, primer agitation, and dentin dryness on shear bond strength to dentin. *Am J Dent*; 11: 225-228; 1998.
85. Kameyama A., Asami M., Noro A., Abo H., Hirai Y., Tsunoda M. The effects of three dry-field techniques on intraoral temperature and relative humidity. *J Am Dent Assoc*; 142: 274-280; 2011.
86. Kanca J., 3rd. Resin bonding to wet substrate. 1. Bonding to dentin. *Quintessence Int*; 23: 39-41; 1992.
87. Kanca J., 3rd. Wet bonding: effect of drying time and distance. *Am J Dent*; 9: 273-276; 1996.
88. Kanca J., 3rd. Effect of primer dwell time on dentin bond strength. *Gen Dent*; 46: 608-612; 1998.
89. Kern M., Barloi A., Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*; 88: 817-822; 2009.
90. King N. M., Tay F. R., Pashley D. H., Hashimoto M., Ito S., Brackett W. W., Garcia-Godoy F., Sunico M. Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent*; 18: 126-134; 2005.
91. Klein-Junior C. A., Zander-Grande C., Amaral R., Stanislawczuk R., Garcia E. J., Baumhardt-Neto R., Meier M. M., Loguercio A. D., Reis A. Evaporating solvents with a warm air-stream: effects on adhesive layer properties and resin-dentin bond strengths. *J Dent*; 36: 618-625; 2008.
92. Krüss; Rauigkeit [aktualisiert am 17.10.2014]. Link: <http://www.kruss.de/de/service/schulung-theorie/glossar/rauigkeit/>
93. Kugel G., Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation. *J Am Dent Assoc*; 131 Suppl: 20S-25S; 2000.

94. Lehmann K.M., Hellwig, E., Wenz, H.-J. Erkrankungen der Zahnhartsubstanzen. Zahnärztliche Propädeutik Einführung in die Zahnheilkunde. 11. Auflage. Köln: *Deutscher Zahnärzte Verlag* 2009; Kapitel 6:101-105.
95. Lehmann K.M., Hellwig, E., Wenz, H.-J. Restauration von Zähnen durch Überkronung. Zahnärztliche Propädeutik Einführung in die Zahnheilkunde. 11. Auflage. Köln: *Deutscher Zahnärzte Verlag* 2009; Kapitel 13:185-211.
96. Leloup G., D'Hoore W., Bouter D., Degrange M., Vreven J. Meta-analytical review of factors involved in dentin adherence. *J Dent Res*; 80: 1605-1614; 2001.
97. Liang C., Hutchinson, J.W. Mechanics of the fiber pushout test. *Mechanics of Materials* 14: 207-221; 1992.
98. Lichtenstern H. Wörterverzeichnis. In: Ahlheim K-H (Hrsg.). Das Wörterbuch medizinischer Fachausdrücke. 5. Auflage. Mannheim: *Duden-Verlag* 1992:64.
99. Lodovici E., Reis A., Geraldini S., Ferracane J. L., Ballester R. Y., Rodrigues Filho L. E. Does adhesive thickness affect resin-dentin bond strength after thermal/load cycling? *Oper Dent*; 34: 58-64; 2009.
100. Lovell L. G., Newman S. M., Bowman C. N. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res*; 78: 1469-1476; 1999.
101. Marshall G. W., Jr., Marshall S. J., Kinney J. H., Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent*; 25: 441-458; 1997.
102. Medina V., 3rd, Shinkai K., Shirono M., Tanaka N., Katoh Y. Effect of bonding variables on the shear bond strength and interfacial morphology of a one-bottle adhesive. *Oper Dent*; 26: 277-286; 2001.
103. Mendis B. R., Darling A. I. Distribution with age and attrition of peritubular dentine in the crowns of human teeth. *Arch Oral Biol*; 24: 131-139; 1979.
104. Mezger T.G. Fließverhalten und Viskosität. Das Rheologie Handbuch. 4. Auflage. Hannover: *Vincentz Network* 2012; Kapitel 2:31-32.
105. Mezger T.G. Messsysteme. Das Rheologie Handbuch. 4. Auflage. Hannover: *Vincentz Network* 2012; Kapitel 10:254-259.
106. Mezger T.G. Rotationsversuche. Das Rheologie Handbuch. 4. Auflage. Hannover: *Vincentz Network* 2012; Kapitel 3:37-85.
107. Miyazaki M., Platt J. A., Onose H., Moore B. K. Influence of dentin primer application methods on dentin bond strength. *Oper Dent*; 21: 167-172; 1996.
108. Miyazaki M., Tsubota K., Onose H., Hinoura K. Influence of adhesive application duration on dentin bond strength of single-application bonding systems. *Oper Dent*; 27: 278-283; 2002.
109. Mjor I. A. Microradiography of human coronal dentine. *Arch Oral Biol*; 11: 225-234; 1966.
110. Mjor I. A. Histologic studies of human coronal dentine following the insertion of various materials in experimentally prepared cavities. *Arch Oral Biol*; 12: 441-452; 1967.

