

Aus der Poliklinik für Zahnerhaltungskunde
der Johannes Gutenberg-Universität Mainz

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

Inauguraldissertation
zur Erlangung des Doktorgrades der Zahnmedizin
der Johannes Gutenberg-Universität Mainz
dem Fachbereich Medizin vorgelegt
von Marcus Holzmeier
aus Coburg

Mainz, 2002

INHALTSVERZEICHNIS	III
AKÜRZUNGSVERZEICHNIS	V
ABBILDUNGSVERZEICHNIS	VIII
TABELLENVERZEICHNIS	IX
1. Einleitung	1
2. Grundlagen	3
2.1 Zahnhartsubstanz	3
2.1.1 Aufbau Schmelz	3
2.1.2 Aufbau Dentin	4
2.2 Adhäsion	5
2.2.1 Prinzipien der Adhäsion	6
2.2.2 Adhäsion am Schmelz	6
2.2.3 Adhäsion am Dentin	9
2.2.3.1 Smear Layer	9
2.2.3.2 Konditionierung des Dentins	10
2.2.3.3 Hybridisierung des Dentins	13
2.3 Problematik der adhäsiven Behandlung	15
2.3.1 Techniksensitivität	15
2.3.1.1 Pulpaverträglichkeit	15
2.3.1.2 Ätzung von Schmelz und Dentin	16
2.3.1.3 Hybridisierung von Schmelz und Dentin	17
2.3.1.4 Wet- Bonding / Dry-Bonding	20
2.3.1.5 Anforderung an ein ideales Bonding	23
2.4 Generationen der Bondings	24
2.5 Selbstätzende Primer / Bondings (Vor- und Nachteile)	32
2.5.1 Allgemeine Grundlagen	32
2.5.2 Wirkungsweise	34
2.5.3 Einfluss des pH-Wertes	36
2.5.3.1 Penetration des Smear Layers	36
2.5.3.2 Ätzung und Hybridschicht am Dentin	39
2.5.3.3 Ätzung und Hybridschicht am Schmelz	41
2.5.3.4 Kombination mit licht- und selbsthärtenden Kompositen	42

3. Ziel der Untersuchung	45
4. Materialien und Methoden	46
4.1 Geprüfte Adhäsive	46
4.2 Verwendetes Ätzel / Universalkomposit	46
4.3 Zähne	47
4.4 Probenherstellung	47
4.5 Schmelz- und Dentinvorbehandlung	48
4.6 Applikation der Adhäsive und des Komposits	49
4.7 Versuchsdurchführung	51
4.8 Statistische Analyse	52
5. Ergebnisse	53
5.1 Ergebnisse der selbstätzenden Adhäsive (Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“)	53
5.2 Ergebnisse der Bondings mit selektiver Schmelzätzung (Gruppe „Selektive Schmelzätzung“)	57
5.3 Ergebnisse der Total-Etch-Bondings (Gruppe „Total-Etch“)	60
5.4 Vergleich Mittelwerte Schmelz / Dentin für jedes Bonding	63
6. Diskussion	64
6.1 Diskussion von Material und Methode	64
6.2 Diskussion der Einflussfaktoren auf die <i>in vitro</i> Schmelz- und Dentinhaftung	69
6.3 Diskussion der eigenen Ergebnisse	71
6.4 Vergleich zu Haftwerten anderer Untersucher	75
7. Zusammenfassung	81
ANHANG	X
LITERATURVERZEICHNIS	XVIII
DANKSAGUNG	XXVII
LEBENS LAUF	XXVIII

ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS

µm	Mikrometer
µ-TBS	Microtensile Bond Strength
4-AETA	4-Acryloxyethyl-Trimellitanhydrid
4-META	4-Methacryloxyethyl-Trimellitanhydrid
Abb.	Abbildung
AC	AC Bond
AC+D	AC Bond + Desensitizer
Aufl.	Auflage
bis-GMA	Bis-Phenol-Glycidylmethacrylat
BPDM	Biphenyldimethacrylat
bzgl.	Bezüglich
bzw.	beziehungsweise
C	Celsius
ca.	circa
Capo E1	Capo Ethanol 1
Capo E2	Capo Ethanol 2
Capo W	Capo Wasser
CLB	Clearfil Liner Bond
cm	Zentimeter
CSEB	Clearfil SE Bond
d.h.	das heißt
E&P	Etch&Prime
Eds.	Editors
Edt.	Editor

EDTA	Ethylendiamintetraacetat
et al.	et altera
evtl.	eventuell
ff.	fortfolgend
GCB	Gluma Comfort Bond
GPDM	Glycerolphosphatdimethacrylat
H ⁺	Wasserstoff
H ₃ PO ₄	Phosphorsäure
HEMA	Hydroxyethylmethacrylat
Hg	Quecksilber
Hrsg.	Herausgeber
L-Pop	Prompt L-Pop
MDP	Methylendiphosphat
min	Minute
mm	Millimeter
mm/min	Millimeter pro Minute
mm_	Quadratmillimeter
MPa	Megapascal
MW	Mittelwert
mW/cm_	Milliwatt pro Quadratcentimeter
N/mm_	Newton pro Quadratmillimeter
NaCl	Natriumchlorid
nm	Nanometer
NPG-GMA	N-Phenylglycin-Glycidyl-Methacrylat
Nr.	Nummer
NRC/P&B NT	Nonrinse conditioner/Prime&Bond NT

Opti	Optibond FL
PENTA	Dipentaerythritol-Pentacrylat- Phosphorsäureester
pH	pondus hydrogenii
Phenyl-P	2-Methacryloyloxy-Ethyl-Phenyl- Hydrogenphosphat
pp.	Pages
RAP	Resulcin Aqua Prime+Mono Bond
Resul	Resulcin Aqua Prime N
RMB	Resulcin Mono Bond
s	Sekunde
S.	Seite
SBS	Shear Bond Strength
SD	Standardabweichung
Tab.	Tabelle
TEGDMA	Triethylenglycoldimethacrylat
U/min.	Umdrehung pro Minute
UDMA	Urethandimethacrylat
v.a.	vor allem
vgl.	vergleiche
vol-%	Volumenprozent
z.B.	zum Beispiel

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abb. 1	Aufgeschliffene Probenoberfläche	48
Abb. 2	Polymerisierte Adhäsivschicht	49
Abb. 3	Halteapparatur zur Prüfkörperherstellung	50
Abb. 4	Aufgebrachter Prüfkörper	50
Abb. 5	Abschervorrichtung	51
Abb. 6	Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Selbststützende Adhäsive“	55
Abb. 7	Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“	59
Abb. 8	Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Total-Etch“	62

TABELLENVERZEICHNIS

Tab. 1	Übersicht selbstkonditionierende Adhäsive	31
Tab. 2	Übersicht der verwendeten Bondings	46
Tab. 3	Übersicht der verwendeten Ätzgele	46
Tab. 4	Signifikanz der Schmelzhaftwerte der Gruppe „Selbststützende Adhäsive“	53
Tab. 5	Signifikanz der Dentinhaftwerte der Gruppe „Selbststützende Adhäsive“	54
Tab. 6	Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Selbststützende Adhäsive“	55
Tab. 7	Signifikanz der Schmelzhaftwerte der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“	57
Tab. 8	Signifikanz der Dentinhaftwerte der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“	58
Tab. 9	Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“	59
Tab. 10	Signifikanz der Schmelzhaftwerte der Gruppe „Total-Etch“	60
Tab. 11	Signifikanz der Dentinhaftwerte der Gruppe „Total-Etch“	60
Tab. 12	Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Total-Etch“	62
Tab. 13	Arbeitsabläufe der verwendeten Bondings	X
Tab. 14	Übersicht statistische Werte	XVI
Tab. 15	Signifikanzwerte aller untersuchter Bondings	XVII

1. Einleitung

Der steigenden Nachfrage nach zahnfarbenen Füllungsmaterialien wird in den letzten Jahrzehnten durch intensive Forschung und Entwicklung auf dem Bonding- und Kompositmarkt Rechnung getragen. Materialien und Techniken wurden entwickelt, die es ermöglichen, den restaurierten Zahn natürlich und ursprünglich erscheinen zu lassen.

Auf der einen Seite steht der Patient, der eine adäquate, zuverlässige Restauration erwartet - am besten dauerhaft, biokompatibel und ästhetisch und auf der anderen Seite der Zahnarzt, auf der Suche nach einfach zu verarbeitenden Systemen. Der behandelnde Zahnarzt ist in zunehmendem Maße mit modernen Füllungswerkstoffen konfrontiert, die im Vergleich zum Amalgam nur wenig Spielraum für Verarbeitungsfehler zulassen und folglich Know-how und dessen konsequente Umsetzung verlangen (Toledano *et al.* 2001). Bereits eine korrekte Vorbehandlung wie das Ätzen der Zahnhartsubstanz und die Verarbeitung des Bondingmaterials ist Voraussetzung für einen klinisch einwandfreien adhäsiven Verbund zwischen Zahnhartsubstanz, Bonding und Komposit. Nur so kann ein Verbund erreicht werden, der in der Lage ist, dem während der Komposit-Polymerisation und Kaubelastung auftretenden Materialspannungen zu widerstehen und Spaltbildung, die zu Sekundärkaries führen kann, zu vermeiden (Frankenberger *et al.* 2001 b).

Schmelzkonditionierung und Schmelzadhäsion haben sich seit den ersten Arbeiten von Buonocore im Jahre 1955, der sich an Techniken des industriellen Bondings orientierte, zu einem wissenschaftlich anerkannten Verfahren entwickelt (Buonocore 1955). Die Säure-Ätz-Technik erzeugt Mikroporositäten im Schmelz, die die Oberfläche um das zehnfache bis zwanzigfache vergrößern und so eine ideale Grundlage für die Penetration und mikromechanische Verankerung von Monomeren auf der Zahnoberfläche bieten.

Anders sieht es dagegen aus, wenn ein ähnlich zuverlässiger Verbund von Zahnhartsubstanz zum Dentin geschaffen werden soll. Erst in den letzten Jahren wurden klinische Erfolge im Dentinbonding erreicht. Die hydrophile Beschaffenheit des Dentins, sowie dessen Eigenschaften als Gewebe mit tubulärer Struktur machen eine Durchdringung durch hydrophobe Monomere schwierig oder unmöglich. Die

mikromechanische Verankerung am Smear Layer war zunächst für die Adhäsion verantwortlich (Kugel, Ferrari 2000). Verschiedene Generationen von Dentinhaftvermittlern wurden entwickelt mit dem Ziel, das hydrophile Dentin durch amphiphile Substanzen zu hydrophobisieren, um so eine Hybridschicht als Bindeglied zwischen Zahn und Komposit zu erzeugen. Die erreichten Haftwerte und das Randschlussverhalten lagen zwar anfangs weit von den klinischen Erfordernissen entfernt, sind aber seit Einführung der dritten bzw. vierten Generation und der Total-Etch-Technik entscheidend verbessert worden. Heute steht eine Vielzahl von Produkten zur Verfügung, die zuverlässig für die definitive adhäsive Restauration verwendbar sind.

Neuere Entwicklungen sind darauf ausgerichtet, bestehende sichere, aber gleichzeitig techniksensitive und komplizierte Systeme zu vereinfachen und so anwenderfreundlicher zu gestalten. Die gegenwärtige sechste Bonding-Generation steht für „Self-Etching“ und „All-in-One“. Mehr und mehr Anbieter dringen mit selbstätzenden, nicht abzuspülenden Adhäsiven auf den Markt, die Schmelz und Dentin in einem Arbeitsschritt ätzen und primen bzw. sogar ätzen, primen und bonden. Manche dieser Materialien sind in der Lage, am Schmelz ein Ätzmuster ähnlich der Phosphorsäureätzung zu erzeugen und das Hydroxylapatit sowohl des Smear Layers als auch der Dentinoberfläche aufzulösen und eine widerstandsfähige Hybridschicht zu bilden. Ob und inwieweit jedoch die Scherhaftwerte dieser selbstätzenden Adhäsive Werte von klinisch bewährten Vorgängergenerationen erreichen oder übertreffen können, soll Ziel dieser Arbeit sein.

2. Grundlagen

2.1 Zahnhartsubstanz

2.1.1 Aufbau Schmelz

Der Schmelz bietet dem Zahn eine seine Funktion unterstützende Form und schützt Dentin und Pulpa. Erst der Schmelz mit seinen wassergefüllten Kristallzwischenräumen, die über Mikroporositäten mit der Mundhöhle und dem Tubulifluid kommunizieren, verleiht dem Zahn seine Farbe, Glanz und Transluzenz (Nicholson 2001). Er stellt ein Gefüge aus 86 vol-% anorganischem Anteil, 2 vol-% organischer Matrix und 12 vol-% Wasser, das sich zwischen den Kristallen befindet, dar und wird von den Ameloblasten gebildet. Die anorganischen Bestandteile untergliedern sich zum größten Teil in Kalzium und Phosphat, außerdem findet man weitaus geringere Teile an Natrium, Kalium, Magnesium und Chlor. Die chemische Grundsubstanz des Schmelzes ist das Kalziumhydroxylapatit ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{OH}_2$). Zusätzlich kommen Fluorapatit und Carboxylapatit vor. Die höchste Fluorkonzentration befindet sich dabei in den oberflächlichen 50 μm der Schmelzschicht. Die organische Matrix besteht aus unlöslichen und löslichen Proteinen, deren höchster Anteil im Bereich der Fissuren und entlang der Schmelz-Dentin-Grenze liegt. Als Strukturmerkmale des Schmelzes findet man die Schmelzprismen, die sich aus den Kristalliten (Durchmesser ca. 40-60 nm), dem interprismatischen Schmelz sowie den Prismenscheiden zusammensetzen. Die Prismen differenzieren sich je nach ihrer Form in „Schlüssellochtyp“, „Pferdehuftyp“ und „zylindrischer Typ“. Der Durchmesser eines Schmelzprismas beträgt ca. 5–7 μm (Pashley *et al.* 1994, Schneider 1995). Die Prismenzahl wird mit durchschnittlich 20.000-30.000 Stück/mm₂ angegeben. Der Schmelz ist bis auf eine aprismatische Oberfläche von 20-80 μm , die aus mit ihrer Längsachse senkrecht zur Oberfläche stehenden Kristalliten besteht, homogen aufgebaut (Schroeder 2000). Die Schmelz-Dentin-Grenze ist stark gewellt, wobei im Bereich der Höcker die stärkste Wellung vorliegt. Dieser ca. 12 μm breite Grenzbereich dient als Verzahnungszone und erzeugt durch Mikroverzahnung die Haftung des Schmelzes am Dentin. Der Schmelzmantel wird von der Schmelz-Dentin-Grenze her zu einem Drittel von

Schmelzbüscheln bzw. bis an die Oberfläche von Schmelzlamellen durchzogen, die unvollständig mineralisierte Schmelzanteile darstellen. Durch auffallendes Licht können im Schmelz helle und dunkle Streifen erkannt werden, die den wellenförmigen Verlauf der Prismenstäbe zeigen (Hunter-Schreger'sche-Streifen) (Schneider 1995). Die Schmelzdicke variiert von einigen Mikrometern bis zu 2,5 mm. Aufgrund seiner Zusammensetzung ist Schmelz ein extrem hartes, oberflächlich glattes Material, aber dennoch durch seine kristalline Struktur und Sprödigkeit anfällig für Demineralisation und Risse. Verloren gegangener Schmelz kann trotz der Fähigkeit der De- und Remineralisation nur künstlich ersetzt werden (Nicholson 2001).

2.1.2 Aufbau Dentin

Anders als beim Schmelz handelt es sich beim Dentin um ein heterogenes und permeables Gewebe, das eine Schichtdicke von 3-3,5 mm besitzt. Das Dentin wird von den pulpenahen Odontoblasten, die mit ihren Fortsätzen das gesamte Dentin durchziehen und eine kollagene Matrix erzeugen, sowohl gebildet als auch posteruptiv in Form von Sekundärdentin angelagert (Pashley 1991). Die kollagene Matrix wird im Lauf der Zeit schrittweise mineralisiert. Das Dentin setzt sich aus ca. 45-50 vol-% anorganischem Anteil, d.h. größtenteils Kalziumhydroxylapatit, sowie geringen Mengen an Kalziumkarbonat, Kalziumfluorid und Magnesiumphosphat zusammen. Weitere 30 vol-% bestehen aus organischem Anteil und ca. 20-25 vol-% Wasser (Pashley *et al.* 1994). Der organische Anteil spaltet sich in ca. 92% Typ I Kollagen und ca. 8% nicht-kollagene Grundsubstanz (Schneider 1995). Dentin besitzt normalerweise eine gelbliche oder weißlich, opake Eigenfarbe. Durch Sklerosierung erscheint es eher dunkel und transluzent (Breschi *et al.* 1999).

Das Dentin gliedert sich ausgehend von der pulpenahen Schicht aus Odontoblasten mit ihren Fortsätzen in Prädentin, zirkumpulpaes Dentin und Manteldentin. Die Hauptmasse besteht dabei aus zirkumpulpaem Dentin. Durchzogen wird das Dentin von Dentinkanälchen, in denen sich zum Teil bis ins Manteldentin Odontoblastenfortsätze befinden. Dort zeigen diese im Gegensatz zu zirkumpulpaem Dentin zahlreiche Verzweigungen (Schneider 1995). Dieser Struktur folgend lässt sich intertubuläres von hypermineralisiertem, peritubulärem Dentin unterscheiden, das die Kanalwände in einer Schicht von ca. 5 µm ummantelt. Intertubuläres Dentin ist

geringer mineralisiert und enthält mehr kollagene Fasern mit dazwischen eingebetteten Apatitkristallen (Marshall 1993). Während die Apatitkristalle im intertubulärem Dentin ca. 50% des Volumens einnehmen, sind es im peritubulärem Dentin ca. 90%. Die anderen 50% des intertubulären Dentins werden von Kollagenfasern gebildet, die ein Geflecht herstellen, das die Dentintubuli ringförmig umfasst. Die Dentinkanälchen selbst sind mit Dentinliquor, einer klaren proteinarmen Flüssigkeit, gefüllt, die einem nach außen gerichteten Druck von ca. 25-30 mm Hg-Säule unterliegt (van Meerbeek *et al.* 2001, Schäfer 1999 a). Der Verlauf der Dentinkanälchen ist im Kronendentin eher S-förmig, während er im Wurzelbereich geradlinig ist. Der Durchmesser der Dentinkanälchen wird altersabhängig pulpennah mit 2,9-4,0 μm und pulpenfern mit 0,8-1,8 μm angegeben (Pashley 1991). Dieser altersabhängige Verlauf ist dadurch gegeben, dass es im Laufe des Lebens zu einer Retraktion der Odontoblastenfortsätze kommt, wobei intratubulär Hydroxylapatit ausfällt, das sich wandständig ablagert. Dies führt zu einer Verengung bis zur völligen Obliteration der Kanälchen. Die Dichte der Kanälchen wird mit 64.000 Stück/mm_{pulpennah} und mit 16.000 Stück/mm_{pulpenfern} beschrieben. Die pulpennahe Dentinoberfläche besteht zu ca. 22% aus Dentinkanälchen, während die schmelznahe Dentinoberfläche nur einen Anteil von ca. 4% Dentinkanälchen aufweist (Nicholson 2001, Marshall 1993, Schäfer 1999 a). Pulpennahe Dentinoberflächen werden dabei bedingt durch die Anatomie schneller von Liquor benetzt als peripheres Dentin (Heymann, Bayne 1997). Durch diese Kanälchen hat das Dentin direkte Verbindung zur Pulpa und eine bidirektionale Diffusion wird ermöglicht. Eine dichte Versiegelung während der adhäsiven Therapie ist deshalb wichtig, um Spaltbildung und damit verbundene Pulpenirritationen zu verhindern, vor allem dann, wenn nur noch dünne Restdentinschichten vorliegen (Pashley 1991).

2.2 Adhäsion

Seit den Anfängen der Ätztechnik am Schmelz durch Buonocore, wurden große Fortschritte in der adhäsiven Zahnheilkunde gemacht (Buonocore 1955). Traditionelle makromechanische Retentionstechniken, wie die Schaffung von Unterschnitten, was in der Regel auch ein Opfern gesunder Zahnhartsubstanz bedeutete, wurden durch die mikromechanische Verankerung ersetzt (Heymann,

Bayne 1997). Statt des von Black seinerzeit aufgestellten Postulats „Extension for Prevention“ gilt heute die minimal-invasive Behandlungstechnik, die erst durch die Bondingtechnik ermöglicht wird. Neben der mikromechanischen Verankerung kommt es dabei durch die Adhäsivsysteme zusätzlich zu einer adhäsiven Stabilisierung des präparierten Zahnes (Perdigao, Lopez 1999).

2.2.1 Prinzipien der Adhäsion

Definitionsgemäß versteht man unter Adhäsion das Aneinanderheften von unterschiedlichen Stoffen (Lexikonredaktion des bibliographischen Instituts 1985). Die dahinterstehenden Theorien für die Adhäsion sind:

- Mechanisch: Das Adhäsiv bindet mikromechanisch am Substrat
- Adsorption: Es findet eine chemische Bindung über entsprechende Gruppen statt. Diese kann primär über Ionen- oder kovalente Bindung stattfinden oder sekundär über Wasserstoffbrückenbindungen oder van der Waals Kräfte.
- Diffusion: Die Adhäsion findet zwischen beweglichen Molekülen statt. Dabei reagieren Moleküle beider Seiten miteinander und es resultiert eine Einheit.
- Elektrostatische Kräfte: Die Adhäsion kommt durch elektrostatische Wechselwirkung z.B. zwischen Metall und Polymeren zustande.

