

**Aus der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie
der Klinik und Polikliniken für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten
der Universität Würzburg**

Direktor: Professor Dr. med. dent. B. Klaiber

**In vitro-Evaluation der Dentinhaftung und Randschlußqualität
eines Komposits, eines säuremodifizierten Komposits und eines
kunststoffmodifizierten Glasionomerzementes**

**Inaugural-Dissertation
zur Erlangung der Doktorwürde der
Medizinischen Fakultät
der
Bayerischen Julius-Maximilians-Universität zu Würzburg
vorgelegt von
Richard Steigerwald
aus Würzburg**

Würzburg, Mai 2003

Referent: Prof. Dr. med. dent. B. Klaiber

Koreferent: Prof. Dr. med. dent. A. Renk

Dekan: Prof. Dr. med. S. Silbernagl

Tag der mündlichen Prüfung: 08. Juli 2003

Der Promovend ist Zahnarzt

Meiner Frau und meinen Eltern

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung und Problemstellung	01
1.1	Füllungsmaterialien	01
1.1.1	Komposite	01
1.1.2	Polyacrylsäuremodifizierte Komposite	02
1.1.3	Kunststoffmodifizierte Glasionomere	04
1.2	Dentin und Adhäsionsvermittler	06
1.2.1	Dentinstruktur	06
1.2.2	Smear Layer	07
1.2.3	Dentinhafvermittler	08
1.2.3.1	Dentinkonditionierer	09
1.2.3.2	Dentinprimer	10
1.2.3.3	Selbstkonditionierende Dentinprimer	11
1.2.3.4	Dentinadhäsive	11
1.3	Dentinhftung	12
1.3.1	Dentinhftung von Kompositen	12
1.3.1.1	Zottenbildung	12
1.3.1.2	Verzahnung	13
1.3.1.3	Verklettung	13
1.3.1.4	Chemische Haftung	14
1.3.2	Haftung von Glasionomerzementen am Dentin	15
1.4	Evaluation von Füllungsmaterialien und Adhäsivsystemen in vitro	15
1.4.1	Verbundfestigkeit	16
1.4.2	Randadaptation	16
1.4.3	Künstliche Alterung der Proben	17
1.5	Problemstellung	17
2	Material und Methode	18
2.1	Vorbereitung der Dentinproben	18
2.1.1	Lagerung und Reinigung der Zähne	18
2.1.2	Herstellung der Dentinscheiben	18
2.1.3	Präparation der Kavitäten	18
2.1.4	Einjustieren der Dentinscheiben	19
2.2	Herstellung der Füllungen	20
2.2.1	Vorbehandlung des Dentins	20
2.2.2	Füllung der Kavitäten	23
2.3	Alterung der Proben	23
2.3.1	Wasserlagerung	23
2.3.2	Temperaturwechselbelastung	23

2.4	Messung der Haftfestigkeit	24
2.5	Beurteilung der Randsituation	25
2.5.1	Herstellung der Kunstharzreplika	26
2.5.2	Quantitative und qualitative Randspaltevaluation	26
2.6	Statistische Auswertung	26
3	Ergebnisse	29
3.1	Verbundfestigkeit	29
3.2	Randqualität im Rasterelektronenmikroskop	33
4	Diskussion	37
4.1	Bewertung der Methoden	37
4.1.1	Messung der Verbundfestigkeit	37
4.1.2	Evaluation der Randschlußqualität	38
4.1.3	Künstliche Alterung	39
4.2	Beurteilung der verwendeten Dentinhaftvermittler	40
4.2.1	Vorbehandlung der Dentinoberfläche	42
4.2.1.1	Belassen des Smear Layer	43
4.2.1.2	Konditionierung mit Säure	44
4.2.2	Verbundfestigkeit und Randadaptation	45
4.3	Schlußfolgerungen	50
5	Zusammenfassung	51
6	Literaturverzeichnis	53
7	Anhang	56

1. Einleitung und Problemstellung

Für lange Zeit war Amalgam, sowohl für Seitenzähne der ersten, als auch der zweiten Dentition, das plastische Restaurationsmaterial der Wahl. Seit Jahren gewinnen nun zahnfarbene Füllungsmaterialien aufgrund des zunehmenden Bewußtseins der Patienten für Ästhetik und aufgrund toxikologischer Vorbehalte gegenüber Amalgam mehr und mehr an Bedeutung.

Neben den Kompositen stehen heute Materialgruppen wie Kompomere und kunststoffmodifizierte Glasionomere zur Verfügung, deren Indikation für okklusionstragende Füllungen jedoch umstritten ist. Qualität und Haltbarkeit von Restaurationen sind maßgeblich abhängig von deren Verbund zur Zahnhartsubstanz und der Randqualität. Diese Eigenschaften von Werkstoffen bedürfen deshalb weiterer intensiver Untersuchungen.

1.1 Füllungsmaterialien

1.1.1 Komposite

Definitionsgemäß bestehen Komposite aus anorganischen Füllstoffen, die über eine Silanschicht mit der organischen Matrix verbunden sind [LUTZ et al. 1983]. Die Kompositmatrix, die überwiegend aus Dimethacrylaten (Bis-GMA, UDMA, TEGDMA) und den für die Polymerisation erforderlichen Photoinitiatoren und Stabilisatoren besteht, reagiert auf chemo-physikalische Einflüsse besonders gravierend, und ist demzufolge primär für Polymerisationskontraktion, hygroscopische Expansion und thermisches Expansionsverhalten verantwortlich [BOWEN et al. 1983; ASMUSSEN 1985]. Die Polymerisationskontraktion, zurückzuführen auf eine Verkleinerung der intermolekularen Abstände infolge der Zusammenlagerung der Monomere zu Polymerketten, erreicht Werte zwischen 1,2 und 5,7 Vol.-% [DE GEE et al. 1981; BAUSCH et al. 1982; GOLDMAN 1983; LAMBRECHTS et al. 1988; GEIS-GERSTORFER et al. 1991; SOLTESZ 1998]. Ihr entgegen wirkt eine hygroscopische Expansion, hervorgerufen durch Feuchtigkeitsaufnahme aus dem Speichel, die jedoch mit einer Volumenänderung von 0,4 bis 3,1 Vol.-% die Polymerisationskontraktion nicht zu kompensieren vermag

[ASMUSSEN 1985; LAMBRECHTS et al. 1988; TORSTENSON & BRÄNNSTRÖM 1988; GEIS-GERSTORFER et al. 1991]. Der thermische Expansionskoeffizient der Komposite von $25,3$ bis $69,3 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ unterscheidet sich von dem des Schmelzes ($11,4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) und dem des Dentins ($8,3 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) deutlich [KULLMANN & PÖTTERS 1984; LAMBRECHTS et al. 1988; LAMBRECHTS et al. 1991], wobei Hybridkomposite unter Verwendung von Makrofüllern in einer mit Mikrofüllern verstärkten Matrix [ROULET 1987] im Vergleich zu reinen Mikrofüllerkompositen günstigere Werte erreichen. Polymerisationskontraktion und thermisch bedingte Volumenänderung erzeugen Kräfte, die zu einer Ablösung des Kunststoffes von der Kavitätenwand führen können. Diese Randspaltbildung ermöglicht ein Eindringen von Mikroorganismen und deren Stoffwechselprodukten sowie von Speichel und Pigmenten, infolge dessen es zu Verfärbungen, Sekundärkaries, Pulpairritation und Füllungsverlust kommen kann [PASHLEY 1990; PASHLEY & PASHLEY 1991]. Durch den Einsatz der Adhäsivtechnik wird verhindert, daß das Komposit von der Kavitätenwand wegschrumpft und ein Randspalt entsteht. Wenn das Komposit jedoch nicht mehr frei schrumpfen kann, bauen sich innerhalb des Materials Zugspannungen von bis zu $7,3$ MPa auf [BOWEN et al. 1983; DAVIDSON & DE GEE 1984], deren Ausmaß sowohl von der Konfiguration der Kavität [FEILZER et al. 1987], als auch vom Elastizitätsmodul des Komposits [JANDA 1988; LAMBRECHTS et al. 1988] abhängt.

Während man heute mit der weiterentwickelten Schmelz-Ätz-Technik [BUONOCORE 1955] über eine Ansträgung der Schmelzränder, deren Ätzung mit 30-40%iger Phosphorsäure und der Applikation eines Bondings einen suffizienten mikromechanischen Verbund mit dem Schmelz erreichen kann, so wirft der Komposit-Dentin-Verbund noch immer Probleme auf.

1.1.2 Säuremodifizierte Komposite

Seit ihrer Markteinführung 1993 finden Kompomere als Einkomponentenfüllungswerkstoff weite Verbreitung und sollen die Vorzüge von Kompositen und Glasionomern verbinden. Das Akronym Kompomer setzt sich aus den Begriffen Komposit und Glasionomer zusammen, wobei der wissenschaftliche Terminus für diese Materialgruppe, polyacrylsäuremodifizierte Komposite, die Tatsache unterstreicht, daß

Kompomere zu einem überwiegenden Anteil aus lighthärtenden Kompositbestandteilen bestehen und grundsätzlich als modifizierte Kompositmaterialien anzusehen sind [McLEAN et al. 1994]. Hierfür spricht die Tatsache, daß sie durch radikalische Auto-beziehungsweise Photopolymerisation aushärten, während hingegen die Säure-Base-Reaktion als fraglich eingestuft wird [KAKABOURA et al. 1995].

Die relativ hydrophile Matrix der Kompomere enthält neben verschiedenen polymerisierbaren Verbindungen aus der Komposittechnologie (z.B. UDMA, UEDMA, TEGDMA) auch Monomere mit einer doppelten chemischen Funktionalität. Als reaktionsfähige Anteile besitzen diese Monomere (z.B. Cycloaliphatisches Dicarbonsäuredimethacrylat) sowohl Methacrylat-, als auch Carboxylgruppen, vernetzen aber in erster Linie, wie andere Methacrylate, durch radikalische Polymerisation. Da Kompomere kein Wasser enthalten, können die zementbildenden Kationen (Kalzium und Aluminium) nicht gelöst werden und initial keine Reaktion mit den Carbonsäuren eingehen. Es wird postuliert, daß es später, nach Aufnahme von Wasser aus dem Speichel, über eine Säure-Base-Reaktion zu einer Glasionomerezementtypischen Abbindereaktion mit den Metallkationen zur Salzbildung kommt [PEUTZFELD 1996; HALLER et al. 1997; ATTIN & BUCHALLA 1998; NICHOLSON & ALSARHEED 1998]. Dies erklärt auch, daß die Säure-Base-Reaktion auf oberflächlichste Schichten von Kompomerprüfkörpern begrenzt bleibt und diese nicht komplett durchdringt [KAKABOURA et al. 1995].

Der Füllstoffanteil der verschiedenen auf dem Markt erhältlichen Kompomere liegt bei ca. 72-80 Gew.-%, wobei die Füllstoffe sowohl aus der Glasionomerezement-, als auch aus der Komposittechnologie stammen. Die Fluorosilikatgläser aus der Glasionomerezement-Technologie (z.B. Barium-Aluminium-Fluorosilikat, Strontium-Fluorosilikat, Kalzium-Aluminium-Zink-Fluoroglas) liegen in manchen Produkten in silanisierter Form vor. Neben den Gläsern finden sich auch disperse Siliziumdioxid-Partikel und fluoridhaltige Füllkörper, wie z.B. Ytterbiumfluorid, Yttriumtrifluorid und Strontiumfluorid, die der Komposittechnologie entstammen. Aufgrund der verwendeten Füllstoffe, deren Partikelgrößen in den unterschiedlichen Produkte in einem Bereich von 0,1 µm (disperses Siliziumdioxid) bis zu 10 µm (Fluorosilikatglas) variieren, verfügen alle Kompomere über eine gute Röntgenopazität [ATTIN & BUCHALLA 1998]. Darüber hinaus enthalten die Kompomere je nach Produkt noch unterschiedliche Pigmente, Initiatoren und Stabilisatoren.

Zu allen Kompomermaterialien werden lichthärtende Adhäsive angeboten, die den Verbund des Materials zur Zahnhartsubstanz verbessern, da Kompomere ohne Vorbehandlung der Zahnhartsubstanzen aufgrund der erst später einsetzenden Säure-Base-Reaktion keine ausreichende Haftung aufweisen [REINHARDT 1995; PEUTZFELD 1996]. Diese Adhäsive unterscheiden sich in ihrer Zusammensetzung und ihren Verbundmechanismen nicht grundlegend von den Adhäsivsystemen der Komposite [BLUNCK 1996]; einige Hersteller verweisen sogar auf ihre aus der Kompositentechnologie stammenden Produkte. Entsprechend ihrer chemischen Verwandtschaft zu den Kompositen verbessert die Schmelz-Ätz-Technik die Haftung am Zahnschmelz signifikant [CORTES et al. 1993; BUCHALLA et al. 1997; FRANKENBERGER 1997; HALLER et al. 1997].

Kompomere weisen, den Kompositen ähnlich, während der Polymerisationsreaktion eine Schrumpfung auf, die innerhalb der ersten fünf Minuten bis zu ca. 2,6 Vol.-% beträgt und teilweise durch eine hygroskopische Expansion von bis zu ca. 1,5 Vol.-% nach Feuchtigkeitszutritt kompensiert wird [ATTIN et al. 1995; FRANKENBERGER et al. 1996; SOLTESZ 1998]. Diese irreversible Wasseraufnahme ist auch Folge der sekundären glasionomerzementtypischen Säure-Base-Reaktion [KANCHANAVASITA et al. 1997; NICHOLSON & ALSARHEED 1998], die zwar einerseits die polymerisationsbedingte Kontraktion ausgleichen soll, aber andererseits eine zusätzliche Belastung des Dentin-Kompomer-Verbundes zur Folge hat.

1.1.3 Kunststoffmodifizierte Glasionomerzemente

Lichthärtende kunststoffmodifizierte Glasionomerzemente, auch Hybridionomere genannt, wurden entwickelt, um über eine verlängerte Verarbeitungszeit und photoinitierte Aushärtung (Aktivierung der Kunststoffkomponente) verbesserte Verarbeitungseigenschaften im Vergleich zu den konventionellen Glasionomermaterialien zu erreichen. Durch Änderung der Zusammensetzung versucht man die Vorteile von Glasionomerzementen, wie chemische Haftung und Fluoridabgabe, beizubehalten und die negativen Eigenschaften, wie kurze Verarbeitungszeit, lange Aushärtungszeiten, Feuchtigkeitsempfindlichkeit und Neigung zu Craquelierung, zu umgehen [MATHIS & FERRACANE 1989; MITRA 1989; FEILZER et al. 1995].

Kunststoffmodifizierte Glasionomerzemente bestehen aus zwei Komponenten (Pulver und Flüssigkeit) und enthalten neben den Bestandteilen herkömmlicher Glasionomerzemente, wie Polycarbonsäuren und Kalzium-Aluminium-Silikatgläsern, auch hydrophile Monomere (z.B. HEMA), Bis-GMA und Photoakzeleratoren. An die Polyacrylsäuremoleküle werden zusätzlich Methacrylatgruppen gekoppelt. Ein Mischen der Komponenten startet die klassische Säure-Base-Reaktion, wogegen die Bestrahlung mit Licht der Wellenlänge von 460-470 nm die radikalische Polymerisation in Gang setzt [KANCHANAVASITA et al. 1997]. Durch lichtgesteuerte Kopolymerisation des Methacrylates mit den akzessorischen Gruppen der Polyacrylsäure bilden sich kovalente und ionische Bindungen und es kommt zur Erhärtung des Materials [LOHER et al. 1997]. Die Polymerisation der zugesetzten Monomere überlagert dabei die Polyacrylsäure-Glas-Reaktion. Da man mittlerweile die Carboxylgruppen von dem initialen Polymerisationsprozeß isoliert halten kann, ermöglichen auch einige kunststoffmodifizierte Glasionomerzemente eine chemische Bindung an die Zahnhartsubstanz [HELLWIG et al. 1995]. Man führt die Haftung der Glasionomerbestandteile sowohl auf ionische Bindungen zwischen den Carboxylgruppen der Polyacrylsäure und anorganischen Bestandteilen des Dentins zurück [WILSON & McLEAN 1988].

Genau wie Komposite und Kompomere schrumpfen auch Hybridionomere während der Aushärtereaktion. Das Ausmaß der Schrumpfung beträgt dabei während der ersten fünf Minuten ca. 2,8 Vol.-% [ATTIN et al. 1995]. Nach Feuchtigkeitszutritt nehmen Hybridionomere Wasser auf [YAP & LEE 1997] und können dadurch über eine hygroskopische Expansion den initialen Polymerisationsschrumpf teilweise kompensieren [HINOURA et al. 1993; FEILZER et al. 1995; ATTIN et al. 1995; KANCHANAVASITA et al. 1997]. Im Vergleich zu Kompositen und Kompomeren verfügen kunststoffmodifizierte Glasionomerzemente allerdings über schlechtere mechanische und physikalische Eigenschaften. Sie weisen sowohl eine geringere Druck- und Biegefestigkeit (128-176 bzw. 33-56 MPa), als auch einen geringeren Elastizitätsmodul (4326-7596 MPa) auf. Auch die Vickers-Mikrohärte der Hybridionomere ist mit 36-52 VHN niedriger als die der Komposite (ca. 98 VHN) [LI et al. 1995; ATTIN et al. 1996]. Im Vergleich zu herkömmlichen Glasionomerzementen sind sie ähnlich pulpaverträglich [GAINANTZOPOULOU 1994] und besitzen das gleiche Potential, Fluoride abzugeben

[MOMOI & McCABE 1993; STASSINAKIS et al. 1999], zeigen aber keine Tendenzen zu Craquelierung [JUNG 1995]. Allerdings weisen auch sie eine gewisse Sensitivität gegenüber Dehydratation, mit der Folge von Randspaltbildung, auf [SIDHU et al. 1997]. Spielt bei Kompositen und Kompomeren der mikromechanische Verbund durch Ätzung am Schmelz und Anwendung von Haftvermittlern am Dentin die entscheidende Rolle, so ermöglichen die kunststoffmodifizierten Glasionomerzemente aufgrund ihrer chemischen Eigenschaften einen Verbund zu Schmelz und in geringerem Maße zu Dentin [HELLWIG et al. 1995; HALLER et al. 1997]. Andererseits verbessert eine Konditionierung der Schmelzoberfläche mit Phosphorsäure den Verbund von Hybridionomeren zu Schmelz signifikant [CORTES et al. 1993].

1.2 Dentin und Adhäsionsvermittler

1.2.1 Dentinstruktur

Im Gegensatz zu Schmelz ist Dentin ein vitales, weniger stark mineralisiertes Gewebe, das bis ins hohe Alter Umbauprozessen unterliegen kann. Dentin besteht zu 70 Gew.-% bzw. 45 Vol.-% aus anorganischer Substanz und zu 20 Gew.-% bzw. 30 Vol.-% aus organischer Matrix, die sich zu über 90 % aus Kollagen maßgeblich vom Typ I und kollagenartigen Verbindungen, wie Chondroitinsulfat, Muko- und Sialoproteinen, zusammensetzt. Die restlichen 10 Gew.-% bzw. 25 Vol.-% bestehen aus Wasser. Der Mineralanteil des Dentins enthält im wesentlichen Kalzium und Phosphor in Form von Kristallen, die mit einer Länge von ca. 65 nm und einem Durchmesser von ca. 20 nm erheblich kleiner und dünner als im Zahnschmelz sind, und vorwiegend ungeordnet als kleinere Apatitgebilde vorliegen [SMILLIE 1975; MJÖR & FEJERSKOV 1979; BUTLER 1984; TEN CATE 1985; LINDE 1987].

Dentinkanälchen, auch als Dentintubuli bezeichnet, verlaufen im Kronendentin S-förmig, im Wurzeldentin vorzugsweise geradlinig von der Pulpa-Dentin-Grenze zur Schmelz-Dentin- bzw. Zement-Dentin-Grenze. Anzahl, Dichte und Durchmesser der Kanälchen nehmen dabei zur Peripherie hin kontinuierlich ab. Dementsprechend beträgt die durchschnittliche Kanaldichte an der Pulpa-Dentin-Grenze noch $45 \cdot 10^3 \text{ mm}^{-2}$ und der mittlere Kanaldurchmesser 2,5 μm , während etwa 3,3 mm weiter peripher die Kanaldichte

auf Werte von etwa $19 \cdot 10^3 \text{ mm}^{-2}$ und der Kanaldurchmesser auf Werte von ca. $0,8 \text{ }\mu\text{m}$ absinkt [GARBEROGLIO & BRÄNNSTRÖM 1976]. Das peritubuläre Dentin, das die Dentintubuli direkt stabilisierend umgibt, ist im Vergleich zum intertubulären Dentin dichter und homogener von Apatitkristallen durchsetzt und daher stärker mineralisiert und weniger säureresistent [SCHROEDER & FRANK 1985; SCHROEDER 1987]. Die Dentintubuli enthalten die Odontoblastenfortsätze, die im periodontoblastischen Raum von Dentinliquor, einer in der Pulpa gebildeten extrazellulären Gewebsflüssigkeit, umgeben sind [LUTZ et al. 1993]. Eine Eröffnung der Tubuli bewirkt aufgrund des pulpalen Drucks von 20-30 mmHg [MJÖR & FEJERSKOV 1979] einen Liquorausstrom, welcher in vivo eine absolute Dentintrocknung limitiert. Nach der hydrodynamischen Theorie bewirkt eine rasche Flüssigkeitsverschiebung des Liquors in der Pulpaperipherie eine Reizung der A-Delta-Fasern und stellt somit die Ursache der Dentinsensibilität dar [BRÄNNSTRÖM & ASTRÖM 1972; BRÄNNSTRÖM 1986; PASHLEY 1986; 1990]. Das zwischen den Dentinkanälchen liegende intertubuläre Dentin ist weniger mineralisiert, kollagenfaserreich und repräsentiert den größten Teil des Dentins [SCHROEDER 1987].