111. Mjor I. A., Nordahl I. The density and branching of dentinal tubules in human teeth. *Arch Oral Biol*; 41: 401-412; 1996.
112. Moll K., Schuster B., Haller B. Dentin bonding of light- and self-curing resin composites using simplified total- and self-etch adhesives. *Quintessence Int*; 38: e27-35; 2007.
113. Monticelli F., Osorio R., Albaladejo A., Aguilera F. S., Ferrari M., Tay F. R., Toledano M. Effects of adhesive systems and luting agents on bonding of fiber posts to root canal dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*; 77: 195-200; 2006.
114. Mosharraf R., Ranjbarian P. Effects of post surface conditioning before silanization on bond strength between fiber post and resin cement. *J Adv Prosthodont*; 5: 126-132; 2013.
115. Moszner N., Salz U., Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater*; 21: 895-910; 2005.
116. Munoz M. A., Luque I., Hass V., Reis A., Loguercio A. D., Bombarda N. H. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent*; 41: 404-411; 2013.
117. Nakabayashi N., Kojima K., Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*; 16: 265-273; 1982.
118. Nakamichi I., Iwaku M., Fusayama T. Bovine teeth as possible substitutes in the adhesion test. *J Dent Res*; 62: 1076-1081; 1983.
119. Ogura Y., Shimizu Y., Shiratsuchi K., Tsujimoto A., Takamizawa T., Ando S., Miyazaki M. Effect of warm air-drying on dentin bond strength of single-step self-etch adhesives. *Dent Mater J*; 31: 507-513; 2012.
120. Pashley D. H. Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent Suppl*; 3: 13-29; 1984.
121. Pashley D. H., Carvalho R. M., Sano H., Nakajima M., Yoshiyama M., Shono Y., Fernandes C. A., Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*; 1: 299-309; 1999.
122. Pashley D. H., Ciucchi B., Sano H., Carvalho R. M., Russell C. M. Bond strength versus dentine structure: a modelling approach. *Arch Oral Biol*; 40: 1109-1118; 1995.
123. Pashley D. H., Michelich V., Kehl T. Dentin permeability: effects of smear layer removal. *J Prosthet Dent*; 46: 531-537; 1981.
124. Pashley D. H., Pashley E. L., Carvalho R. M., Tay F. R. The effects of dentin permeability on restorative dentistry. *Dent Clin North Am*; 46: 211-245, v-vi; 2002.
125. Pashley E. L., Zhang Y., Lockwood P. E., Rueggeberg F. A., Pashley D. H. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. *Dent Mater*; 14: 6-10; 1998.
126. Pecora N., Yaman P., Dennison J., Herrero A. Comparison of shear bond strength relative to two testing devices. *J Prosthet Dent*; 88: 511-515; 2002.