Neben dem für die Adhäsion intensiven Kontakt zwischen einem Substrat (Dentin) und einer Flüssigkeit (Bonding) muss die Oberflächenspannung der Flüssigkeit gering sein, die freie Energie des Substrats hingegen hoch, damit eine hinreichende Benetzung stattfinden kann (Perdigao *et al.* 1997 b). Dies bringt der Kontaktwinkel zum Ausdruck, der im Idealfall der kompletten Benetzung bei 0° liegt. Ausreichende Benetzung findet bereits ab einem Winkel kleiner als 15° statt. Durch die bereits beschriebenen Unterschiede im Aufbau von Schmelz und Dentin existiert keine universell einsetzbare Vorgehensweise. Es führen vielmehr substratspezifische Behandlungswege zum Erfolg.

2.2.2 Adhäsion am Schmelz

Nachdem mit der Säure-Ätz-Technik am Schmelz schnell Erfolge erzielt werden konnten, hielt diese Methode Einzug in die zahnärztlichen Praxen. Auf einfache

Weise wurde eine effektive, weitgehend spaltfreie und dauerhafte Adhäsion erreicht, die auch für den niedergelassenen Zahnarzt umsetzbar war und bis heute ein Standard in der adhäsiven Zahnheilkunde ist. Während Buonocore 1955 noch mit 85 prozentiger Phosphorsäure arbeitete, wurde die Konzentration bis heute stetig gesenkt, ohne Einbußen im Verbund hinnehmen zu müssen (Fritz *et al.* 2001).

Gängige Ätzmittel in Gel- oder Liquidformulierung enthalten in der Regel 20-37,5 prozentige Phosphorsäure. Neuerdings kommen auch Self-Etching-Primer oder –Bondings zum Einsatz, die neben hydrophilen bzw. amphiphilen Monomeren wie HEMA auch saure Monomere bzw. Monomergruppen enthalten, die der Phosphorsäure ähnliche oder gleiche Ergebnisse im Ätzmuster erzeugen (Ernst 2001). Durch Phosphorsäureätzung in oben genannter Konzentration wird die Schmelzoberfläche derart beeinflusst, dass es bei einer Ätzzeit von 60 s zu einem irreversiblen Substanzverlust in einer Schicht von 8-10 µm kommt (Balkenhol 1998, Lamprechts *et al.* 2000, Hannig *et al.* 1999 b, Jain, Stewart 2000). Es entsteht eine raue, um das zehnfache bis zwanzigfache vergrößerte Oberfläche, die im Stande ist, die Retention von Methacrylaten bis zum hundertfachen zu erhöhen (van Meerbeek *et al.* 2001). Das durch die Ätzung gebildete 20-30 µm tiefe mikroporöse Relief mit seinen unzähligen Unterschnitten, kann von ungefüllten oder niedrig gefüllten, dünnflüssigen, polymerisierbaren Adhäsiven aufgrund von Kapillareffekten penetriert werden (Frankenberger *et al.* 2001 b, Balkenhol 1998). Diese formen im polymerisierten Zustand die sogenannten Zotten oder Tags und sorgen so für eine mikromechanische Verankerung (Perdigao, Lopez 1999). Die entstandene durchgängige Bondingschicht bildet die Verbundzone zum Komposit.

Heutige Adhäsivsysteme empfehlen Ätzzeiten am Schmelz von 20-30 s. Neben der Einwirkzeit hat die eingesetzte Säure und deren Konzentration entscheidenden Einfluss auf die Ätzwirkung am Schmelz (Finger, Uno 1995). Allerdings zeigte Engelhardt, dass unterschiedliche Phosphorsäurekonzentrationen und Einwirkzeiten keinen signifikanten Einfluss auf die Haftwertergebnisse im Scherbondtest haben (Fritz *et al.* 2001, Engelhardt 2000). Gottlieb *et al.* beschreiben keinen signifikanten Haftwertunterschied bei Verwendung von H₃PO₄ Konzentrationen zwischen 10% und 40%. Höhere Konzentrationen führen zu signifikant niedrigeren Haftwerten. Ursache ist, dass Phosphorsäure in zu hoher Konzentration (größer 40%) durch einen zu

geringen Anteil an freien H^+ -Ionen kleinere Ätztiefen im Vergleich zu 20-40 prozentiger H_3PO_4 erreicht. Bei zu niedriger Konzentration an Phosphorsäure (kleiner 27%) kommt es zu schwer löslichen Präzipitaten von Dikalziumphosphat-Dihydrat auf der Zahnoberfläche, die aber scheinbar keinen Einfluss auf den Haftverbund haben (Gottlieb *et al.* 1982). Schwache organische Säuren wie die Maleinsäure oder die Zitronensäure sind zwar in der Lage, Dentin hinreichend zu konditionieren, erzeugen aber am Schmelz kein der Phosphorsäureätzung vergleichbares Muster. Vorab angerauter Schmelz, bei dem die aprismatische Deckschicht entfernt wurde, ist einer Ätzung zugänglicher. Fluoridierte Schmelzoberflächen verhindern durch stabilere Apatitkristalle eine rasche und effektive Ätzung.

Bei korrekt durchgeführter Ätzung und anschließendem Bonding wird ein inniger Verbund mit Scherhaftwerten zwischen 20 und 30 MPa hergestellt, wobei es bei Schertests in der Regel zu kohäsivem Versagen im Komposit oder im Schmelz, nicht aber im Bereich des Interfaces kommt (Balkenhol 1998). Die Schmelzhaftung bietet klinischen Untersuchungen zufolge ausreichend Widerstand gegen den Polymerisationsstress durch Kompositschrumpfung und ist resistent gegen Spaltbildung. Der geätzte Schmelz ist hydrophob und besitzt eine hohe freie Oberflächenenergie, so dass er durch ein dünnfließendes Bonding, unterstützt durch genannte Kapillareffekte, leicht benetzt werden kann (Perdigao, Lopez 1999). Grundsätzlich treten unterschiedliche Ätzmuster auf (Swift *et al.* 1995, Lamprechts *et al.* 2000):

- Typ I, bei dem die Prismenkerne gelöst werden
- Typ II, bei dem es hauptsächlich zu einer Auflösung in der Peripherie der Prismen kommt
- Typ III, bei dem keine Prismenstruktur sichtbar ist.

Die Adhäsive sind oft niedrigviskose Mischungen aus hydrophobem bis-GMA oder UDMA und hydrophilem HEMA oder PENTA (Perdigao *et al.* 1997 b, Hannig *et al.* 1999 b). Zusätzlich beinhalten sie Lösungsmittel wie Aceton, Ethanol oder Wasser, Initiatoren und Stabilisatoren.

Hydrophobe Bondings penetrieren jedoch keine feuchten Schmelzoberflächen. Voraussetzung für die Verarbeitung ist deshalb trockener Schmelz, der zudem frei von Speichel oder Blutresten ist. Moderne Primer haben durch ihre Lösungsmittel

wie Aceton oder Ethanol die Möglichkeit Restfeuchtigkeit aus dem Schmelz zu verdrängen und so die Penetration zu fördern. Die Schmelzadhäsion gilt heute als erfolgreiches Standardverfahren (Jain, Stewart 2000).

2.2.3 Adhäsion am Dentin

Im Gegensatz zur Schmelzadhäsion gestaltet sich die Dentinadhäsion weitaus komplexer und schwieriger und stellt eine Herausforderung dar. Es handelt sich nicht mehr – wie beim Schmelz – um ein größtenteils anorganisches relativ hydrophobes Substrat, sondern um ein Gewebe mit intrinsischer Feuchtigkeit, tubulärer Struktur und niedriger Oberflächenenergie (Perdigao, Lopez 1999, Frankenberger *et al.* 2001 b). Die idealen Bedingungen, wie man sie beim Schmelzbonding nach Ätzung vorfindet, liegen im Dentin nicht vor und sind trotz enormer Fortschritte bis heute nicht gleichwertig. Jahrzehntelange Entwicklungsarbeit resultierte in diversen Generationen von Bondings, die auf unterschiedliche Weise versuchen, als Ziel den optimalen, dauerhaften und randspaltfreien Verbund zu schaffen. Trotz dieser Problematik ist die Anwendung bereits zu einem Standard bei der Verarbeitung adhäsiver Füllungsmaterialien geworden (Ernst 2001).

2.2.3.1 Smear Layer

Die reduzierende Behandlung mit Diamanten oder anderen rotierenden Instrumenten hinterlässt auf der Dentinoberfläche eine Schmierschicht, bestehend aus Hydroxylapatitkristallen, teilweise denaturiertem Kollagen, Speichelproteinen und Blutbestandteilen, kontaminiert mit Mikroorganismen. Die Smear Layer Partikel haben eine Größe von 0,05-10 μm (Pashley *et al.* 1993). Dieser Smear Layer verbindet sich einerseits mit dem darunterliegenden Dentin so fest, dass ein Abwischen oder Abspülen mit dem Wasserspray nicht möglich ist, andererseits ist seine Haftung zu schwach, um über ihn eine suffiziente Adhäsion einer Restauration an das gesunde Dentin von größer 17 MPa zu ermöglichen (Nakabayashi 1996, Lamprechts *et al.* 2000). Bereits frühe Bonding-Generationen versuchten den Smear Layer deshalb zu entfernen oder zu modifizieren und die Dentinoberfläche für Primer und Adhäsiv penetrierbar zu gestalten. Hierzu wurden EDTA, Maleinsäure, Zitronensäure und heute im Total-Etch-Verfahren die Phosphorsäure herangezogen. Im Mikroskop erweist sich der Smear Layer als 1-5 μm dicke, poröse und

penetrierbare Schicht, wobei die Smear-Plugs durchschnittlich 2-3 μm , aber auch bis zu 40 μm in die Tubuli reichen können (Heymann, Bayne 1997, Pashley *et al.* 1993, Pashley 1991). Trotz seiner Penetrierbarkeit schützt der Smear Layer die Pulpa vor externen Reizen, reduziert den Flüssigkeitsstrom aus den Dentintubuli, vermindert postoperative Sensibilität und versiegelt Dentin und Tubuli durch eine Absenkung der Permeabilität um ca. 86% (Pashley 1991). Er ist allerdings nicht hydrolysestabil, so dass die biologische Barriere nur zeitlich begrenzt funktioniert (Nakabayashi 1996). Für die Haftung der Restauration ist der Smear Layer der limitierende Faktor. Diese richtet sich nach dem schwächsten Glied in der Kette – der mäßigen Haftung der Schmierschicht von nur ca. 6 MPa am Dentin. Ein dauerhafter spaltfreier Verbund ist nicht garantiert (Heymann, Bayne 1997). Bereits geringe Stressmomente führen zu einer Ablösung des Smear Layers.

2.2.3.2 Konditionierung des Dentins

Um eine stabile Adhäsion am Dentin zu erreichen, wird die Schmierschicht sowie das oberflächliche Dentin konditioniert. Darunter versteht man die chemische Veränderung der Dentinoberfläche mittels Säuren mit dem Ziel, die Schmierschicht zu modifizieren oder zu entfernen und gleichzeitig die Dentinoberfläche zu demineralisieren (Nakabayashi 1996).

Dazu werden Säuren, heute vor allem Phosphorsäure, als Konditionierer in der sogenannten Total-Etch-Technik eingesetzt (Miyazaki *et al.* 1998). Ziel der Säureätzung am Dentin ist (Pashley 1992):

- Den Smear Layer zu entfernen um eine Adhäsion an der darunterliegenden Dentinmatrix zu ermöglichen
- Das oberflächliche Dentin zu demineralisieren und damit das intra- und peritubuläre Kollagen freizulegen, um eine Resininfiltration zu ermöglichen

Schmelz und Dentin werden gleichzeitig, beginnend vom Schmelz, für 30-60 s durch Säure angeätzt, wobei das vitale empfindlichere Dentin einer kürzeren Ätzzeit von nicht länger als 15-20 s ausgesetzt wird (Frankenberger *et al.* 1996). Die Phosphorsäurekonditionierung des Dentins im Total-Etch-Verfahren entfernt die Schmierschicht und demineralisiert das darunterliegende Dentin oberflächlich. Die Säure wird nach der Einwirkzeit zusammen mit dem herausgelösten

Kalziumphosphat abgespült. Je nach Generation und System differenziert sich die Anzahl der Schritte und der eingesetzten Konditionierer. Außer der Phosphorsäure kommen saure Monomere (teilweise fünfte und sechste Generation) und Maleinsäure in der dritten Generation zum Einsatz (Ernst 2001). Bei Verwendung von 37 prozentiger Phosphorsäure als Konditionierer wird bis zu einer Tiefe von 7,5 µm im intertubulären Dentin geätzt, wobei das peritubuläre Dentin durch den Kapillareffekt während der Säurepenetration tiefer geätzt werden kann (van Meerbeek *et al.* 2001, Heymann, Bayne 1997, Pashley *et al.* 1993, Perdigao, Lopez 1999). Bei Verwendung von Maleinsäure als Dentin-Konditionierer findet vorher eine selektive Schmelzätzung statt. Danach wird die zumeist im Primer enthaltene Maleinsäure nur auf das Dentin aufgebracht und wird dort ohne Abzuspülen verblasen. Für die Schmelzkonditionierung ist Maleinsäure aufgrund mangelnder Aggressivität nicht geeignet. Saure Monomere in All-in-One Adhäsiven konditionieren Schmelz und Dentin gleichzeitig, wobei zur suffizienten Konditionierung auf ausreichendes Auftragen von Adhäsiv zu achten ist, um ein adäquates Ätzmuster zu bekommen (Ernst 2001).

Die Total-Etch-Technik legt nach Smear Layer Entfernung und Herauslösen der mineralischen Anteile aus dem Dentin ein lockeres, poröses Kollagenfasergeflecht im intertubulären Dentin frei. Es besteht aus ca. 70% Wasser und ca. 30% Kollagenfasern. Allerdings ist dieses Kollagenfasernetz wesentlich instabiler als das unbehandelte Dentin. Durch das Fehlen der anorganischen Anteile geht eine wichtige Stützsubstanz verloren. Das nach Demineralisation entstandene Kollagenfasergeflecht ist anfällig gegen Austrocknung und kollabiert leicht (Kanca 1996). Aufrecht erhalten wird die lockere aufgeschwemmte Struktur lediglich durch Wasser in den 0,01-0,03 µm großen Mikroporositäten, das das Hydroxylapatit ersetzt (Balkenhol 1998). Die Kollagenfasern des intertubulären Dentins verlaufen in alle Richtungen, wobei ein Ordnungskriterium nicht zu erkennen ist. Die Demineralisationstiefe wird neben den bereits für die Phosphorsäure genannten Aspekten von der Tiefe des Dentins und des dort bestehenden Abstandes zwischen den Tubuli beeinflusst. Liegen die Tubuli enger beieinander so steigt die Demineralisationstiefe (van Meerbeek *et al.* 2001).

Das Ätzmittel entfernt neben der Schmierschicht auch die Smear Plugs aus den Dentintubuli und dringt in diese ein, so dass es zu einer Konditionierung des hypermineralisierten peritubulären Dentins kommt.

Die wassergefüllten demineralisierten intertubulären Räume können vom Bonding, das sich in der dritten und vierten Generation noch in Primer und Adhäsiv aufteilt und in der fünften Generation in einer Lösung vorliegt, durchdrungen und nach Wasserverdrängung ausgefüllt werden (Ernst 2001). Ebenso das peritubuläre Dentin mit seinen kreisförmig angeordneten Kollagenfasern. Negativ beeinflusst wird die Penetration des Adhäsivs nach Konditionierung durch die geringe freie Oberflächenenergie des Dentins (Perdigao, Lopez 1999). Der hohe organische Proteinanteil des Kollagenfasergeflechts macht dieses hydrophil und widerspricht einer guten Penetrierbarkeit durch Monomere, wie sie nach Schmelzätzung vorliegt. Hydrophobe Monomere, die auf der konditionierten Schmelzoberfläche zum Einsatz kommen, würden auf dem Dentin zum sicheren Misserfolg führen. Hier muss eine das Dentin hydrophobisierende Vorbehandlung stattfinden, die die Benetzbarkeit der Dentinoberfläche vergrößert. Primer machen dies möglich. Sie gelten als Promotoren der Adhäsion und benetzen das Kollagenfasergeflecht effektiv. Sie beinhalten amphiphile Monomere, wie HEMA, PENTA, BPDM oder 4-META, in organischen Lösungsmitteln, die selbst wiederum die Penetrationsfähigkeit beeinflussen (van Meerbeek *et al.* 2001, Perdigao *et al.* 1997 b, Jain, Stewart 2000, Ernst 2001). Die hydrophile Monomergruppe (Hydroxygruppe) hat dabei eine Affinität zum feuchten Dentin und die hydrophobe Gruppe (Methacrylatgruppe) zum Resin (Jain, Stewart 2000). Mittels der Lösungsmittel mit niedrigem Dampfdruck wie Aceton oder Ethanol, werden die Monomere in die Tiefe transportiert und das Wasser bzw. der Dentinliquor aus den intertubulären Räumen des Kollagenfasergeflechts sowie aus den Dentintubuli verdrängt und durch amphiphile Monomere ersetzt, die durch das Lösungsmittel in engen Kontakt zu den Kollagenfasern gebracht werden (Perdigao *et al.* 1997 b, Frankenberger *et al.* 2001 b). Diese Monomere penetrieren das gesamte Fasergeflecht und umhüllen das Kollagen (Pashley *et al.* 1994). Nach Evaporation des Lösungsmittels bleibt ein dünner Monomerfilm zurück. Das Primer des Dentins versetzt die hydrophile Substanz in einen hydrophoben Zustand und macht es dem niedrigviskosen Adhäsiv zugänglich, das das Kollagenfasergeflecht ebenfalls

komplett infiltrieren muss (van Meerbeek *et al.* 2001, Jain, Stewart 2000, Gallo *et al.* 2001, Ernst 2001, Fritz, Finger 1999). Der Primer wird idealerweise nur auf das Dentin aufgebracht, das Adhäsiv sowohl auf den Schmelz als auch auf das Dentin. Das Adhäsiv besteht zum größten Teil aus hydrophoben Monomeren wie bis-GMA oder UDMA. Dünnflüssigere Monomere wie TEGDMA werden eingesetzt um die Viskosität zu steuern. Das Adhäsiv dringt in die durch den Primer vorbereiteten und hydrophobisierten inter-, intra- und peritubulären Räume und stabilisiert nach Polymerisation das Kollagenfasergeflecht, indem es zusammen mit ihm eine Hybridschicht bildet (van Meerbeek *et al.* 2001). Nakabayashi *et al.* untersuchten, dass auf konditioniertes Dentin appliziertes HEMA die Monomerdiffusion und die Anlagerung an die Dentinstrukturen verbessert, woraus höhere Haftwerte resultieren (Nakabayashi, Takarada 1992, Nakabayashi *et al.* 1992).

Neuere One-Bottle-Bondings der fünften Generation kombinieren die Eigenschaften von Primer und Adhäsiv in einer Lösung. Wie schon bei den Primern werden amphiphile Substanzen eingesetzt, die nun zusätzlich hydrophobe Monomere mit sich in das Kollagenfasernetz ziehen. Hierdurch soll dem Zahnarzt die Anwendung vereinfacht, Arbeitszeit eingespart und eine Verwechslung der Flaschen ausgeschlossen werden. Ob diese jedoch in der Lage sind, die Techniksensitivität der Vorgängergenerationen aufzuheben ist fraglich.

Zusätzlich sind einige Bondings in der Lage die Dentinsensibilität herabzusetzen. Durch die Ausfällung von Eiweißen innerhalb der Dentintubuli und dadurch entstehende Septen, wird die Flüssigkeitsbewegung in den Tubuli auf ein Minimum reduziert.