1.2.2 Smear Layer

Eine Bearbeitung des Dentins mit rotierenden zahnärztlichen Instrumenten hinterläßt auf der Kavitätenoberfläche eine 1-5 μm dicke, aus Hydroxylapatit- und denaturierten Kollagen-trümmern bestehende Schmierschicht, die dem strukturell unveränderten Dentin teils lose aufliegt, teils mit ihm verbunden ist [MARSHALL 1993]. Diese als „Smear Layer“ bezeichnete Ablagerung führt zu einer Herabsetzung der Dentinpermeabilität, [PASHLEY et al. 1981; PASHLEY 1984; 1990] und verhindert über eine Bildung von bis zu 10 μm tiefen Pfropfen in den Tubuli [PASHLEY 1990], den sog. „Smear Plugs“, einen Liquorausstrom, wodurch die Dentinsensibilität vermindert und die Penetration von Mikroorganismen in die Dentinkanälchen erschwert wird [VOJINOVIC et al. 1973; OLGART et al. 1974; MICHELICH et al. 1980]. Eine vollständige Barriere gegen Diffusion entzündungserregender bakterieller Toxine ist allerdings nicht gegeben [BERGENHOLTZ 1977; BERGENHOLTZ & REIT 1980]. Struktur und Dimension der

Schmierschicht hängen von Umdrehungsgeschwindigkeit, Kühlung und Beschaffenheit des Präparationsinstrumentes ab [PASHLEY 1984; HALLER & KLAIBER 1988].

Um einen dichten und dauerhaften Verbund von Füllungsmaterial und Dentin zu realisieren, muß die Schmierschicht entweder in den Verbund mit einbezogen oder entfernt werden [HALLER 1992a; VAN MEERBEEK et al. 1994]. Wird die Schmierschicht belassen, erfolgt eine Infiltration von hydrophilen, penetrationsfähigen Monomeren, wobei die Vernetzung der Kollagenfasern durch Fixierung mit Glutaraldehyd oder Gerbsäure verbessert wird [PASHLEY 1984]. Diese kunststoffverstärkte Schicht limitiert die Verbundfestigkeit, da sie aufgrund ihrer Zusammensetzung bei Wasseraufnahme Abbauprozessen unterliegen kann. Scherversuche zeigten in der Regel ein Verbundversagen innerhalb dieser Schicht [HALLER 1992a]. Eine Behandlung der präparierten Dentinoberfläche mit Säuren oder Komplexbildnern, z.B. EDTA, führt durch Auflösung des Hydroxylapatits zur völligen Entfernung der Schmierschicht auch aus den Tubuluseingängen. Dies hat eine Erhöhung der Dentinpermeabilität mit verstärktem Liquorausstrom zur Folge. Schwach konzentrierte EDTA-Lösungen beseitigen lediglich die Schmierschicht des intertubulären Dentins, unter Erhalt der Pfropfen in den Tubuli [HALLER & KLAIBER 1988].

1.2.3 Dentinhaftvermittler

Eine Klassifikation von Dentinhaftvermittlersystemen läßt sich am einfachsten nach Adhäsionsstrategie in Bezug auf die Art der Schmierschichtmodifikation vornehmen.

- Erhaltung der Schmierschicht:

Ziel dieser Adhäsive ist eine Infiltration und Imprägnierung der Schmierschicht mit bifunktionellen Monomeren, so daß diese verstärkt und in die Dentinhaftung mit einbezogen werden kann. Saure Bestandteile der Primer (z.B. Methacrylat-Phosphate) bewirken eine partielle Auflösung des Hydroxylapatits unter Bildung von Mikrohohlräumen innerhalb der Smear Layer, die Monomeren das Eindringen ermöglichen. Dadurch kommt es zu einer „Verfilzung“ oder „Verklettung“ mit den Kollagenfasern der Schmierschicht [HALLER 1992a; VAN MEERBEEK et al. 1994].

- Auflösung der Schmierschicht und vollständige Entfernung:

Die Anwendung von Konditionierern führt zu einer Beseitigung der Schmierschicht sowohl vom intertubulären Dentin, als auch von den angeschnittenen Dentinkanälchen. Die im Anschluß daran applizierten Adhäsive können in das freigelegte Kollagennetzwerk und die Dentintubuli penetrieren, wodurch sich eine Kunststoff-Dentin-Hybridschicht und Kunststoffzotten in den Dentintubuli bilden [HALLER 1992a].

- Auflösung der Schmierschicht und Wiederausfällung deren Bestandteile:

Diese Adhäsive bewirken durch ihre funktionellen Monomere, die saure Phosphat- oder Maleinatgruppen besitzen, eine partielle oder totale Auflösung der Schmierschicht, deren Bestandteile nach Verdunsten des Lösungsmittels wieder auf der Dentinoberfläche ausfallen [HALLER 1992b; LUTZ et al. 1993].

1.2.3.1 Dentinkonditionierer

Unter Dentinkonditionierern versteht man hydrophile, wäßrige Lösungen, die nach Applikation und kurzer Einwirkdauer wieder durch Wasserspray entfernt werden [BOWEN 1978]. Mittel der Wahl sind Chelatoren (EDTA 5-16 %) oder Säuren (Phosphorsäure 10-40 %, Maleinsäure 10 %, Salpetersäure 2.5-4 %, Zitronensäure 10 %), denen Aminosäuren, saure Metallsalzlösungen und Chelatbildner beigemischt sein können [VAN MEERBEEK et al. 1992; JOHNSON et al. 1991].

Abhängig von Zusammensetzung, Konzentration und Applikationsdauer der Konditionierer erfolgt eine partielle oder totale Auflösung der Schmierschicht mit teilweiser oder vollständiger Freilegung des Tubulussystems. Durch eine Demineralisation des Oberflächendentins mit Auflösung des Hydroxylapatits bis zu einer Tiefe von 7,5 µm [VAN MEERBEEK et al. 1992] wird das Kollagennetzwerk freigelegt, und es entsteht ein retentives Ätzmuster auf dem intertubulären Dentin [NIKAIDO 1989; HALLER et al. 1991]. Die Metallionen der Konditionierer können in Gegenwart von Primer oder Adhäsiv als Komplexbildner dienen, und so einer vollständigen Demineralisation entgegenwirken, wodurch ein Kollaps der oberflächlichen demineralisierten Dentinschicht verhindert und somit eine Penetration durch Primerbestandteile erleichtert wird. [BOWEN 1985; MIZUNUMA 1986; NAKABAYASHI et al. 1991]. Insbesondere schützen Eisenionen

Kollagen vor Denaturierung durch starke, anorganische Säuren und wirken zudem als Katalysatoren polymerisationsfördernd [NIKAIDO 1990]. Die Aminosäuren (NPG, Glycin) können mit Kalziumionen Komplexe bilden und die Kollagenfasern in Gegenwart von Aldehyden und Hydroxyethylmethacrylat (HEMA) vernetzen. Zusätzlich sollen sie über eine Reduktion von Sauerstoff und eine Radikalfreisetzung unter Lichtbestrahlung in Anwesenheit von Kampferchinon die Adhäsivpolymerisation koinitiiieren und katalysieren [ASMUSSEN et al. 1988, MUNKSGAARD 1990].

1.2.3.2 Dentinprimer

Dentinprimer wirken als Adhäsionspromotor und bilden die Basis für die Komposit-Dentinhaftung. Sie bestehen hauptsächlich aus in Wasser, Ethanol oder Aceton gelösten Monomeren oder Monomergemischen, die nach Verdunsten oder Trocknen des Lösungsmittels auf dem Dentin verbleiben [DOUGLAS 1989]. Mit ihrem amphiphilen Charakter sollen sie Dentinliquor und Wasser von der Oberfläche verdrängen und eine perfekte Benetzung und Durchdringung des konditionierten Dentins mit hydrophoben Monomeren ermöglichen. Durch Reaktion mit den durch den Konditionierer aktivierten Dentinstrukturen und durch die Anreicherung der Dentinoberfläche mit hydrophoben Methacrylatgruppen wird das ehemals hydrophile Dentin zunehmend für einen Verbund mit einem hydrophoben Adhäsiv kompatibel. Hydroxyethylmethacrylat (HEMA) verbessert signifikant die Diffundier- und Penetrierbarkeit des konditionierten Dentins [PASHLEY et al. 1993; EICK et al. 1993], während die beigefügten Aldehyde durch Proteinfixierung zu einer Verstärkung und Vernetzung des Kollagenfasergeflechtes führen [ELIADES et al. 1985; KUBO et al. 1991]. Weiterhin wird eine Reduktion der Sensibilität durch Präzipitation der Tubulusflüssigkeit [BERGENHOLTZ et al. 1993] eine desinfizierende Wirkung [EMILSON & BERGENHOLTZ 1993; FELTON et al. 1989] und die Induktion zur Bildung von HEMA-Polymeren [MUNKSGAARD 1990] diskutiert. Idealerweise soll eine Penetration des Primers sowohl bis in die Tubuli, als auch durch die komplette konditionierte Dentinschicht erfolgen. Durch exzessives Trocknen nach Konditionierung des Dentins sinkt der Feuchtigkeitsgehalt des kollagenen Geflechts derart, daß es kollabiert, und der Primer nicht die gesamte Schicht durchdringen kann. Demineralisierte Dentinbereiche, die nicht von Primern infiltriert werden, sind

hydrolyseanfällig, wodurch die Dauerhaftigkeit des Komposit-Dentin-Verbundes in Frage gestellt wird [KIYOMURA 1987; PASHLEY 1994].

1.2.3.3 Selbstkonditionierende Dentinprimer

Selbstkonditionierende Primer enthalten organische und anorganische Säuren, Monomere, mit zum Teil sauren Gruppen, Aminosäuren und Metallsalze. Mit ihrem Gehalt an sauren Gruppen wirken sie am Dentin ähnlich wie Dentinkonditionierer, nur weniger aggressiv. Die von ihnen partiell oder total in Lösung gebrachte Smear Layer kann nach Trocknen der Kavität auf der Dentinoberfläche repräzipitieren [LUTZ et al. 1993]. Besonders wirkungsvoll sind Maleinsäure in Konzentrationen von 0,8-4 % [AASEN et al. 1993; HALLER 1994] oder Maleinsäure- und Phosphorsäuremethacrylat-Kombinationen, welche die oberste Dentinschicht demineralisieren, Aminogruppen im Kollagen freilegen können, eine Affinität zu Calcium- und Hydroxylionen aufweisen sowie mit HEMA reagieren können. Die enthaltenen wasserlöslichen Methacrylate bewirken eine Umstimmung des Dentins von hydrophil nach hydrophob und ermöglichen eine spätere Kopolymerisation mit dem Adhäsiv [HALLER 1992a; VAN MEERBEEK et al. 1992]. Auf diese Weise bildet sich ein hydrophober Film aus Monomeren und darin inkorporierten Schmierschichtbestandteilen. Als Lösungsmittel dienen auch hier Wasser, Alkohol oder Aceton.

1.2.3.4 Dentinadhäsive

Dentinadhäsive sind amphiphile Mischungen von höhermolekularen Monomeren, höherviskös als Dentinprimer, und sollen die eigentliche Verbindung zum hydrophoben Komposit bewerkstelligen. Eine vollständige Penetration des Adhäsivs in die aktivierten Dentinstrukturen ist erst nach 20 Sekunden Einwirkdauer gegeben und ist mit nachfolgender Polymerisationsreaktion Voraussetzung für suffiziente Haftungsmechanismen [CRIM 1990; HANSEN & SWIFT 1989; ASMUSSEN et al. 1991; DICKINSON et al. 1991; ERICKSON 1992; HALLER 1992]. Ein übermäßiges Verblasen des Adhäsivs vor Lichthärtung kann die Polymerisation durch Sauerstoffanreicherung und Ausdünnen der Adhäsivschicht gefährden [CAUSTON & SEFTON 1989; ERICKSON

1992]. Das Adhäsiv bildet mit dem vorbehandelten Dentin eine Kunststoff-Dentin-Interdiffusionszone, auch als Kunststoff-Dentin-Hybridschicht oder Hybrid-Layer bezeichnet [NAKABAYASHI 1985; FUKUSHIMA & HORIBE 1990].

Sogenannte Einkomponentenhaftvermittler kombinieren die Funktion von Primer und Adhäsiv in einer Substanz. Diese „selbstprimenden“ Adhäsive oder Primer-Adhäsive enthalten hydrophile und hydrophobe Bestandteile und sollen eine Verkürzung und Vereinfachung der Verarbeitung realisieren [HALLER & FRITZENSCHAFT 1999].

1.3 Dentinhaftung

1.3.1 Dentinhaftung von Kompositen

Die Haftung zwischen Komposit und Dentin beruht im wesentlichen auf drei Mechanismen, die zusammen eine mikromechanische Verankerung etablieren.

1.3.1.1 Zottenbildung

Durch Konditionierung mit Säuren wird der Schmierschichtpfropf aus dem Tubuluseingang entfernt, das peritubuläre Dentin der Tubulusöffnungen demineralisiert und infolgedessen deren Mündungen trichterförmig bis zu einem Durchmesser von ca. 3 µm erweitert, so daß die Monomere des Primers in sie eindringen können [PASHLEY et al. 1993]. Diese im Tubulussystem polymerisierten Monomere bilden schlauchförmige Tubulusausgüsse, die als Zotten oder Kunststoff-Tags bezeichnet werden. Obwohl sie bis zu 50 µm in die Dentinkanälchen hineinreichen und ihre Verzweigungen in Tubulianastomosen die Haftung verbessern [CHAPELL et al. 1994], tragen sie mit nur maximal 6 MPa wenig zur Dentinhaftung bei [PRATI et al. 1990; PASHLEY 1992]. Ausschlaggebend hierfür sind eine inkomplette Wandständigkeit aufgrund von Polymerisationsschrumpfung, die elastische Auskleidung der Tubuluswand mit Kollagen, eine unvollständige Polymerisation in Gegenwart von Liquorflüssigkeit und eine inhomogene, wabige und teilweise hohle Struktur der Tags infolge einer Durchmischung von Liquor und Monomeren [NAKABAYASHI 1985; PRATI et al. 1990; PASHLEY & PASHLEY 1991; HARNIRATTISAI et al. 1992; FRÖHLICH et al. 1996]. Allerdings

sollen derartige Kunststoff-Tags über eine Blockierung schneller Liquorbewegungen die Entstehung postrestaurativer Beschwerden verhindern, sowie bei Randundichtigkeiten von Füllungen eine bakterielle Penetration in Richtung Pulpa ausschließen [LUTZ et al. 1991; PASHLEY 1992].

1.3.1.2 Verzahnung

Aus der Vorbehandlung des Dentins mit Konditionierern oder selbstkonditionierenden Primern resultiert eine unterschiedlich starke Demineralisation des peri- und intertubulären Dentins, so daß in Höhe der Demineralisationsfront teilweise angelöste Hydroxylapatitkristalle am Kollagen haften bleiben und es zur Bildung von Poren kommt [NAKABAYASHI et al. 1992; VAN MEERBEEK et al. 1993]. Die Größe dieser Hohlräume beträgt intertubulär etwa 0,05 bis 0,1 µm, peritubulär 1 bis 3 µm. Durch Ausfließen dieser retentiven Räume und Umfließen dieser so entstandenen Mikroretentionen entsteht eine Verzahnung mit dem Dentin im Sinne einer mikromechanischen Verankerung analog der Verbindung zwischen Kunststoff und Schmelz [PASHLEY 1992]. Diesem Mechanismus wird der größte Stellenwert bezüglich der Dentinhaftung beigemessen [GWINNETT 1994a; TAY et al. 1996b; GWINNETT et al. 1996; KANCA 1997].

1.3.1.3 Verklettung

Die Konditionierung der Dentinoberfläche mit Säuren, Chelatoren und auch sauren Monomeren führt zur Entfernung oder Modifikation der Schmierschicht und hat eine unterschiedlich starke Freilegung der Kollagenfasern zur Folge. Nach Vorbehandlung des Dentins mit einem Primer kann das Adhäsiv in das aufgelockerte Kollagennetzwerk penetrieren und bildet nach Lichtpolymerisation ein Geflecht mit den Kollagenfasern, unter Einschluß nicht weggelöster Hydroxylapatitkristalle in das Polymernetz. Daraus resultiert sofort eine biostabile Haftung. Diese als Hybrid-Layer bezeichnete Schicht [NAKABAYASHI 1985; FUKUSHIMA & HORIBE 1990] erreicht auf Dentinflächen senkrecht zum Verlauf der Dentintubuli eine Stärke von bis zu 10 µm. Auf Flächen parallel zum Tubulusverlauf werden Schichtstärken von 2 - 5 µm beobachtet

[HARNIRATTISAI et al. 1992; NAKABAYASHI & TAKARADA 1992; WATSON & WILMOT 1992]. Eine zu starke Dentinkonditionierung kann zu einer Denaturierung der Kollagenfasern oder zum Kollabieren des Kollagenetzes führen, mit der Folge, daß eine Penetration durch das Adhäsiv beeinträchtigt wird. Nicht von Monomeren penetriertes Kollagen kann unter Wasseraufnahme quellen und dadurch desintegrieren [FUKUSHIMA & HORIBE 1990; ERICKSON 1992; PASHLEY 1992; VAN MEERBEEK et al. 1992; PASHLEY et al. 1993]. Durch Anwendung hydrophiler Monomere, wie etwa HEMA, das gute Penetrationseigenschaften aufweist und die Permeation weiterer Monomere fördert, ist der Kollaps des Kollagens weitestgehend reversibel [NAKABAYASHI & TAKARADA 1992; EICK et al. 1993; WATANABE et al. 1993; PASHLEY et al. 1994; MIZUNO et al. 1994]. Behutsames Trocknen erhält eine Restfeuchtigkeit auf der Dentinoberfläche, wodurch ein Kollabieren der Kollagenfasern verhindert und eine bessere Verteilung des hydrophilen HEMA erreicht wird [GWINNETT 1992; KANCA 1992; PERDIGAO & SWIFT 1994]. BOSCHIAN et al. [1997] konnten zeigen, daß nicht die Stärke der Hybridschicht ausschlaggebend für hohe Verbundfestigkeiten zwischen Komposit und Dentin ist, sondern die vollständige Kunststoffinfiltration des Dentins bis zur Demineralisationsfront [ERICKSON 1992; GWINNETT 1994c; GWINNETT et al. 1996].

1.3.1.4 Chemische Haftung

Chemische Kräfte, in Form von Wasserstoffbrückenbindungen, van der Waals-Kräften und Dipol-Dipol-Wechselwirkungen können bei der Benetzung des Dentins und zwischen polaren Komponenten von Haftvermittler und aktivierten Dentinstrukturen eine Rolle spielen. Chemische Bindungen können aufgrund der zu großen Distanz zwischen den Dentin- und Adhäsivmolekülen nicht entstehen [MISRA 1989; ELIADES et al. 1990]. Klinisch kann deshalb der chemischen Haftung kaum Bedeutung beigemessen werden [HALLER 1992a; VAN MEERBEEK et al. 1993].

1.3.2 Haftung von Glasionomerzementen am Dentin

Der Verbund der Glasionomermaterialien zur Zahnhartsubstanz beruht, im Gegensatz zu der überwiegend mikromechanischen Verankerung der Komposite, auf chemischen Bindungsmechanismen [WILSON & McLEAN 1988]. Es spielen dabei sowohl ionische, als auch kovalente Bindungen zwischen den Carboxylgruppen der Polyacrylsäure und anorganischen Dentinbestandteilen eine Rolle. Für die Dentinhaftung werden in erster Linie Ionenbindungen zwischen COO^- -Gruppen der Polycarbonsäuren und Ca^{2+} -Ionen des Apatits verantwortlich gemacht. Während der Adsorption diffundieren Polyacrylate in die molekulare Oberfläche des Hydroxylapatits, wobei sie Phosphate der Oberflächenschicht verdrängen und ersetzen. In diesem Zusammenhang werden in einer komplexen Reihe von Ionenaustauschvorgängen auch Kalziumionen aus dem Hydroxylapatit entfernt. Folge dieser Wechselwirkung ist die Bildung einer intermediären Schicht von Kalzium-, Aluminiumphosphaten und Polyacrylaten als Grenzschicht zwischen dem Zement und dem Apatit [WILSON et al. 1983]. Eine Bindung an das Kollagen des Dentins über Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den Carboxylgruppen der Polyacrylsäure und Aminogruppen des Kollagens wird zwar diskutiert [RUYTER 1992], erscheint aber aus mehreren Gründen als unwahrscheinlich. Zum einen ist die Haftung am Schmelz doppelt so hoch wie am Dentin [WILSON & McLEAN 1988; HELLWIG et al. 1995], zum anderen wurde an dekalzifiziertem Dentin keine Adhäsion des Glasionomerzementes festgestellt [BEECH 1973].