127. Perdigao J., Frankenberger R. Effect of solvent and rewetting time on dentin adhesion. *Quintessence Int*; 32: 385-390; 2001.
128. Perdigao J., Van Meerbeek B., Lopes M. M., Ambrose W. W. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dent Mater*; 15: 282-295; 1999.
129. Peschke A., Blunck U., Roulet J. F. Influence of incorrect application of a water-based adhesive system on the marginal adaptation of Class V restorations. *Am J Dent*; 13: 239-244; 2000.
130. Petschelt A., Frankenberger R., Krämer N. Füllungstherapie im Wechselgebiss. In: Pieper K, Einwag J (Hrsg.). *Kinderzahnheilkunde*. 2. Auflage. München: *Urban & Fischer* 2002; Kapitel 11:187-188.
131. Peumans M., De Munck J., Van Landuyt K., Lambrechts P., Van Meerbeek B. Five-year clinical effectiveness of a two-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent*; 9: 7-10; 2007.
132. Peumans M., Kanumilli P., De Munck J., Van Landuyt K., Lambrechts P., Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater*; 21: 864-881; 2005.
133. Peutzfeldt A., Asmussen E. Adhesive systems: effect on bond strength of incorrect use. *J Adhes Dent*; 4: 233-242; 2002.
134. Phrukkanon S., Burrow M. F., Tyas M. J. The effect of dentine location and tubule orientation on the bond strengths between resin and dentine. *J Dent*; 27: 265-274; 1999.
135. Placido E., Meira J. B., Lima R. G., Muench A., de Souza R. M., Ballester R. Y. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater*; 23: 1086-1092; 2007.
136. Powers J.M., Sakaguchi R.L. *Resin Composite Restorative Materials*. Craig's Restorative Dental Materials. 12. Auflage. Missouri: *Mosby Elsevier* 2006; Kapitel 9:194-195.
137. Rathke A., Balz U., Muche R., Haller B. Effects of self-curing activator and curing protocol on the bond strength of composite core buildups. *J Adhes Dent*; 14: 39-46; 2012.
138. Reis A., Klein-Junior C. A., de Souza F. H., Stanislawczuk R., Loguercio A. D. The use of warm air stream for solvent evaporation: effects on the durability of resin-dentin bonds. *Oper Dent*; 35: 29-36; 2010.
139. Reis A., Loguercio A. D., Manso A. P., Grande R. H., Schiltz-Taing M., Suh B., Chen L., Carvalho R. M. Microtensile bond strengths for six 2-step and two 1-step self-etch adhesive systems to enamel and dentin. *Am J Dent*; 26: 44-50; 2013.
140. Rueggeberg F. A., Margeson D. H. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res*; 69: 1652-1658; 1990.
141. Ruyter I. E. Unpolymerized surface layers on sealants. *Acta Odontol Scand*; 39: 27-32; 1981.
142. Sadr A., Shimada Y., Tagami J. Effects of solvent drying time on micro-shear bond strength and mechanical properties of two self-etching adhesive systems. *Dent Mater*; 23: 1114-1119; 2007.