2.2.3.3 Hybridisierung des Dentins

Die eigentliche Haftung der Adhäsivschicht am Dentin kommt durch mikromechanische Verankerung dieser Schicht im demineralisierten inter- und peritubulären Dentin sowie der Ausbildung von Resintags in den Dentintubuli zustande (Ernst 2001). Unter der Hybridschicht versteht man jene Mischschicht der Zahnhartsubstanz, die nach dem Imprägnieren des durch Ätzung freigelegten Kollagenfasergeflechts durch Monomere entsteht (van Meerbeek *et al.* 2001, Kugel, Ferrari 2000, Nakabayashi 1996). Eine chemische Reaktion des Adhäsivs mit Hydroxylapatit ist dabei nicht möglich, da demineralisiertes Dentin kein

Hydroxylapatit an der Oberfläche enthält (Nakabayashi 1996). Der Erfolg des adhäsiven Verbunds korreliert eng mit der Qualität der Hybridschicht (Ernst 2001) und dem Ziel, eine maximale Haftung zwischen Bond und Dentin zu erreichen (Gallo *et al.* 2001). Das Adhäsiv umschließt die freiliegenden Kollagenfasern; der polymerisierte Adhäsivfilm bildet die Verbundzone zum Komposit und ist idealerweise so dicht, dass kein Raum für Mikroleakage zwischen Adhäsiv und Dentin bleibt (Nakabayashi 1996). Er verfügt oberflächlich über eine ca. 15 µm dicke, nicht polymerisierte Sauerstoffinhibitionsschicht, die eine Reaktion mit dem Komposit ermöglicht (van Meerbeek *et al.* 2001). Die Resin-Tags, die bis zu einer Tiefe zwischen 5 und 140 µm in die Dentintubuli ragen (Perdigao *et al.* 1997 b), spielen primär keine wichtige Rolle für den Adhäsivverbund (Ernst 2001). In den Dentintubuli kommt es von den Tags ausgehend zur Ausbildung einer 2-5 µm tief hybridisierten Kanalwand (Lamprechts *et al.* 2000). Die Gesamtschichtdicke des Hybrid Layers beträgt je nach verwendetem Bonding 2-10 µm (Finger, Fritz 1996).

Diese Art der mikromechanischen Verankerung am Dentin wurde erstmals 1982 von Nakabayashi beschrieben (Pashley 1991, Perdigao, Lopez 1999). Lange Zeit war unklar, ob die Adhäsion in erster Linie durch das intertubuläre Dentin mit seinen Kollagenfasern bewerkstelligt wird oder durch die Tags in den Tubuli. Anfangs schien es, als ob die Haftung in tieferen Dentinschichten bedeutend abnimmt, da das Dentin dort durch die Tubulidichte wesentlich feuchter ist als in oberflächlichen Regionen. Man ging deshalb davon aus, dass das intertubuläre Dentin hauptverantwortlich für den adhäsiven Verbund ist. Zwischenzeitlich wurde diese Meinung revidiert. Sobald Resintags im mikromechanischen Verbund mit der Tubuluswand stehen, tragen sie zur Adhäsion bei (Pashley *et al.* 1994, Pashley *et al.* 1993).

Hydrophilere Bondings wurden entwickelt, die unabhängig von der Dentintiefe und dem damit verbundenen Dentinliquor in der Lage sind, inter- und peritubuläres Dentin zu penetrieren und zu benetzen. Aktuelle Ein- und Mehrflaschenbondings sind in der Lage die Tubuliwände zu hybridisieren und so zusätzlich zur mikromechanischen Adhäsion einen hermetischen Verschluss der Kanälchen zu erreichen.

Um geätztes Dentin für Bondings infiltrierbar zu gestalten, ist es außerordentlich wichtig, dass die Räume zwischen den Kollagenfasern erhalten werden. Ein

Austrocknen der konditionierten Dentinoberfläche hat den Kollaps der Kollagenfasern zur Folge, woraus eine extrem eingeschränkte Penetrierbarkeit resultiert und die Bildung eines effektiven Hybridlayers gehemmt wird. Um dies zu umgehen, führte Kanca die Technik des Wet- oder besser Moist Bondings ein, mit der nachweislich höhere Haftwerte erreicht werden (Finger, Balkenhol 2000, Milia *et al.* 1999, Pashley *et al.* 1994). Die geätzte Oberfläche wird hierbei nur von grobem Wasserüberschuss befreit, das Dentin bzw. die intertubulären Räume behalten dabei aber ihre Feuchtigkeit. Der applizierte Primer kann die offenen Räume in beschriebener Weise leicht und komplett ausfüllen.

2.3 Problematik der adhäsiven Behandlung

2.3.1 Techniksensitivität

Die heutzutage gängigsten Adhäsivsysteme sind die Mehrflaschensysteme der dritten und vierten Generation sowie die One-Bottle-Bondings der fünften Generation. Neuerdings kommen die Self-Etching-Bondings dazu. Die Hersteller der verschiedenen Adhäsive sind zwar bemüht, komplexe Systeme zu vereinfachen und anwenderfreundlicher zu gestalten, aber dennoch bleibt die Techniksensitivität ein weiter bestehendes Problem. Oft wird der Begriff Techniksensitivität falsch verstanden oder interpretiert. Das Hauptproblem ist weniger in mehreren Flaschen zu sehen, die verwechselt werden können. Problematischer im Sinne der Techniksensitivität sind eher Punkte wie die richtige Applikation bzw. die fehlerfreie Vorbehandlung sowie ein adäquater Feuchtigkeitsgehalt des Dentins in Abhängigkeit des vorhandenen Lösungsmittels (Ernst 2001). Die Frage nach dem einerseits trockenen Umfeld andererseits nach dem noch feuchten Dentin taucht auf. Aufgrund dessen stellen sich die vordergründig einfacheren One-Bottle-Materialien oft als sehr techniksensitiv dar, da hier die korrekte Vorgehensweise noch wichtiger ist, als bei getrennten Priming- und Bonding-Schritten (Ernst *et al.* 2001).

2.3.1.1 Pulpaverträglichkeit

Die Pulpaverträglichkeit von Bondingmaterialien wird gegenwärtig nicht einheitlich eingestuft. Zum selbstätzenden Primer Clearfil-Liner-Bond 2 (Kuraray, Japan)

existieren Studien, die keine toxischen Reaktionen, weder bei geschlossener noch bei kleinflächig eröffneter Pulpa, erkennen lassen. Hier lagen selbst bei direkter Überkappung keine oder nur leichte Entzündungszeichen vor. Ein Unterschied zu mit Kalziumhydroxid behandelten Zähnen wurde nicht festgestellt. Dagegen zeigen andere Autoren, wie Pameijer *et al.*, dass die Anwendung der Total-Etch-Technik und konventioneller Dentinadhäsive im Fall der direkten Überkappung kontraindiziert sind (Dammaschke, Schäfer 2000 b). Schäfer berichtet von *in vivo* Studien, in denen gezeigt wurde, dass selbst die indirekte Überkappung mit Adhäsiven bereits teilweise nach kurzer Zeit zu deutlichen Pulpareaktionen führt (Schäfer 1999 c). Es kommt zu Zirkulationsstörungen und veränderten Odontoblastenschichten. Eine lokalisierte Unterfüllung wird hier empfohlen. Auch andere Autoren geben an, dass die Therapie der vitalen Pulpa mit Ätzmitteln und Bondings kontraindiziert ist (Costa *et al.* 2000).

2.3.1.2 Ätzung von Schmelz und Dentin

Die häufigste Methode Schmelz und Dentin zu konditionieren ist die Behandlung mit Phosphorsäure – je nach Hersteller in unterschiedlicher Konzentration. Erst dieser Schritt ermöglicht die mikromechanisch retentive Oberfläche. Bei der Konditionierung mittels der gängigen Phosphorsäuren ist zu beachten, dass zu ausgiebiges Ätzen extrem dünne bruchgefährdete Schmelzspitzen erzeugt, die beim Auftragen des Adhäsivs verloren gehen und so zu Einbußen der Retention führen (Miller 2001). Andererseits führt zu kurzes Ätzen zu einem insuffizientem Ätzmuster und bringt Einbußen an Randschluss und Haftkraft mit sich (Ernst 2001). Ätzen des Dentins kann durch die fluidziehende, hypertone Eigenschaft der Säure sowie überhöhter Expositionszeit zu Hypersensibilität führen und zur Verlagerung von Odontoblasten in die Tubuli führen (Pashley 1991, Pashley 1992, Haller 1994, Ernst *et al.* 2001). Eine Mindestschicht an Dentin von 0,5 mm über der Pulpa sollte deshalb vorhanden sein (Finger, Fritz 1996).

Durch zu langes Ätzen zu tief demineralisiertes oder zu trockenes Dentin wird möglicherweise nicht vollständig vom Adhäsiv durchdrungen und es bleibt eine nicht hybridisierte Schicht am Grund des Kollagenfasernetzes frei, die die Adhäsion erheblich negativ beeinflusst und zu Hydrolyse, Nanoleakage und Randspaltbildung führen kann (Perdigao, Lopez 1999, Pashley *et al.* 1994, Perdigao *et al.* 1997 b, Nakabayashi 1996). Das fatale daran ist, dass derartige Fehler nicht unbedingt sofort

festgestellt werden, sondern als Langzeiteffekt zu Randspalten, Karies und Füllungsverlust führen. Zu kurzes Ätzen des Dentins schafft kein ausreichendes Freilegen des Kollagenfasergeflechts. Reste der Schmierschicht bleiben erhalten, Pfropfen befinden sich in den Dentinkanälchen. Selbst wenn das Adhäsiv in die Tubuli penetrieren kann, tragen die Tags ohne peritubuläre Hybridschicht – unabhängig von ihrer Länge – nicht zur mikromechanischen Verankerung bei. Es resultieren ebenfalls Hypersensibilität durch Perkolation und Sekundärkaries (Ernst 2001). Das tatsächliche Ausmaß an Demineralisation ist jedoch praktisch nicht zu kontrollieren, da sie von Expositionszeit und Säurestärke beeinflusst wird und mit bloßem Auge nicht zu erfassen ist.

Einen Ausweg versuchen hier die Self-Etching-Primer und -Bondings zu finden, indem sie die Ätzwirkung quasi selbst kontrollieren. Ätztiefe und Infiltrationstiefe des Monomers stimmen exakt überein (Miller 2001). Allerdings sind häufig keine der Phosphorsäureätzung gleichwertigen Haftergebnisse zu erlangen.

2.3.1.3 Hybridisierung von Schmelz und Dentin

Nicht nur das Konditionieren von Schmelz und Dentin birgt Gefahren, sondern auch die Applikation von Primer und Adhäsiv, unabhängig davon, ob das in mehreren Schritten oder mittels One-Bottle-Bond geschieht. So erreichen verschiedene Anwender oft unterschiedliche Ergebnisse, obwohl sie das gleiche System einsetzen. Daraus kann geschlossen werden, dass Fehler in der Anwendung das Bondingverhalten beeinflussen (Frankenberger *et al.* 2000 b).

Um suffiziente Ergebnisse zu erzielen, muss der korrekte Feuchtigkeitsgehalt im Dentin eingehalten werden. Nur so kann ein Kollagenfaserkollaps vermieden und die korrekte Penetration des Bondings sichergestellt werden. Es ist darauf zu achten, dass reichlich Material aufgetragen wird, um eine komplette Hybridschicht zu erzeugen. Ist die Hybridschicht zwar vollständig, aber zu dünn, kommt es aufgrund der Sauerstoffinhibitionsschicht zu einer unvollständig etablierten Hybridzone nach der Polymerisation und zu Qualitätseinbußen. Um der Polymerisationsschrumpfung des Füllungsmaterials zu widerstehen, muss mindestens eine Haftkraft von 17 MPa erreicht werden (Frankenberger *et al.* 1997, Hannig *et al.* 1999 b). Lösungsansätze sind gefüllte Adhäsive, die zu größeren Schichtdicken führen oder die Applikation mehrerer Schichten. Die Polymerisation wird sicherer, die Randedichtigkeit und

Haftung werden erhöht. Zwar steigt die Viskosität gefüllter Adhäsive; mit der dadurch bedingten größeren Schichtstärke geht aber eine „Stress-Breaker-Funktion“ einher, die während der Polymerisationskontraktion auftretende Spannungen absorbiert (Perdigao *et al.* 1997 b, Gallo *et al.* 2001). Die dickere Schicht des viskosen, elastischeren Bondings überträgt den Kaudruck nicht direkt auf die Verbundzone (Ernst 2001). Die Scherhaftwerte werden durch den Füllstoffzusatz nicht negativ beeinträchtigt (Gallo *et al.* 2001).

Sinnvoll ist es, zur Unterstützung der Penetration den Primer bzw. das Adhäsiv selektiv in das Dentin einzumassieren, wobei es sich in der Praxis kaum vermeiden lässt, dass geätzter Schmelz mit Primer kontaminiert wird. Dabei muss unbedingt beachtet werden, dass auf geätztem Schmelz keinesfalls mit Pinseln oder Bürstchen gerieben wird. Eine Benetzung des geätzten Schmelzes mit dem Primer bringt keine Nachteile in der Haftung mit sich. Das kann bei aceton- oder ethanolgelösten Systemen sogar sinnvoll sein, um Wasserreste aus dem Ätzrelief zu entfernen. Jain und Stewart zeigten in Ihrer Studie, dass Primer auf trockenem Schmelz die Haftwerte nicht negativ beeinflussen, feuchter Schmelz wurde sogar positiv beeinflusst. Allerdings muss das mittels „hängendem Tropfen“ (Frankenberger *et al.* 1997) geschehen (Jain, Stewart 2000). Ein Einmassieren kann das empfindliche Ätzmuster teilweise zerstören und einen adhäsiven Verbund durch Verlust der Mikroretentionen um bis zu 20% beeinträchtigen (Frankenberger *et al.* 2000 a, Frankenberger *et al.* 1997, Uno, Finger 1996). Kann nicht sichergestellt werden, dass der Applikator nur das Dentin berührt, ist auf ein Einmassieren zu verzichten. Frankenberger *et al.* zeigten, dass ein mittels Einreiben auf den Schmelz aufgebracht Primer in einem Verlust an Haftkraft zwischen 20% und 40% resultierte. Es konnte nur noch 85-88% spaltfreier Rand gemessen werden (Frankenberger *et al.* 2000 a).

Die benötigte Einwirkzeit der Komponenten ist, gleichgültig welche Technik benutzt wird, einzuhalten. Um dem aufgetragenen Bonding die Polymerisation zu ermöglichen, ist es Voraussetzung, dass das Lösungsmittel, mit dessen Hilfe das Bonding in die Tiefe transportiert und das dort vorhandene Wasser verdrängt wurde, vollständig verdampft. Dies geschieht durch sanften Luftstrom, der keinesfalls Löcher in die empfindliche Bondingschicht reißen darf. Ein durchgängig glänzender Film

muss erkennbar bleiben, da sonst wiederum Hypersensibilität und Qualitätsverlust drohen. Aceton- und ethanolgelöste Systeme erreichen durch ihren wasserverdrängenden Effekt auf feuchtem Dentin und Schmelz in Untersuchungen häufig bessere Haftwerte als wasserbasierte Bondings, bei denen sich Penetration und Evaporation schwieriger gestalten (Kanca 1992 b).

Wegen des zum Auftragen der zahlreichen Komponenten benötigten Zeitaufwands, der bei Mehrflaschensystemen höher liegt als bei One-Bottle-Bondings, gestalten sich diese als attraktiver für den Anwender. Sie sind vermeintlich einfacher zu handhaben und enthalten Primer sowie Adhäsiv in einer Flasche. Diese scheinbare Vereinfachung und der Zeitgewinn sind jedoch tatsächlich kaum vorhanden, wenn man bedenkt, dass auch hier das Prinzip des Wet-Bondings zu beachten ist und häufig zum Erreichen einer ausreichenden Schichtdicke mehrere Lagen Bonding notwendig werden. Eine inkomplette Bondingschicht würde zur Randspaltung sowie zu postoperativer Hypersensibilität führen. Deshalb ist die Kontrolle der durchgängig glänzend erscheinenden Schicht auf Schmelz und Dentin äußerst wichtig. Oft führt zu exzessives Abdampfen der Lösungsmittel zum völligen Herausblasen des Adhäsivs und zu einer freiliegenden Schmelz- oder Dentinoberfläche. Andererseits ist aber auch darauf zu achten, dass das Lösungsmittel – so lange bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr zu sehen ist – verdampft wird, da es sonst zu einer Inhibition der Polymerisation kommt. Frankenberger *et al.* haben nachgewiesen, dass Adhäsive der dritten und vierten Generation bei korrekter Verarbeitung noch immer bessere Haftwerte hervorbringen als Bondings der fünften Generation. Sie konnten außerdem zeigen, dass eine verkürzte Primer-Penetrationszeit wie auch ein unvollständiges Verblasen des Lösungsmittels die Adhäsion bei Produkten der dritten bis fünften Generation vermindern. Die bereits erwähnte Gefahr des Überätzens besteht auch hier, so dass man insgesamt gesehen weder von einer erheblichen Vereinfachung in der Handhabung noch von weniger Techniksensitivität bei One-Bottle-Bondings sprechen kann (Frankenberger *et al.* 2000 b). Ein weiterer Schritt in Richtung Reduktion der Techniksensibilität ist mit der Einführung der sechsten Generation, der Self-Etching-Adhäsive erfolgt. Diese konditionieren und infiltrieren Schmelz und Dentin gleichzeitig, ohne dass die aufgetragene Lösung vom Zahn abgespült werden muss. Vorteile dieser neuen Technik sind, dass es hierbei

nicht mehr zu einer Differenz von Ätztiefe und Eindringtiefe des Bondings kommt und dass sich die Frage nach „overwet“ oder „overdry“ nicht mehr stellt. Gleichzeitig ist eine effektive Desensibilisierung möglich. Einzig bleibt darauf zu achten, dass beim Verblasen eine durchgängige Bondingschicht entsteht. Da diese Technik erst kürzlich auf den Markt gelangte, sind noch keine klinischen Langzeitergebnisse vorhanden.

2.3.1.4 Wet- Bonding / Dry-Bonding

Eine immer wiederkehrende Frage ist „how wet is wet“ (Tay *et al.* 1998). Während bei Bondings der dritten Generation ein Übertrocknen der Dentinoberfläche durch Erhalt der Schmierschicht die Adhäsion kaum negativ beeinflusste, stellt es bei der vierten und fünften Generation in Verbindung mit Total-Etch ein gravierendes Problem dar. Einerseits sollte der Schmelz als hydrophobes Substrat zum Bonden trocken sein und man möchte die korrekte Ätzung anhand des kreidig-weißen, trockenen Schmelzmusters überprüfen (Hannig *et al.* 1999 b). Doch ist ein ausgiebiges Trocknen des Schmelzes kaum möglich, ohne dabei das Dentin - zumindest teilweise - ebenfalls zu trocknen (Frankenberger *et al.* 2000 b). Dabei geht das Wasser aus den intertubulären Räumen des Kollagenfasergeflechts verloren. Es kommt zum Kollabieren des gesamten Netzwerkes. Ein Eindringen des Adhäsivs in das Kollagenetz und die Tubuli ist nicht mehr möglich, die Haftkraft fällt auf ein klinisch insuffizientes Maß ab, postoperative Beschwerden treten auf (Finger, Balkenhol 2000, Pashley *et al.* 1994). Ein trockenes kollabiertes Kollagenfasergeflecht muss daher unbedingt durch rewettingfähige Lösungen aufgerichtet werden. Auf der anderen Seite führt eine tropfnasse Dentinoberfläche zur Verdünnung oder Phasentrennung des Adhäsivs und zur destabilisierenden Blasenbildung im Adhäsivfilm und der Hybridschicht (Fritz, Finger 1999). Die Tubuli werden unzureichend versiegelt und der adhäsive Verbund geschwächt (Gwinnett *et al.* 1996).

Hier bleibt es der Erfahrung eines jeden Einzelnen überlassen, das richtige Maß an Feuchtigkeit zu finden, zumal die Beschreibung und Standardisierung des korrekten Status äußerst schwierig ist. Wichtig ist die Tatsache, dass unter Feuchtigkeit ausschließlich Wasser bzw. Tubulifluid, aber keinesfalls proteinhaltiger Speichel oder Blutflüssigkeit zu verstehen ist, da diese eine Benetzung des Substrates verhindern

und zu Haftwertverlusten von bis zu 50% am Dentin führen (Dammaschke, Schäfer 2000 b, Gwinnett 1992, Pashley *et al.* 1994). Frankenberger *et al.* wiesen nur einen Anteil von 49-69% an spaltfreien Rändern bei einer Scherbondhaftung von 8-10 MPa nach Speichelkontamination nach (Frankenberger *et al.* 2000 a).

Mehrflaschenadhäsive bieten die Vorteile, dass Konditionierer, Primer und Adhäsiv separat aufgetragen werden, so dass kleinere Fehler, die beim Applizieren der einzelnen Schichten auftreten, abgefangen werden können. Primer bieten die Möglichkeit, ein teilweise kollabiertes Kollagenfasergeflecht durch HEMA und Wasser wieder aufzurichten. Reproduzierbare Ergebnisse sind leichter zu erzielen.

Grundlage für eine zuverlässige Hybridschicht ist jedoch unabhängig vom eingesetzten Produkt eine fehlerfreie Abfolge der Einzelschritte. Einerseits sollte wie bereits beschrieben der Schmelz trocken sein, das Dentin aber seine Feuchtigkeit behalten, um ein Kollabieren des Kollagenfasergeflechts zu vermeiden. Ein exzessives Trocknen reduziert das Volumen des geätzten Dentins um ca. 65% (Perdigao, Lopez 1999, Pashley *et al.* 1994). Durch Rewetting mit Wasser bzw. wasser-, ethanol- oder HEMA-haltigen Primern, kann das Kollagenfasergeflecht reexpandiert werden (Perdigao, Lopez 1999, Gwinnett 1994, Gallo *et al.* 2001). Unter zusätzlicher Verwendung von Glutaraldehyd kommt es zu einer Stabilisation des Kollagennetzwerkes, da neben dem Rewetting Kollagenfasern vernetzt werden, was die Anfälligkeit des Netzwerkes gegen Austrocknung reduziert (Finger, Balkenhol 2000, Ritter *et al.* 2001). Wiederbefeuchtetes Dentin unterscheidet sich laut Gwinnett in seinem Haftverhalten nicht signifikant von feucht belassenem Dentin (Gwinnett 1994). Perdigao *et al.* zeigten, dass bei Einsatz von wässriger HEMA-Lösung eine Reexpansion und Haftwerte von nicht kollabiertem, feuchtem Dentin erreicht werden (Perdigao *et al.* 1999 b).