1.4 Evaluation von Füllungsmaterialien und Adhäsivsystemen in vitro

Strenggenommen beweisen erst klinische Langzeituntersuchungen den Erfolg von Füllungsmaterialien [VAN MEERBEEK et al. 1994]. Trotzdem sollte präklinisch die Effizienz von Dentinhaftmitteln durch Messung der Verbundfestigkeit und Analyse der Randschlußqualität in vitro ermittelt werden. Zweifellos können nicht alle klinischen Parameter simuliert werden, doch bieten solche Untersuchungen die Möglichkeit zum Vergleich verschiedener Materialien untereinander und geben bedingt Aufschluß über ein Verhalten in vivo.

1.4.1 Verbundfestigkeit

Zur Beurteilung von Verbundstärken werden im allgemeinen Zug- oder Scherkraftuntersuchungen herangezogen. Nachteile dieser Verfahren sind zum einen die Außerachtlassung der Polymerisationskontraktion, da die Füllungswerkstoffe auf eine plane Dentinfläche und dadurch auch nahezu spannungsfrei und ohne Belastung des Verbundes aufpolymerisiert werden [HASEGAWA et al. 1989]. Zum anderen treten bei den konventionellen Scherversuchen, in Abhängigkeit des Kraftansatzes, inhomogene Spannungsverteilungen, sowie Kerbspannungen und Biegemomente auf, die eine mangelhafte Reproduzierbarkeit der Versuchsergebnisse zur Folge haben können. So erzielen aufgrund fehlender Normierung der Versuchsparameter verschiedene Autoren bei der Bestimmung der Haftkraft von Dentinadhäsiven mit denselben Materialien unterschiedliche Resultate [VAN NOORT et al. 1989; HALLER et al. 1994]. Mittels eines Ausstoßversuches, der sich schon bei der Beurteilung des Knochen-Implantat-Verbundes bewährt hat [SOLTESZ & BAUDENDISTEL 1990], läßt sich die Problematik der herkömmlichen Versuchsdesigns minimieren [HALLER et al. 1991; HALLER 1992b]. Durch Präparation zylindrischer Bohrungen in Dentinscheiben kann aufgrund der kavitätenähnlichen Probengestaltung die Polymerisationskontraktion berücksichtigt und eine homogenere Spannungsverteilungen realisiert werden [HALLER 1992b].

1.4.2 Randadaptation

Die marginale Integrität von Füllungen kann mittels Penetrationsmessung von Farbstoffen, Ionen, radioaktiven Isotopen und seltener Bakterien, oder licht- bzw. rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen durchgeführt werden. Während Penetrationsversuche [TAYLOR & LYNCH 1992; 1993] zumindest eine teilweise Zerstörung der Proben erfordern, ermöglicht die optische oder elektronenoptische Analyse von Proben oder Kunstharzreplika eine non-destruktive Beurteilung der Randqualität. Dabei wird in der Regel die Randspaltlänge in Relation zur Gesamtlänge des Füllungsrandes gesetzt [SEICHTER 1986; BLUNCK 1987; HALLER et al. 1987; BLUNCK & ROULET 1989; KREJCI & LUTZ 1991]. Durch Kombination mit dem

Ausstoßversuch kann sowohl Haftfestigkeit, als auch Randschlussqualität an einer Probe untersucht werden [HALLER 1992b].

1.4.3 Künstliche Alterung der Proben

Eine den natürlichen Verhältnissen entsprechende Belastung des Komposit-Dentin-Verbundes wie Temperaturstreß, Depolymerisation durch Sauerstoff und hydrolytische Degradation kann mittels einer künstlichen Probenalterung imitiert werden. Die im Mundmilieu auftretenden Parameter bezüglich Temperaturschwankungen bei der Nahrungsaufnahme werden durch Temperaturwechselbäder („Thermocycling“) simuliert. Auf diese Weise führen die verschiedenen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Restaurationsmaterial und Zahnhartsubstanz zu einer mechanischen Belastung der Grenzschicht Dentin-Füllungsmaterial [JONES et al. 1979; KIDD & WILSON 1976]. Die Lagerung in Wasser führt durch hygroskopische Expansion zum Abbau polymerisationsbedingter Kontraktionsspannungen sowie zu einer Auflockerung der Polymerstruktur [FEILZER et al. 1990; JANDA 1990].

1.5 Problemstellung

Zielsetzung der vorliegenden Studie war die In-vitro-Evaluation der Wirksamkeit vier verschiedener handelsüblicher Haftvermittler in Kombination mit einem herkömmlichen und zwei säuremodifizierten Kompositen und einem kunststoffmodifizierten Glasionomerezement, unter Berücksichtigung der Konsequenzen einer initialen Dentinkonditionierung im Sinne des „Total-Etch-Verfahrens“ auf den Verbund. Als Kriterium für die Beständigkeit des Füllung-Dentin-Verbundes wurden, nach Alterung der Proben durch Wasserlagerung und Thermocycling, die Haftfestigkeiten im Ausstoßversuch und die Randqualitäten durch eine Auswertung von Probenreplika unter dem Rasterelektronenmikroskop ermittelt.

2 Material und Methode

2.1 Vorbereitung der Dentinproben

2.1.1 Lagerung und Reinigung der Zähne

Für die Proben wurden extrahierte karies- und füllungsfreie Weisheitszähne verwendet, deren Wurzelwachstum überwiegend oder vollständig abgeschlossen war. Zur Minimierung eines Infektionsrisikos und zur Vermeidung einer bakteriellen Besiedelung wurden die Zähne in einer desinfizierenden wäßrigen Chloraminlösung (1 %) für ein bis sechs Wochen aufbewahrt und vor der Weiterverarbeitung von Gewebsresten gereinigt [FOTOS et al. 1990; RUEGGERBERG 1991; HALLER et al. 1993].

2.1.2 Herstellung der Dentinscheiben

Aufrecht in speziellen Einbettformen (*Epoform 25 mm, Struers*) positioniert, wurden die Zähne in Autopolymerisat (*Technovit 4071, Kulzer*) eingebettet, um sie in der Probenhalterung einer Trennschleifmaschine (*WOCO 50/Med, Conrad*) fixieren zu können. Senkrecht zur Zahnlängsachse wurde mit einem diamantierten Sägeblatt (*WOCO 90/3, Conrad*) zuerst der okklusale Schmelzanteil entfernt, so daß die Schnittfläche mit Ausnahme des peripheren Schmelzmantels vollständig im Dentin lag. Durch einen weiteren, zum ersten parallelen Schnitt wurde eine etwa 2,4 mm dicke Zahnscheibe gewonnen. Die weitere Aufbewahrung der Dentinscheiben erfolgte in physiologischer Kochsalzlösung (*Fresenius*).

2.1.3 Präparation der Kavitäten

Zur standardisierten Präparation von zylindrischen Kavitäten wurden die noch in Kunststoff eingebetteten Zahnscheiben in einer Probenhalterung auf dem Bohrtisch einer handelsüblichen Tischbohrmaschine (*Metabo T6, Genko electronic*) mit ihrer Oberfläche senkrecht zur Bohrerlängsachse fixiert. Um einer extremen Hitzeentwicklung vorzubeugen wurde die Dentinscheibe mit einem Spiralbohrer von 1,7 mm Durchmesser

bei einer Drehzahl von 1000 min^{-1} durchgebohrt und anschließend die Kavität mit einem kugelförmigen Diamantschleifer von 2,1 mm Durchmesser und $80 \mu\text{m}$ mittlerer Korngröße (Nr. 806104001524021, Komet) bei 7200 min^{-1} erweitert. Finiert wurde die Kavität mit einem kugelförmigen Diamantschleifer von 2,3 mm Durchmesser (mittl. Körnung $40 \mu\text{m}$, Nr. 806104001514023, Komet) bei 7200 min^{-1} . Bei allen Arbeiten mit rotierenden Instrumenten diente Wasserspray aus der Mehrfunktionsspritze einer Dentaleinheit als Kühlmedium. Nachdem sichergestellt war, daß die Kavität zirkulär vollständig von Dentin begrenzt war, wurde die Kunststoffeinbettung entfernt.

2.1.4 Einjustieren der Dentinscheiben

Der eigens für den modifizierten Durchstoßversuch hergestellte Probenhalter ermöglichte durch verschiedene auf Passung gearbeitete Innenzylinder, die Dentinscheiben präzise zentriert einzubetten, und die Proben nach Legen der Füllungen exakt auf der Traverse einer Universalprüfmaschine (UPM 1445 03, Zwick) so zu positionieren, daß die zylindrischen Füllungen kontrolliert ausgestoßen werden konnten. Das zentrierte Einbetten erfolgte unter Verwendung des Probenhalters mit einem Innenzylinder, der in der Mitte mit einem Zapfen von 2,3 mm Durchmesser, entsprechend der Dentinscheibenkavität, versehen war. Zur Isolierung des Dentins gegen den Einbettkunststoff wurde auf den zentralen Metallzapfen der Einbettform ein Tropfen niedrigvisköse Hydrokolloidmasse (*Surgident Hydrokolloid Sticks, Bayer*) aufgebracht, die nach dem Aufsetzen der Probe einen dünnen Film zwischen Dentin und Metall bildete. Vor dem Einbetten mit Autopolymerisat (*Paladur transparent, Kulzer*) wurden Überschüsse des Hydrokolloids mit einem Skalpell entfernt und der peripher der Dentinscheibe verbliebene Raum des Probenhalters mit Vaseline gegen den Kunststoff isoliert. Um einer Dehydratation des Dentins entgegenzuwirken wurden während der Polymerisation auf die Probenoberseite wenige Tropfen physiologischer Kochsalzlösung (*Fresenius*) aus einer Einmalspritze appliziert. Nach Aushärtung des Kunststoffes konnte die nun zentrierte Scheibe aus der Metallform entnommen und die Außenkanten, um ein störungsfreies Reponieren zu ermöglichen, mit einer Hartmetallfräse geglättet werden. Durch drei in der Probenhalterung eingearbeitete Führungsstifte wurde die zur späteren Bestimmung der Scherfestigkeit notwendige exakte Position der Probenscheibe in der

Halterung im Einbettkunststoff verschlüsselt. Bis zur Füllung der Kavität wurden die Scheiben in physiologischer Kochsalzlösung (*Fresenius*) aufbewahrt.

2.2 Herstellung der Füllungen

2.2.1 Vorbehandlung des Dentins

Die 210 Dentinscheiben wurden randomisiert 21 Probengruppen zugeordnet. Im Rahmen dieser Studie wurden vier Adhäsivsysteme in verschiedenen Kombinationen mit einem Hybridkomposit, zwei Kompomeren und einem Hybrid-Ionomer getestet, wobei für jede Haftvermittler-Füllungsmaterial-Kombination zehn Proben jeweils unter Belassen und unter Entfernung der Schmierschicht hergestellt wurden. Bei Erhaltung der Schmierschicht wurden die Kavitäten ausschließlich mit Wasserspray aus der Mehrfunktionspritze einer Dentaleinheit für 30 Sekunden gereinigt und anschließend die Wasserüberschüsse mit dem Luftbläser beseitigt. Bei Beseitigung der Schmierschicht wurde das Dentin, durch Auftragen von Phosphorsäure (*Email Preparator GS* bzw. *ESPE Ätzel*) im Sinne des „Total-Etching“-Verfahrens oder einer Polyacrylsäurelösung (*Ketac-Conditioner*), für 10 Sekunden konditioniert und anschließend mit Wasser 30 Sekunden abgesprayed. Die Verarbeitung der Dentinhaftmittel erfolgte gemäß Herstellerangaben, wobei streng darauf geachtet wurde, daß das Dentin im Sinne des „Wet-“ oder „Moist-Bonding“ [KANCA 1992] nicht übertrocknet wurde. Eine Aufstellung der getesteten Materialien und deren Kombinationen gibt *Tabelle 1*, eine Gesamtübersicht über deren Verarbeitung gibt *Tabelle 2* wieder.

Tabelle 1:
Getestete Materialien und deren Kombinationen

Konditionierung	Dentinadhäsiv	Restaurationsmaterial
10 s mit <i>Email Preparator</i> oder nur Wasserspray	<i>Syntac</i>	<i>Tetric</i>
		<i>Compoglass</i>
	<i>SCA 1 Schicht</i>	<i>Tetric</i>
		<i>Compoglass</i>
	<i>SCA 2 Schichten</i>	<i>Tetric</i>
		<i>Compoglass</i>
10 s mit <i>ESPE Ätzelgel</i> oder nur Wasserspray	<i>OSB 1 Schicht</i>	<i>Hytac</i>
	<i>OSB 2 Schichten</i>	
	<i>EBS</i>	<i>Photac-Fil</i>
	ohne Adhäsiv	
10 s mit <i>Ketac-Conditioner</i>		

Tabelle 2:
Verarbeitung der verwendeten Materialien

Produkt	Konditionierung	Primer	Adhäsiv
<i>Syntac</i> (Vivadent)	10 s mit <i>Email Preparator GS</i> oder nur Wasserspray	<i>Syntac Primer</i> auftragen nach 15 s trocknen <i>Adhesive</i> auftragen nach 10 s trocknen	<i>Heliobond</i> auftragen verblasen 10 s lichthärten
<i>SCA</i> 1 Schicht (Vivadent)	10 s mit <i>Email Preparator GS</i> oder nur Wasserspray	<i>Compoglass SCA</i> auftragen nach 20 s dünn verblasen 20 s lichthärten	
<i>SCA</i> 2 Schichten (Vivadent)	10 s mit <i>Email Preparator GS</i> oder nur Wasserspray	<i>Compoglass-SCA</i> auftragen nach 20 s dünn verblasen 20 s lichthärten 2. Schicht <i>SCA</i> aufbringen sofort verblasen 20 s lichthärten	
<i>OSB</i> 1 Schicht (ESPE)	10 s mit <i>ESPE-Ätzel</i> oder nur Wasserspray	<i>Hytac-OSB</i> auftragen 30 s einbürsten verblasen 10 s lichthärten	
<i>OSB</i> 2 Schichten (ESPE)	10 s mit <i>ESPE-Ätzel</i> oder nur Wasserspray	<i>Hytac-OSB</i> auftragen 30 s einbürsten verblasen 10 s lichthärten 2. Schicht <i>OSB</i> auftragen sofort verblasen 10 s lichthärten	
<i>ESPE-Bonding System</i> (ESPE)	10 s mit <i>ESPE-Ätzel</i> oder nur Wasserspray	<i>EBS-Primer</i> auftragen 20 s einbürsten mit Luft trocknen	<i>EBS-Bond</i> auftragen 20 s einbürsten verblasen 20 s lichthärten
	<i>Ketac-Conditioner</i> auftragen nach 10 s mit Wasser absprayen	ohne Adhäsiv	

2.2.2 Füllung der Kavitäten

Als künstlicher Kavitätenboden diente beim Applizieren des Füllungsmaterials eine Kunststoffmatrize (*Matrix Strips 8 mm, Dental Exports London*), die, um eine plane Probenunterseite zu erhalten, auf einen Objektträger aus Glas gelegt wurde. Je nach Darreichungsform wurden die Materialien direkt aus der Kapsel oder mit Füllungsinstrumenten in zwei horizontalen Schichten in die Kavität appliziert und jede Schicht mit einer Polymerisationslampe (*Translux CL, Kulzer*) 40 Sekunden lang ausgehärtet. Das in Kapseln vordosierte Hybridionomer wurde vor Applikation aktiviert und in einem Mischgerät (*Capmix, Espe*) für 15 Sekunden bei einer Frequenz von 4300 Schwingungen pro Minute durchgemischt und direkt aus der Kapsel in nur einer Schicht in die Kavität eingebracht. Das gebrauchsfertig angebotene Kompomer und Komposit konnte, unmittelbar aus den Karpulen entnommen, verarbeitet werden. Ausarbeitung und Politur der Probenoberseite wurde mit aluminiumoxidbelegten flexiblen Scheiben (*Sof Lex, 3M Medica*) bis zu einer Körnung von 1200 unter Wasserkühlung vorgenommen; auf der Unterseite wurden analog eventuelle Überschüsse entfernt.

2.3 Alterung der Proben

2.3.1 Wasserlagerung

Nach Fertigstellung der Füllungen erhielten die Proben in ihrer Kunststoffeinhüllung noch eine Bohrung, so daß durch Auffädung der Proben mit zwischengelegten Distanzscheiben (*Silicone Stops, Mallefer*) eine vollständige Flüssigkeitsumspülung sichergestellt war. Nach ihrer Fertigstellung wurden die Proben in physiologischer Kochsalzlösung in einem Wärmeschrank (*Memmert*) bei 37°C für einen Zeitraum von zweimal je 15 Tage gelagert.

2.3.2 Temperaturwechselbelastung

Nach 15 Tagen im Wärmeschrank wurden die Proben einem künstlichen Alterungsprozeß durch Temperaturstreß unterzogen, indem die Dentinscheiben 2500mal alternierend in ein

Kaltwasserbad mit 5°C (*RMT 6, mgw Lauda*) und ein Warmwasserbad mit 55°C (*MWB 1/9, Julabo*) bei einer Haltezeit von jeweils 30 Sekunden getaucht wurden. Im Anschluß an diese Temperaturwechselbelastung folgten weitere 15 Tage Lagerung in physiologischer Kochsalzlösung bei 37°C.

2.4 Messung der Haftfestigkeit

Die Ausstoßversuche erfolgten mit einer Universalprüfmaschine (*UPM 1445 03, Zwick*), deren Steuerung ein Personal Computer (*Hewlett Packard Vectra ES/12*) in Verbindung mit der PC-Software „Zwick Materialprüfung, manuelle Bedienung“ (*Zwick*) übernahm. Zur Montage des in Abschnitt 2.1.4 beschriebenen Probenhalters auf der Traverse der Prüfmaschine diente eine Basisplatte, die mit zwei Metallzapfen auf ihrer Oberseite und entsprechenden Bohrungen in der Unterseite der Grundform eine eindeutige und unverschiebliche Positionierung der Probe zum Prüfstempel der Maschine gewährleistete. Die Basisplatte wurde so auf der Traverse verschraubt, daß der Prüfstempel mit einem Außendurchmesser von 2,2 mm ohne zu verkanten in den mit einer Bohrung von 2,2 mm versehenen Justierzylinder gleiten konnte. Für den eigentlichen Prüfvorgang wurde der Justierzylinder durch den Prüfzylinder, der mit seiner 2,5 mm messenden Innenbohrung die Dentinscheibe ausreichend unterstützte und ein kontaktfreies Durchgleiten der Füllung nach Abriß des Verbundes zuließ, ersetzt. Die durchgeführte Justierung und die Metallstifte der Grundform ermöglichten ein standardisiertes Reponieren der Probe und ein zentriertes Auftreffen des mit der Kraftmeßdose verbundenen Stempels auf die Füllungsoberfläche. Vor Durchführung der Verbundfestigkeitsmessung wurde die Höhe h des Kompositzylinders mit einem Tasterzirkel auf 0,05 mm genau gemessen, da die Integrität der Füllungen nach dem Versuch nicht gewährleistet war. Nach Einlegen der Probenscheibe in die Halterung auf der Traverse der Maschine, wurde diese mit einer Geschwindigkeit von 0,5 mm/min gegen den Prüfstempel hochgefahren und bis zum Abriß des Verbundes belastet. Bei einer maximalen Belastbarkeit der Kraftmeßdose von 5000 N betrug die Meßgenauigkeit 1 % vom gemessenen Kraftwert.

Die Verbundfläche A des Füllungszyllinders wurde durch Multiplikation des Umfangs $d \cdot \pi$ mit der ermittelten Höhe h berechnet:

$$A = d \cdot \pi \cdot h$$

Die Haftfestigkeit S in MPa ergab sich aus dem Quotienten der maximal gemessenen Kraft F_{\max} durch die Mantelfläche A :

$$S = F_{\max} / A$$

Das Prinzip des Ausstoßversuches ist in *Abbildung 1* schematisch dargestellt.

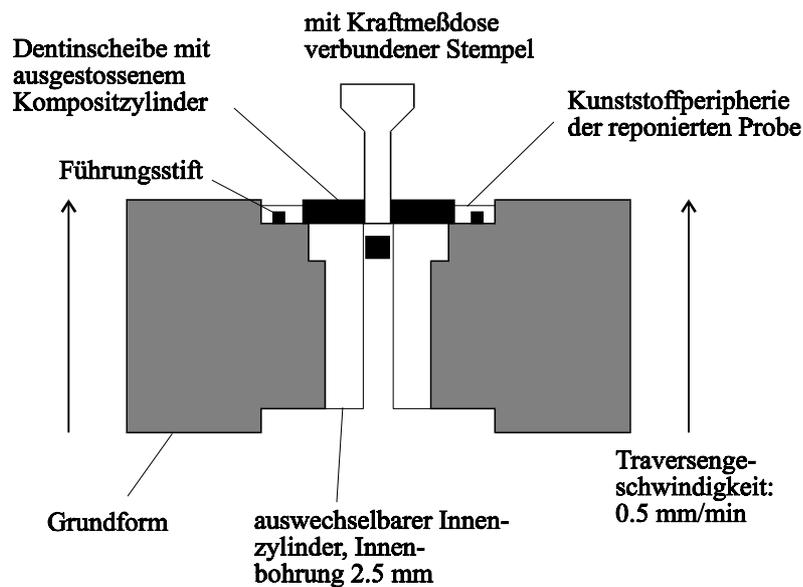


Abb. 1: Schema der Ausstoßvorrichtung

2.5 Beurteilung der Randsituation

Die non-destruktive Replikatechnik ermöglicht in Verbindung mit der anschließenden Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop (REM) sowohl eine quantitative, als auch qualitative Evaluation der Randqualität, ohne direkten Einfluß auf die Proben zu nehmen [HALLER 1992b]. Von jeder Probe wurde eine Abformung angefertigt, ein Duplikat aus Kunstharz hergestellt und der Längenteil der Randspalten im Verhältnis zur gesamten Randlänge bestimmt.