143. Sano H., Shono T., Sonoda H., Takatsu T., Ciucchi B., Carvalho R., Pashley D. H. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*; 10: 236-240; 1994.
144. Schilke R., Lisson J. A., Bauss O., Geurtsen W. Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Arch Oral Biol*; 45: 355-361; 2000.
145. Schmalz G., Hiller K. A., Nunez L. J., Stoll J., Weis K. Permeability characteristics of bovine and human dentin under different pretreatment conditions. *J Endod*; 27: 23-30; 2001.
146. Schroeder H. E. Alternsveränderungen. Pathobiologie oraler Strukturen. 3. Auflage. Basel: Karger 1997; Kapitel 4:58.
147. Schroeder H. E. Entwicklung und Struktur der Zahngewebe. Orale Strukturbio-logie. 5. Auflage. Stuttgart: Georg Thieme Verlag 2000; Kapitel 1:102-114.
148. Schupbach P., Lutz F., Finger W. J. Closing of dentinal tubules by Gluma desensitizer. *Eur J Oral Sci*; 105: 414-421; 1997.
149. Sepeur S. Einstellung von Oberflächeneffekten. Nanotechnologie. 1. Auflage. Hannover: Vincentz Network 2008; Kapitel 3.4:42.
150. Shimada Y., Yamaguchi S., Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater*; 18: 380-388; 2002.
151. Shinkai K., Suzuki S., Katoh Y. Effect of air-blowing variables on bond strength of all-in-one adhesives to bovine dentin. *Dent Mater J*; 25: 664-668; 2006.
152. Soderholm K. J. Dental adhesives how it all started and later evolved. *J Adhes Dent*; 9 Suppl 2: 227-230; 2007.
153. Soderholm K. J., Ottenga M., Nimmo S. Four-year clinical evaluation of two self-etching dentin adhesives of different pH values used to restore non-retentive cervical lesions. *Am J Dent*; 26: 28-32; 2013.
154. Spreafico D., Semeraro S., Mezzanzanica D., Re D., Gagliani M., Tanaka T., Sano H., Sidhu S. K. The effect of the air-blowing step on the technique sensitivity of four different adhesive systems. *J Dent*; 34: 237-244; 2006.
155. Strydom C. Self-etching adhesives: review of adhesion to tooth structure part I. *Sadj*; 59: 413, 415-417, 419; 2004.
156. Swift E. J., Jr., Wilder A. D., Jr., May K. N., Jr., Waddell S. L. Shear bond strengths of one-bottle dentin adhesives using multiple applications. *Oper Dent*; 22: 194-199; 1997.
157. Tagami J., Tao L., Pashley D. H., Horner J. A. The permeability of dentine from bovine incisors in vitro. *Arch Oral Biol*; 34: 773-777; 1989.
158. Takai T., Hosaka K., Kambara K., Thitthaweerat S., Matsui N., Takahashi M., Kishikawa R., Nakajima M., Otsuki M., Foxton R. M., Tagami J. Effect of air-drying dentin surfaces on dentin bond strength of a solvent-free one-step adhesive. *Dent Mater J*; 31: 558-563; 2012.
159. Takuma S., Eda, S. Structure and Development of the Peritubular Matrix in Dentin. *J Dent Res*; 45: 683-692; 1966.

160. Tamura Y., Tsubota K., Otsuka E., Endo H., Takubo C., Miyazaki M., Latta M. A. Dentin bonding: influence of bonded surface area and crosshead speed on bond strength. *Dent Mater J*; 30: 206-211; 2011.
161. Tay F. R., Frankenberger R., Krejci I., Bouillaguet S., Pashley D. H., Carvalho R. M., Lai C. N. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. *J Dent*; 32: 611-621; 2004.
162. Tay F. R., Hashimoto M., Pashley D. H., Peters M. C., Lai S. C., Yiu C. K., Cheong C. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res*; 82: 537-541; 2003.
163. Tay F. R., Pashley D. H. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc*; 69: 726-731; 2003.
164. Tay F. R., Pashley D. H., Suh B. I., Carvalho R. M., Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent*; 30: 371-382; 2002.
165. Titley K., Chernecky R., Chan A., Smith D. The composition and ultrastructure of resin tags in etched dentin. *Am J Dent*; 8: 224-230; 1995.
166. Toledano M., Osorio R., de Leonardi G., Rosales-Leal J. I., Ceballos L., Cabrerizo-Vilchez M. A. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent*; 14: 205-210; 2001.
167. 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. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res*; 84: 183-188; 2005.
168. Van Landuyt K. L., Mine A., De Munck J., Jaecques S., Peumans M., Lambrechts P., Van Meerbeek B. Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *J Adhes Dent*; 11: 175-190; 2009.
169. Van Landuyt K. L., Peumans M., Fieuws S., De Munck J., Cardoso M. V., Ermis R. B., Lambrechts P., Van Meerbeek B. A randomized controlled clinical trial of a HEMA-free all-in-one adhesive in non-carious cervical lesions at 1 year. *J Dent*; 36: 847-855; 2008.
170. Van Landuyt K. L., Snauwaert J., De Munck J., Coutinho E., Poitevin A., Yoshida Y., Suzuki K., Lambrechts P., Van Meerbeek B. Origin of interfacial droplets with one-step adhesives. *J Dent Res*; 86: 739-744; 2007.
171. Van Landuyt K. L., Snauwaert J., De Munck J., Peumans M., Yoshida Y., Poitevin A., Coutinho E., Suzuki K., Lambrechts P., Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*; 28: 3757-3785; 2007.
172. Van Meerbeek B. The "myth" of nanoleakage. *J Adhes Dent*; 9: 491-492; 2007.
173. Van Meerbeek B., Conn L. J., Jr., Duke E. S., Eick J. D., Robinson S. J., Guerrero D. Correlative transmission electron microscopy examination of nondemineralized and demineralized resin-dentin interfaces formed by two dentin adhesive systems. *J Dent Res*; 75: 879-888; 1996.
174. Van Meerbeek B., De Munck J., Yoshida Y., Inoue S., Vargas M., Vijay P., Van Landuyt K., Lambrechts P., Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion

- to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*; 28: 215-235; 2003.
175. Van Meerbeek B., Dhem A., Goret-Nicaise M., Braem M., Lambrechts P., VanHerle G. Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *J Dent Res*; 72: 495-501; 1993.
176. Van Meerbeek B., Inokoshi S., Braem M., Lambrechts P., Vanherle G. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res*; 71: 1530-1540; 1992.
177. Van Meerbeek B., Kanumilli P. V., De Munck J., Van Landuyt K., Lambrechts P., Peumans M. A randomized, controlled trial evaluating the three-year clinical effectiveness of two etch & rinse adhesives in cervical lesions. *Oper Dent*; 29: 376-385; 2004.
178. Van Meerbeek B., Perdigao J., Lambrechts P., Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent*; 26: 1-20; 1998.
179. Van Meerbeek B., Peumans M., Poitevin A., Mine A., Van Ende A., Neves A., De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*; 26: e100-121; 2009.
180. Van Meerbeek B., Van Landuyt K., De Munck J., Hashimoto M., Peumans M., Lambrechts P., Yoshida Y., Inoue S., Suzuki K. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dent Mater J*; 24: 1-13; 2005.
181. Van Noort R., Noroozi S., Howard I. C., Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent*; 17: 61-67; 1989.
182. Yiu C. K., Pashley E. L., Hiraishi N., King N. M., Goracci C., Ferrari M., Carvalho R. M., Pashley D. H., Tay F. R. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials*; 26: 6863-6872; 2005.
183. Zander-Grande C., Loguercio A. D., Stanislawczuk R., Martins G. C., Gomes O. M., Reis A. The effect of 6-month water storage on the bond strength of self-etch adhesives bonded to dentin. *Am J Dent*; 24: 239-244; 2011.
184. Zheng L., Pereira P. N., Nakajima M., Sano H., Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent*; 26: 97-104; 2001.
185. Zicari F., Couthino E., De Munck J., Poitevin A., Scotti R., Naert I., Van Meerbeek B. Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater*; 24: 967-977; 2008.

11 Anhang

11.1 Inhaltsstoffe der verwendeten Adhäsive

In Tabelle 11.1 sind die Inhaltsstoffe laut Hersteller angegeben. Zusätzliche Inhaltsstoffe sind durch die angegebenen Literaturhinweise gekennzeichnet.

Adhäsiv	Inhaltsstoffe
Optibond FL	Primer: 2-Hydroxyethylmethacrylat, Glycerolphosphat-Dimethacrylat, Kampferchinon, Ethanol, Wasser Bond: 2-Hydroxyethylmethacrylat, Bisphenol-A-Bis-(2-Hydroxy-3-Methacryloxypropyl)ether, Glycerodimethacrylat, Barium-aluminiumborosilikat, Kampferchinon
Clearfil SE Bond	Primer: 2-Hydroxyethylmethacrylat, 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat, hydrophiles aliphatisches Dimethacrylat, dl-Kampferchinon, Beschleuniger, Farbstoffe, Wasser Bond: 2-Hydroxyethylmethacrylat¹⁶⁸, 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat, hydrophobes aliphatisches Dimethacrylat, kolloidale Kieselerde, dl-Kampferchinon, Initiatoren, Beschleuniger
iBond Self Etch	Urethandimethacrylat, 4-Methacryloyloxyethyl-trimellitensäureanhydrid, saure methacrylatfunktionalisierte Haftvermittler, Siliciumdioxid, Campherchinon, tert. aromat. Amin, Di-tert-Butylhydrochinon, Glutaraldehyd^{79, 167, 168}, Aceton, Wasser