Um Lösungen für die Applikationstechniken verschiedener Bondings zu finden, ohne die Haftung einzuschränken oder die Randspaltbildung zu begünstigen wurden unterschiedliche Wege beschritten (van Meerbeek *et al.* 2001). Abhängig sind diese vom Lösungsmittel des vorliegenden Bondings. Die Frage, ob ein Wet- oder Dry-Bonding zu bevorzugen ist, ist einzig eine Frage des Lösungsmittels. Grundsätzlich sind mit den beiden Begriffen „wet“ und „dry“ nie die Extreme der beiden Varianten gemeint, die keinen Erfolg bringen. Die Zahnhartsubstanz zu trocknen und im

Anschluss das Kollagengeflecht zu rehydrieren, wiederaufzurichten und damit penetrierbar für das Adhäsiv zu machen, ist eher die Methode der Wahl bei wasserbasierten Primern bzw. Adhäsiven (Ernst 2001). Sie haben die Fähigkeit, bei der Dry-Technik das Kollagengeflecht derart aufzurichten, dass es zur Ausbildung einer suffizienten Hybridschicht kommt (van Meerbeek *et al.* 2001). Während aceton- und ethanolbasierte Primer schnell penetrieren, benötigen wassergelöste Systeme mehr Zeit. Bei den wassergelösten Primern und wasserbasierten One-Bottle-Bondings hat man die Chance, weniger auf den Feuchtigkeitsgrad des Dentins achten zu müssen, aber es besteht das Risiko, dass eine Evaporation des Lösungsmittels, bedingt durch dessen geringen Dampfdruck, nur unvollständig geschieht. Gerade in schwer zugänglichen Kavitätenbereichen bleibt leicht Lösungsmittel zurück. Die Polymerisation wird inhibiert, es kommt zur Einschränkung der adhäsiven Wirkung (Jacobson, Söderholm 1995).

Acetongelöste Adhäsive benötigen durch ihren wasserverdrängenden Effekt und ihre leichte Verdunstung eher nasse Oberflächen, um gute Haftung zu erreichen, sind aber durch den hohen Dampfdruck des Acetons aus allen Bereichen der Kavität sicher auszudampfen (Ernst 2001, Gallo *et al.* 2001, Finger, Fritz 1996, Gwinnett 1992). Sie zeigen jedoch bei Anwendung auf trockenem Dentin einen Abfall der Verbundfestigkeit auf ein Drittel des Wertes bei feuchtem Dentin (Ernst *et al.* 2001). Die Penetration in die demineralisierte intertubuläre Matrix wird beeinträchtigt und es resultiert eine zwar komplette Versiegelung des Dentins, aber ohne vollständige Hybridisierung (Gwinnett *et al.* 1996). Es existiert nur ein enges „window of opportunity“ (Gwinnett *et al.* 1996) in dem optimale Hybridisierung und tubuläre Versiegelung zugleich erreicht werden können.

Eine Art Mittelstellung besitzen ethanolgelöste Materialien, die auf feuchtes Dentin aufgetragen werden. Durch die azeotrope Wirkung des Ethanols wird der Dampfdruck des Wasser-Ethanol-Gemischs herabgesetzt, so dass ein vollständiges Abdampfen des Lösungsmittels erleichtert wird. Im Gegensatz zu den acetonbasierten Bondings sind ethanolbasierte Systeme weniger techniksensibel bei gleich guten Ergebnissen, da sie ein breiteres Verarbeitungsfenster zwischen nass und trocken besitzen (van Meerbeek *et al.* 2001, Gallo *et al.* 2001).

Unabhängig vom eingesetzten Lösungsmittel bleibt Moist-Bonding ein zentrales Thema. Die geätzte Dentinoberfläche und damit verbunden auch der Schmelz werden weiterhin lediglich von groben Wasserüberschüssen befreit (Kanca 1996). Bei dieser Technik bleibt das lockere Kollagenfasergeflecht aufgeschwemmt und die interfibrillären Räume bleiben erhalten. Der Prozeß des De- und Rehydrierens wird umgangen. Das Bonding kann sicher in die Zwischenräume und die Tubuli diffundieren. Über den Erfolg der Wet- bzw. Moist-Bonding-Technik wurde vielfach berichtet und sie hat sich heute als Standard durchgesetzt. Dennoch bleibt die Techniksensitivität, wenn es um das richtige Maß an Feuchtigkeit geht. Ein Nachteil, der mit Aceton gelösten Bondings auftritt, ist die rasche Verdunstung des Lösungsmittels nach Vorlage des Bondings. Es kommt zu einer Veränderung in der Zusammensetzung und so auch in der Wirksamkeit der Materialien. Die Penetrationsfähigkeit kann auf ein zu geringes Maß abfallen.

Angesichts oben genannter Punkte stellen die One-Bottle-Bondings der fünften Generation nur scheinbar eine Verbesserung hinsichtlich der Techniksensitivität dar. Hier ist das richtige Maß an Feuchtigkeit noch wichtiger als bei den getrennt aufzutragenden Systemen der Vorgängergenerationen und übertrocknetes Dentin kann zu signifikant schlechteren Ergebnissen führen (Ernst 2001, Frankenberger *et al.* 2000 b).

2.3.1.5 Anforderung an ein ideales Bonding

Idealerweise sollte ein Bonding folgende Anforderungen erfüllen (Kanca 1992 a, Pashley *et al.* 1994, Burke, Mc Caughey 1995):

- Es sollte Schmelz und Dentin ausreichend benetzen, um so einen intensiven Kontakt zu den beiden Medien zu gewährleisten.
- Eine hohe Haftkraft und dauerhafte Anbindung sollten gegeben sein, die durch interne und externe Einflüsse nicht beeinträchtigt werden.
- Die Haftkraft zu Schmelz und Dentin sollte vergleichbar hohe Haftwerte erzielen, wobei die Gefahr von Spaltbildung und Sekundärkaries auf ein Minimum reduziert sein muss.
- Es sollte unempfindlich gegen Feuchtigkeit sein.
- Biokompatibilität sollte gegeben sein.

-
- Daneben sollten Punkte wie einfache Anwendung, hohe Zuverlässigkeit und Kombinierbarkeit mit möglichst vielen Materialien vorhanden sein.

2.4 Generationen der Bondings

In den Jahren nach den ersten Schritten des Schmelzbondings wurden auch die ersten Versuche unternommen einen Verbund zum Dentin zu schaffen. Buonocore postulierte seinerzeit, dass die Schmelzadhäsion durch Ausbildung von Kunststoffzapfen im geätzten Schmelz zustande kommt (Buonocore 1955). Heute ist bekannt, dass das Bonding die Mikroporositäten des geätzten Schmelzes penetriert und nach Polymerisation mechanisch verankert ist.

Die anfänglichen Versuche des Dentinbondings brachten nur inakzeptable Ergebnisse. Bedingt war das durch die Schwierigkeit, die die Anlagerung hydrophober Monomere an hydrophiles Dentin nach sich zog (Burke, Mc Caughey 1995). Während der Schmelz mit seinem geringen Proteinanteil empfänglich für hydrophobe Bondings ist, besteht das Dentin aus 17 vol-% Kollagen, das durch das umgebende Hydroxylapatit nicht penetrierbar ist. Ein anderer Schwachpunkt lag darin, dass die Haftung nicht ausreichte, den Schrumpfkraften, die bei der Kompositpolymerisation auftreten, zu widerstehen (Burke, Mc Caughey 1995). Nur die Tubuli konnten einer mikromechanischen Verankerung dienen. Den ersten Bondinggenerationen machte der Smear Layer zusätzlich zu schaffen, da er die Infiltration blockierte. Erst durch Schmelz- und Dentinkonditionierung wurden akzeptable Ergebnisse erreicht.

Da es allgemein häufig schwierig ist, Produkte zu ordnen und zu gruppieren und so zu einer einheitlichen internationalen Sprachregelung zu gelangen, taucht dieses Problem auch im Bereich der dentalen Adhäsive auf. Die einen sortieren die Materialien nach der Anzahl der Behandlungsschritte bzw. der Zahl der Fläschchen im System, andere ordnen, indem sie sich am Mechanismus des Bondings orientieren. Ein Großteil, der in der Literatur beschriebenen Adhäsive, wird nach Generationen eingeteilt. Diese Art gibt, durch ihre chronologische Anordnung, am ehesten einen Überblick über die Evolution der Adhäsive und die Intention der Hersteller nach Verbesserungen ist deutlicher zu verfolgen, wobei unter

Vereinfachung der Systeme und Steigerung der Haftkraft nicht automatisch auch eine Verbesserung der Randqualität zu verstehen ist (Kugel, Ferrari 2000).

Erste Generation

Die anfänglichen Versuche des Dentinbondings richteten sich nach dem Verfahren des hydrophoben Schmelzbondings. Die hydrophoben bzw. apolaren Gruppen des Adhäsivs waren jedoch nicht in der Lage, das hydrophile Dentin ausreichend zu benetzen, geschweige denn zu penetrieren (Ernst 2001). 1956 konnte Buonocore zeigen, dass ein Primer, der Glycerophosphorsäure-Dimethacrylat enthält, am geätzten Dentin haftet. Diese Adhäsion führte man auf die Interaktion der Phosphatgruppe der Kunststoffmoleküle mit Kalziumionen des Hydroxylapatits zurück (Burke, Mc Caughey 1995, Kugel, Ferrari 2000). Eine chemische Stabilität bzw. eine klinisch suffiziente Haftkraft konnte damit aber nicht annähernd erreicht werden. Masuhara versuchte ein System zu entwickeln, mit dem er chemisch an das Kollagen anbinden konnte (Burke, Mc Caughey 1995). Bowen stellte eine oberflächenaktive Mischung aus N-Phenyl-Glycin und Glycidylmethacrylat (NPG-GMA) her. Dieses NPG-GMA ist ein bifunktionelles Molekül, d.h. es kann mit dem einen hydrophilen Ende am Dentin anbinden, während das andere hydrophobe Ende in der Lage ist am Komposit anzubinden (Bowen 1965). Ziel war es die Oberfläche zu benetzen und dadurch an Retention zu gewinnen. Auch dieser Weg führte zu einer unzureichenden, nicht hydrolysestabilen Retention (Schäfer 1999 a). Buonocore erreichte Haftwerte von anfänglich ca. 5 MPa und nur noch ca. 2 MPa nach fünf Monaten, was klinisch keinen Erfolg brachte (Burke, Mc Caughey 1995). Als Grund wurde auch dafür die Hydrolyse angesehen. Auch wenn all diese Ansätze zu keinem befriedigendem Ergebnis führten, waren die ersten Schritte in der Dentinadhäsion getan.

Zweite Generation

Durch Verbesserungen in der Zusammensetzung der Bondings konnte in der zweiten Generation die Adhäsion zum Dentin verbessert werden. Ende der 70er Jahre wurden Bondingsysteme eingeführt, von denen viele Halophosphorsäureester von Monomeren wie bis-GMA oder HEMA enthielten, um Hydrolysestabilität zu erreichen.

Andere waren auf der Grundlage von Polyurethan hergestellt (Burke, Mc Caughey 1995). Ein weiterer Ansatz wurde durch einen Inhaltsstoff basierend auf dem Reaktionsprodukt von HEMA und Phenylphosphorsäure, dem Phenyl-P oder durch den Einsatz von 4-META gefunden. Das Konzept, das Hydroxylapatit als Substrat für die Dentinanbindung nach Oberflächenbehandlung zu nutzen, wurde beibehalten. Man ging von einem Haftmechanismus aus, der bei Chlorophosphateestern, Phosphaten und Carboxylaten durch Ionenbindung oder Chelatbindung an das Kalzium des Hydroxylapatits hervorgerufen wurde. Durch den Einsatz von z.B. Glutardialdehyd, HEMA oder Isocyanatgruppen sollten kovalente Bindungen zum Kollagen hergestellt werden (Kugel, Ferrari 2000, Haller 1994). Bis-GMA wurde eingesetzt, das als Merkmal für die zweite Generation steht (Burke, Mc Caughey 1995). Gemeinsam war den Ansätzen, dass nur mangelhafte Ergebnisse erzielt werden konnten, obwohl sie über denen der ersten Generation lagen. Die erzeugten Bindungen waren nicht stabil genug, den Hydrolyseeinflüssen zu widerstehen. Die Hydrolyse durch den Speichel sowie durch die Feuchtigkeit des Dentinliquors, führte zum Auflösen der nicht entfernten Schmierschicht und zum Versagen der Adhäsion, wodurch es zu Spaltbildung und Sekundärkaries kam (Haller 1994, Schäfer 1999 a). Die erreichten Haftwerte lagen verstreut zwischen 1 MPa und 15 MPa, die Verlusten nach sechs Monaten zwischen 0% und 100% (Burke, Mc Caughey 1995). Gemeinsam war diesen anfänglichen Bonding-Generationen, dass es keine Dentinkonditionierung durch Ätzung gab (van Meerbeek *et al.* 2001). Der Smear Layer wurde belassen und versucht, ihn mit Monomeren zu infiltrieren und dadurch zu stabilisieren (Ernst 2001). Die Haftkraft des Bondings war durch die Haftung des Smear Layers am Dentin vorgegeben und begrenzt. Der genaue Mechanismus der Adhäsion blieb weiterhin offen.

Dritte Generation

Die Materialien der dritten Generation unterscheiden sich von ihren Vorgängern durch den Einsatz verschiedener Konditionierer, die den Smear Layer teilweise entfernen oder modifizieren, bevor das eigentliche Adhäsiv aufgetragen wird (van Meerbeek *et al.* 2001, Kugel, Ferrari 2000). Es wurde klar, dass man einen Weg finden musste, das hydrophile Dentin zu hydrophobisieren, um eine Anbindung

apolarer Adhäsivgruppen zu ermöglichen. Durch den Einsatz mehrerer Komponenten sollte dieses Ziel erreicht werden (Ernst 2001). Die erste Komponente ist eine milde organische Säure in Form eines sauren Primers als Konditionierer, wie Maleinsäure oder Zitronensäure, die nach selektiver Schmelzätzung mit Phosphorsäure nach Möglichkeit nur auf das Dentin aufgebracht wird und dort ohne Abzuspülen verbleibt (Heymann, Bayne 1997). Der Primer ist in der Lage den Smear Layer zu durchdringen bzw. zu modifizieren, die Dentintubuli zu öffnen und in diese zu penetrieren, deren Permeabilität zu erhöhen und sich durch Kollagenfaserfreilegung ans Dentin anzulagern (Kugel, Ferrari 2000, Schäfer 1999 a). Die Primer dieser Generation setzen sich aus Monomeren, wie 4-META, PENTA oder HEMA gelöst in Aceton oder Ethanol, um die Oberflächenspannung des Dentins zu reduzieren, sowie zum Teil Glutardialdehyd, zusammen. Die hydrophilen Gruppen dieser Monomere, wie z.B. die wässrige Kombination aus HEMA und Maleinsäure, begünstigen ein Eindringen und Auflösen des Smear Layer, infiltrieren die entstandenen Porositäten im Dentin und fördern die Adhäsion an das Dentin, indem sie mit ihren hydrophoben Gruppen die Aufnahme des Adhäsivs, z.B. auf der Grundlage von bis-GMA, TEGDMA oder UDMA, begünstigen. Glutardialdehyd führt vermutlich zu N-Hydroxymethyl-Kollagenbindungen, die wiederum mit den OH-Gruppen des HEMA reagieren (Burke, Mc Caughey 1995). Zwar wird mit der Maleinsäure eine Säure benutzt, die im Vergleich zur Phosphorsäure schwächer ist, es findet aber dennoch eine Auflösung des Smear Layers statt. Nach der Applikation des Primers wird dieser verblasen und ein dünnflüssiges Adhäsiv auf geätzten Schmelz und Dentin aufgetragen, das nun auch problemlos in die Mikroporositäten des Dentins diffundieren kann. Das lichtgehärtete Adhäsiv sorgt dann für den Verbund von Dentin und Komposit. Bewerkstelligt wurde der Verbund, indem Monomere mit sowohl hydrophilen als auch hydrophoben Gruppen das Dentin penetrieren, demineralisieren und Kollagen freilegen, mit dem die Monomere nach Polymerisation eine Hybridschicht bilden (van Meerbeek *et al.* 2001). Diese Hybridschicht beinhaltet bei nicht abzuspülenden Primern der dritten Generation Trümmer des Smear Layers, sowie Hydroxylapatitreste aus dem demineralisierten Dentin (Ernst 2001). Die resultierende Haftkraft wird in direktem Zusammenhang mit der Adhäsivpenetration gebracht. Erst penetrationsfähige Primer in

Adhäsivsystemen, die zwar komplizierter und zeitaufwendiger wurden, brachten Erfolge im Dentin-Bonding der dritten Generation mit signifikant höheren Haftwerten und Mundbeständigkeit. Die bis dahin erwogene Meinung der chemischen Adhäsion wurde durch das mikromechanische Konzept ersetzt.

Vierte Generation

Mit der vierten Generation etablierte sich auch die Total-Etch-Technik. Schmelz und Dentin werden in einem Arbeitsschritt konditioniert (Ernst 2001). Der Smear Layer wird hierbei komplett vom präparierten Dentin entfernt (Kugel, Ferrari 2000). Eine erleichterte Haftung wird ermöglicht. Die Systeme bestehen weiterhin aus den separaten Komponenten Ätzel, Primer und Adhäsiv (Christensen 2001). Neben dem vereinfachten Zugang des Primers zu Dentin und Tubuli treten aber auch erstmals die Probleme des Überätzens und des Kollabierens des Kollagenfasergeflechts auf. Forderungen wie Wet-Bonding wurden laut, um das demaskierte Kollagen vor dem Kollaps zu schützen. Die Anfälligkeit gegen Verarbeitungsfehler ist vorhanden, da die Begriffe „Wet“ und „Dry“ nicht zuverlässig definiert und weitervermittelt werden können. Der Vorteil der Total-Etch Total-Bond-Technik besteht in der Ausbildung von Resin-Tags mit lateralen Ästen und eines Hybridlayers im demineralisierten Kollagenfasergeflecht des intertubulären und peritubulären Dentins. Neben einer Erhöhung der Haftkraft durch mikromechanische Retention auf durchschnittlich deutlich über 20 MPa, dient die Hybridsschicht gleichzeitig als schockabsorbierende Zone, indem ein relativ breiter elastischer Bereich geschaffen wird. Außerdem kommt es zu einer hermetischen Versiegelung der Dentintubuli und der konditionierten Dentinoberfläche. Die seit langem bestehenden Forderungen nach gleich hohen Haftwerten an Schmelz und Dentin, sowie die Möglichkeit feuchte Zahnhartsubstanz adhäsiv zu behandeln, wurden von einigen Produkten erfüllt.

Fünfte Generation

Obwohl mit Bondingsystemen der dritten und vierten Generation klinisch exzellente Ergebnisse erzielt werden konnten und können, wurde das Verlangen nach Systemen laut, die weniger technikanfällig und schneller zu verarbeiten sind. Die

zahlreichen Schritte sollten reduziert und die Gefahr des beschriebenen Kollagenfaserkollapses soweit wie möglich ausgeschlossen werden, um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten. Teilweise erreicht wurden diese Forderungen durch die One-Bottle-Bondings.

Das One-Bottle-Bonding erhielt seinen Namen, da es die Komponenten Primer und Adhäsiv zwar weiterhin, wie schon bei der vierten Generation, aber in nur einer Flasche enthält (Frankenberger *et al.* 2000 b). So ist ein simultanes Auftragen aller Komponenten auf Schmelz und Dentin möglich. Allerdings entbindet die Bezeichnung One-Bottle-Bond nicht vom obligatorischen Total-Etch Schritt, da diese Ein-Komponenten-Materialien keine konditionierende Wirkung besitzen und auch die Wet-Bonding-Technik muss weiterhin beachtet werden (Ernst *et al.* 2001, Schäfer 1999 b). Um das Fenster zwischen „Wet“ und „Dry“ zu erweitern, enthalten auch viele dieser Materialien Substanzen, die in der Lage sind, ein teilweise kollabiertes Kollagengeflecht zu rehydrieren und wieder aufzurichten. Der Adhäsionsmechanismus verändert sich im Vergleich zur vierten Generation nicht. Bewerkstelligt wird dieser weiterhin über die Formation eines Hybridlayers und die Ausbildung von Resin-Tags (van Meerbeek *et al.* 2001). Die Haftwerte zeigen wie häufig bei der Vereinfachung von Arbeitsschritten einen Kompromiss mit leichten Einbußen. Diese 10-30% geringeren Resultate als bei Materialien der dritten und vierten Generation wurden zwar experimentell ermittelt, weisen klinisch aber nicht auf Qualitätseinbußen im adhäsiven Verbund hin (Ernst 2001, Ernst *et al.* 2001).