2.5.1 Herstellung der Kunstharzreplika

Nach 30 Tagen Lagerung in isotonischer Kochsalzlösung und zwischenzeitlicher Thermowechselbelastung, wurden die Proben vorsichtig getrocknet, dünnfließendes additionsvernetzendes Silikonabformmaterial (*President Light Body, Coltène*) auf die polierte Probenoberfläche aufgetragen und nach Abbinden des Silikons die Abformungen mit einem niedrigviskösem Epoxy-Kunstharz (*Araldit, Ciba-Geigy*) ausgegossen. Mit einem leitfähigen Kleber (*Leit-C, SEM G. Neubauer*) wurden die Replika nach Aushärtung des Harzes auf REM-Trägern fixiert und mit Gold leitfähig besputtert (*K 550, Emitech*).

2.5.2 Quantitative und qualitative Randspaltevaluation

Zur Evaluation der Randqualität zwischen Füllungsmaterial und Dentin wurden die Kavitätenränder bei einer 200-500fachen Vergrößerung im Rasterelektronenmikroskop (*DSM 940, Zeiss*) bei einem Arbeitsabstand von 15 mm und einer Beschleunigungsspannung von 10 kV überprüft. Die Bilder des Rasterelektronenmikroskops wurden bei 200-facher Vergrößerung digitalisiert und die Randlängen unter Berücksichtigung der Randqualitäten mit Hilfe des Computerprogrammes *Quantigap* (STEFAN KÜPPERS) vermessen.

Zur Untersuchung der Randschlußqualität wurden folgende Parameter festgelegt:

- Perfekter Rand
- Haarriß (Ablösung zwischen Füllungsmaterial und Dentin $< 1\mu\text{m}$)
- Randspalt (Ablösung zwischen Füllungsmaterial und Dentin $> 1\mu\text{m}$)

Für jedes Beurteilungskriterium wurde so der prozentuale Anteil an der Gesamtlänge des Randes berechnet.

2.6 Statistische Auswertung

Für jede Materialkombination wurden die arithmetischen Mittelwerte der Einzelprüfergebnisse, sowie der Standardabweichungen in Bezug auf Verbundfestigkeit und Randqualität ermittelt, und mit Hilfe verteilungsfreier Verfahren (MANN-WHITNEY U-

Tests mit BONFERRONI-Korrektur) auf signifikante Unterschiede hin statistisch analysiert (Signifikanzniveau von 5 %).

A priori wurden folgende Vergleiche ausgewählt:

Einfluss der Konditionierung		
Füllungsmaterial	DHV	Vergleich
Tetric	Syntac	ohne / H3P04
	SCA 1 Schicht	ohne / H3P04
	SCA 2 Schichten	ohne / H3P04
Compoglass	Syntac	ohne / H3P04
	SCA 1 Schicht	ohne / H3P04
	SCA 2 Schichten	ohne / H3P04
Hytac	OSB 1 Schicht	ohne / H3P04
	OSB 2 Schichten	ohne / H3P04
Photac	ohne	ohne / H3P04
	ohne	ohne / Ketac Kond.
	ohne	H3P04 / Ketac Kond.
	EBS	ohne / H3P04

Vergleich der Haftvermittler		
Füllungsmaterial	Konditionierung	Vergleich
Tetric	ohne	Syntac / SCA 1 Schicht
		Syntac / SCA 2 Schichten
		SCA 1 / 2 Schichten
	H3P04	Syntac / SCA 1 Schicht
		Syntac / SCA 2 Schichten
		SCA 1 / 2 Schichten
Compoglass	ohne	Syntac / SCA 1 Schicht
		Syntac / SCA 2 Schichten
		SCA 1 / 2 Schichten
	H3P04	Syntac / SCA 1 Schicht
		Syntac / SCA 2 Schichten
		SCA 1 / 2 Schichten
Hytac	ohne	OSB 1 / 2 Schichten
	H3P04	OSB 1 / 2 Schichten
Photac	ohne	ohne / EBS
	H3P04	ohne / EBS
	ohne	EBS / Ketac Konditioner
	H3P04 (bei EBS)	EBS / Ketac Konditioner

Vergleich der Füllungsmaterialien		
Haftvermittler	Konditionierung	Vergleich
Syntac	ohne	Tetric / Compoglass
	H3P04	Tetric / Compoglass
SCA 1 Schicht	ohne	Tetric / Compoglass
	H3P04	Tetric / Compoglass
SCA 2 Schichten	ohne	Tetric / Compoglass
	H3P04	Tetric / Compoglass
SCA / OSB 1 Schicht	ohne	Compoglass / Hytac
	H3P04	Compoglass / Hytac
SCA / OSB 2 Schichten	ohne	Compoglass / Hytac
	H3P04	Compoglass / Hytac
OSB 1 Schicht / ohne	ohne	Hytac / Photac
	H3P04	Hytac / Photac
OSB 2 Schicht / ohne	ohne	Hytac / Photac
	H3P04	Hytac / Photac
OSB 1 Schicht / Ketac Konditioner	ohne	Hytac / Photac
OSB 2 Schichten / Ketac Konditioner	ohne	Hytac / Photac
OSB 1 Schicht / EBS	ohne	Hytac / Photac

3 Ergebnisse

3.1 Verbundfestigkeit

Die Ergebnisse der Verbundfestigkeitsmessung sind in *Tabelle 3* wiedergegeben.

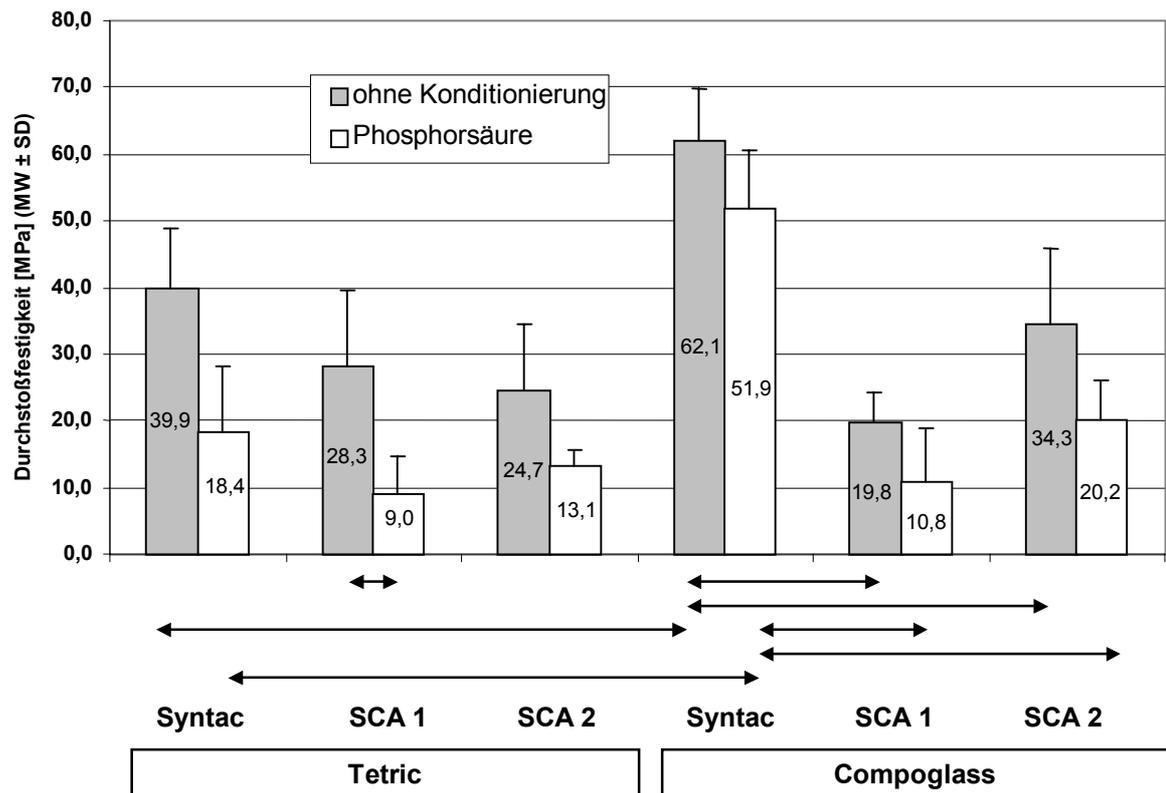
Tabelle 3:
Verbundfestigkeit im Durchstoßversuch

Dentinadhäsiv		Ohne Säurekonditionierung: Mittelwert (Standardabweichung) in MPa	Mit Säurekonditionierung: Mittelwert (Standardabweichung) in MPa
Syntac	Tetric	39,9 (9,0)	18,4 (9,7)
	Compoglass	62,1 (7,7)	51,9 (8,7)
SCA1	Tetric	28,3 (11,3)	9,0 (5,8)
	Compoglass	19,8 (4,5)	10,8 (8,0)
SCA2	Tetric	24,7 (9,8)	13,1 (2,5)
	Compoglass	34,3 (11,7)	20,2 (5,8)
OSB1	Hytac	25,4 (5,2)	17,9 (3,0)
OSB2	Hytac	26,9 (5,0)	22,4 (3,4)
	Photac-Fil	27,7 (5,5)	20,8 (3,2)
EBS	Photac-Fil	41,7 (5,0)	47,2 (4,4)
			Mit Ketac Conditioner Mittelwert (Standardabweichung) in MPa
	Photac-Fil		35,5 (4,0)

Einfluss der Konditionierung:

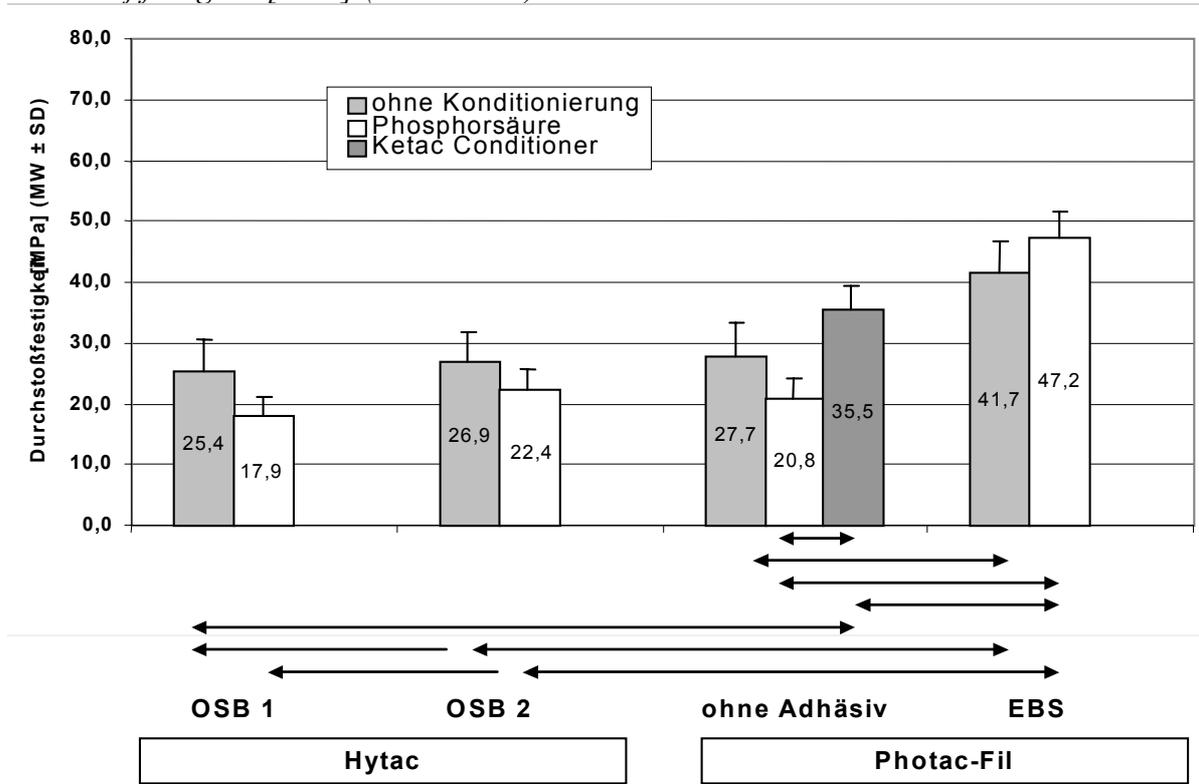
Die Grafiken 1-3 zeigen die Durchstoßfestigkeit in den unterschiedlichen Versuchsgruppen.

Graphik 1
Durchstoßfestigkeit [MPa] (MW +/- SD)



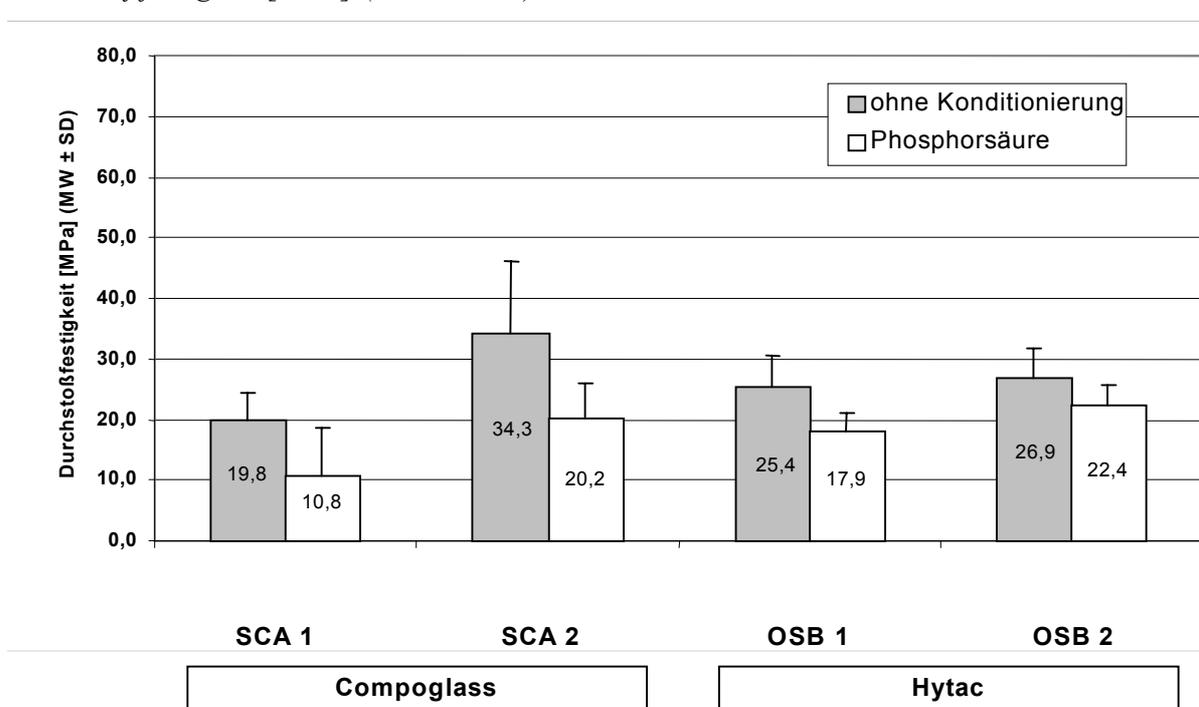
Graphik 2

Durchstoßfestigkeit [MPa] (MW +/- SD)



Graphik 3

Durchstoßfestigkeit [MPa] (MW +/- SD)



Die Konditionierung des Dentins mit Phosphorsäure führte bei allen selbstkonditionierenden Haftvermittlern (*Syntac*, *SCA* und *OSB*) zu einer Verringerung der Verbundfestigkeiten, die jedoch nur bei *SCA 1 Schicht* in Kombination mit dem Komposit *Tetric* signifikant war (*Graphik 1*). Eine geringe Steigerung der Haftwerte nach Phosphorsäurekonditionierung wurde nur bei *EBS* in Verbindung mit dem Hybridionomer *Photac-Fil* beobachtet (allerdings nicht statistisch signifikant). Ohne Haftvermittler erzielte *Photac-Fil* nach Konditionierung mit Polyacrylsäure signifikant höhere Haftwerte als nach Konditionierung mit Phosphorsäure. Die Werte für *Photac-Fil* ohne Konditionierung lagen zwischen diesen beiden Gruppen (*Graphik 2*).

Vergleich der Füllungsmaterialien:

Vergleicht man die Füllungsmaterialien *Tetric* und *Compoglass*, so zeigte bei Verwendung von *Syntac* mit und ohne Ätzung *Compoglass* höhere Verbundfestigkeiten als *Tetric*. Bei Verwendung von *SCA 1 Schicht* oder *SCA 2 Schichten* waren *Compoglass* und *Tetric* nicht signifikant verschieden. (*Graphik 2*).

Das Hybridionomer *Photac-Fil* erreichte mit dem Haftvermittler *EBS* sowohl mit, als auch ohne Konditionierung, signifikant höhere Haftwerte als das Kompomer *Hytac* mit seinem Haftvermittler *OSB* sowohl in einer Schicht, als auch in zwei Schichten aufgetragen (*Graphik 2*).

Die beiden Kompomermaterialien *Compoglass* und *Hytac* zeigten bezüglich der Haftung keine signifikanten Unterschiede (*Graphik 3*).

Vergleich der Haftvermittler:

Bei Verwendung des Komposites *Tetric* mit oder ohne Dentinkonditionierung führten die Dentinhaftvermittler *Syntac*, *SCA 1* und *SCA 2 Schichten* jeweils zu ähnlich hohen Verbundfestigkeitswerten. Demgegenüber wurde für das Kompomer *Compoglass* mit oder ohne Ätzung höhere Verbundfestigkeitswerte bei Verwendung des Dentinhaftvermittlers *Syntac* beobachtet, als bei Verwendung von *SCA* mit 1 oder 2 Schichten ($p < 0,05$). *SCA 2 Schichten* zeigte höhere Verbundfestigkeitswerte als *SCA 1 Schicht*; der Unterschied war jedoch nicht signifikant. Im Falle des Kompomers *Hytac* mit und ohne Ätzung erzielte der Haftvermittler *OSB* mit 1 Schicht und 2 Schichten vergleichbare Verbundfestigkeiten. Für das Hybridionomer *Photac-Fil* war ohne Verwendung eines Haftvermittlers die Verbundfestigkeit signifikant niedriger als bei Anwendung des Dentinhaftvermittlers *EBS*.

3.2 Randqualität im Rasterelektronenmikroskop

Die Ergebnisse der Randqualität sind in *Tabelle 4* wiedergegeben.