GBond	Urethandimethacrylat, 4-Methacryloyloxyethyl-trimellit-säureanhydrid, Dimethacrylatkomponenten, Aceton, Wasser
Scotchbond Universal	2-Hydroxyethylmethacrylat, Bisphenol-A-diglycidylmethacrylat, Decamethyldimethacrylat, Siliziumdioxid, Methacrylierte Phosphorsäure, Copolymere aus Itacon- und Acrylsäure, Kampferchinon, Ethyl-4-dimethylaminbenzoat, (Dimethylamino)ethylmethacrylat, Butanon, Ethanol, Wasser
Clearfil S3 Bond	2-Hydroxyethylmethacrylat, Bisphenol-A-Dimethacrylat, Natriumfluorid, Ethanol, Wasser ¹⁶⁸

Tab. 11.1 Inhaltsstoffe der verwendeten Adhäsive laut Hersteller (Zusatzangaben siehe Literaturangaben)

12 Erklärung

„Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und ohne unzulässige Hilfe oder Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe. Alle Textstellen, die wörtlich oder sinngemäß aus veröffentlichten oder nichtveröffentlichten Schriften entnommen sind, und alle Angaben, die auf mündlichen Auskünften beruhen, sind als solche kenntlich gemacht. Bei den von mir durchgeführten und in der Dissertation erwähnten Untersuchungen habe ich die Grundsätze guter wissenschaftlicher Praxis, wie sie in der „Satzung der Justus-Liebig-Universität Gießen zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis“ niedergelegt sind, eingehalten sowie ethische, datenschutzrechtliche und tierschutzrechtliche Grundsätze befolgt. Ich versichere, dass Dritte von mir weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten haben, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen, oder habe diese nachstehend spezifiziert. Die vorgelegte Arbeit wurde weder im Inland noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde zum Zweck einer Promotion oder eines anderen Prüfungsverfahrens vorgelegt. Alles aus anderen Quellen und von anderen Personen übernommene Material, das in der Arbeit verwendet wurde oder auf das direkt Bezug genommen wird, wurde als solches kenntlich gemacht. Insbesondere wurden alle Personen genannt, die direkt oder indirekt an der Entstehung der vorliegenden Arbeit beteiligt waren. Mit der Überprüfung meiner Arbeit durch eine Plagiatserkennungssoftware bzw. ein internetbasiertes Softwareprogramm erkläre ich mich einverstanden.“

Ort, Datum

Unterschrift

13 Danksagung

Nachfolgend bedanke ich mich bei:

Prof. Dr. Bernd Wöstmann für die Überlassung des Themas und die stets hilfreiche und konstruktive Unterstützung bei der Anfertigung dieser Arbeit.

Dr. Thomas Niem für die Betreuung, den fachlichen Austausch und die Ermutigung in allen Phasen der vorliegenden Arbeit.

Dr. Peter Rehmann für die stetige Unterstützung bei allen Fragen rund um die Arbeit.

Dr. Johannes Herrmann für die Unterstützung bei der statistischen Auswertung.

MD Antje Hübner und *MTA Ulrich Heun* für die stets unmittelbare Hilfe bei allen labor-technischen Schwierigkeiten sowie der Messung der Kontaktwinkeldaten.

M.Sc. Carsten Fiedler und *Dipl. Phys. Frank Brandenstein* für die Unterstützung bei der Auswertung der Rheometerdaten.

MTA Ingrid Heidmann für die Anfertigung der REM-Aufnahmen.

Feinmechanikermeister Jörg Schmiedhofer und *Feinmechaniker Torsten Müller* für die Umsetzung der technischen Zeichnung in die Realität.

M.Ed. Ernestine Kirchner (geb. Brandau) und *M. A. Benjamin Bawey* für das Korrekturlesen dieser Arbeit.

Weiterhin danke ich allen Freundinnen und Freunden, welche mich in schwierigen Phasen bei der Anfertigung dieser Arbeit stets aufgemuntert und unterstützt haben.

Abschließend gebührt an dieser Stelle ein großer Dank meiner Familie. Durch eure Erziehung, der Vermittlung elementarer Werte und Normen und das stets geschenkte Vertrauen stehe ich heute an dieser Stelle.

14 Lebenslauf

Der Lebenslauf wurde aus der Arbeit entfernt.