Sechste Generation

Die neueste Bondinggeneration ist durch die Schlagworte „selbstkonditionierend“ bzw. „selbstätzend“ gekennzeichnet. Ein erster Schritt in Richtung Umgehen des Faserkollapses und der Frage „How wet is wet?“ wurde durch die Self-Etching-Primer gemacht. Es sind Primer, die saure Monomere zur simultanen Konditionierung enthalten. Ihr Vorteil liegt in einer Kombination des Ätz- und Primingschrittes, wobei die Lösung nicht mehr – wie es bei separatem Ätzschritt erforderlich ist – von der Zahnhartsubstanz abgespült werden muss. Eine Differenz von Ätztiefe und Tiefe des Hybridlayers kann ausgeschlossen werden, es kommt zu keiner Überätzung. Viele der Self-Etching-Primer sind nicht in der Lage die

Schmierschicht komplett aufzulösen, wohl aber zu durchdringen, so dass sich der Hybridlayer mehr als eine hybridoide Schicht darstellt, die Smear Layer Trümmer sowie aus Schmelz und Dentin gelöstes Hydroxylapatit enthält. Die gelösten Hydroxylapatitbestandteile werden in die Adhäsivschicht eingebaut. Je nach verwendetem System wird bei den Self-Etching-Primern von Schmelzätzmustern berichtet, die nicht an die Qualität der separaten Säureätzung heranreichen. Statistisch signifikante Unterschiede zwischen der Haftung von One-Bottle-Bonds und Self-Etching-Primern konnten bei einigen Systemen nicht ermittelt werden, allerdings ist die Spaltbildung an Schmelz und Dentin bei Gebrauch von Self-Etching-Primern höher (Kugel, Ferrari 2000).

Eine weitere Stufe in der Entwicklung zum „echten“ All-in-One Adhäsiv sind die gegenwärtig am Markt erhältlichen Self-Etching-Bondings, die bis auf die Tatsache der reduzierten Applikationsschritte und dem integrierten Adhäsiv, in ihrer Wirkung mit einigen Self-Etching-Primern vergleichbar sind. Auch sie enthalten saure Monomere, wobei einige Produkte ein der Phosphorsäure vergleichbares Ätzmuster am Schmelz zeigen. Sie vermögen eine gute Adhäsion an Schmelz und Dentin zu erzeugen, weisen aber bisweilen Schwächen in der Randspaltbildung nach Belastung auf (Ernst 2001). Die gebräuchlichste, auch hier dargestellte Einteilung der Adhäsivsysteme nach ihrer Einführung, d.h. in Generationen, lässt kaum eine Klassifizierung nach dem Wirkprinzip zu. Deshalb scheint eine zusätzliche Einteilung, vor allem bei der sechsten Generation, nach der Anzahl der Komponenten und der klinischen Schritte sinnvoll (Manhart 2002).

Adhäsiv	Hersteller	Lösungsmittel	pH	Konditionierende Komponente
Selbstkonditionierende 3-Komponenten 2-Schritt-Adhäsivsysteme (Selbstkonditionierender Primer Lösung A+B, Bond)				
Clearfil Liner Bond 2	Kuraray	Wasser	1,4	Phenyl-P
Clearfil Liner Bond 2V	Kuraray	Wasser	2,5	MDP
Resulcin Aqua Prime N	Merz	Wasser	0,7	Phosphorsäure-HEMA-Ester
Fluorobond	Shofu	Aceton/Wasser	2,5	4-AETA
Selbstkonditionierende 2-Komponenten 2-Schritt-Adhäsivsysteme (Selbstkonditionierender Primer, Bond)				
Clearfil SE Bond	Kuraray	Wasser	2,0	MDP
UniFil Bond	GC	Ethanol/Wasser	?	4-META
NRC+Prime&Bond NT	Dentsply	Wasser (Aceton)	1,2	Maleinsäure, Itakonsäure
Selbstkonditionierende 2-Komponenten 1-Schritt-Adhäsivsysteme (Selbstkonditionierendes Adhäsiv Lösung A+B)				
Etch&Prime 3.0	Degussa	Ethanol/Wasser	1,0	Pyrophosphat
Futurabond	Voco	Aceton/Wasser	1,5	Organische Säuren
Prompt L-Pop	3M Espe	Wasser	1,0	Methacrylierte Phosphate
Reactmer Bond	Shofu	Aceton/Wasser	3,0	4-AETA
One-Up Bond F	Tokuyama	Wasser	1,8	Phosphorylierte Monomere
AQ Bond	Sun Medical	Aceton/Wasser	1,8	4-META
Selbstkonditionierende 1-Komponenten 1-Schritt-Adhäsivsysteme (All-in-One Adhäsive)				
AC Bond	Heraeus Kulzer	Aceton/Wasser	2,0	4-META
AC Bond+Desensitizer	Heraeus Kulzer	Aceton/Wasser	2,0	4-META

Tab. 1 Übersicht selbstkonditionierende Adhäsive (Vgl. Manhart 2002, Dammaschke, Schäfer 2000 b)

Einige Untersuchungen zeigen für die zum Teil noch jungen Adhäsivsysteme erfolgsversprechende Resultate, andere wiederum weisen aber auch deutliche Mängel für Vertreter der sechsten Generation auf. Weitere Untersuchungen werden sich mit der Langzeitstabilität und der Hydrolyseanfälligkeit beschäftigen. Es ist aber anzunehmen, dass die nahe Zukunft noch einige Weiterentwicklungen in diesem Feld bringen wird, zumal diese Technik Risiken wie Übertrocknung und Überätzung ausschließt.

2.5 Selbstätzende Primer / Bondings (Vor- und Nachteile)

2.5.1 Allgemeine Grundlagen

Dentinbonding stellt mittlerweile ein gängiges Verfahren zum Erzeugen eines adhäsiven Verbundes dar. Die Ergebnisse haben dabei über die Generationen hin die anfänglich niedrigen Erwartungen an die Technik, einen Hybridlayer zu erzeugen, bei weitem übertroffen. Trotz aller Fortschritte bleiben Schwächen wie der dauerhafte Verbund und die Techniksensitivität zu lösen. Teilweise kommt es zur Ablösung der Adhäsivschicht zwischen hybridisiertem Dentin und darunterliegendem Dentin durch Hydrolyseprozesse, wenn keine vollständige Imprägnierung erfolgte. Um diese Schwachstellen zu umgehen wurde bereits Anfang der 90er Jahre ein Adhäsiv mit den Hauptkomponenten Phenylphosphorsäure und HEMA entwickelt (Koibuchi *et al.* 2001, Watanabe *et al.* 1994).

Eine neue Methode, um eine Adhäsion am Schmelz und Dentin zu erzeugen, ist die Verwendung selbstätzender Komponenten. Während in den One-Bottle-Systemen Primer und Adhäsiv zusammengefasst werden, ein Ätzschritt aber noch erforderlich ist, entfällt dieser bei den selbstätzenden Materialien (Dammaschke, Schäfer 2000 a). Sie unterscheiden sich in Self-Etching-Primer und Self-Etching-Bondings. Unter Self-Etching-Primer versteht man hierbei Materialien, die zwar das Ätzen von Schmelz und Dentin und das Primieren des Dentins in einer Komponente bewerkstelligen, aber zur Erzeugung einer adhäsiven Schicht noch ein separates Adhäsiv benötigen. Sie werden je nach Autor in die fünfte oder sechste Generation eingeordnet. Die Self-Etching-Bondings hingegen werden der sechsten Generation zugeordnet und zeichnen sich dadurch aus, dass sie Schmelz und Dentin – je nach Hersteller mit oder ohne vorheriges Anmischen – in einem Schritt Ätzen, Primieren und

Bonden. Bei beiden Materialarten ist vorteilhaft, dass sie auf mehr oder weniger trockenes Dentin und Schmelz appliziert werden können. Beschriebene Risiken, wie der richtige Feuchtigkeitsgehalt oder ein akzidentielles Überätzen entfallen. Die Frage nach „how wet is wet and how dry is dry“ wird vernachlässigbar (Dammachke, Schäfer 2000 a, Tay *et al.* 1998). Sie werden auf Smear Layer bedecktes Dentin aufgetragen und dort für die angegebene Zeit belassen. Es kommt zu einer teilweisen Auflösung des Hydroxylapatits, sowohl in der Schmierschicht, als auch in der Dentinoberfläche (Frankenberger *et al.* 2001 b). Finger und Balkenhol konnten zeigen, dass es unter elf selbstätzenden Adhäsiven bei allen zur Ausbildung eines intertubulären Hybridlayers zwischen 0,5 und 3,2 µm kam (Finger, Balkenhol 2002). Bei selbstätzenden Primern wird vor der Polymerisation noch eine Adhäsivschicht appliziert, bei selbstätzenden Bondings nur noch das Lösungsmittel evaporiert. Die Trocknung führt zur Präzipitatbildung und Einlagerung mineralischer Bestandteile in die Hybridschicht (Reinhardt 1998). Es wird berichtet, dass es unter Verwendung selbstätzender Adhäsive zu verringerten postoperativen Hypersensibilitäten kommt, zumal die zwei wichtigsten Ursachen Überätzen und Übertrocknen ausgeschlossen werden (Denhey *et al.* 2000, Ernst *et al.* 2001). Die resultierende Hybridschicht stimmt exakt mit der Demineralisationstiefe im Kollagenfasergeflecht überein, so dass die Gefahr der Hydrolyse durch nicht adhäsiv infiltrierte Bereiche am Grund des Kollagenfasergeflechts minimiert wird (Bouillaguet *et al.* 2001, Lamprechts *et al.* 2000).

Die meisten dieser zur Zeit am Markt erhältlichen Materialien wie Clearfil SE Bond (CSEB) (Kuraray), Nonrinse Conditioner/Prime&Bond NT (NRC/P&B NT) (Dentsply, Konstanz), Resulcin Aqua Prime+Mono Bond (RAP) (Merz, Lütjenburg) und Etch & Prime 3.0 (E&P) (Degussa, Hanau) haben zum Ziel, die Schmierschicht zu penetrieren und zu imprägnieren und so Teil des Hybridkomplexes werden zu lassen, während Prompt L-Pop (L-Pop) (3M Espe, Seefeld) die Schmierschicht sowie die Plugs aufzulösen sucht (Perdigao, Lopez 1999, Pashley, Tay 2001 a). Die Benutzung gestaltet sich für den Zahnarzt aufgrund der scheinbar einfachen Technik im ersten Moment attraktiv, da eine Adhäsion sowohl an angerautem Schmelz als auch an schmierschichtbedecktem Dentin gegeben ist (Hannig *et al.* 1999 b, Pashley, Tay 2001 a). Allerdings handelt es sich bei den meisten Systemen um

Zweistufensysteme, wobei bei CSEB und RAP auch noch der Konditionierer vorgemischt werden muss (Ernst *et al.* 2001). Ein Kollaps des demineralisierten Kollagenfasergeflechts während des Trocknens ist durch das gleichzeitige Demineralisieren und Infiltrieren des schmierschichtbedeckten Dentins durch Primer/Adhäsiv kaum möglich und die Gefahren der Moist-Technik werden umgangen (Fritz, Finger 1999). Ein dichter Verschluss nach Etablierung des Hybridlayers mit imprägnierten Plugs wird trotz kurzer Tag-Länge erreicht, eine Interferenz von Adhäsiv und Tubulifluid wird reduziert (Pashley, Tay 2001 a). Die Dicke des Hybridlayers hängt von der Penetrationszeit der Monomere ab, wobei die Haftwerte nicht mit der Hybridschichtdicke korrelieren (Dammaschke, Schäfer 2000 a, Koibuchi *et al.* 2001, Finger, Balkenhol 2002). Diese Technik setzt für die selbstätzenden Bondings voraus, dass sie über den Smear Layer hinaus ins mineralisierte, intakte Dentin penetrieren. In Abhängigkeit von Einwirkzeit und pH-Wert des Bondings besteht die Gefahr, dass die Schmierschicht eine Barriere bildet, die nicht überwunden wird. Dies kann zusätzlich durch die Pufferwirkung der mineralischen Komponenten der Schmierschicht unterstützt werden, wobei die Kapazität für die Demineralisierung und Hybridschichtbildung reduziert wird. Zu dicke Schmierschichten, die nicht durchdrungen werden, führen später zu kohäsivem Versagen innerhalb dieser Schicht (Pashley, Tay 2001 a). Die durchschnittliche Hybridschichtdicke für einige selbstätzende Primer wird mit 1 µm als dünner angegeben als bei Materialien der dritten bis fünften Generation, die bei ca. 2-10 µm Schichtdicke liegen (Finger, Fritz 1996).

2.5.2 Wirkungsweise

Die Wirkung solcher selbstätzender, selbstprimender Adhäsivsysteme kann durch die Erhöhung der Konzentration an sauren Monomeren von gewöhnlich 5-6% auf über 20% zustande kommen. Die Abgabe von Protonen aus diesen sauren Monomeren in Wasser führt zum selbstätzenden, selbstprimenden Effekt. Häufig wird mit HEMA veresterte Phosphorsäure, die in der Lage ist, Protonen abzuspalten, genutzt (Dammaschke, Schäfer 2000 a). Während der Phosphatrest durch Abspaltung zweier H⁺-Ionen für eine Ätzung sorgt, ermöglicht der Methacrylatrest eine Kopolymerisation mit dem Bondingmaterial bzw. Komposit (Hannig *et al.* 1999 a). Bei mit HEMA veresteter Phosphorsäure kommt es durch Mischung mit Wasser

ebenso zur Abgabe von zwei H^+ -Ionen aus einem Molekül, die Schmelz und Dentin konditionieren. Bei der Anwendung von mit HEMA verestertem Pyrophosphat enthaltenden Systemen kommt es durch Zumischung von Wasser zum Zerfall des Pyrophosphates und zur Abspaltung von je zwei H^+ -Ionen, die eine Ätzwirkung hervorrufen. Die Monomere werden nach Lösungsmittelverdunstung polymerisiert. Nicht abreagierte saure Komponenten werden mit den Monomeren und dem durch die Ätzung erzeugten Präzipitat in die Adhäsivschicht eingebaut. Die aus den Apatitkristallen herausgelösten Kalzium- und Phosphationen sollen eine Stabilisierung des Kollagenfasergeflechts bewirken (Damaschke, Schäfer 2000 a). Mit Fortschreiten des Ätzprozesses steigt der pH-Wert, sowie die Konzentration an Kalzium und Phosphat, was die weitere Auflösung des Apatits und damit auch die Demineralisationstiefe limitiert (Hannig *et al.* 1999 b). Es kommt zu einem Gleichgewicht zwischen Re- und Demineralisation (Reinhardt 1998). Diesem Mechanismus folgen auch die methacrylierten Phosphorsäureester (Damaschke, Schäfer 2000 a). Alle diese Phosphorsäureestermischungen liegen bei pH-Werten zwischen 0,6-2,8, sind nicht lagerstabil und zerfallen in Wasser, d.h. sie werden unwirksam. Eine Mischung direkt vor der Applikation ist deshalb erforderlich. Neben den genannten HEMA-Phosphaten kommen verschiedene organische Säuren oder saure Monomere wie modifizierte Polyacrylsäure, Maleinsäure oder die Phosphorsäureester Phenyl P bzw. MDP zum Einsatz (Fritz *et al.* 2001).

Gemeinsam ist selbstätzenden, selbstprimenden Systemen, wie CSEB, NRC/P&B NT und L-Pop, dass sie Wasser als Grundsubstanz zur Ionisation der sauren Monomere enthalten. Erst dadurch kann es zur demineralisierenden Wirkung kommen (Pashley, Tay 2001 a). Zur gleichzeitigen Ätzung und zum Primen finden methacrylatbasierte Monomere, die Carboxyl-, Phosphor-, oder Sulfonsäuregruppen enthalten, Verwendung. Aber auch hydrophile Kunststoffmonomergemische, die anorganische oder organische Säuren beinhalten, erreichen dieses Ziel. Sie haben allerdings das Problem, ungleiche Tiefen zwischen Ätzung und Adhäsivpenetration zu erreichen, da Säure und Monomere als getrennte Moleküle vorliegen.

L-Pop als derzeit aggressivstes selbstätzendes Adhäsiv nutzt methacrylierte Mono- und Diester, bei denen ein bzw. zwei Wasserstoffatome der Orthophosphorsäure durch eine Methacryloxy-Gruppe ersetzt werden. Eingesetzt werden dabei

hauptsächlich Diester und es wird ein Gesamtanteil von 80% Säureester erreicht, woraus ein pH-Wert von 1 resultiert. Zweifach veresterte Phosphorsäure kann zwar im Gegensatz zum Monoester nur ein H^+ -Ion abspalten, dafür kommt es aber statt nur zur Kettenbildung zu einer Vernetzung der Monomere.

RAP ist im Vergleich zu L-Pop ein zweistufiges System. Seine Wirkung beruht auf mit HEMA veresteter Phosphorsäure und liegt im pH-Wert bei 0,7. Durch die Mischung mit Wasser (Aqua conservans) werden Protonen aus dem Molekül abgespalten, die Schmelz und Dentin konditionieren, indem sie die Schmierschicht entfernen und das Kollagenfasergeflecht freilegen. HEMA diffundiert in die freien Räume und wird zusammen mit eingelagertem Präzipitat und eventuell verbliebenen sauren Komponenten polymerisiert.

NRC arbeitet auf der Grundlage der organischen Malein- und Itakonsäure, außerdem sind saure, in Wasser gelöste Monomere vorhanden. Allerdings ist bekannt, dass die Schmelzätzung mit organischen Säuren aufgrund des relativ hohen pH-Wertes im Vergleich zu anorganischen Säuren unzureichend sein kann (Dammachke, Schäfer 2000 b).

E&P ist ein Zwei-Flaschen-System, bei dem – wie auch bei anderen selbstätzenden Materialien – die Komponenten vor Anwendung vermischt werden müssen. Die Wirkung kommt hier durch Pyrophosphatmonomere zustande, die sich in einem HEMA/Wasser/Ethanolgemisch befinden und einen pH-Wert von 0,6 erreichen. Durch das Wasser kommt es auch hier zur Abspaltung von H^+ -Ionen aus der Phosphorsäure, was die Ätzung bewirkt.

2.5.3 Einfluss des pH-Wertes

2.5.3.1 Penetration des Smear Layers

Selbstätzende Primer bzw. Adhäsivsysteme werben damit, dass sie in der Anwendung erhebliche Vereinfachung für den Zahnarzt bringen. Nicht mehr das demineralisierte Dentin ist das Bondingsubstrat, sondern man appliziert die selbstätzende Lösung direkt auf das präparierte Dentin und den Schmelz. Untersuchungen wie die von Koibuchi *et al.* haben sich deshalb mit dem Einfluss des Smear Layers und dessen Qualität beschäftigt. Sie konnten zeigen, dass ein rauher Smear Layer (nach Bearbeitung mit Körnung 180) nach Behandlung mit einem

selbstätzenden Primer (Clearfil Liner Bond 2) zu einem signifikant schlechteren Haftungsergebnis führt als bei Verwendung auf einem durch Körnung 600 erzeugten glatten, fast eine Einheit mit dem darunterliegenden Dentin bildenden Smear Layer. Die Versuche führten zu kohäsiven Brüchen im groben Smear Layer, während es in der glatten Version zu kohäsiven Frakturen im Adhäsiv selbst kam. Die Annahme liegt somit nahe, dass es bei selbstätzenden Materialien schwieriger ist, eine Hybridschicht zu erzeugen, die vergleichbare mechanische Eigenschaften besitzt, wie die die durch Produkte der vierten und fünften Generation am demineralisierten Dentin erzeugt wird (Koibuchi *et al.* 2001).

Während ihrer Einwirkzeit penetrieren genannte selbstätzende Materialien die Schmierschicht und bauen sie in die Hybridschicht ein (Pashley, Tay 2001 a). Selbstätzende Adhäsive, wie E&P und CSEB zeigen im Vergleich zu Adhäsiven der fünften Generation eine höhere Oberflächenspannung und damit einen größeren Kontaktwinkel zum Substrat (Toledano *et al.* 2001), was einer schlechteren Benetzung im Vergleich zu den Total-Etch Systemen gleichkommt. Bei diesen entsteht durch die Demineralisierung der Dentinoberfläche und des peritubulären Dentin eine poröse penetrierbare Oberfläche, wobei es im Vergleich zu den selbstätzenden Primern zu einem kleineren Kontaktwinkel und zu leichter Benetzung kommt (Toledano *et al.* 2001).