Tabelle 4:
Randqualität im REM

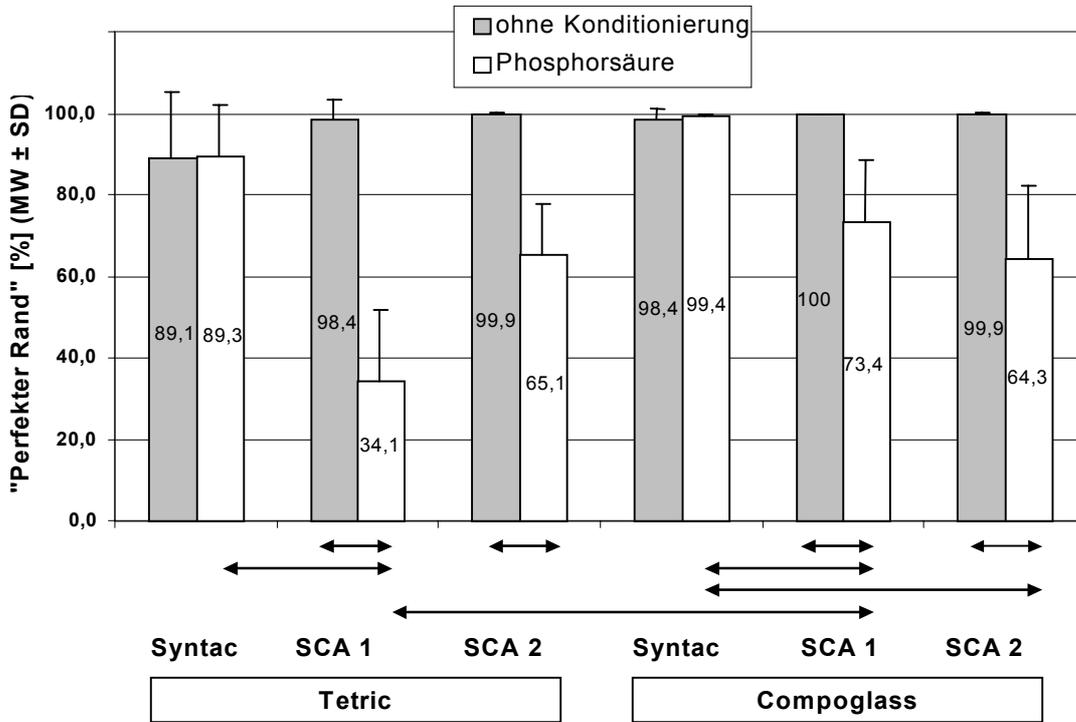
Dentin- haftmittel	Füllungs- material	ohne Säurekonditionierung			mit Säurekonditionierung		
		Prozentualer Anteil					
		Perfekter Rand	Haarriß	Spalt	Perfekter Rand	Haarriß	Spalt
Syntac	<i>Tetric</i>	89,1 (16,2)	5,9 (7,2)	5,0 (9,4)	89,3 (12,6)	8,3 (8,9)	2,4 (6,4)
	<i>Compoglass</i>	98,4 (2,7)	1,0 (2,3)	0,6 (1,8)	99,4 (0,6)	0,3 (0,5)	0,3 (0,6)
SCA1	<i>Tetric</i>	98,4 (4,8)	1,6 (4,8)	0,0 (0,0)	34,1 (17,7)	47,2 (20,7)	18,7 (16,7)
	<i>Compoglass</i>	100,0 (0,0)	0,0 (0,0)	0,0 (0,0)	73,4 (15,3)	26,2 (15,0)	0,4 (0,7)
SCA2	<i>Tetric</i>	99,9 (0,3)	0,1 (0,3)	0,0 (0,0)	65,1 (12,5)	30,2 (15,3)	4,7 (6,1)
	<i>Compoglass</i>	99,9 (0,3)	0,1 (0,3)	0,0 (0,0)	64,3 (17,9)	35,1 (18,4)	0,6 (1,3)
OSB1	<i>Hytac</i>	70,0 (9,7)	29,8 (9,6)	0,1 (0,4)	10,9 (8,9)	87,9 (9,2)	1,2 (2,2)
OSB2	<i>Hytac</i>	79,2 (4,0)	20,8 (4,0)	0,0 (0,0)	16,3 (9,3)	81,5 (9,6)	2,1 (2,8)
Ohne Adhäsiv	<i>Photac</i>	95,9 (5,4)	4,1 (5,4)	0,0 (0,0)	82,8 (10,6)	17,2 (10,6)	0,0 (0,0)
EBS	<i>Photac</i>	100,0 (0,0)	0,0 (0,0)	0,0 (0,0)	100,0 (0,0)	0,0 (0,0)	0,0 (0,0)
					<i>Ketac Conditioner</i>		
Ohne Adhäsiv	<i>Photac</i>				94,4 (7,2)	4,1 (5,3)	1,5 (2,7)

Einfluss der Konditionierung:

Die Grafiken 4-6 zeigen die Randqualität in den unterschiedlichen Versuchsgruppen.

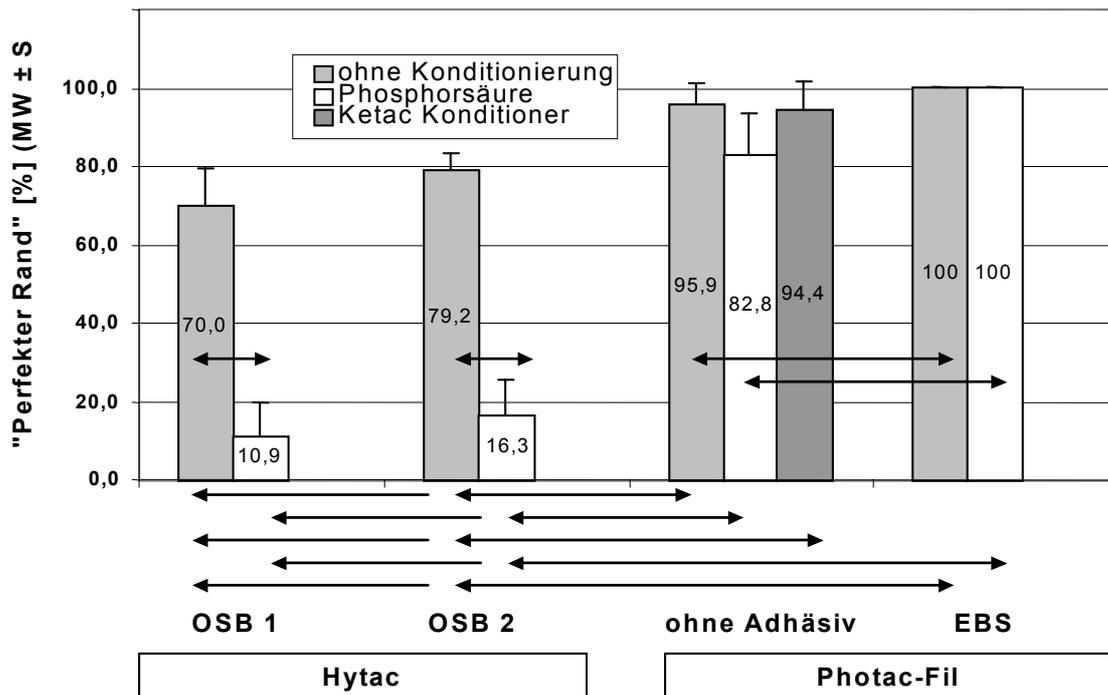
Graphik 4

Anteil „Perfekter Rand“ [%] (MW +/- SD)



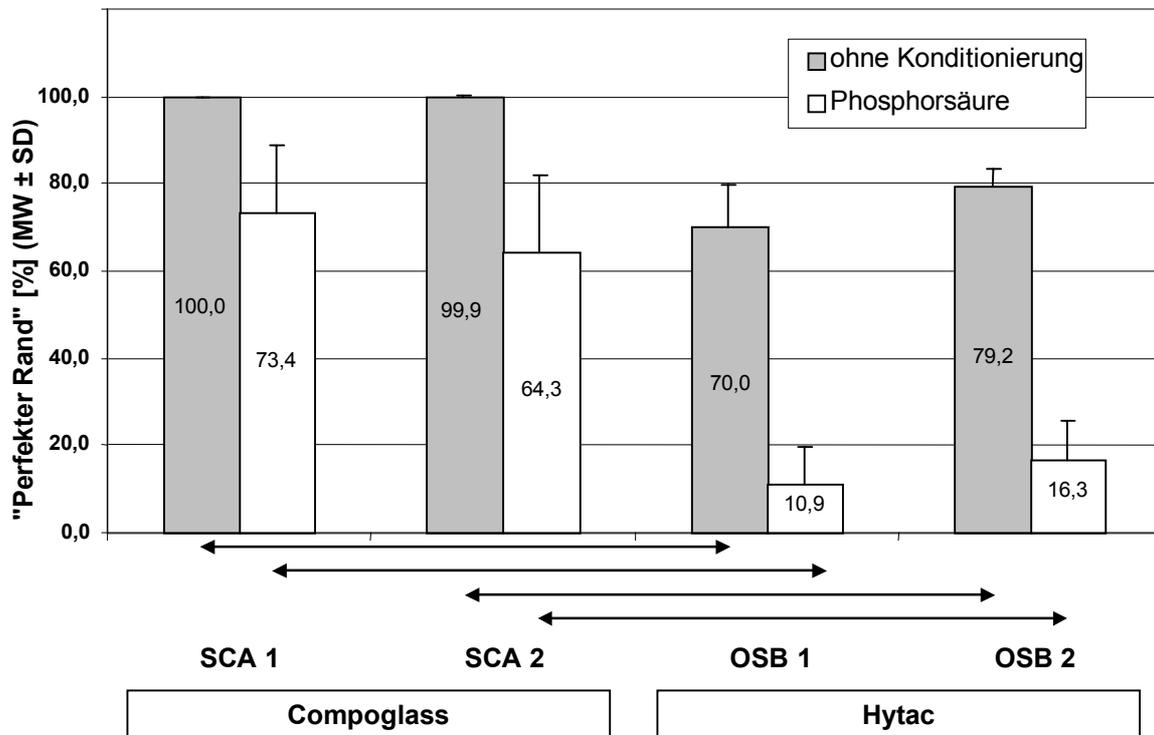
Graphik 5

Anteil „Perfekter Rand“ [%] (MW +/- SD)



Graphik 6

Anteil „Perfekter Rand“ [%] (MW +/- SD)



Bei *SCA* und *OSB* führte die Säurekonditionierung bei allen Füllungsmaterialien und Haftvermittlern zu einer deutlichen Verschlechterung der Randqualität (Graphik 4 u. 5). Demgegenüber war bei *Photac-Fil* ohne Adhäsiv die Randqualität nach Phosphorsäureätzung nur wenig schlechter, als ohne Ätzung, bzw. als nach Konditionierung mit *Ketac-Conditioner*.

Bei Verwendung des Dentinhaftvermittlers *EBS* war die Randqualität mit und ohne Ätzung identisch (Graphik 5).

Vergleich der Füllungsmaterialien:

Ohne Säurekonditionierung war die Randqualität unabhängig vom verwendeten Dentinhaftvermittler bei *Tetric* und *Compoglass* ähnlich gut. Lediglich nach Säureätzung war in Verbindung mit *SCA 1 Schicht* bei *Tetric* eine signifikant schlechtere Randqualität zu beobachten als bei *Compoglass*. Unabhängig von Konditionierung und Dentinhaftvermittler zeigte *Photac-Fil* eine bessere Randqualität als *Hytac*. Auch *Compoglass* erwies sich gegenüber *Hytac* bei einander entsprechenden Kombinationen (mit oder ohne Konditionierung, 1 oder 2 Schichten) als überlegen (Graphik 6).

Vergleich der Haftvermittler:

Ohne Ätzung führten bei Tetric und Compoglass die Haftvermittler Syntac, *SCA 1* und *2 Schichten* zu ähnlich guten Randqualitäten. Mit Ätzung des Dentins führte Syntac zu einer besseren Randqualität als *SCA 1* und *SCA 2 Schichten*; lediglich bei *Tetric* ist der Unterschied *Syntac – SCA* statistisch nicht signifikant (*Graphik 4*).

Bei Hytac ergeben sich mit einer oder zwei Schichten OSB, jeweils mit oder ohne Konditionierung, vergleichbare Randqualitäten. Im Falle von *Photac-Fil* ist ohne Adhäsiv die *Randqualität signifikant schlechter als bei Anwendung von EBS* (*Graphik 5*).

Bei der statistischen Beurteilung der Randqualität wurde auf eine Unterscheidung zwischen Haarriß und Spalt verzichtet, da die Prozentanteile mit dem Kriterium „Spalt“ bei nahezu allen Versuchsgruppen, bis auf *Tetric* mit *Syntac* ohne und mit Konditionierung und bei *Tetric* mit *SCA 1 Schicht* mit Konditionierung, vernachlässigbar waren.

4 Diskussion

4.1 Bewertung der Methoden

4.1.1 Messung der Verbundfestigkeit

Im Rahmen von In-vitro-Studien dienen Verbundfestigkeitsmessungen, in der Regel Trennverfahren wie Zug- und Scherversuche, als Maß für die Wirksamkeit von Dentinadhäsiven.

Bei Zugversuchen wird zur Krafteinleitung häufig eine Schraube oder ein Häkchen in die Probe einpolymerisiert. Diese führen zu veränderten Spannungsverteilungen und Kontraktionsbedingungen und können eine gleichmäßige Polymerisation der Probe beeinträchtigen. Ferner treten bei Krafteinleitung Spannungsmaxima im peripheren, Spannungsminima im zentralen Anteil der Verbundfläche auf, wobei sich mit abnehmender Höhe des Probenkörpers das Spannungsmaximum zum Zentrum hin verschiebt [VAN NOORT et al. 1989]. Eine exakt reproduzierbar zentrale Krafteinleitung und idealisierte Kraftwirkung ist daher bei Zugversuchen kaum zu erreichen.

Bei Scherversuchen erfolgt die Krafteinleitung im allgemeinen mittels eines Stempels, der zur Verminderung von Biegemomenten, die eine initiale Rißbildung begünstigen, möglichst nahe der Verbundfläche angreifen soll. Diese Biegemomente sind Folge von Zugspannungen auf der Seite der Krafteinleitung und Druckspannungen auf der gegenüberliegenden Seite. Sie vergrößern sich sowohl mit steigendem Abstand der Krafteinleitung von der Dentinfläche, als auch mit zunehmendem Elastizitätsmodul des Probenmaterials und können so das Versuchsergebnis negativ beeinflussen [VAN NOORT et al. 1989].

In der vorliegenden In-vitro-Untersuchung diente ein Ausstoßversuch [HALLER et al. 1991] zur Ermittlung der Haftfestigkeit, dessen Versuchsdesign eine im Vergleich zu konventionellen Zug- und Scherversuchen homogenere Spannungsverteilung im Bereich der Verbundfläche mit Minimierung von Biegemomenten und Kerbspannungen ermöglicht. Die Spannungsverteilung wird dabei vom Elastizitätsmodul des Komposits, von Probengeometrie und Durchmesser der Auflagebohrung bestimmt [SOLTESZ & BAUDENDISTEL 1990]. Vorteil dieses Verfahrens ist die kavitätenähnliche

Konfiguration der Ausstoßproben, die Kontraktionsspannungen, die bereits bei der Polymerisation zur initialen Randspaltbildung führen können, stärker berücksichtigt als herkömmliche Zug- und Scherversuche. Diese Kontraktionsspannungen im Bereich der Verbundfläche hängen im wesentlichen vom Konfigurationsfaktor (C-Faktor) ab, der das Verhältnis von gebundener zu freier Kompositfläche einer Restauration beschreibt [FEILZER et al. 1987]. Bei einem Durchmesser von 2,3 mm und einer Höhe von 2 mm des Kompositzylinders errechnet sich für die Proben des Ausstoßversuches ein C-Faktor von 1,74, der damit in der Größenordnung des C-Faktors der meisten Kompositfüllungen zwischen 1 und 2 [FEILZER et al. 1987] liegt. Konventionelle Scherversuche, die dem Komposit ein ungehindertes Aufschumpfen auf die plane Dentinfläche erlauben, besitzen einen deutlich geringeren C-Faktor, der bei identisch dimensionierten Scherproben nur einen Wert von ca. 0,22 erreichen würde. Die im Ausstoßversuch ermittelten höheren Verbundfestigkeiten - im Vergleich zu Werten aus alternativen Scher- und Zugversuchen - lassen sich mit einer homogenen Spannungsverteilung sowie geringer ausgeprägten Biegemomenten und Kerbspannungen während der Extrusion der Kompositzylinder erklären. Auch die Rauigkeit der Kavitätswände, die bei Scher- und Zugversuchen weniger Einfluß hat [MOWERY et al. 1987; MANABE & FINGER 1988], könnte gerade bei diesem Versuch für höhere Haftwerte verantwortlich sein. Ein Vergleich von Absolutwerten unterschiedlicher in-vitro-Untersuchungen ist deshalb sehr kritisch zu sehen, da die Versuchsbedingungen wenig standardisiert und mit zu vielen Variablen besetzt sind [VAN NOORT et al. 1989; RUEGGERBERG 1991; SÖDERHOLM 1991].

4.1.2 Evaluation der Randschlußqualität

Die Untersuchung der marginalen Integrität der Füllungen ist ein weiteres elementares Kriterium für die Bewertung des Verbundes zwischen Zahnhartsubstanz und Füllungsmaterial, da hohe Haftwerte nicht unmittelbar mit einer perfekten Randadaptation assoziiert sind [HALLER et al. 1992b]. Zu den gebräuchlichsten Verfahren zur Randspaltuntersuchung zählt die Penetrationsmessung von Farbstoffen, seltener von Ionen, radioaktiven Isotopen und Bakterien [TAYLOR & LYNCH 1992; 1993]. Während diese Methoden eine Zerstörung der Proben erfordern und eine Bestimmung der Verbundfestigkeit unmöglich machen, bietet der Ausstoßversuch in Verbindung mit der

non-destruktiven Replikatechnik die Möglichkeit, an einer Probe sowohl Randschluß, als auch Haftung zu überprüfen [HALLER et al. 1992b]. In der vorliegenden Studie wurde zur Beurteilung der Randqualität die Randspaltlänge in Relation zur Gesamtlänge des Füllungsrandes unter dem Rasterelektronenmikroskop beurteilt [SEICHTER 1986; BLUNCK 1987; HALLER et al. 1987; BLUNCK & ROULET 1989; KREJCI & LUTZ 1991]. Andere Autoren bevorzugen als Maß für die Randschlußqualität die maximale [HANSEN 1986] oder mittlere Randspaltbreite [TORSTENSEN & ODEN 1989], wobei die klinische Relevanz der maximalen Breite oder der Länge der Spaltbildung noch ungeklärt ist, da für die Entstehung von Sekundärkaries und Randverfärbungen möglicherweise unterschiedliche Grenzwerte bestehen. Das Verhältnis von Randspaltlänge zur Gesamtlänge des Füllungsrandes erscheint deshalb aussagekräftiger für die Beurteilung des Füllungsmaterial-Dentin-Verbundes. Auch erlaubt die Bestimmung der Spaltlänge eher Voraussagen über die Beständigkeit des Verbundes als die Messung der Spaltbreite, da sich der Verlust der marginalen Integrität über längere Strecken stärker auswirken dürfte als eine lokale Verbreiterung des Spaltes.

Eine wechselseitige Beeinflussung von Haftfestigkeitsmessung und quantitativer Randanalyse konnte mit der in diesem Versuch angewendeten Replikatechnik ausgeschlossen werden .

4.1.3 Künstliche Alterung

Wasserlagerung und Temperaturwechselbelastungen (Thermocycling) haben sich als Standardverfahren zur Überprüfung von Alterungseinflüssen auf den Füllungsmaterial-Dentin-Verbund etabliert und simulieren im Mundmilieu üblicherweise entstehende thermische Belastungen, so daß Aussagen über die Beständigkeit von Füllungen möglich werden.

Während der Lagerung der Proben in physiologischer Kochsalzlösung über zweimal je 15 Tage kommt es zu einer Aufnahme von Wasser und damit zu einer Quellung des Füllungsmaterials. Je nach Ausmaß der Quellung kann diese einerseits die Polymerisationskontraktion teilweise oder ganz kompensieren, andererseits möglicherweise sogar einen Druck auf die umgebenden Kavitätswände ausüben [FEILZER et al. 1990; JANDA 1990]. Es kann prinzipiell nicht ausgeschlossen werden,

daß daraus angesichts der Kavitätengeometrie eine künstliche, mechanisch bedingte Erhöhung der Meßwerte ohne eigentliche Steigerung der Verbundfestigkeit resultiert [MOMOI & McCABE 1994]. Ist die belassene Schmierschicht oder das demineralisierte Kollagenfasergeflecht unvollständig mit Monomer infiltriert, führt das Eindringen von Wasser in die Verbundschicht zum Abbau des freigelegten Kollagens [KIYOMURA 1987]. Zusätzlich begünstigt der mit dem Wasser transportierte Sauerstoff oxidative Depolymerisationsprozesse im Kunststoff, wobei die oxidative Wirkung des Sauerstoffs und dessen Diffusionsrate mit steigender Temperatur erheblich zunehmen [JANDA 1990; SÖDERHOLM 1991].

Bedingt durch die unterschiedlichen thermischen Expansionskoeffizienten von Dentin und Komposit erzeugt die Temperaturwechselbelastung ungleiche Volumenänderungen und dadurch zusätzlich mechanische Ermüdungserscheinungen an der Verbundgrenze. Komposit dehnt sich bei Erwärmung in höherem Maße aus als Dentin; bei Abkühlung kontrahiert sich der Kunststoff ca. 3 – 8,5mal stärker als die Zahnhartsubstanz [LAMBRECHTS et al. 1988; JANDA 1988]. Zusätzlich zu dieser mechanischen Beanspruchung des Füllungsrandes kann bei Abkühlung in Spaltbereichen ein Unterdruck entstehen, der einen Wassereintritt in diese Spalten fördert [JANDA 1990]. Die für diesen Versuch gewählten Tauchbadtemperaturen von 5°C und 55°C entsprechen einer in vivo tolerierbarer Größenordnung und liegen im Bereich von den allgemein für derartige Untersuchungen gewählten Parametern von 4 - 7°C beziehungsweise 50 - 60°C [NEWMAN et al. 1987; OILO & OLSSON 1990; WENDT et al. 1992]. Die Anzahl der Temperaturwechsel liegt je nach Autor zwischen 250 und 5000 [OILO & OLSSON 1990; WENDT et al. 1992], die Haltezeit in den Temperaturbädern zwischen 15 Sekunden und drei Minuten [STANINEC et al. 1986; WENDT et al. 1992].

4.2 Beurteilung der verwendeten Dentinhartvermittler

Im Rahmen dieser Untersuchung wurden zwei schmierschicht-auflösende Adhäsivsysteme (*Syntac* und *SCA*) in Kombination mit einem Komposit (*Tetric*) und einem Kompomer (*Compoglass*), ein schmierschicht-auflösendes Adhäsivsystem (*OSB*) in Kombination mit einem Kompomer (*Hytac*) und ein schmierschicht-entfernendes (*EBS*) Adhäsivsystem in Kombination mit einem kunststoffmodifizierten Glasionomierzement (*Photac-Fil*) getestet.