Selbstätzende Primer sind in der Lage, den Smear Layer zu durchdringen und in das intertubuläre Dentin in eine Tiefe von 0,4-1,2 µm zu penetrieren (Milia *et al.* 1999, Tay *et al.* 2000 a). In der Literatur wird angegeben, dass der Hybridlayer bei vorheriger Phosphorsäureätzung des Dentins dicker ist, als bei ausschließlicher Self-Etching-Bonding-Anwendung (Vargas 1999). Die Begrenzung der Demineralisationstiefe der Self-Etching-Primer kommt in erster Linie durch die Pufferwirkung des Dentins und Ioneneffekte des Kalziums und des Phosphats zustande, die eine weitere Dissoziation des Hydroxylapatits verhindern. Die aus dem Hydroxylapatit gelösten Ionen bilden eine Suspension im Lösungsmittel des Primers. Bei der Evaporation des Lösungsmittels kommt es zu einer Verschiebung des Gleichgewichts und es bilden sich Kalziumphosphatpräzipitate. Die hohe Kalziumphosphatkonzentration limitiert die weitere Auflösung des Hydroxylapatits und begrenzt damit die Demineralisationstiefe. Andererseits fördert auch die Bindung

von Kalziumionen an die Phosphatreste der Primermoleküle das Inaktivieren der Azidität. Allgemein ist jedoch das erreichte Ätzmuster abhängig vom eingesetzten Produkt. Eine für alle gültige Aussage lässt sich nicht treffen. Hauptverantwortlich für diese Unterschiede sind v.a. die beinhalteten Ester. So enthalten RAP und E&P das saure HEMA-Phosphat während z.B. CLB 2 Phenyl-Hydrogen-Phosphat und Carbonsäure enthält (Hannig *et al.* 1999 b). Abhängig ist die Penetrationstiefe der Self-Etching-Primer von der Schichtdicke und Kompaktheit des Smear Layers, den Benetzungseigenschaften des Primers, sowie dessen Säurekonzentration und pH-Wert. Ebenso nicht zu vernachlässigen sind Faktoren wie ausreichende Materialmenge und Kontaktzeit vor dem Verblasen und Polymerisieren. Primer bzw. Bondings können ab einem pH-Wert von ca. 2,8 oder niedriger als selbstätzend gelten und in der Lage sein, mineralisiertes Gewebe in einem Schritt zu konditionieren und zu primen. Beispielsweise arbeitet CSEB mit einem pH-Wert von 1,4 und E&P mit 0,6 (Fritz, Finger 1999).

Studien haben ergeben, dass die Haftwerte von selbstätzenden Primern am Schmelz vergleichbar zur Säureätztechnik sind, wenngleich es zu einem weniger retentiv erscheinenden Ätzrelief kommt. Trotz der vergleichbaren Haftwerte ist jedoch das Risiko von Mikroleakage am Schmelz für Self-Etching-Primer signifikant höher als bei Verwendung von konventioneller Phosphorsäureätzung (Toledano *et al.* 2001). Der ursprüngliche Smear Layer wird je nach selbstätzendem Material als obere „hybridoid“ imprägnierte Smear Layer Schicht in die Hybridschicht integriert oder vollständig aufgelöst, wobei die Bestandteile in den Hybridlayer eingebunden werden (Tay *et al.* 2000 a). Ziel ist es, dass die Schmierschicht penetriert wird, so dass es in jedem Fall zur Ausbildung einer Hybridschicht im gesunden Dentin kommt. Die Ausbildung der Hybridschicht erfolgt unabhängig von der Dicke des Smear Layers; Hybridlayer und „hybridisierter“ Smear Layer funktionieren als eine Einheit, auch wenn sie nur durch penetrierten Kunststoff verbunden sind. Dieser diffundiert sowohl um die Partikel des Smear Layers als auch ins intertubuläre Dentin und in die Dentintubuli, wo er peritubuläres Dentin hybridisiert. Im Gegensatz zu sauren Monomeren wie Phosphorsäureestern, sind Säuren wie Maleinsäure kaum in der Lage, den Smear Layer aufzulösen. Zwar ist die Azidität heutiger selbstätzender Primer nicht identisch mit der konventionellen Phosphorsäure, aber ausreichend, um

den Smear Layer zu penetrieren und das darunterliegende Dentin zu konditionieren (Tay *et al.* 2000 a, Finger, Balkenhol 2002). Selbstätzende Primer und Bondings sind in der Lage eine effektive Alternative zur konventionellen Phosphorsäureätzung zu sein, auch wenn noch Verbesserungsbedarf gegeben ist.

2.5.3.2 Ätzung und Hybridschicht am Dentin

Tay *et al.* berichten, dass eine Konzentrationserhöhung von Phenyl-P von 5% auf 20% gelöst in 35% HEMA zu einem Absinken des pH-Wertes von 1,4 auf 0,84 führt. Das gesteigerte Ätzpotenzial hat die Ausbildung eines Hybridkomplexes zur Folge, der trotz geringer Dicke von durchschnittlich 2 μm zu hohen Haftwerten führt (Tay *et al.* 2000 c). Primer mit relativ hohen pH-Werten wie All-Bond 2 mit 5,2 sind nicht in der Lage, den Smear Layer zu penetrieren. Es findet lediglich eine Diffusion von ca. 0,5 μm statt. Das intertubuläre Dentin wird dabei nicht konditioniert.

CLB 2 mit pH 1,4 dagegen ist in der Lage einen hybridisierten Komplex zwischen 1,5 μm und 2,0 μm Dicke zu bilden. Der hybridoider Anteil des Smear Layers ist dabei 0,3-0,6 μm dick, der eigentliche Hybridlayer, d.h. der Teil, der noch am Dentin fixierte Kollagenfasern enthält, zwischen 1,2-1,4 μm , wobei die Plugs teilweise entfernt werden und eine dünne Schicht peritubuläres Dentin demineralisiert wird. Es kommt zu einer peritubulären Hybridschicht und einem hybridoiden Smear Plug von ca. 1 μm Dicke. Der Self-Etching-Primer war nicht stark genug, den Smear Layer komplett aufzulösen. Es findet eine Penetration durch den Smear Layer statt (Pashley, Tay 2001 a).

CLB 2V (Kuraray) dagegen erzeugt mit einem pH-Wert von 2,8 nur einen Hybridkomplex von 0,7-1,0 μm Dicke, wovon auf den hybridoiden Anteil ca. 0,5 μm entfallen und ca. 0,3 μm Hybridschicht im intertubulären Dentin vorliegt.

CSEB ist bei pH 2,0 in der Wirkung vergleichbar zu Clearfil Liner Bond 2V. Der Hybridkomplex ist zwischen 0,8-1,2 μm dick, die Hybridschicht ist 0,4-0,5 μm davon. Hybridoider Smear Layer wurden bei beiden Primern gefunden. Nach Tay *et al.* spielt die Dicke des Smear Layers bei oben genannter CSEB keine Rolle (Tay *et al.* 2000 c). Eine leichte Penetration fand bis 3-4 μm statt, wobei die Säurewirkung auch danach noch ausreichend war, um das Dentin 0,4-0,5 μm zu demineralisieren. Dies wird auch in der Studie von Pashley und Tay bestätigt (Pashley, Tay 2001 a). Fritz *et al.* zeigten, dass besonders CLB und CSEB ähnlich gute Scherhaftwerte erreichen,

wie bei Anwendung von Systemen mit konventioneller Phosphorsäurekonditionierung (Fritz *et al.* 2001). Bei Smear Layer Dicken von ca. 3,5 μm entsteht eine entsprechend dicke hybridoiden Schicht, die durch primergefüllte Kanälchen zusammengehalten wird. Der eigentliche Hybridlayer behält seine Tiefe von 0,5 μm bei (Pashley, Tay 2001 a). Unabhängig von der je nach Art des Schmirgelpapiers bei grober Körnung dicker werdenden Schmierschicht, bleibt die Hybridenschicht mit 0,4-0,5 μm konstant. Lediglich der Anteil der hybridoiden Schicht entspricht der Körnung, so dass hybridisierte Smear Layer zwischen 0,4 μm bei Körnung 600 und 4,1 μm bei Körnung 60 entstehen.

Andere Autoren teilen in ihren Untersuchungen selbstätzende Materialien entsprechend ihrer Aggressivität den Smear Layer zu penetrieren und das Dentin zu demineralisieren in mild, gemäßigt und aggressiv ein. Pashley und Tay untersuchten die Aggressivität, mit der CSEB, NRC/P&B NT und L-Pop Smear Layer unterschiedlicher Dicke penetrieren bzw. auflösen (Pashley, Tay 2001 a).

CSEB mit einem pH-Wert von 2,0 und MDP als saures Monomer führen zu Ergebnissen wie oben beschrieben. Unabhängig von der Smear Layer Dicke erzielen beide genannten Untersuchungen „echte“ Hybridenschichten von 0,4-0,5 μm . Smear Layer und Plugs werden in den Hybridkomplex integriert.

NRC/P&B NT mit pH 1,2 und Malein- und Itakonsäure als sauren Monomeren erzeugen „echte“ Hybridlayer zwischen 1,2-2,2 μm , wobei Schmierschicht und Plugs bei dünner Schichtstärke komplett aufgelöst werden, bei dicker Schicht jedoch teilweise (v.a. der kompaktere basale Anteil) als Bestandteil des Hybridkomplexes erhalten bleiben.

Einzig L-Pop als aggressives All-in-One Self-Etching-Bonding mit einem pH-Wert von 1,0 und methacrylierten Phosphorsäureestern als sauren Monomeren ist in der Lage, Smear Layer und Smear Plugs unabhängig von ihrer Dicke komplett aufzulösen und „echte“ Hybridlayer von 2,5-5 μm Schichtdicke zu erzeugen. Das Adhäsiv ist in der Lage bis tief in die Tubuli zu gelangen. Dies entspricht den durch Total-Etch mittels Phosphorsäure generierten Hybridenschichten. Das Ergebnis dieser Studie ist, dass das mildere, höher im pH-Wert angesiedelte selbstätzende Adhäsiv CSEB Smear Layer und Plugs erhält und sie in den Hybridkomplex als obere Schicht einbaut. Der eigentliche Hybridlayer erreicht, wie oben gezeigt, nur geringe Schichtstärken, die

bereits im Bereich des minimal erforderlichen liegen. Für das gemäßigte NRC/P&B NT tritt eine Zwischenstufe auf, bei der es zur teilweisen Auflösung des Smear Layers und der Plugs, abhängig von der Schichtdicke, kommt. Die Penetrationstiefe ist gemäß des pH-Wertes höher als bei CSEB. L-Pop als aggressivstes der untersuchten Materialien ist unabhängig von der Schmierschicht in der Lage, ein Hybridschichtergebnis zu erzielen, das einer Behandlung mit starker anorganischer Phosphorsäure gleicht. Die Penetrierbarkeit des Smear Layers durch selbstätzende Primer unterschiedlichen pH-Wertes weist darauf hin, dass dessen Pufferkapazität nur gering sein kann, was durch die durchziehenden Kanälchen und den partikulären Aufbau erklärt werden kann (Pashley, Tay 2001 a).

Neueste Entwicklungen selbstätzender Materialien beinhalten neben dem Primer bereits alle Kunststoffmonomere und Fotoinitiatoren. Zwar ist bislang immer ein Anmischen erforderlich, doch sind die Komponenten, wie bei L-Pop, in nur einer Single-Dose zusammengefasst. Die Materialien verhalten sich generell weniger techniksensitiv zu früheren Generationen. Die Tiefe des demineralisierten Dentins unterhalb des Smear Layers ist abhängig von der Konzentration der Säure im Primer, wobei ein minimaler pH-Wert des Primers von 2,8 gefordert ist, um der Pufferkapazität des Smear Layers und des Dentins entgegen zu wirken, da sonst eine Penetration und Demineralisation des Dentins nicht möglich ist. Die minimale Demineralisationstiefe im Dentin sollte 0,3-0,5 μm nicht unterschreiten, um eine Hybridschicht im Kollagenfasergeflecht zu erzeugen (Tay *et al.* 2000 c). Durch Anstieg der Säurekonzentration und niedrigen pH-Wert kann die Einwirkzeit verringert werden, um die gleichen Tiefen wie bei höheren pH-Werten zu erreichen.

2.5.3.3 Ätzung und Hybridschicht am Schmelz

Tay *et al.* berichten für oben genannten Self-Etching-Primer bei Applikation auf Schmelz eine identische Abstufung wie am Dentin (Tay *et al.* 2000 a). Haftwerte, wie sie für Phosphorsäureätzung als selektives Verfahren oder im Rahmen der Total-Etch-Technik erreicht werden, sind jedoch nach Meinung von Hara *et al.* kaum zu erzielen, während andere zeigen, dass selbstätzende Systeme durchaus als kompetente Alternative zur Phosphorsäureätzung angesehen werden können (Hara *et al.* 1999). Die Resin-Tag Ausbildung soll nach Gordan *et al.* zu Total-Etch-Systemen vergleichbar sein, während Perdigao *et al.* dies verneinen und darstellen,

dass selbstätzende Materialien weniger definierte Ätzmuster erzeugen als die Phosphorsäureätzung (Gordan *et al.* 1998, Perdigao *et al.* 1997 a). Unterschieden werden muss allerdings, ob „ursprünglicher“ gesunder Schmelz geätzt wird oder ob die aprismatische Oberfläche bereits maschinell entfernt wurde, wodurch bessere Ätzergebnisse zu verfolgen sind (Pashley, Tay 2001 b). Aprismatischer Schmelz wird durch das milde CSEB kaum geätzt, lediglich feine Spuren einer veränderten Oberfläche sind erkennbar. Tiefer liegende Kristalle werden nicht aufgelöst. Eine unregelmäßige Hybridschicht von 0,1 µm ist zu sehen. NRC/P&B NT erzeugt eine komplett schwammartige unregelmäßige Oberfläche im aprismatischen Schmelz, die in der Lage ist, eine Hybridschicht von ca. 0,1 µm zu etablieren. Lediglich L-Pop bildet eine gleichmäßige mikroporöse Oberfläche im aprismatischen Schmelz und erzeugt eine Hybridschicht von bis zu 4 µm, vergleichbar zur Phosphorsäureätzung. Trotz der unterschiedlichen Aggressivität und Tiefe des Ätzmusters unterscheiden sich die Haftwerte der geprüften Materialien nicht signifikant und liegen insgesamt unter jenen an prismatischen Schmelz oder konventionell geätztem Schmelz (Pashley, Tay 2001 b). Fabianellia *et al.* zeigen in ihrer Studie, dass Phosphorsäureätzung eher in der Lage ist, einen dichteren Randschluss im Schmelz zu erzeugen als selbstätzende Primer bzw. Bondings (Fabianellia *et al.* 2000).

2.5.3.4 Kombination mit licht- und selbsthärtenden Kompositen

Mit der Einführung von selbstätzenden Primern und All-in-One Adhäsiven stellt sich wie auch bereits bei Vorgängergenerationen die Problematik der Verarbeitbarkeit mit licht-, selbst- und dualhärtenden Materialien. Im Gegensatz zu Mehrflaschensystemen bzw. One-Bottle-Bondings, bei denen noch ein separater Ätzschritt notwendig ist, liegt der pH-Wert der selbstätzenden Materialien deutlich niedriger. Aufgrund der Azidität zeigen sie nicht nur in Bezug auf Schmelz und Dentin ein anderes Verhalten als Produkte der dritten bis fünften Generation, sondern bilden auch eine saure, unvollständig polymerisierte Sauerstoffinhibitionsschicht. Diese Schicht kommt mit dem Kompositmaterial nach dem Füllen der Kavität in Kontakt. Durch diesen direkten Kontakt ist es möglich, dass die bei selbstätzenden Materialien stark saure Inhibitionsschicht das Komposit an der Grenzfläche zum Bonding negativ in seiner Polymerisation und damit der Anbindung an das Bonding beeinflusst. Autoren wie Tay *et al.* berichten von fallenden Haftwerten bei chemisch

härtenden Komposits je niedriger der pH-Wert des verwendeten One-Bottle- bzw. selbstätzenden Bondings ist (Peutzfeldt, Asmussen 2001, Tay *et al.* 2001). Eine homogene Polymerisation der Kontaktfläche Bonding-Komposit wurde nicht beobachtet, sondern es kam zu globulären Einlagerungen, die auf die Säure-Base-Reaktion zwischen saurem Monomer der Inhibitionsschicht des Bondings und dem tertiären Amin des chemisch härtenden Komposits zurückzuführen sind. Auch Suh und Schiltz erhielten signifikant abfallende Haftwerte bei Kombinationen eines One-Bottle Adhäsivs mit selbsthärtenden Komposits je saurer der pH-Wert des Bondingmaterials eingestellt wurde. Die lichthärtende Kompositvariante wurde bei gleichen pH-Wert Variationen signifikant weniger beeinflusst (Suh, Schiltz 2001). Die chemische Härtung bei Komposits läuft über radikalische Redoxreaktionen ab, wobei Benzoylperoxid und tertiäre Amine als Initiatoren benutzt werden. In nicht saurer Umgebung bilden Peroxid und Amin dabei über eine Redoxreaktion einen radikalischen Komplex, der die Kettenreaktion der Polymerisation startet. Liegt jedoch eine saure Inhibitionsschicht wie nach Einsatz selbstätzender Bondings vor, reagiert das basische Amin mit der sauren Gruppe des Bondingmonomers. Dabei protoniert die Säure den Stickstoff des Amins und es kommt zur Ausbildung eines Komplexes, in dem das protonierte Amin nicht mehr in der Lage ist, einen radikalischen Komplex zu bilden. Da die Protonierung und damit die „Inaktivierung“ des tertiären Amins durch dessen gute Baseneigenschaft sich in saurer Umgebung schneller vollzieht als die Radikalkomplexbildung aus Amin und Peroxid, kommt es zur unvollständigen Polymerisation im Bereich des Interfaces, woraus wiederum verringerte Adhäsion resultiert. Logische Konsequenz aus diesem Reaktionsverhalten ist eine Einschränkung der Indikation für selbstätzende Bondings.

Anders als bei chemisch härtenden Komposits startet die Polymerisation lichthärtender Materialien nicht durch Komplexbildung, sondern durch freie Radikale aus aktivierten Photoinitiatoren wie Campherchinon. Das durch Lichteinwirkung erzeugte Radikal des Campherchinon wird auf einen Cointiator wie z.B. ein tertiäres Amin übertragen. Das radikalische Amin startet dann die Polymerisationsreaktion. Die Initiierungsrate der Radikale ist in lichthärtenden Komposits um ein vielfaches höher als bei chemisch härtenden Materialien. Der Vorteil der lichthärtenden

Polymersiation liegt in der schnellen Radikalbildung und Reduktion des tertiären Amins. Durch die hohe Umsatzgeschwindigkeit werden in gleicher Zeit nur wenige Stickstoffatome des basischen tertiären Amins durch die Säurereste protoniert, so dass die Säure-Base-Reaktion hier nur eine untergeordnete Rolle spielt. Es kommt zu einer nahezu vollständigen Polymerisation am Interface Bond-Komposit. Tay *et al.* konnten in ihrer Studie zeigen, dass verzögerte Polymerisation lichthärtender Komposits nach Aufbringen auf eine saure Bondingschicht im Bezug zur ansteigenden Verzögerungszeit überproportional abfallende Haftwerte ergibt (Tay *et al.* 2001). Dies lässt auf die in Abhängigkeit von der Verzögerungszeit mehr oder weniger vollständig abgelaufene Säure-Base-Reaktion zwischen Amin und saurem Monomerrest schließen, die nur umgangen werden kann, indem das Komposit direkt nach Applikation polymerisiert wird. Die Interaktion findet ausschließlich im Bereich des direkten Kontakts zwischen Bonding und Komposit statt. Auch bei One-Bottle-Bondings der fünften Generation konnten Tay *et al.* ähnliche – wenn auch wesentlich weniger ausgeprägte – Phänomene beobachten, sobald chemisch härtende Komposits appliziert wurden. Lösungsansätze, um dieses Problem zu umgehen, ist der Einsatz veränderter Initiatorsysteme, die neben Benzoylperoxid und tertiären Aminen auch Barbitursäurederivate und z.B. Kupfersalze enthalten. Ein weiterer Ansatz ist die Anwendung von Borat Derivaten (Matsushige *et al.* 2002). Mehrflaschenbondings der dritten und vierten Generation unterliegen der Säure-Base-Reaktion mit dem Füllungsmaterial nicht, da hier die sauren Primer durch nichtsaure Adhäsive bzw. Sealer abgedeckt werden.

3. Ziel der Untersuchung

Ziel dieser *in vitro* Studie war es, die Haftkraftwerte verschiedener Adhäsivsysteme in Kombination mit einem Universalkomposit am menschlichen Schmelz und Dentin zu bestimmen und zu vergleichen. Besonderes Augenmerk richtete sich hierbei auf die Ergebnisse der selbstkonditionierenden Adhäsive im Vergleich zu den etablierten Systemen der vierten und fünften Generation. Es wurden drei selbstätzende All-in-One Adhäsive (Prompt L-Pop (L-Pop), experimentelles AC Bond+Desensitizer (AC+D), experimentelles AC Bond (AC)), ein selbstätzendes Mehrflaschenadhäsiv (experimentelles Resulcin Aqua Prime N (Resul)), vier One-Bottle-Bondings mit selektiver Schmelzätzung (Capo Ethanol 1 (Capo E1), Capo Ethanol 2 (Capo E2), Capo Wasser (Capo W), ENA), zwei Total-Etch One-Bottle-Bondings der fünften Generation (Excite, Gluma Comfort Bond (GCB)) und ein Total-Etch Mehrflaschensystem der vierten Generation (Optibond FL (Opti)) geprüft. (Lot-Nr. und Hersteller vgl. Tab. 2 Übersicht der verwendeten Bondings, S. 46). Die Untersuchung erfolgte nach standardisierter Aufbringung der Prüfkörper und künstlicher Alterung der Proben mittels Thermocycling. Die jeweiligen Haftwerte wurden im Scherversuch bestimmt und die Mittelwerte miteinander verglichen. Dabei sollten folgende Fragestellungen untersucht werden:

- Welchen Einfluss hat die Wahl des Bondings auf die durchschnittliche Haftkraft an Schmelz und Dentin?
- Wie verhalten sich die Haftwerte der selbstkonditionierenden Bondings im Vergleich zu Produkten der vierten und fünften Generation (v.a. Opti, Excite, GCB)?
- Wie verhalten sich die experimentellen Bondings zueinander?
- Wie verhalten sich die experimentellen selbstätzenden Bondings zum etablierten Produkt L-Pop?

4. Materialien und Methoden

4.1 Geprüfte Adhäsive

Bonding	Komponenten	LOT-Nr.	Hersteller
AC Bond	All-in-One Adhäsiv	VP050901GE1	Heraeus Kulzer
AC Bond + Desensitizer	All-in-One Adhäsiv	VP050901GE2	Heraeus Kulzer
Prompt L-Pop	All-in-One Adhäsiv	102424	3M Espe
Resulcin Aqua Prime N	1. Resulcin Aqua Prime N 2. Aqua Conservans 3. Resulcin Monobond	110601 110601 00510151	Merz
Capo Ethanol 1	One-Bottle-Bonding	20012373	Schütz
Capo Ethanol 2	One-Bottle-Bonding	2001002913	Schütz
Capo Wasser	One-Bottle-Bonding	012285	Schütz
ENA Ethanol	One-Bottle-Bonding	2001002573	Schütz
Excite	One-Bottle-Bonding	B 38322	Ivoclar Vivadent
Gluma Comfort Bond	One-Bottle-Bonding	010028	Heraeus Kulzer
Optibond FL	1. Prime 2. Adhesive	101308 101911	Kerr

Tab. 2 Übersicht der verwendeten Bondings

4.2 Verwendetes Ätzel / Universalkomposit

Bonding	Ätzel	LOT-Nr. Ätzel	Hersteller	Komposit
AC Bond	-	-	-	Tetric Ceram A2 ²⁾
AC Bond + Desensitizer	-	-	-	Tetric Ceram A2 ²⁾
Prompt L-Pop	-	-	-	Tetric Ceram A2 ²⁾
Resulcin Aqua Prime N	-	-	-	Tetric Ceram A2 ¹⁾
Capo Ethanol 1	Total Etch 37% Gel	B35263	Ivoclar Vivadent	Tetric Ceram A2 ¹⁾
Capo Ethanol 2	Total Etch 37% Gel	B35263	Ivoclar Vivadent	Tetric Ceram A2 ²⁾
Capo Wasser	Total Etch 37% Gel	B35263	Ivoclar Vivadent	Tetric Ceram A2 ¹⁾
ENA Ethanol	Total Etch 37%	B35263	Ivoclar	Tetric Ceram A2 ²⁾

	Gel		Vivadent	
Excite	Total Etch 37% Gel	B35263	Ivoclar Vivadent	Tetric Ceram A2 ¹⁾
Gluma Comfort Bond	Gluma Etch 20 Gel (20%)	090564	Heraeus Kulzer	Tetric Ceram A2 ¹⁾
Optibond FL	Gel Etchant 37,5%	101641	Kerr	Tetric Ceram A2 ¹⁾

Tab. 3 Übersicht der verwendeten Ätzgele

¹⁾ LOT-Nr. D14189

²⁾ LOT-Nr. D21759

Hersteller Tetric Ceram A2: Ivoclar Vivadent

4.3 Zähne

Für die Herstellung der Probenkörper wurden 440 menschliche extrahierte Zähne herangezogen. 50% der Zähne waren Weisheitszähne, die restlichen 50% verteilten sich auf erste und zweite Molaren, einige Prämolaren und obere mittlere Incisivi. Kriterien für die Auswahl waren Füllungsfreiheit bei Prämolaren, Weisheitszähnen und Incisivi. Bei ersten und zweiten Molaren durfte maximal eine Klasse I Füllung vorliegen, da genügend gesunder Schmelz und gesundes Dentin zum Aufbringen der Prüfkörper zur Verfügung stehen musste. Keiner der herangezogenen Probenzähne wies eine Wurzelkanalfüllung oder makroskopische Beschädigung durch die Extraktion auf. Die Zähne wurden nach Extraktion umgehend in einprozentige Chloraminlösung gegeben und so für mindestens drei bis vier Wochen, maximal aber für zwei Monate, kühl und dunkel gelagert.

4.4 Probenherstellung

Nach gründlicher Reinigung der Zähne mit Handinstrumenten und Zwischenlagerung in 0,9 prozentiger NaCl-Lösung wurden diese mit Hilfe einer Einbett-Gießform komplett in Technovit 4040 (Pulver Lot 011519, Flüssigkeit Lot 012347, Heraeus Kulzer, Hanau) nach Herstellerangaben eingebettet und während der Autopolymerisationszeit von 15 Minuten bei 2 bar im Drucktopf (Technomat, Heraeus Kulzer, Hanau) gehalten. Anschließend erfolgte die Entfernung der überschüssigen Technovitfahnen, bevor die Oberfläche maschinell mit Schmirgelpapier (Körnung 80,

Pedmax-2, Stoners, Dänemark) unter Wasserkühlung plan geschliffen wurde. Mittels einer Diamantsäge (Buehler Isomet Low Speed Saw, Buehler, USA) wurden die Probenkörper unter Wasserkühlung auf eine einheitliche Breite von $1\text{ cm} \pm 0,1\text{ cm}$ gesägt. Aus nochmaliger Nachbearbeitung mit Schmirgelpapier (Körnung 80) resultierten Probenkörper einheitlicher Größe von ca. 2,5 cm Höhe und $1\text{ cm} \pm 0,1\text{ cm}$ Tiefe.

Anschließend erfolgte ein Aufschleifen der zu testenden Zahnhartsubstanz unter ständiger Wasserkühlung beginnend bei Körnung 80, 300 U/min über Körnung 240, 150 U/min bis auf Körnung 500, 150 U/min, bis eine ausreichend große Schmelz- bzw. Dentinfläche freilag.

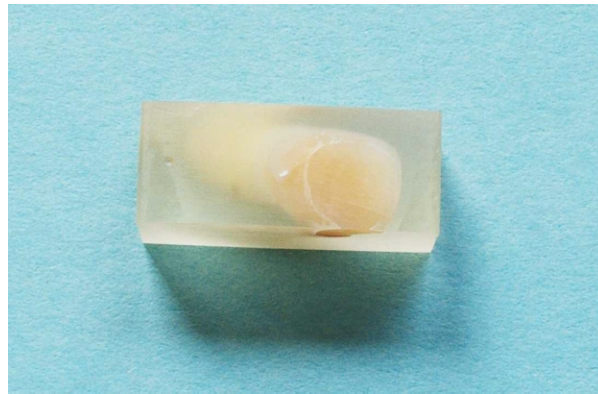


Abb. 1 Aufgeschliffene Probenoberfläche

Die Lagerung in physiologischer Kochsalzlösung schützte nicht in Bearbeitung befindliche Proben vor Austrocknung. Die aufgeschliffenen Proben wurden direkt weiterverarbeitet, wobei die Zahnauswahl von je 20 Schmelzflächen und 20 Dentinflächen pro Bonding zufällig erfolgte.

4.5 Schmelz- und Dentinvorbehandlung

Direkt nach dem Aufschleifen von feuchtem Schmelz und feuchtem Dentin mit Körnung 500 fand die Konditionierung für das jeweilige Adhäsiv auf einer planen kreisrunden Fläche von ca. 5 mm Durchmesser entsprechend den Herstellerangaben statt (Vgl. Tab. 13 Arbeitsabläufe der verwendeten Bondings, Anhang, S. X ff.). Dabei wurde bei Anwendung der Total-Etch-Technik (Opti, Excite, GCB) der Schmelz nach dem Ätzen so lange im Luftstrom getrocknet bis ein kreidig-weißes

Ätzmuster erkennbar war, während beim Dentin unter Beachtung des Moist-Bondings lediglich eine Befreiung der Oberfläche von überschüssigem Wasser mittels Zellstofftuch erfolgte. Ebenso war das Vorgehen bei der Substrattrocknung für Bondings mit selektiver Schmelzätzung (alle Capo, ENA). Die selbstätzenden Materialien (L-Pop, Resul, AC, AC+D) wurden auf trockene Schmelz- und leicht feuchte Dentinoberflächen aufgetragen.

4.6 Applikation der Adhäsive und des Komposits

Die Applikation und Polymerisation der Bondingmaterialien fand auf den vorbereiteten Schmelz- und Dentinflächen ebenfalls entsprechend der Herstellerangaben statt (Vgl. Tab. 13 Arbeitsabläufe der verwendeten Bondings, Anhang, S. X ff.).

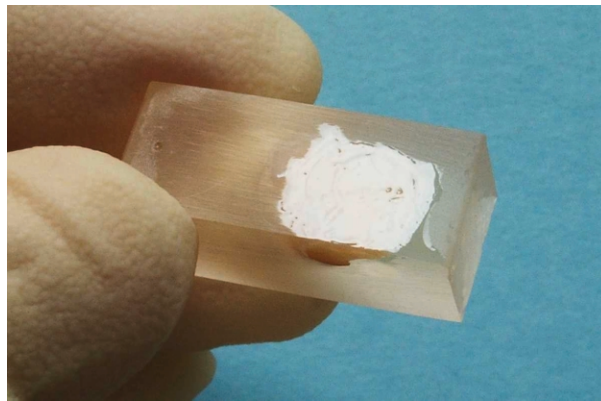


Abb. 2 Polymerisierte Adhäsivschicht

Die Polymerisation erfolgte mit der Halogenlampe Translux CL (Heraeus Kulzer, Hanau). Der Lichtoutput des Gerätes lag bei 850 mW/cm₂.

Anschließend wurde mittels Halteapparatur ein teilbarer Teflonring auf der gebondeten Probenoberfläche fixiert ohne dabei die Sauerstoffinhibitionsschicht zu beschädigen.



Abb. 3 Halteapparatur zur Prüfkörperherstellung

Nach dem kompletten Befüllen der zentralen runden Öffnung (Durchmesser 3,5 mm, Höhe 2 mm) mit Tetric Ceram A2 im Bulk, wurde das Material entsprechend Herstellerangaben senkrecht in unmittelbarem Lichtleiterkontakt für 40 s polymerisiert. Im Anschluß an die 24 stündige Lagerung der fertigen Probenkörper in physiologischer Kochsalzlösung bei Raumtemperatur wurden sie 5.000 Zyklen im Thermowechselbad (Thermowechsellast, Willytec, München; destilliertes Wasser) ausgesetzt.

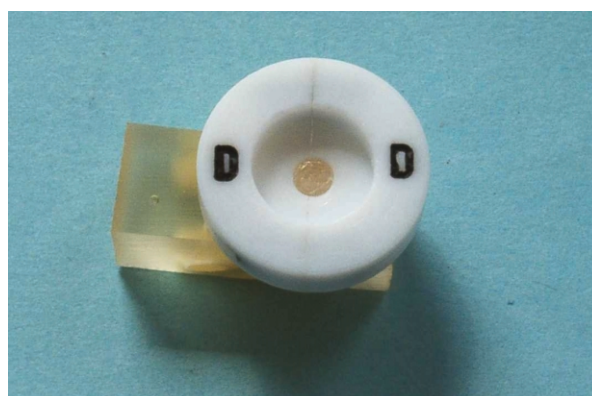


Abb. 4 Aufgebrachter Prüfkörper

Die Zyklendauer betrug hierbei je 30 s bei 5°C und 55°C mit einer Abtropfzeit von 30 s zwischen den Bädern.

Die Behandlung der jeweils 20 Probenkörper zur Schmelz- und Dentinprüfung eines Bondings erfolgte entsprechend ISO/DTS 11405 (International Organization for Standardization 2001) mit Materialien aus jeweils nur einer Charge.

4.7 Versuchsdurchführung

Die Proben wurden nach 5.000 Zyklen dem Thermowechselbad entnommen und sofort mittels Universalprüfmaschine (Universalprüfmaschine 1445, Zwick, Ulm) abgeschert. Die Probenkörper waren dazu in eine Abschervorrichtung eingespannt.



Abb. 5 Abschervorrichtung

Der Abscherkopf setzte dabei direkt auf dem Kompositprüfkörper auf. Der Winkel zwischen Kompositkörper und Abscherkopf betrug 90° , d.h. er stand parallel zur Bondingfläche. Der Abstand zur Adhäsivfläche war gemäß ISO/DTS 11405 $\leq 0,5$ mm, ohne diese zu berühren. Das Abscheren der Prüfkörper fand mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min statt. Gemessen wurde die zum Abriss des Prüfkörpers benötigte Kraft in $\text{N/mm}^2 = \text{MPa}$. Es lag eine Einteilung der Schmelz- und Dentinproben, in Gruppen nach dem verwendeten Bonding geordnet, vor. Die Einstellung der Prüfmaschine war dabei einheitlich. Für elf Bondingmaterialien wurden jeweils 20 Schmelz- und Dentinproben gemessen, so dass sich eine Gruppengröße von $n = 20$ ergab.

4.8 Statistische Analyse

Die statistischen Daten wurden mit dem Programm WinStat (Version 2001.1) berechnet und mit Hilfe des Kolmogorov-Smirnov-Tests auf Normalverteilung getestet. Anschließend wurde eine Varianzanalyse durchgeführt. Die Varianzanalyse als wichtigstes Analyseverfahren zur Auswertung von Experimenten schien dazu geeignet, da die Varianzanalyse die Wirkung einer (oder mehrerer) unabhängiger Variablen (Bondings) auf eine (oder mehrere) abhängige Variable (Dentin- und Schmelzhaftwerte) untersucht. Voraussetzung für die Varianzanalyse ist ein metrisches Skalenniveau für die abhängige Variable (hier: Schmelz- und Dentinhaftwerte in MPa) und ein lediglich nominales Skalenniveau für die unabhängige Variable. Beide Voraussetzungen sind in diesem Fall gegeben (Backhaus *et al.* 1996). Mit einem LSD-Test nach Bonferroni wurden multiple paarweise Vergleiche durchgeführt. Paarweise Gruppenvergleiche wurden durch einen t-Test vorgenommen ($p < 0,05$ bei beiden Tests).

5. Ergebnisse

Die statistische Auswertung der getesteten Adhäsivsysteme wird in drei Gruppen dargestellt. Die Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“ beinhaltet die selbstätzenden Ein- und Mehrkomponentenmaterialien, die Gruppe „Selektive Schmelzätzung“ One-Bottle Adhäsive mit selektiver Schmelzätzung. In der Gruppe „Total-Etch“ befinden sich zum Vergleich etablierte Total-Etch Adhäsive der vierten und fünften Generation. Ausgewertet wurden der Mittelwert und die Standardabweichung (Vgl. Tab. 14 Übersicht Statistische Werte, Anhang S. XVI). Zur weiteren Betrachtung werden im Text durchgehend die Mittelwerte angegeben. Geprüft wurden die Scherhaftwerte der jeweiligen Adhäsivsysteme am Schmelz und Dentin. Alle Bondings wurden laut Herstellerangaben verarbeitet. Die Lagerung sowie die thermische Belastung vor der Messung waren bei allen Proben einheitlich, so dass die Resultate verglichen werden können.

5.1 Ergebnisse der selbstätzenden Adhäsive (Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“)

Ergebnisse der Schmelzhaftwerte

Die statistische Analyse der selbstätzenden Bondings ergab in der Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“ einen signifikanten Unterschied zwischen der Haftung von AC im Vergleich zur Haftung von AC+D ($p < 0,0001$) und L-Pop ($p < 0,0001$). AC liegt hier mit einem Mittelwert von 28,1 MPa über AC+D mit 22,2 MPa und L-Pop mit nur 15,9 MPa. Der Unterschied in den Haftwerten zwischen AC und Resul (27,0 MPa) ist nicht signifikant. AC+D zeigt signifikant bessere Haftwerte als L-Pop ($p < 0,0001$) und signifikant schlechtere als Resul ($p = 0,004$). Signifikant schlechtere Haftwerte zeigt auch L-Pop gegenüber Resul ($p < 0,0001$).

	AC	AC+D	L-Pop	Resul
AC	1,000			
AC+D	< 0,0001	1,000		
L-Pop	< 0,0001	< 0,0001	1,000	
Resul	0,503	0,004	< 0,0001	1,000

Tab. 4 Signifikanz der Schmelzhaftwerte der Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“

Ergebnisse der Dentinhaftwerte

Die Signifikanz der Dentinwerte der selbststandigen Bondings verhalt sich analog der Signifikanz der Schmelzwerte. AC verhelt sich signifikant unterschiedlich zu AC+D ($p < 0,0001$) und L-Pop ($p < 0,0001$). Auch hier ist der Unterschied zwischen AC und Resul nicht signifikant. L-Pop zeigt ebenfalls wie am Schmelz signifikant schlechtere Haftwerte gegenuber Resul ($p = 0,001$). Gegenuber AC+D zeigt jedoch Resul die signifikant besseren Haftwerte ($p = 0,002$). Den hochsten Mittelwert erreicht hier AC (27,0 MPa), gefolgt von Resul mit 25,8 MPa. Ausnahme bei den Dentinhaftwerten gegenuber den Schmelzhaftwerten ist AC+D (20,7 MPa) im Vergleich zu L-Pop (20,7 MPa). Hier lie sich kein signifikanter Unterschied feststellen.

	AC	AC+D	L-Pop	Resul
AC	1,000			
AC+D	< 0,0001	1,000		
L-Pop	< 0,0001	0,955	1,000	
Resul	0,461	0,002	0,001	1,000

Tab. 5 Signifikanz der Dentinhaftwerte der Gruppe „Selbststandige Adhasive“

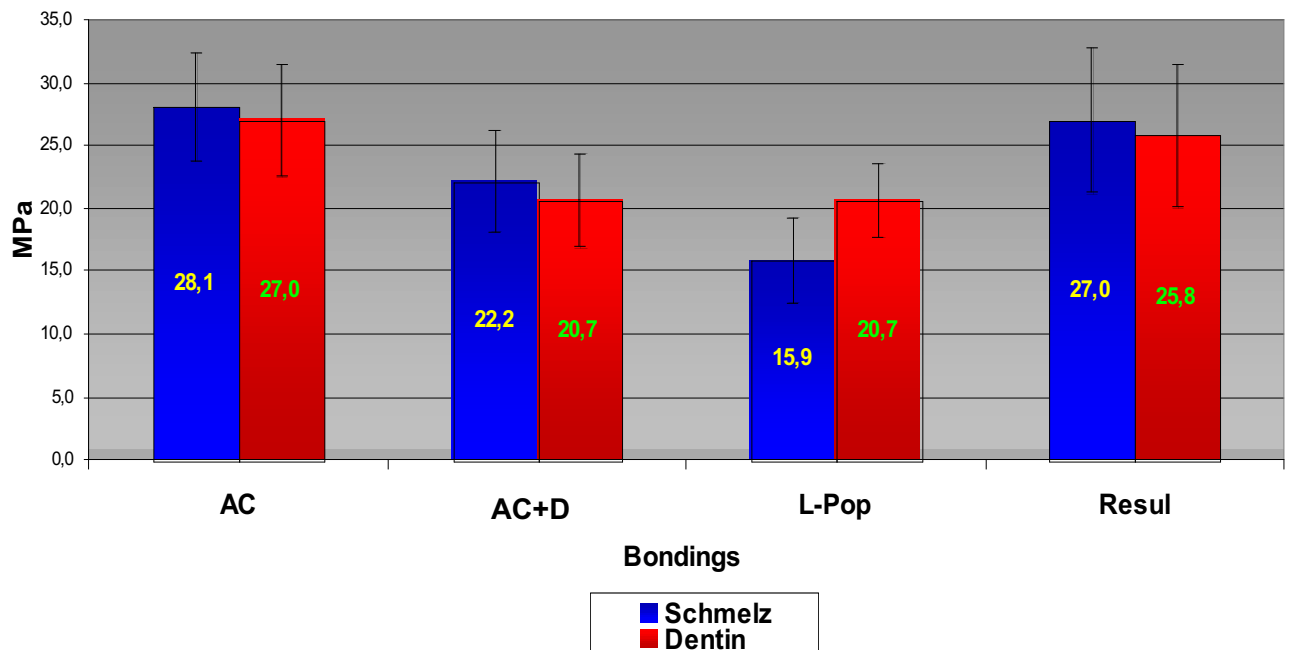


Abb. 6 Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Selbststandige Adhasive“

Bonding	MW in MPa (Schmelz)	SD in MPA (Schmelz)	MW in MPa (Dentin)	SD in MPA (Dentin)
AC	28,1	4,4	27,0	4,5
AC+D	22,2	4,1	20,7	3,7
L-Pop	15,9	3,4	20,7	2,9
Resul	27,0	5,8	25,8	5,7

Tab. 6 Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Selbststandige Adhasive“

Vergleicht man die Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“ mit den Gruppen „Selektive Schmelzätzung“ und „Total-Etch“, kommt man zu folgendem Ergebnis (Signifikanzwerte der Gruppen untereinander vgl. Tab. 15 Signifikanzwerte aller untersuchter Bondings, Anhang Seite XVII):

Vergleich Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“ mit Gruppe „Selektive Schmelzätzung“ in den Schmelzhaftwerten

Sowohl AC ($p < 0,0001$), AC+D ($p < 0,0001$) als auch Resul ($p < 0,0001$) zeigen signifikant bessere Haftwerte als Capo E1 (17,0 MPa). Dasselbe gilt auch für Capo E2 (15,2 MPa; $p_{AC} < 0,0001$; $p_{AC+D} < 0,0001$; $p_{Resul} < 0,0001$) und ENA (17,0 MPa; $p_{AC} < 0,0001$; $p_{AC+D} < 0,0001$; $p_{Resul} < 0,0001$). AC und Resul zeigen keinen signifikanten Unterschied gegenüber Capo W (25,8 MPa). AC+D schneidet gegenüber Capo W jedoch signifikant schlechter ab ($p = 0,026$).