Für das Hybridionomer *Photac-Fil* wurden zusätzlich Proben ohne Anwendung eines Adhäsivs sowie Proben mit Anwendung eines Konditionierers, für die Ein-Flaschen-Adhäsive *OSB* und *SCA* wurden zusätzlich Proben mit nur einer Schicht Adhäsiv hergestellt. Alle Testreihen beinhalteten jeweils nur herstellerspezifische Materialien.

Syntac

Das Adhäsivsystem *Syntac* besteht aus einem selbstkonditionierenden Primer, einem Adhäsiv und einem konventionellem Bonding, welche sukzessiv auf die Kavitätenoberfläche aufgetragen werden. Der Primer enthält in einem Lösungsmittelgemisch aus Aceton und Wasser neben TEGDMA, einem nicht-funktionellen Monomer, noch 4 % Maleinsäure, die eine Eröffnung der Tubuli und die Auflösung der Schmierschicht bewirkt. Dabei wird das intertubuläre Dentin bis zu einer Tiefe von 1 µm demineralisiert; die Demineralisation des stärker mineralisierten peritubulären Dentins fällt schwächer aus [VAN MEERBEEK et al. 1992]. Das *Syntac*-Adhäsiv besteht aus hydrophilem Polyethylen-glycol-dimethacrylat und Glutaraldehyd in Wasser gelöst. Glutaraldehyd dient der Kollagenfixierung und –quervernetzung [ELIADES et al. 1985; KUBO et al. 1991], Poly-EGDMA soll die Verbindung vom hydrophilen Dentin zum hydrophoben Heliobond, bestehend aus Bis-GMA und TEGDMA, ermöglichen [RETIEF et al. 1993].

SCA

Der Einkomponentenhaftvermittler *SCA* enthält in Wasser gelöst HEMA als penetrationsfähigen Monomer, Maleinsäure als Konditionierer und MMPAA (Methacrylatmodifizierte Polyacrylsäure) zur Verstärkung der Kunststoffschicht. Zusätzlich sind noch Initiatoren, Stabilisatoren und Fluoridverbindungen enthalten.

OSB

Hytac-OSB ist, ähnlich wie *SCA*, ein selbstkonditionierender Einkomponentenhaftvermittler. Er enthält neben Initiatoren, Stabilisatoren und Amin Bis-GMA, HEMA und saure Methacrylate in Aceton gelöst. Das säurefunktionelle Methacrylat soll bei *OSB* die Aufgabe eines Dentinkonditionierers übernehmen. Die partiell oder total in Lösung gebrachte Smear-Layer kann deshalb nach Trocknen des Lösungsmittels auf der Dentinoberfläche repräzipitieren.

EBS

Der hydrophile Primer des *EBS*-Adhäsivsystems besteht aus HEMA, Methacryl-Magnesium-Philat und Stabilisatoren in wäßriger Lösung. Während HEMA die Benetzbarkeit fördert, soll Herstellerangaben zufolge (*ESPE*) das amphiphile Methacryl-Magnesium-Philat die Überbrückung des hydrophilen Dentins zum hydrophoben Adhäsiv bewerkstelligen. Das Fehlen von konditionierenden Komponenten setzt eine vorherige Dentinkonditionierung (nach Herstellerangaben mit Phosphorsäure) voraus.

4.2.1 Vorbehandlung der Dentinoberfläche

Alle Probenserien wurden, mit Ausnahme der Kombination *Photac-Fil/Ketac-Conditioner*, jeweils ohne und mit Konditionierung der Dentinoberfläche für 10 Sekunden mit dem vom jeweiligen Hersteller empfohlenen Phosphorsäureätzgel untersucht. Auch die Konditionierung mit der Polyacrylsäurelösung *Ketac-Conditioner* erfolgte gemäß Herstellerempfehlung für 10 Sekunden.

Nach Reinigung der Kavität mit Wasser bzw. nach Absprayen der Säure wurde bei allen Proben eine behutsame Trocknung der Kavität mit wasser- und ölfreier Druckluft durchgeführt, so daß die Dentinoberfläche eine geringe Restfeuchtigkeit zurückbehält, jedoch ohne Flüssigkeitsüberschüsse an der Oberfläche aufzuweisen. Diese Verfahrensweise entspricht weitestgehend der Technik des „Wet-Bonding“ oder „Moist-Bonding“, welche 1992 erstmals beschrieben wurde [KANCA 1992; GWINNETT 1992], und folgt auch den Herstellerangaben, denen zufolge eine Austrocknung des Dentins zu vermeiden ist. Nach Konditionierung hält die Restfeuchtigkeit die interfibrillären Hohlräume des freigelegten Kollagenetzwerkes offen und verhindert ein Kollabieren der Fasern, so daß eine ausreichende Penetration der applizierten Primer- und Adhäsivkomponenten stattfinden kann [PASHLEY et al. 1994]. Voraussetzung dafür ist, daß das Wasser durch ein geeignetes Lösungsmittel, wie etwa Aceton, verdrängt wird. So zeigen Aceton-haltige Haftvermittler auf feuchtem Dentin bessere Haftung und Randadaptation als auf getrocknetem Dentin [GWINNETT 1992; KANCA 1992; HALLER & FRITZENSCHAFT 1999]. Wird das Dentin nach Konditionierung zu stark getrocknet, kollabieren oder verkleben die Kollagenfasern und verhindern durch Verschluß der interfibrillären Hohlräume eine ausreichende Monomerpenetration und

damit die Ausbildung einer Hybridschicht [NAKABAYASHI et al. 1992; VAN MEERBEEK et al. 1992; HALLER & FRITZENSCHAFT 1999]. Werden in diesem Fall Primer verwendet, die Wasser als Lösungsmittel enthalten, kann durch ein Wiederbefeuchten der Dentinoberfläche („Rewetting“) eine teilweise Reexpansion des Kollagenfasergeflechtes mit Öffnung der interfibrillären Poren stattfinden [GWINNETT 1994b; HALLER & FRITZENSCHAFT 1999]. Deshalb bilden wasserhaltige Adhäsivsysteme sowohl bei Dry-Bonding, als auch bei Moist-Bonding identische Hybridschichten [VAN MEERBEEK et al. 1998].

Bei Verwendung von Adhäsivsystemen mit selektiver Schmelzätzung und selbstkonditionierenden Primern kann das Moist-Bonding allerdings zu einer Verschlechterung der Haftung führen. Dabei kommt es zu einer Verdünnung der Monomere und zur Konkurrenz von Wasser und HEMA um die interfibrillären Hohlräume [HALLER & FRITZENSCHAFT 1999]. Dieses sogenannte „Overwet-Phänomen“ kann eine unvollständige Infiltration des Kollagenfasergeflechtes, Randundichtigkeiten und stark reduzierte Haftfestigkeiten nach sich ziehen [TAY et al. 1996a, b].

4.2.1.1 Belassen der Smear Layer

Die Voraussetzung für die Anwendung von Dentinhaftmitteln mit selbstkonditionierenden Primern wurde durch ausschließliche Reinigung der Kavität mit Wasserspray simuliert. Dies entspricht den Verarbeitungshinweisen der Adhäsivsysteme *Syntac*, *SCA* und *OSB*, entsprechend denen auf eine Dentinätzung verzichtet werden kann. Die in *Syntac* und *SCA* enthaltene Maleinsäure bewirkt eine partielle oder komplette Auflösung der Schmierschicht in Verbindung mit einer Demineralisation des intertubulären Dentins und einer etwa 1µm tiefen Freilegung von Kollagenfasern [HALLER et al. 1992; VAN MEERBEEK et al. 1992; AASEN et al. 1993], wodurch die Bildung von Hybridschicht und Kunststoffzotten ermöglicht wird [EICK et al. 1993; ERICKSON 1992; HALLER 1992a; SCHUEPBACH et al. 1994]. Die in *Hytac-OSB* enthaltenen säurefunktionellen Methacrylate sollen die gleiche Funktion übernehmen. Nach Verdunsten des Lösungsmittels kommt es bei diesen Primern zu einer Repräzipitation der Schmierschichtbestandteile und zur Ausbildung einer hydrophoben Schicht an der

Dentinoberfläche [HALLER 1992a; VAN MEERBEEK et al. 1992], die mit dem Komposit interagieren kann.

Für das Adhäsivsystem *EBS* wurde durch Belassen der Smear Layer ein inkorrektes „Total Etching“ simuliert. Dieser Dentinhaftvermittler ohne selbstkonditionierenden Primer kann sich bei belassener Schmierschicht kein freigelegtes penetrierbares Kollagenetz zur Ausbildung einer Hybridschicht zu Nutze machen. Ohne vorangegangene Konditionierung war bei diesen Proben eine Verminderung der Haftfestigkeit zu erwarten.

4.2.1.2 Konditionierung mit Säure

Die Säurekonditionierung wurde bei allen Materialkombinationen mit dem vom jeweiligen Hersteller empfohlenen Ätzel oder Konditionierer durchgeführt. Für die Adhäsivsysteme *Syntac* und *SCA* wurde das Dentin mit 37%-iger Phosphorsäure (*Email Preparator GS*), für die Adhäsivsysteme *OSB* und *EBS* mit 32%-iger Phosphorsäure (*Espe Ätzel MiniTip*) geätzt. Für die Proben des kunststoffmodifizierten Glasionomer-Füllungsmaterials *Photac-Fil* ohne Haftvermittler wurde das Dentin mit 32%-iger Phosphorsäure (*Espe Ätzel MiniTip*) beziehungsweise mit Polyacrylsäurelösung (*Ketac Conditioner*) vorbehandelt.

Die Entfernung der Schmierschicht und Demineralisation der oberflächlichen Dentinschichten durch Phosphorsäure erzeugt eine retentive Ätzung sowohl des intertubulären, als auch peritubulären Dentins mit Freilegung eines dichten Geflechts von Kollagenfasern mit interfibrillären Hohlräumen. Dies ermöglicht eine Penetration von Monomeren mit Bildung einer mit Kunststoff durchsetzten Dentinschicht der sogenannten Hybridschicht [EICK et al. 1993; MARSHALL 1993; MARSHALL et al. 1993; PASHLEY et al. 1994]. Durch Erhaltung einer Dentinrestfeuchtigkeit wird ein Kollabieren der instabilen Kollagenfasern weitestgehend verhindert und die Monomerinfiltration verbessert [GWINNETT 1994c; PASHLEY et al. 1994]. Zu starke Trocknung des Dentins nach Konditionierung zieht ein Kollabieren und Verklumpen der Kollagenfasern nach sich mit der Folge, daß durch den Verschluß der interfibrillären Hohlräume eine ausreichende Monomerpenetration und damit die Ausbildung einer Hybridschicht verhindert wird [NAKABAYASHI et al. 1992; VAN MEERBEEK et al. 1992].

Die Konditionierung des Dentins mit Polyacrylsäurelösung bewirkt eine Entfernung der Schmierschicht und eine Glättung der Dentinoberfläche. Dabei werden die Dentintubuli zum Teil eröffnet und das peritubuläre Dentin trichterförmig abgetragen [WILSON & McLEAN 1988, HALLER & KLAIBER 1988]. Das intertubuläre Dentin wird geringgradig demineralisiert und kann von der Polyacrylsäure infiltriert werden, die so gewissermaßen als „self-etching primer“ wirkt [KIELBASSA et al. 1997]. Obwohl Glasionomere auch an unbehandeltem Dentin haften, verbessert eine Vorbehandlung mit dem Konditionierer die Haftung signifikant [POWIS et al. 1982; LONG et al. 1986]. Auch bei kunststoffmodifizierten Glasionomeren verbessert eine Vorbehandlung mit Polyacrylsäure den Verbund zum Dentin [CHARLTON & HAVEMAN 1994; BUCHALLA et al. 1996]. Dauer der Konditionierung und Konzentration der Polyacrylsäurelösung scheinen in Bereichen von 10 bis 30 Sekunden beziehungsweise 10 % bis 25 % eine untergeordnete Rolle zu spielen [PEUTZFELDT & ASMUSSEN 1990]. Aufgrund der dekalzifizierenden Wirkung der Polyacrylsäure empfiehlt MOUNT [1984] nur eine kurze Applikationszeit von zehn Sekunden, da auf einer völlig dekalzifiziertem Dentinoberfläche keine Adhäsion von Glasionomeren stattfindet [BEECH 1973].

4.2.2 Verbundfestigkeit und Randadaptation

Die Untersuchung der Verbundfestigkeit erfolgte in dieser Studie für alle Materialgruppen nach 30 Tagen Lagerung in physiologischer Kochsalzlösung und Temperaturwechselbelastung nach 15 Tagen. Für jede Probe wurde vor der Materialprüfung ein Epoxy-Kunstharzmodell angefertigt und im Rasterelektronenmikroskop bei einer 200-fachen Vergrößerung nach den Kriterien „perfekter Rand“, „Haarriß“ und „Randspalt“ untersucht.

Die in verschiedenen In-vitro-Untersuchungen ermittelten Werte für Verbundfestigkeiten und Randadaptation von Dentinadhäsiven und Füllungsmaterialien zeigen aufgrund der Vielzahl an Parametern und unzureichender Standardisierbarkeit große Streuungen. Ein direkter Vergleich von Versuchsdaten muß deshalb kritisch und nur in seiner Tendenz gesehen werden [VAN NOORT et al. 1989; RUEGGERBERG 1991; SÖDERHOLM 1991].

Die Adhäsiv/Komposit-Kombination *Syntac/Tetric* erreichte im Durchstoßversuch ohne Konditionierung höhere Haftwerte (39,9 MPa) als mit Konditionierung (18,4 MPa), jedoch ohne statistische Signifikanz. Die Randqualität war mit 89,1 % beziehungsweise 89,3 % perfekter Rand bei beiden Versuchsgruppen annähernd identisch.

Die etwas geringere Haftung nach Konditionierung könnte dabei auf eine mit zunehmenden Demineralisierungstiefen stets unvollständiger ablaufende Penetration des Primers in das freigelegte Kollagenetz zurückzuführen sein [SANO et al. 1994]. Diese Schicht unzureichender Monomerpenetration kann hydrolytischen Degradationsprozessen unterliegen und somit Ursache für eine Schwächung des Verbundes sein [KIYOMURA 1987].

Bei gleichen Versuchsparametern ermittelte MERGNER [1997] 48,3 MPa mit und 42,5 MPa ohne Konditionierung des Dentins. FRANKENBERGER et al. [1996] ermittelten mit einer entsprechenden Versuchsanordnung nach 90-tägiger Lagerung 29,1 MPa ohne Dentinätzung, HALLER et al. [1993] nach 30-tägiger Lagerung und 1440 Temperaturwechselbädern 75,8 MPa.

Syntac/Compoglass erzielte ebenfalls ohne Konditionierung höhere Haftwerte (62,1 MPa) als mit Konditionierung (51,9 MPa). Beide Werte unterschieden sich dabei allerdings nicht statistisch signifikant voneinander. Die Randqualität war mit einem Anteil von 98,4 % spaltfreier Rand ohne Konditionierung im Vergleich zu 99,4 % mit Konditionierung nahezu gleich. Die gegenüber den Werten von *Syntac/Tetric* erhöhten Haftwerte und besseren Randqualitäten könnten in der Quellung des Kompomermaterials in den beim Ausstoßversuch verwendeten zylindrischen Dentinkavitäten begründet sein. FRANKENBERGER et al. [1996] konnten zeigen, daß ein Feinpartikelhybridkomposit im Durchstoßversuch initial und nach Wasserlagerung mit Temperaturwechselbelastung ähnliche Haftwerte aufwies, während ein Kompomermaterial bei gleichem Adhäsiv eine Zunahme der Haftung erkennen ließ.

Das Einkomponentenadhäsiv *SCA* erreichte, in nur einer Schicht aufgetragen, mit dem Komposit *Tetric* ohne Konditionierung signifikant höhere Haftwerte (28,3 MPa) als mit Konditionierung (9,0 MPa). Auch mit zweischichtigem Auftrag von *SCA* (entsprechend den Herstellerangaben) war die Haftung ohne Konditionierung etwas höher (24,7 MPa) als

mit Konditionierung (13,1 MPa). Der Unterschied zwischen beiden Werten war hingegen nicht mehr signifikant. Die Konditionierung des Dentins führte sowohl bei einer, als auch bei zwei Schichten *SCA* zu einem signifikanten Abfall der Randqualität (von 98,4 % auf 34,1 % bzw. 99,9 % auf 65,1 % Anteil „perfekter Rand“). HALLER und FRITZENSCHAFT [1999] ermittelten für *Syntac Single Component* (entspricht *SCA*) mit *Tetric* im Durchstoßversuch nach Phosphorsäurekonditionierung 13,9 MPa und 86,2 % spaltfreier Rand.

Auch bei der Materialkombination *SCA* mit dem Kompomer *Compoglass* wurden Haftung und Randschluß durch Konditionierung mit Phosphorsäure negativ beeinflusst. Bei *SCA/1*-Schicht fielen die Haftwerte von 19,8 MPa ohne auf 10,8 MPa mit Ätzung, bei *SCA/2*-Schichten von 34,3 MPa auf 20,2 MPa, in beiden Fällen jedoch ohne statistische Signifikanz. Der Anteil an spaltfreiem Rand reduzierte sich signifikant bei *SCA/1*-Schicht von 100 % ohne auf 73,4 % mit Konditionierung, bei *SCA/2*-Schichten von 99,9 % auf 64,3 %.

HALLER und JACOB [1998] ermittelten im Durchstoßversuch für *SCA/Compoglass*, gemäß den Herstellerangaben ohne Konditionierung in zwei Schichten aufgetragen, eine initiale Verbundfestigkeit von 29,5 MPa und 31,4 MPa nach sechsmonatiger Wasserlagerung und 7200 Temperaturwechselzyklen. Die Proben zeigten dabei initial und nach Alterung keine Imperfektionen hinsichtlich der Randadaptation. Im Scherversuch erreichte *SCA/Compoglass* Haftwerte von 13,7 MPa [PEUTZFELD 1996].

HALLER und MOLL [1997] konnten mit Hilfe eines Scherversuches zeigen, daß durch Schmelzkonditionierung die Haftung von *SCA/Compoglass* am Zahnschmelz signifikant gesteigert werden konnte. Somit lässt sich schlussfolgern, daß in übersichtlichen Kavitäten nur selektiv der Schmelz geätzt werden sollte, um eine Beeinträchtigung der Dentinhaftung zu vermeiden.

Die Anwendung in ein und in zwei Schichten hatte bei dem selbstkonditionierenden Einkomponentenhaftvermittler *OSB* mit dem Kompomer *Hytac* sowohl bezüglich der Haftwerte, als auch der Randqualität nur geringe Unterschiede zur Folge. *OSB* erreichte, in einer Schicht aufgetragen, eine Haftung von 25,4 MPa ohne und 17,9 MPa mit Konditionierung. In zwei Schichten aufgetragen, fielen die Werte mit 26,9 MPa

beziehungsweise 22,4 MPa etwas höher aus. Einen deutlichen und signifikanten Einfluß hatte die Phosphorsäurekonditionierung auf die Randadaptation. Der Anteil an spaltfreiem Rand sank von 70,0 % (1 Schicht *OSB*) respektive 79,2 % (2 Schichten *OSB*) ohne, auf 10,9 % und 16,3 % mit Konditionierung. Ursache für diese drastisch verminderte Randqualität kann ein unvollständig von Kunststoff umhülltes Kollagenfasergeflecht sein. *OSB* enthält als Lösungsmittel Aceton, das bei konditionierter Dentinoberfläche das durch Trocknung möglicherweise kollabierte Kollagenetzwerk nicht wieder aufrichten kann, und somit eine vollständige Penetration von Monomeren verhindert wird. Die dadurch begünstigte hydrolytische Zersetzung des Kollagens kann verstärkt Randimperfectionen Vorschub leisten. Ohne vorherige Dentinätzung entspricht bei *OSB* die Front der Demineralisation auch der Front der Monomerpenetration, da die Säurefunktion dieses Haftvermittlers an die Methacrylate gekoppelt ist.

Das Füllungsmaterial *Photac-Fil* wurde aufgrund der wegen seines Glasionomergehalts vom Hersteller postulierten Eigenhaftung am Dentin sowohl ohne Haftvermittler, als auch nach Vorbehandlung der Dentinoberfläche mit dem Kompositadhäsivsystem *EBS* verarbeitet.

Ohne Haftvermittler erzielte *Photac-Fil* nach Konditionierung des Dentins mit Polyacrylsäure (*Ketac-Conditioner*) signifikant höhere Haftwerte (35,5 MPa) als nach Konditionierung mit Phosphorsäure (20,8 MPa). Die Werte für die Haftung von *Photac-Fil* ohne Dentinvorbehandlung lagen mit 27,7 MPa zwischen beiden Gruppen. Die Randqualität der Proben ohne, mit Polyacrylsäurekonditionierung und mit Phosphorsäurekonditionierung zeigten keine signifikanten Unterschiede (95,9 %, 94,4 % und 82,8 % „spaltfreier Rand“).

Da die Haftung von Glasionomeren auf ionischen und kovalenten Bindungen zwischen den Carboxylgruppen der Polyacrylsäure und organischen Schmelz- bzw. Dentinbestandteilen beruht, sind die niedrigen Haftwerte nach Phosphorsäurekonditionierung vermutlich auf die starke Demineralisation der Dentinoberfläche zurückzuführen. Eine Bindung an das Kollagen des Dentins ist umstritten. Untersuchungen von BEECH [1973] zeigen, daß Glasionomere keine Adhäsion auf dekalzifiziertem Dentin erkennen lassen. Im Scherversuch zeigte *Photac-Fil* mit Polyacrylsäurekonditionierung eine Haftung von 4,97 MPa [SIDHU et al. 1999]. Auch

CHARLTON und HAVEMANN [1994] ermittelten für andere kunststoffmodifizierte Glasionomermaterialien eine durch Polyacrylsäurevorbehandlung verbesserte Haftung. Bessere Haftwerte und Randqualitäten wurden bei *Photac-Fil* unter Verwendung des *EBS*-Adhäsivsystems erzielt. Mit 47,2 MPa lag dabei die Ausstoßfestigkeit nach Phosphorsäurekonditionierung im Mittel geringfügig höher als bei der entsprechenden Serie ohne Dentinätzung (41,7 MPa). Der hydrophile *EBS*-Primer verfügt über keine selbstkonditionierenden Komponenten und kann vermutlich bei freigelegtem Kollagenfasernetz einen verbesserten Verbund erzeugen. Auch MERGNER [1997] ermittelte für das *EBS*-Adhäsivsystem (in Verbindung mit dem Komposit *Pertac Hybrid*) bessere Werte unter Verwendung der Total-Etch-Technik.

Bezüglich der Randadaptation zeigten die Proben sowohl ohne, als auch mit Phosphorsäurekonditionierung keine Imperfektionen, die Proben wurden deshalb ausnahmslos mit 100 % spaltfreiem Rand beurteilt.

Auch HINOURA et al. [1991] konnten für verschiedene kunststoffmodifizierte Glasionomermaterialien zeigen, daß eine Vorbehandlung mit einem HEMA-haltigen Konditionierer (*Scotchprep*) zu höheren Verbundfestigkeiten führt als keine Vorbehandlung oder eine Konditionierung mit Polyacrylsäure.

Die im Durchstoßversuch für *Photac-Fil* ermittelten Haftwerte müssen jedoch aufgrund der zylindrischen Kavitätengeometrie kritisch gesehen werden, da kunststoffmodifizierte Glasionomere nach einer initialen Polymerisationsschrumpfung diese durch Wasseraufnahme mehr als kompensieren und einer weitergehenden Expansion unterliegen [FEILZER et al. 1995; ATTIN et al. 1995; KANCHANAVASITA et al. 1997]. SCHNEIDER [1999] ermittelte mit der gleichen Versuchsanordnung für *EBS* mit dem Komposit *Pertac Hybrid* Randqualitäten von nur 83,0 % perfektem Randanteil mit und 54,6 % ohne Total-Etching.

Bei der rasterelektronenmikroskopischen Randspaltuntersuchung fiel zudem auf, daß die Füllungsoberfläche bei den Proben von *Photac-Fil* über das Niveau der Dentinoberfläche hervorragten und somit von einer Quellung und Expansion des Materials und einer damit verbundenen Keilwirkung ausgegangen werden muß.

4.3 **Schlußfolgerungen**

Die vorliegende Untersuchung zeigt, daß mit Polyacrylsäuremodifizierten Kompositen und kunststoffmodifizierten Glasionomeren ausreichende Verbundfestigkeiten zum Dentin erzeugt werden können. Bei allen selbstkonditionierenden Haftvermittlersystemen beeinträchtigt allerdings die Konditionierung der Dentinoberfläche mit Phosphorsäure die Haftung. Dies äußert sich sowohl in einer Reduktion der Haftwerte, als auch in einer Verschlechterung der Randadaptation (mit Ausnahme von *Syntac*). Die Anwendung eines Adhäsivsystems in Verbindung mit einem kunststoffmodifizierten Glasionomer verbessert sowohl Haftung, als auch Randqualität im Dentin.

5 Zusammenfassung

Qualität, Ästhetik und Langlebigkeit zahnfarbener Restaurationen mit Kompositen, polyacrylsäuremodifizierten Kompositen und kunststoffmodifizierten Glasionomer-materialien sind maßgeblich abhängig von deren Verbund zur Zahnhartsubstanz. Da Komposite selbst keine Haftung zu Schmelz und Dentin aufbauen können, muß über eine intermediäre Adhäsivschicht die Verbindung zur Kavitätenoberfläche hergestellt werden. Während der Verbund zum Schmelz durch die Schmelz-Ätz-Technik gesichert ist, weist die Verbindung zum Dentin immer noch Probleme auf. Aufgrund der Techniksensitivität und des hohen Zeitaufwandes bei früheren Mehr-Flaschen-Adhäsiven ist man heute bestrebt, durch Einkomponentenadhäsive und durch Kompositmischmaterialien, die eine gewisse Eigenhaftung zur Zahnschmelz etablieren sollen, die Verarbeitung zu erleichtern und die Füllungsqualität zu verbessern. Da gerade bei den heute üblichen mikroinvasiven Füllungstechniken eine reine Schmelzkonditionierung oft nicht möglich ist, müssen Adhäsive auch nach Dentinkonditionierung wirksam sein.

Gegenstand der vorliegenden Studie war, die Haftfestigkeiten und Randadaptation von verschiedenen Füllungsmaterialien zum Dentin zu ermitteln. Es wurden ein Komposit, zwei polyacrylsäuremodifizierte Komposite und ein kunststoffmodifiziertes Glasionomermaterial unter Berücksichtigung des Einflusses der Total-Etch-Technik untersucht. Die Verarbeitung der Dentinadhäsive beziehungsweise des Hybridionomers fand deshalb jeweils mit und ohne vorherige Säurekonditionierung des Dentins statt. Die Beeinflussung der Haftfestigkeit und Randqualität durch die Total-Etch-Technik konnte auf diese Weise sowohl für die Systeme mit selbstkonditionierendem Primer, wie *Syntac*, *Compoglass-SCA* und *Hytac OSB*, als auch für den Haftvermittler *EBS*, der, Herstellerangaben zufolge nach Total-Etching appliziert werden soll, analysiert werden.

Die Bestimmung der Verbundfestigkeit erfolgte mit Hilfe des Ausstoßversuches, die Randanalyse unter Verwendung der non-destruktiven Replikatechnik. Dazu wurden die zu testenden Materialien in zylindrische Dentinkavitäten eingebracht, ausgehärtet und die Oberfläche poliert. Nach künstlicher Alterung durch 30tägige Wasserlagerung und intermediärer Temperaturwechselbelastung wurden Abformungen der Füllungsflächen mit einem additionsvernetzenden Silikon angefertigt und mit Kunstharz ausgegossen. Unter dem Rasterelektronenmikroskop wurde die Randqualität

jedes Probenreplikas quantitativ nach den Kriterien „Perfekter Rand“, „Haarriß“ (Spalt < 1µm) und „Randspalt“ (Spalt > 1µm) analysiert. Die Proben selbst wurden bis zum Abriß des Füllung-Dentin-Verbundes belastet und die dafür nötige Kraft bestimmt. Aus Kraft und Kavitätenmantelfläche konnte die Haftfestigkeit in MPa berechnet werden.

Die Verbundfestigkeiten variierten zwischen 62,1 MPa (*Syntac/Compoglass* ohne Säurekonditionierung) und 9,0 MPa (*SCA/Tetric* mit Säurekonditionierung). Das Total-Etching bewirkte nur bei *EBS/Photac-Fil* eine Erhöhung der Verbundfestigkeit von 41,7 auf 47,2 MPa. Bei allen anderen getesteten Haftvermittlern führte eine Phosphorsäurekonditionierung zu einer meist nicht signifikanten Verringerung der Verbundfestigkeit. Die Haftung des Hybridionomers *Photac-Fil* ohne Adhäsiv wurde durch Phosphorsäurekonditionierung reduziert, durch Konditionierung mit Polyacrylsäure verbessert. Die bei den Einkomponentenadhäsiven *OSB* und *SCA* vom Hersteller postulierte Applikation in zwei Schichten hatte gegenüber der Applikation in nur einer Schicht keinen signifikanten Einfluß auf die Haftung.

Die Anteile an perfektem Rand lagen zwischen 100 % (*EBS/Photac-Fil* mit und ohne, *SCA* 1-Schicht ohne Säurekonditionierung) und 10,9 % (*OSB/Hytac* 1-Schicht mit Säurekonditionierung). Auch in Bezug auf die Randqualität führte die Dentinkonditionierung mit Phosphorsäure außer bei *Syntac* und *EBS* zu einer Verschlechterung der Randqualität. Die zweifache Applikation von *OSB* und *SCA* erzielte auch bezüglich der Randqualität keinen signifikanten Unterschied zur einmaligen Applikation.

Zusammenfassend läßt sich anhand der vorliegenden Ergebnisse festhalten, daß die untersuchten Dentinhaftmittel, gerade in verschiedenen Materialkombinationen, sehr unterschiedliche Haftstärken erreichen können. Die Wirkung der selbstkonditionierenden Einkomponentenhaftmittel wird nach Entfernung der Schmierschicht durch Total-Etching sowohl bezüglich der Verbundfestigkeit, als auch der Randqualität beeinträchtigt. Die vielversprechenden Resultate der Kompomere und des Hybridionomers im Hinblick auf Haftung und Randadaptation in zylindrischen Kavitäten sind aufgrund ihres Quellungsverhaltens und ungenügender mechanischer Eigenschaften kritisch zu sehen. Allerdings könnten diese Materialien bei Anwendung minimalinvasiver Präparationstechniken bei Klasse-I- und Klasse-II-Kavitäten eine interessante Alternative zu Kompositen werden.

6 Literaturverzeichnis

Aasen, S.M., Ario, P.D.: Bonding systems: A comparison of maleic and phosphoric acids. *J Dent Res* 72: 131 (Abstract No. 269) (1993)

Asmussen, E.: Clinical relevance of physical, chemical and bonding properties of composite resins. *Oper Dent* 10: 61 (1985)

Asmussen, E., Hansen, E.K., Peutzfeldt, A.: Influence of the solubility parameter of intermediary resin on the effectiveness of the Gluma bonding system. *J Dent Res* 70: 1290 (1991)

Asmussen, E., Munksgaard, E.C.: Bonding of restorative resins to dentine: status of dentin adhesives and impact on cavity design and filling techniques. *Int Dent J* 38: 97 (1988)

Attin, T., Buchalla, W., Kielbassa, A.M., Helwig, E.: Curing shrinkage and volumetric changes of resin-modified glass ionomer restorative materials. *Dent-Mater.* 11: 359 (1995)

Attin, T., Buchalla, W.: Werkstoffkundliche und klinische Bewertung von Kompomeren. *Dtsch Zahnärztl Z* 53: 766 (1998)

Attin, T., Vataschki, M., Hellwig, E.: Properties of resin-modified glass-ionomer restorative materials and two polyacid-modified resin composite materials. *Quintessence Int* 27: 203 (1996)

Bausch, J.R., De Lange, C., Davidson, C.L., Peters, A., De Gee, A.J.: The clinical significance of the polymerization shrinkage of composite resin restorative materials. *J Prosthet Dent* 48: 59 (1982)

Beech, D.R.: Improvement in the adhesion of polyacrylate cements to human dentine. *Br Dent J* 135: 442 (1973)

Bergenholtz, G.: Effects of bacterial products in inflammatory reactions in the dental pulp. *Scand J Dent Res* 85: 122 (1977)

Bergenholtz, G., Jontell, M., Tuttle, A., Knutsson, G.: Inhibition of serum albumin flux across exposed dentin following conditioning with Gluma primer, glutaraldehyde or potassium oxalates. *J Dent* 21: 220 (1993)

Bergenholtz, G., Reit, C.: Reactions of the dental pulp to microbial provocation of calcium hydroxide treated dentin. *Scand J Dent Res* 88: 187 (1980)

Blunck, U.: Der Einfluß von Dentinhaftvermittlern auf die marginale Adaptation von Komposit-Füllungen im Dentin in vitro. *Med Diss, Berlin* (1987)

Blunck, U.: Dentinhaftmittel und Kompomere. *Quintessenz* 47: 19 (1996)

- Blunck,U.: Hinweise zur praktischen Anwendung von Kompomeren und Kompositmaterialien in Kombination mit Dentinhaftmitteln. *Quintessenz* 47: 189 (1996)
- Blunck, U., Roulet, J.-F.: In vitro marginal quality of dentin-bonded composite resins in Class V cavities. *Quintessence Int* 20: 407 (1989)
- Bowen, R.L.: Adhesive bonding of various materials to tooth hard tissues - solubility of dentinal smear layer in dilute acid buffers. *Int J Dent Res* 28: 97 (1978)
- Bowen, R.L.: Bonding of restorative materials to dentine: the present status in the United States. *Int Dent J* 35: 155 (1985)
- Bowen, R.L., Nemoto, K., Rapson, J.E.: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues: forces developing during hardening. *J Am Dent Assoc* 106: 475 (1983)
- Boschian, L., Belluz, M., Gagliani, M., Kanemura, N., Yamada, T., Tagami, J.: Is hybrid layer important for dentin bonding? *J Dent Res* 76 (Special issue): 281 (Abstract No. 2138) (1997)
- Brännström, M.: The cause of postoperative sensitivity and its prevention. *J Endodon* 12: 475 (1986)
- Brännström, M., Aström, A.: The hydrodynamics of the dentine; its possible relationship to dentinal pain. *Int Dent J* 22: 219 (1972)
- Buchalla, W., Attin, T., Hellwig, E.: Influence of dentin conditioning on bond strength of light-cured ionomer restorative materials and polyacid-modified composite resins. *J Clin Dent*. 7: 81 (1996)
- Buchalla, W., Attin, T., Hellwig, E.: Einfluß der Schmelzätztechnik auf die Haftung von Kompomer-Füllungsmaterialien. *Dtsch Zahnärztl Z* 52: 463 (1997)
- Buonocore, M.G.: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 34: 849 (1955)
- Butler, W.T.: Dentin collagen: chemical structure and role in mineralization. In: Linde, A.: *Dentin and Dentinogenesis*, Vol. II. CRC Press, Boca Raton: 34 (1984)
- Causton, B.E., Sefton, J.: Some bonding characteristics of a HEMA/maleic acid adhesion promoter. *Br Dent J* 167: 308 (1989)
- Chapell, R.P., Cobb, C.M., Spencer, P., Eick, J.D.: Dentinal tubule anastomoses: a new factor in dentinal adhesive bonding. *J Dent Res* 73: 107 (Abstract No. 45) (1994)
- Charlton, D.G., Haveman, C.W.: Dentin surface treatment and bond strength of glass ionomers. *Am J Dent* 7: 47 (1994)

Cortes, O., Garcia-Godoy, F., Boj, J. R.: Bond strength of resin-reinforced glass ionomer cements after enamel etching. *Am J Dent* 6: 299 (1993)

Crim, G.A.: Assessment of microleakage of three dentinal bonding systems. *Quintessence Int* 21: 295 (1990)

Dickinson, G.L., Stevens, J.T., Overberger, J.E., McCutcheon, W.R.: Comparison of shear bond strengths of some third-generation dentin bonding agents. *Oper Dent* 16: 223 (1991)
Douglas, W.H.: Clinical status of dentine bonding agents. *J Dent* 17: 209 (1989)

Eick, J.D., Robinson, S.J., Byerley, T.J., Chappelow, C.C.: Adhesives and nonshrinking dental resins of the future. *Quintessence Int* 24: 632 (1993)

Eliades, G.C., Caputo, A.A., Vougiouklakis, G.J.: Composition, wetting properties and bond strength with dentin of six new dentin adhesives. *Dent Mater* 1: 170 (1985)

Emilson, C.G., Bergenholtz, G.: Antibacterial activity of dentinal bonding agents. *Quintessence Int* 24: 511 (1993)

Erickson, R.E.: Surface interactions of dentin adhesive materials. *Oper Dent* 5 (Suppl.): 81 (1992)

Feilzer, A.J., De Gee, A.J., Davidson, C.L.: Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 66: 1636 (1987)

Feilzer, A.J., De Gee, A.J., Davidson, C.L.: Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res* 69: 36 (1990)

Feilzer, A.J., Kakaboura, A.I., De Gee, A.J., Davidson, C.L.: The influence of water sorption on the development of setting shrinkage stress in traditional and resin-modified glass ionomer cements. *Dent Mater* 11: 186 (1995)

Felton, D., Bergenholtz, G., Cox, C.F.: Inhibition of bacterial growth under composite restorations following Gluma pretreatment. *J Dent Res* 68: 491 (1989)

Fotos, P.G., Diaz-Arnold, A.M., Williams, V.D.: The effect of microbial contamination and pH changes in storage solutions during in vitro assays of bonding agents. *Dent Mater* 6: 151 (1990)

Frankenberger, R., Krämer, N., Sindel, J.: Haftfestigkeit und Zuverlässigkeit der Verbindung Dentin-Komposit und Dentin-Kompomer. *Dtsch Zahnärztl Z* 51: 556 (1996)

Frankenberger, R., Sindel, J., Krämer, N.: Beeinflussen Dentinadhäsive und ihre Applikatoren die Schmelzhaftung? *Dtsch Zahnärztl Z* 52: 202 (1997)

Fröhlich, M., Schneider, H., Merte, K.: Oberflächeninteraktionen von Dentin und Adhäsiv. *Dtsch Zahnärztl Z* 51: 556 (1996)

- Fukushima, T., Horibe, T.: A scanning electron microscopic investigation of bonding of methacryloyloxyalkyl hydrogen maleate to etched dentin. *J Dent Res* 69: 46 (1990)
- Gaintantzopoulou, M.D., Willis, G.P., Kafrawy, A.H.: Pulp reactions to light-cured glass ionomer cements. *Am J Dent* 7: 39 (1994)
- Garberoglio, R., Brännström, M.: Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Archs Oral Biol* 21: 355 (1976)
- Geis-Gerstorfer, J., Setz, J., Lin, W., Weber, H.: Polymerization shrinkage and water sorption of light-cured composite resins. *J Dent Res* 70 (Special issue): 740 (Abstract No. 2) (1991)
- Gwinnett, A.J.: Moist versus dry dentin: Its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 5: 127 (1992)
- Gwinnett, A.J.: Altered tissue contribution to interfacial bond strength with acid conditioned dentin. *Am J Dent* 7: 243 (1994a)
- Gwinnett, A.J.: Dentin bond strength after air drying and rewetting. *Am J Dent* 7: 144 (1994b)
- Gwinnett, A.J.: The effects of air drying and rewetting on dentin bond strength. *J Am Dent Assoc* 7: 144 (1994c)
- Gwinnett, A.J., Tay, F.R., Pang, K.M., Wie, S.H.Y.: Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. *Am J Dent* 9: 140 (1996)
- Haller, B.: Aktueller Stand der Komposit-Dentinhaftung. *Zahnärztl Mitt* 82: 86 (1992a)
- Haller, B.: Untersuchungen zum Mechanismus und zur Wirksamkeit von Komposit-Dentinhaftmitteln. *Med Habil, Würzburg* (1992b)
- Haller, B.: Mechanismus und Wirksamkeit von Dentinhaftvermittlern. *Dtsch Zahnärztl Z* 49: 750 (1994)
- Haller, B., Albers, P., Seibold, K.: ESCA-Analysen der Dentinoberfläche nach Behandlung mit Cleansern und Primern. Vortrag Jahrestagung Arbeitsgemeinschaft für Grundlagenforschung in der DGZMK. Mainz, Januar 1991
- Haller, B., Fritzenschaft, A.: Dentinhaftung von Ein- und Mehrkomponenten-Haftvermittlern bei Dry und Moist Bonding in vitro. *Dtsch Zahnärztl Z* 54: 225 (1999)
- Haller, B., Hofmann, N., Klaiber, B., Bloching, U.: Effect of storage media on microleakage of five dentin bonding agents. *Dent Mater* 9: 191 (1993)

Haller, B., Jakob, M.O.: Beständigkeit der Dentinhaftung von Komposit und Kompomer - eine In-vitro-Studie über sechs Monate. *Acta Med Dent Helv* 3: 15 (1998)

Haller, B., Klaiber, B., Götze, W., Piatka, E.: Der Einfluß von Glasionomer-Zementen und Dentinadhäsiven auf die Randständigkeit zervikaler Kompositfüllungen. *Dtsch Zahnärztl Z* 42: 588 (1987)

Haller, B., Klaiber, B.: Mikromorphologie unfinierter und finierter Schmelz- und Dentinflächen nach unterschiedlicher Vorbehandlung. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 98: 1078 (1988)

Haller, B., Klaiber, B., Dürner, U., Hofmann, N.: Dentinpermeabilität nach Vorbehandlung mit Cleansern und Primern. *Dtsch Zahnärztl Z* 47: 171 (1992)

Haller, B., Moll, K., Hofmann, N., Klaiber, B.: Initiale Scherhaftfestigkeit von Glasionomer-Komposit-Hybridmaterialien an konditioniertem und unkonditioniertem Schmelz. *Dtsch Zahnärztl Z* 52: 680 (1997)

Haller, B., Thull, R., Klaiber, B., Teuber, M.: An extrusion test for determination of bond strength to dentin. *J Dent Res* 70 (Special issue): 525 (AbstractNo. 2070) (1991)

Hansen, E.K.: Effect of cavity depth and application technique on marginal adaptation of resins in dentin cavities. *J Dent Res* 65: 1319 (1986)

Hansen, S.E., Swift, E.J.: Microleakage with Gluma: effects of unfilled resin polymerization and storage time. *Am J Dent* 2: 266 (1989)

Harnirattisai, C., Inokoshi, S., Shimada, Y., Hosoda, H.: Interfacial morphology of an adhesive composite resin and etched caries-affected dentin. *Oper Dent* 17: 222 (1992)

Hasegawa, T., Manabe, A., Itoh, K., Wakumoto, S.: Investigation of self-etching dentin primers. *Dent Mater* 5: 408 (1989)

Hellwig, E., Klimek, J., Attin, T.: Einführung in die Zahnerhaltung. Urban & Schwarzenberg, München (1995)

Hinoura, K., Miyazaki, M., Onose, H.: Dentin Bond Strength of Light-cured Glass-ionomer Cements. *J Dent Res* 70: 1542 (1991)

Hinoura, K., Onose, H., Masutani, S., Matsuzaki, T., Moore, B.K.: Volumetric Change of Light Cured Glass Ionomer in Water. *J Dent Res* 72: 222 (Abstract No. 947) (1993)

Janda, R.: Kunststoffverbundsysteme. Grundlagen, Anwendung, Verarbeitung, Prüfung. VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim (1990)

Janda, R.: Die Konditionierung der Zahnhartsubstanzen mit Säuren und Komplexbildnern - Teil II: Das Dentin. *Phillip J* 5: 265 (1988)

- Johnson, G.H., Powell, L.V., Gordon, G.E.: Dentin bonding systems: a review of current products and techniques. *J Am Dent Assoc* 122: 34 (1991)
- Jones, J.C.G., Grieve, A.R., Harrington, E.: A machine for thermal cycling in the investigation of marginal leakage, its development and use. *Br Dent J* 146: 207 (1979)
- Jung, M.: Vergleichende Oberflächenbearbeitung lichthärtender Glasionomer-Füllungs-materialien. *Dtsch Zahnärztl Z* 50: 160 (1995)
- Kakaboura, A., Eliades, G., Palaghias, G.: Evaluation of the extent of the acid-base reaction in Dyract restorative material. 32nd Meeting of the IADR Continental European Division, Ljubljana, Slovenia (1995)
- Kanca III, J.: Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quintessence Int* 23: 39 (1992)
- Kanca III, J.: One step bond strength to enamel and dentin . *J Am Dent Assoc* 10: 5 (1997)
- Kanchanasita, W., Anstice, H.M., Pearson, G.J.: Water sorption characteristics of resin-modified glass-ionomer cements. *Biomaterials* 18: 343 (1997)
- Kidd, E.A.M.: Mikroleakage in relation to amalgam and composite restorations: a laboratory study. *Br Dent J* 141: 305 (1976)
- Kielbassa, A. M., Attin, T., Wrbas, K.-Th., Dornfeld, Th., Hellwig, E.: Untersuchungen zur zeitabhängigen Haftung moderner Füllungswerkstoffe auf perfundiertem Milchzahndentin. *Dtsch Zahnärztl Z* 52: 119 (1997)
- Kiyomura, M.: Bonding strength to bovine dentin with 4-META/MMA-TBB resin: long-term stability and influence of water. *J Jpn Dent Mater* 6: 860 (1987)
- Krejci, I., Lutz, F.: Marginal adaptation of Class V restorations using different restorative techniques. *J Dent* 19: 24 (1991)
- Kubo, S., Finger, W.J., Müller, M., Podszun, W.: Principles and mechanisms of bonding with dentin adhesive materials. *J Esthet Dent* 3: 62 (1991)
- Lang, H., Schwann, R., Nolden, R.: Das Verhalten von Klasse-V-Restaurationen unter Belastung. *Dtsch Zahnärztl Z* 51: 613 (1996)
- Li, J., Beetz von, M., Sundström, F.: Strength and setting behavior of resin-modified glass ionomer cements. *Acta Odontol Scand* 53: 311 (1995)
- Linde, A.: Dentin: structure, chemistry and formation. In: Thylstrup, A., IRL Press, Oxford 1987, pp. 17-26

- Loher, C., Kunzelmann, K.-H., Hickel, R.: Klinische Studie mit Hybridglasionomerzement-, Kompomer- und Kompositfüllungen in Klasse-V-Kavitäten. *Dtsch Zahnärztl Z* 52: 525 (1997)
- Long, T.E., Duke, E.S., Norling, B.K.: Polyacrylic acid cleaning of dentin and glass ionomer bond strength. *J Dent Res* 65 (Special issue): 345 (Abstract No. 1583) (1986)
- Lutz, F., Krejci, I., Imfeld, T., Elzer, A.: Hydrodynamisches Verhalten der Dentin-Tubulus-Flüssigkeit unter okklusaler Belastung. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 101: 162 (1991)
- Lutz, F., Krejci, I., Schüpbach, P.: Adhäsivsysteme für zahnfarbene Restaurationen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 103: 537 (1993)
- Lutz, F., Phillips, R.W., Roulet, J.-F., Imfeld, Th.: Komposits - Klassifikation und Wertung. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 93: 914 (1983)
- Manabe, A., Finger, W.J.: Dentin surface roughness vs. bond strength of dentin adhesives. *JADR-CED Abstract* (1988)
- Marshall, G.W.: Dentin: Microstructure and characterization. *Quintessence Int* 24: 606 (1993)
- Marshall, G.W., Balooch, M., Tench, R.J., Kinney, J.H., Marshall, S.J.: Atomic force microscopy of acid effects on dentin. *Dent Mater* 9: 256 (1993)
- Mathis, R.S., Ferracane, J.L.: Properties of a glass-ionomer/resin-composite hybrid material. *Dent Mater* 5: 355 (1989)
- McLean, J.W., Nicholson, J.W., Wilson, A.D.: Proposed nomenclature for glass-ionomer dental cements and related materials. *Quintessence Int* 25: 587 (1994)
- Meerbeek van, B., Braem, M., Lambrechts, P., Vanherle, G.: Dentinhaftung: Mechanismen und klinische Resultate. *Dtsch Zahnärztl Z* 49: 977 (1994)
- Meerbeek van, 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 (1993)
- Meerbeek van, 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 (1992)
- Meerbeek van, B., Yoshida, Y., Lambrechts, P., Vanherle, G., Duke, E.S., Eick, J.D., Robinson, S.J.: A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J Dent Res* 77: 53 (1998)

Mergner, M.: In vitro-Evaluation der Einflussnahme der Total-Etch-Technik auf die Verbundfestigkeit 17 aktueller Dentinhaftvermittler. Med Diss, Würzburg (1998)

Michelich, V.J., Schuster, G.S., Pashley, D.H.: Bacterial penetration of human dentin in vitro. *J Dent Res* 59: 1398 (1980)

Misra, D.N.: Adsorption of 4-methacryloxyethyl trimellitate anhydride (4-META) on hydroxyapatite and its role in composite bonding. *J Dent Res* 68: 42 (1989)

Mitra, S.B.: Photocurable ionomer cement systems. Europäische Patentschrift Nr.: 0 323 120 B1 (1989)

Mizuno, Y., Suzuki, K., Kondo, Y., Yatani, H., Nakai, H., Yamashita, A.: Adhesiveness of resin to acid-etched dentin. Part 2. Structural change of adherent surface and adhesiveness, following to the pretreatment with solution of HEMA. *J Jpn Dent Mater* 13: 475 (1994)

Mizunuma, T.: Relationship between bond strength of resin to dentin and structural change of dentin collagen during etching. Influence of ferric chloride to structure of the collagen. *J Jpn Dent Mater* 5: 54 (1986)

Mjör, I.A., Fejerskov, O.: *Histology of the human tooth*, 2.ed. Munksgaard, Kopenhagen 1979

Momoi, Y., McCabe, J.F.: Fluoride release from light-activated glass ionomer restorative cements. *Dent Mater* 9: 151 (1993)

Momoi, Y., McCabe, J.F.: Hygroscopic expansion of resin based composites during 6 month of water storage. *Br Dent J* 176: 91 (1994)

Mowery, A.S., Parker, M., Davies, E.L.: Dentin bonding. The effect of surface roughness on shear bond strength. *Oper Dent* 12, 91 (1987)

Munksgaard, E.C.: Amine-induced polymerization of aqueous HEMA-aldehyde during action as a dentin bonding agent. *J Dent Res* 69: 1236 (1990)

Nakabayashi, N.: Bonding of restorative materials to dentin: the present status in Japan. *Int Dent J* 35: 145 (1985)

Nakabayashi, N., Ashizawa, M., Nakamura, M.: Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quintessence Int* 23: 135 (1992)

Nakabayashi, N., Kojima, K., Masuhara, E.: The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mat Res* 16: 265 (1982)

- Nakabayashi, N., Nakamura, M., Yasuda, N.: Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent* 3: 133 (1991)
- Nakabayashi, N., Takarada, K.: Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 8: 125 (1992)
- Newman, S.M., Porter, H.B., Szojka, F.P.: Stability of Dentinal Bonding Strength in vitro. *J Dent Res* 66: 292 (1987)
- Nicholson, J. W., Alsarheed, M.: Changes on storage of polyacid-modified composite resins. *J Oral Rehabil* 25: 616 (1998)
- Nikaido, T.: Formulation of photocurable bonding liner and adhesion to dentin: effect of photoinitiator, monomer and photoirradiation. *J Jpn Dent Mater* 8: 862 (1989)
- Nikaido, T., Podszun, W., Müller, M., Nakabayashi, N.: Effects of sulfonamides and 4-META on adhesion to tooth substrates. *Dent Mater* 6: 78 (1990)
- Noort van, R., Noroozi, S., Howard, I.C., Cardew, G.: A critique of bond strength measurements. *J Dent* 17: 61 (1989)
- Oilo, G., Olsson, S.: Tensile bond strength of dentin adhesives: a comparison of materials and methods. *Dent Mater* 6: 138 (1990)
- Olgart, L., Brännström, M., Johnson, G.: Invasion of bacteria into dentinal tubules. Experiments in vivo and in vitro. *Acta Odontol Scand* 32: 61 (1974)
- Pashley, D.H.: Smear layer: physiological considerations. *Oper Dent* 3 (Suppl.): 13 (1984)
- Pashley, D.H.: Dentin permeability, dentin sensitivity, and treatment through tubule occlusion. *J Endodont* 12: 465 (1986)
- Pashley, D.H.: Clinical considerations of microleakage. *J Endodont* 16: 70 (1990)
- Pashley, D.H.: The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Oper Dent* 17: 229 (1992)
- Pashley, D.H., Ciucchi, B., Sano, H., Horner, J.A.: Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int* 24: 618 (1993)
- Pashley, D.H., Ciucchi, B., Sano, H.: Dentin as a bonding substrate. *Dtsch Zahnärztl Z* 49: 760 (1994)
- Pashley, D.H., Michelich, V., Kehl, T.: Dentin permeability: effects of smear layer removal. *J Prosthet Dent* 46: 531 (1981)

- Pashley, D.H., Pashley, E.L.: Dentin permeability and restorative dentistry: A status report for the American Journal of Dentistry. *Am J Dent* 4: 5 (1991)
- Perdigao, J., Swift, E.J. Jr.: Analysis of dental adhesive systems using scanning electron microscopy. *Int Dent J* 44: 349 (1994)
- Peutzfeldt, A.: Compomers and glass ionomers: Bond strength to dentin and mechanical properties. *Am J Dent* 9: 259 (1996)
- Peutzfeldt, A., Asmussen, E.: Effect of polyacrylic acid treatment of dentin on adhesion of glass ionomer cement. *Acta Odontol Scand* 48: 337 (1990)
- Powis, D.R., Folleras, T., Merson, S.A., Wilson, A.D.: Improved adhesion of a glass ionomer cement to dentin and enamel. *J Dent Res* 61: 1416 (1982)
- Prati, C., Biagini, G., Rizzoli, C., Nucci, C., Zucchini, C., Montanari, G.: Shear bond strength and SEM evaluation of dentinal bonding systems. *Am J Dent* 3: 283 (1990)
- Reinhardt, K.-J.: Ein Compomer als Amalgamersatz? *Phillip J* 12: 395 (1995)
- Retief, D.H., Mandras, R.S., Russell, C.M., Denys, F.R.: Evaluation of the Syntac bonding system. *Am J Dent* 6: 17 (1993)
- Rueggeberg, F.A.: Substrate for adhesion testing to tooth structure – review of the literature. *Dent Mater* 7: 2 (1991)
- Ruyter, I.E.: Chemistry of adhesive agents. *Oper Dent* 5: 32 (1992)
- Sano, H., Shono, T., Takatsu, T., Hosoda, H.: Microporous dentin zone beneath resin-impregnated-layer. *Oper Dent* 19: 59 (1994)
- Schneider, C.: In vitro-Evaluation der Einflußnahme der Total-Etch-Technik auf die Randschlußqualität siebzehn aktueller Dentinhaftvermittler. *Med Diss, Würzburg* (1999)
- Schroeder, H.E.: *Orale Strukturbiologie*. Georg Thieme, Stuttgart (1987)
- Schroeder, L., Franck, R.M.: High-resolution transmission electron microscopy of adult human peritubular dentine. *Cell Tiss Res* 242: 449 (1985)
- Schüpbach, P., Krejci, I., Lutz, F.: The resin-dentin hybrid layer: comparative SEM, TEM and confocal microscopic examination. *J Dent Res* 73: 107 (Abstract No. 42) (1994)
- Seichter, U.: REM-Untersuchungen über den zervikalen Randspalt bei Komposit-Restaurationen mit Haftvermittlern. *Dtsch Zahnärztl Z* 41: 739 (1986)
- Sidhu, S.K., Sherriff, M., Watson, T.F.: The effect of maturity and dehydration shrinkage on resin-modified glass-ionomer restorations. *J Dent Res* 76: 1495 (1997)

- Sidhu, S.K., Sherriff, M., Watson, T.F.: Failure of resin-modified glass-ionomers subjected to shear loading. *J Dent* 27: 373 (1999)
- Smillie, A.C.: The chemistry of the organic phase of the teeth. In: Zipkin, I.: *Biological Mineralization*. Wiley, New York, p. 139 (1975)
- Söderholm, K.-J.M.: Correlation of in vivo and in vitro performance of adhesive restorative materials: A report of the ASC MD156 Task Group on Test Methods for the Adhesion of Restorative Materials. *Dent Mater* 7: 74 (1991)
- Soltész, U.: Polymerisationsschrumpfung einiger neuer Komposit-Füllungswerkstoffe. *Zahnärztl Mitt* 88: 1404 (1998)
- Soltész, U., Baudendistel, E.: Konzepte zur Ermittlung der Festigkeit des Verbundes Knochen-Implantat. *Wiss Ber W* 1/90, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik, Freiburg (1990)
- Staninec, M., Mochizuki, A., Tonizaki, K., Fukuda, K., Tsuchitani, Y.: Interfacial space, marginal leakage and enamel cracks around composite resins. *Oper Dent* 11: 14 (1986)
- Stassinakis, A., Gujer, J., Hugo, B., Hotz, P.: Fluoridfreisetzung bei konventionellen und modifizierten Glasionomerzementen in vitro. *Acta Med Helv* 1: 244 (1996)
- Tay, F.R., Gwinnett, A.J., Wie S.H.Y.: The overwet phenomenon: An optical, micromorphological study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. *Am J Dent* 9: 43 (1996a)
- Tay, F.R., Gwinnett, A.J., Wie, S.H.Y.: The overwet phenomenon: A transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. *Am J Dent* 9: 161 (1996b)
- Taylor, M.J., Lynch, E.: Microleakage. *J Dent* 20: 3 (1992)
- Taylor, M.J., Lynch, E.: Marginal adaptation. *J Dent* 21: 265 (1993)
- Ten Cate, A.R.: *Oral histology: development, structure and function*, 2.ed. Mosby, St. Louis 1985
- Torstenson, B., Brännström, M.: Contraction gap under composite resin restorations: effect of hygroscopic expansion and thermal stress. *Oper Dent* 13: 24 (1988)
- Vojinovic, O., Nyborg, H., Brännström, M.: Acid treatment of cavities under resin fillings: bacterial growth in dentinal tubules and pulpal reactions. *J Dent Res* 52: 1189 (1973)
- Watanabe, I., Hiranuma, K., Nakabayashi, N.: Effect of HEMA on bonding to dentin pretreated with phosphoric acid. *J Jpn Dent Mater* 12: 705 (1993)

Watson, T.F., Wilmot, D.M.: A confocal microscopic evaluation of the interface between Syntac adhesive and tooth tissue. *J Dent* 20: 302 (1992)

Wendt, J.S.L., McInnes, P.M., Dickinson, G.L.: The effect of thermocycling in microleakage analysis. *Dent Mater* 8: 181 (1992)

Wilson, A.D., McLean, J.W.: *Glassionomerzement*. Quintessenz, Berlin (1988)

Wilson, A.D., Prosser, H.J., Powis, D.R.: Mechanism of adhesion of polyelectrolyte cements to hydroxyapatite. *J Dent Res* 62: 590 (1983)

Yap, A.U., Lee, C.M.: Water sorption and solubility of resin-modified polyalkenoate cements. *J Oral Rehabil* 24: 310 (1997)

7 Anhang**7.1 Herstellerverzeichnis**

Abdruckmaterialien	President Light Body, Coltène AG, CH-9450 Altstätten
Autopolymerisate	Paladur transparent / Technovit 4071, Heraeus-Kulzer, D-61273 Wehrheim/Ts.
Diamantschleifer	Nr. 806104001524021 und Nr. 806104001514023 Komet, Gebr. Brasseler, D-32657 Lemgo
Einbettform	Epoform 25 mm, Struers, DK- Kopenhagen
Flexible Scheiben	Sof Lex, 3M Medica, D-46304 Borken
Kältebad	MGW Lauda RMT 6, Lauda Dr. Wobser GmbH & Co. KG, D-97922 Lauda-Königshofen
Kunstharz	Araldit, Ciba-Geigy GmbH, D-79664 Wehr
Mischgerät	Capmix, Espe GmbH & Co. KG, D-82229 Seefeld
Polymerisationsgerät	Translux CL, Heraeus-Kulzer, D-61273 Wehrheim/Ts.
Rasterelektronenmikroskop	DSM 940, Carl Zeiss, D-73447 Oberkochen
Sputtergerät	Emitech K 550, Röntgenanalytik Meßtechnik GmbH, D-65232 Taunusstein
Standbohrmaschine	Metabo T6, Genco electronic
Trennschleifmaschine	WOCO 50/Med, Conrad, D-38678 Clausthal-Zellerfeld
Universal-Prüfmaschine	UPM 1445 03, Zwick, D-89079 Ulm-Eisingen
Wärmebad	Julabo MWB 1/9, Julabo Labortechnik, D-77960 Seelbach

Dentinhafmittel und Füllungsmaterialien

Syntac	Vivadent,
Tetric	FL-9494 Schaan, Liechtenstein
Compoglass-SCA	
Compoglass	
Hytac-OSB	Espe GmbH & Co. KG,
Hytac	D-82229 Seefeld
EBS	
Photac-Fil	

Mein persönlicher Dank gilt Herrn Prof. Dr. med. dent. B. Klaiber für die Überlassung des Themas und die Übernahme des Referates. Für die freundliche Unterstützung während der Durchführung der Untersuchung sowie die gewissenhafte Durchsicht des Manuskripts möchte ich mich an dieser Stelle ausdrücklich bei Herrn Dr. med. dent. N. Hofmann bedanken.

Herrn Prof. Dr. med. dent. A. Renk danke ich für die Übernahme des Korreferates.

Meiner Frau Isabell Steigerwald danke ich für ihre Ratschläge beim Erstellen des Manuskripts.

Lebenslauf

Angaben zur Person

Name: Richard Steigerwald
Geburtsdatum: 10. September 1967
Geburtsort: Würzburg

Schulbildung

1973 – 1978 Grundschule Aub
1978 – 1988 Gymnasium der Christian-von-Bomhard-Schule Uffenheim
Juni 1988 Allgemeine Hochschulreife

Studium

1992 – 1997 Studium der Zahnmedizin an der Julius-Maximilians-Universität
Würzburg
März 1993 Naturwissenschaftliche Vorprüfung
Oktober 1994 Zahnärztliche Vorprüfung
Juni 1997 Zahnärztliche Prüfung
25. Juni 1997 Approbation als Zahnarzt

Tätigkeit als Zahnarzt

1998 – 2002 Wissenschaftlicher Mitarbeiter der Poliklinik für Zahnerhaltung und
Parodontologie der Klinik und Polikliniken für Zahn-, Mund- und
Kieferkrankheiten der Universität Würzburg
seit März 2002 Weiterbildungsassistent der Poliklinik für Kieferorthopädie der Klinik
und Polikliniken für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten der
Universität Würzburg

Würzburg, im Mai 2003