L-Pop hingegen schafft es nicht, sich von den Schmelzwerten der Bondings der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“ signifikant abzuheben. Zu Capo W kann sogar ein signifikant schlechteres Ergebnis ($p < 0,0001$) verzeichnet werden.

Vergleich Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“ mit Gruppe „Selektive Schmelzätzung“ in den Dentinhaftwerten

AC ($p < 0,0001$), AC+D ($p < 0,0001$), L-Pop ($p < 0,0001$) und Resul ($p < 0,0001$) zeigen alle gegenüber Capo E1 (9,7 MPa) signifikant bessere Ergebnisse. Alle Bondings der Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“ können sich auch gegen Capo E2 (12,4 MPa; $p_{AC} < 0,0001$; $p_{AC+D} < 0,0001$; $p_{L-Pop} < 0,0001$; $p_{Resul} < 0,0001$) und ENA (11,3 MPa; $p_{AC} < 0,0001$; $p_{AC+D} < 0,0001$; $p_{L-Pop} < 0,0001$; $p_{Resul} < 0,0001$) behaupten. Zwischen AC und Capo W (24,8 MPa) sowie Resul und Capo W können keine signifikanten Unterschiede festgestellt werden. AC+D schneidet im Vergleich zu Capo W signifikant schlechter ab ($p = 0,027$). Ebenso verhält sich L-Pop zu Capo W ($p = 0,024$).

Vergleich Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“ mit Gruppe „Total-Etch“ in den Schmelzhaftwerten

Excite (30,5 MPa) zeigt signifikant bessere Scherhaftwerte als AC+D ($p < 0,001$), L-Pop ($p < 0,001$) und Resul ($p < 0,0001$). Auch GCB (30,1 MPa) und Opti (33,2 MPa)

können sich gegenüber AC+D (GCB: $p < 0,0001$; Opti: $p < 0,0001$) und L-Pop (GCB: $p < 0,0001$; Opti: $p < 0,0001$) signifikant abheben. Zwischen Resul und GCB kann kein signifikanter Unterschied festgestellt werden. Im Vergleich zu Opti zeigt Resul signifikant schlechtere Ergebnisse ($p < 0,0001$). AC ist nicht signifikant unterschiedlich zu Excite und GCB. Zu Opti wurden sogar signifikant schlechtere Haftwerte ermittelt ($p < 0,0001$).

Vergleich Gruppe „Selbststützende Adhäsive“ mit Gruppe „Total-Etch in den Dentinhaftwerten

Auch bei den Dentinhaftwerten zeigen Excite (30,0 MPa) und Opti (34,4 MPa) durchgehend signifikant bessere Scherhaftwerte gegenüber AC (Excite: $p = 0,043$; Opti: $p < 0,0001$), AC+D (Excite: $p < 0,0001$; Opti: $p < 0,0001$), L-Pop (Excite: $p < 0,0001$; Opti: $p < 0,0001$) und Resul (Excite: $p = 0,014$; Opti: $p < 0,0001$). AC und Resul zeigen keinen signifikanten Unterschied zu GCB. AC+D wies sogar signifikant schlechtere Haftwerte auf als GCB ($p < 0,0001$). Auch L-Pop kann nur ein signifikant schlechteres Ergebnis gegenüber GCB verzeichnen ($p < 0,0001$).

5.2 Ergebnisse der Bondings mit selektiver Schmelzätzung (Gruppe „Selektive Schmelzätzung“)

Ergebnisse der Schmelzhaftwerte

Capo E1 zeigt keine signifikanten Unterschiede zu Capo E2 und ENA. Auch zwischen Capo E2 und ENA konnte kein signifikanter Unterschied festgestellt werden. Capo W zeige sowohl gegenüber Capo E1 ($p < 0,0001$) als auch Capo E2 ($p < 0,0001$) signifikant bessere Ergebnisse. Signifikant schlechtere Ergebnisse resultieren aus dem Vergleich von Capo W mit ENA für Capo W ($p < 0,0001$).

	Capo E1	Capo E2	Capo W	ENA
Capo E1	1,000			
Capo E2	0,106	1,000		
Capo W	< 0,0001	<0,0001	1,000	
ENA	0,997	0,123	<0,0001	1,000

Tab. 7 Signifikanz der Schmelzhaftwerte der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“

Ergebnisse der Dentinhaftwerte

Zwischen Capo E1, Capo E2 und ENA konnten keine signifikanten Unterschiede festgestellt werden. Capo E2 zeige im Vergleich zu Capo E1 signifikant höhere Haftwerte ($p=0,004$), gegenüber Capo W jedoch signifikant niedrigere ($p<0,0001$). Auch Capo E1 schneidet gegen Capo W signifikant schlechter ab ($p<0,0001$). Auch ENA kann sich in dieser Gruppe mit einem signifikant schlechteren Ergebnis nicht gegen Capo W behaupten ($p<0,0001$).

	Capo E1	Capo E2	Capo W	ENA
Capo E1	1,000			
Capo E2	0,004	1,000		
Capo W	< 0,0001	<0,0001	1,000	
ENA	0,063	0,290	<0,0001	1,000

Tab. 8 Signifikanz der Dentinhaftwerte der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“

Vergleicht man die Bondings der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“ mit denen der Gruppe „Total-Etch“, so stellt man fest, dass die Gruppe „Selektive Schmelzätzung“ durchgängig niedrigere Haftwerte aufweist als die Gruppe „Total-Etch“ und damit überall signifikant schlechter abschneidet (Signifikanzwerte vgl. Tab. 15, Anhang Seite XVII). Ausnahme ist der Vergleich zwischen GCB und Capo W. Hier zeigt sich kein signifikanter Unterschied.

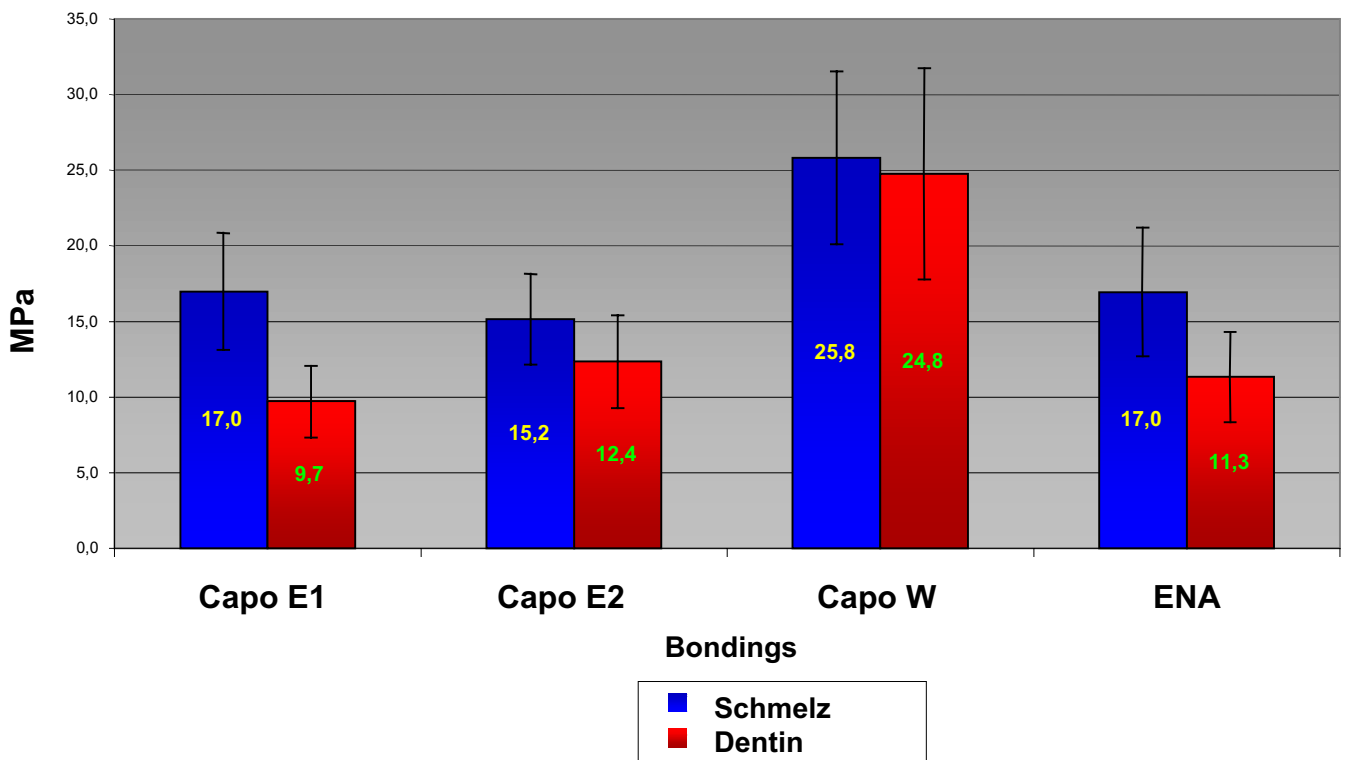


Abb. 7 Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“

Bonding	MW in MPa (Schmelz)	SD in MPA (Schmelz)	MW in MPa (Dentin)	SD in MPA (Dentin)
Capo E1	17,0	3,9	9,7	2,4
Capo E2	15,2	3,0	12,4	3,1
Capo W	25,8	5,7	24,8	7,0
ENA	17,0	4,2	11,3	3,0

Tab. 9 Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“

5.3 Ergebnisse der Total-Etch-Bondings (Gruppe „Total-Etch“)

Ergebnisse der Schmelzhaftwerte

Die Gruppe „Total-Etch“ weist im internen Vergleich keine signifikanten Unterschiede zwischen den Schmelzhaftwerten von Excite zu Opti und GCB auf. GCB hingegen zeigt signifikant niedrigere Haftwerte als Opti ($p=0,007$).

	Excite	GCB	Opti
Excite	1,000		
GCB	0,747	1,000	
Opti	0,055	0,007	1,000

Tab. 10 Signifikanz der Schmelzhaftwerte der Gruppe „Total-Etch“

Ergebnisse der Dentinhaftwerte

Zwischen Excite und GCB konnte auch in den Dentinhaftwerten kein signifikanter Unterschied ausgemacht werden. Die Dentinhaftwerte von Excite ($p=0,02$) und GCB ($p<0,0001$) sind signifikant niedriger als die von Opti.

	Excite	GCB	Opti
Excite	1,000		
GCB	0,083	1,000	
Opti	0,002	<0,0001	1,000

Tab. 11 Signifikanz der Dentinhaftwerte der Gruppe „Total-Etch“

Im Gesamtüberblick ist festzustellen, dass das Mehrstufensystem Opti aus der vierten Generation die höchsten Mittelwerte aller getesteten Materialien aufweist und sich bis auf den Schmelzwert zu Excite zu allen anderen Mittelwerten signifikant besser darstellt. Die höchsten Mittelwerte und Absolutwerte werden in der Gruppe der Total-Etch-Materialien gemessen, wobei beachtet werden muss, dass die Unterschiede – wie oben beschrieben – zur Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“ teilweise nicht signifikant sind. Die niedrigsten Mittel- und Absolutwerte wurden in der Gruppe

“Selektive Schmelzätzung“ ermittelt. Die Mittelwerte der Schmelzhaftung liegen bis auf die von L-Pop und von Opti über denen der Dentinhaftwerte. Während dieses Verhältnis bei L-Pop signifikant ist ($p < 0,0001$), ist es bei Opti nicht signifikant.

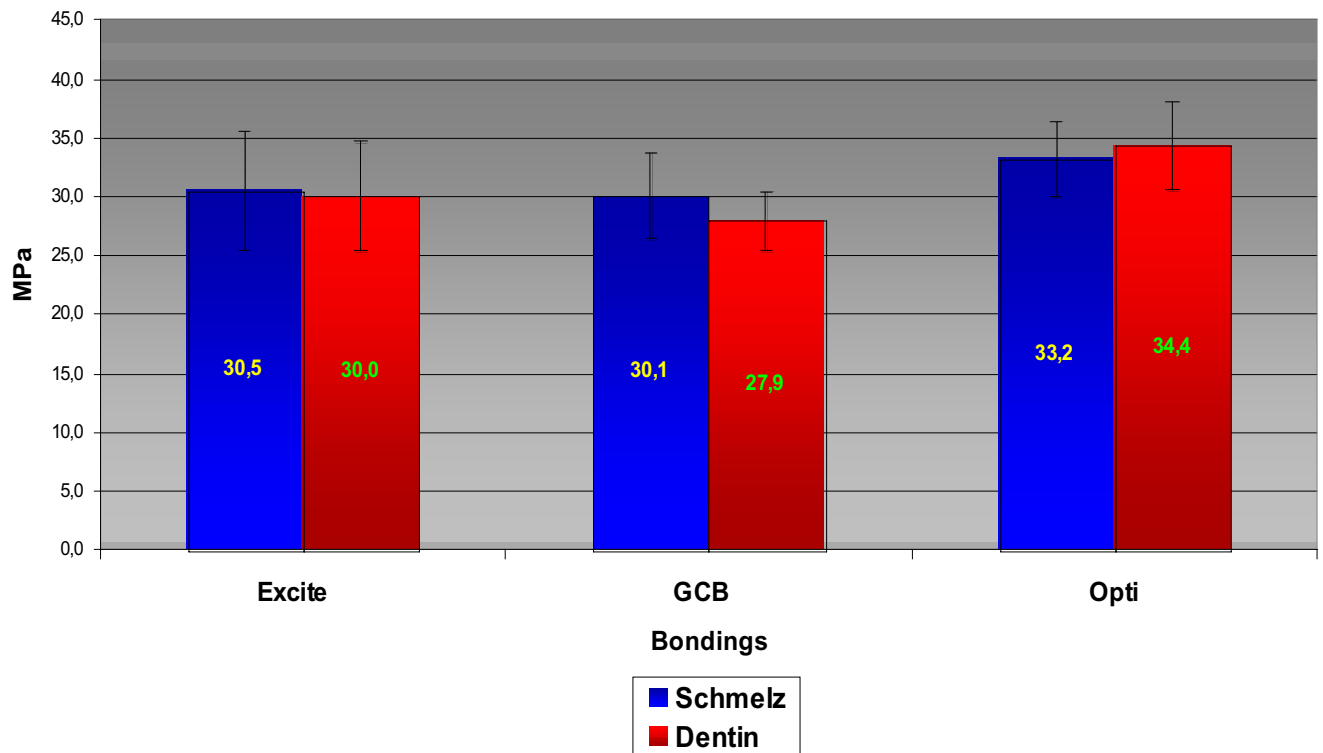


Abb. 8 Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Total-Etch“

Bonding	MW in MPa (Schmelz)	SD in MPA (Schmelz)	MW in MPa (Dentin)	SD in MPA (Dentin)
Excite	30,5	5,1	30,0	4,6
GCB	30,1	3,7	27,9	2,6
Opti	33,2	3,2	34,4	3,8

Tab. 12 Mittelwerte und Standardabweichung der Gruppe „Total-Etch“

5.4 Vergleich Mittelwerte Schmelz / Dentin für jedes Bonding

Für die experimentellen Bondings AC, AC+D und Resul ist kein signifikanter Unterschied zwischen den ermittelten Schmelz- und Dentinwerten erkennbar. In der Gruppe „Selbstätzende Adhäsive“ weist lediglich L-Pop einen signifikant niedrigeren Wert für die Haftkraft am Schmelz als für die am Dentin auf ($p < 0,0001$). In der Gruppe der One-Bottle-Bondings mit selektiver Schmelzätzung, zeigen Capo E1 ($p < 0,0001$), Capo E2 ($p = 0,006$) und ENA ($p < 0,0001$) signifikant höhere Schmelzwerte gegenüber den Dentinwerten. Auffällig ist der große Sprung zwischen Mittelwert am Schmelz und Mittelwert am Dentin. In der Gruppe „Total-Etch“ zeigt sich bei den etablierten Bondings der vierten und fünften Generation ein signifikanter Unterschied nur beim Vergleich Schmelz-Dentin bei GCB ($p = 0,038$; Schmelz 30,1 MPa; Dentin 27,9 MPa).

6. Diskussion

6.1 Diskussion von Material und Methode

Um die Ergebnisse der *in vitro* Tests aussagekräftig und untereinander vergleichbar zu gestalten, wurde auf möglichst einheitliche Versuchsvorbereitung und -durchführung geachtet (siehe Punkt 4.3-4.5). Wichtige Faktoren, die in der Mundhöhle auftreten wie der Einfluss von Feuchtigkeit und wechselnder Umgebungstemperatur durch Speisen und Getränke wurden mittels Feuchtlagerung und 5.000 Zyklen zwischen 5°C und 55°C in der Thermowechselastmaschine nachgestellt.

Da die meisten Änderungen im Verhalten von Schmelz und Dentin in den ersten Tagen nach Extraktion erfolgen, sollten die Zähne vor einer Weiterverarbeitung einige Tage gelagert werden. Ein Lagerzeitraum bis zu sechs Monaten wird für die Verwendung für Scherbondmessungen als unkritisch angesehen, da vorher kaum degenerative Prozesse stattfinden (International Organization for Standardization 2001). Finger misst der Lagerdauer der Zähne im Bezug auf die Haftwerte untergeordnete Bedeutung bei. In seinen Untersuchungen fand er keine signifikanten Unterschiede zwischen sofort nach Extraktion verarbeiteten Zähnen im Vergleich zu solchen, die bis zu drei Monaten gelagert waren (Finger 1988). Mitchem und Gronas konnten zeigen, dass sich die Haftkraft von Bondingmaterialien nicht signifikant schlechter mit Zunahme der Lagerdauer der verwendeten Zähne verhält. Die Lagerung der Zähne erfolgte in einprozentiger Chloraminlösung, um zusätzlich größtmögliche Keimfreiheit zu erreichen (Mitchem, Gronas 1986). Finger gibt an, dass diese Lösung für eine konservierende Lagerung der Zähne geeignet ist, da die anschließende adhäsive Behandlung nicht negativ beeinflusst wird. Zur kurzzeitigen Lagerung ist auch physiologische Kochsalzlösung geeignet. Für die vorliegenden Versuche wurden menschliche Zähne herangezogen, da die an Rinderzähnen erzielten Ergebnisse im Allgemeinen niedriger ausfallen (Finger 1988).

Soweit es möglich war, wurden in der vorliegenden Arbeit oberflächliche Dentinareale zur Applikation der Adhäsive verwendet, wobei eine Messung der Restdentinstärke nicht stattfand. Sowohl Finger als auch Yoshihawa *et al.* gaben in ihren Studien sinkende Haftwerte mit abnehmender Restdentinstärke an. Allerdings wird diesen Ergebnissen kaum klinische Relevanz beigemessen (Yoshikawa *et al.* 1996, Finger

1988). Auch Giannini *et al.* kommen in ihrer Studie zu dem Ergebnis, dass die Zunahme der Tubulidichte und die Abnahme der Fläche ätzbaren Dentins konventionelle und selbstätzende Adhäsivsysteme negativ beeinflussen kann. Zu bondende Flächen mit größerem ätzbaren Dentinanteil scheinen unabhängig vom Adhäsivtyp höhere Scherhaftwerte zu erreichen (Giannini *et al.* 2001). Die Probenkörper wurden, wie unter Punkt 4.4 geschildert, hergestellt. Dieses Verfahren wurde in Anlehnung an die bei Fritz und Finger sowie in ISO/DTS 11405 beschriebene Vorgehensweise durchgeführt (Fritz, Finger 1999, Finger, Balkenhol 2000, Fritz *et al.* 2001). Die feinste Körnung lag in vorliegender Versuchsreihe bei 500, die Thermocyclingzahl wurde auf 5.000 erhöht, um den Alterungsprozess zu beschleunigen. Die Oberflächenrauigkeit hat nach Finger keinen Einfluss auf die resultierenden Scherhaftwerte. Ogata *et al.* beschreiben für selbstätzende Primer nachlassende Haftwerte mit ansteigender Korngröße des Präparationsinstrumentes und erreichen beste Ergebnisse mit Schmirgelpapier der Körnung 600. Diese können aber durch künstliche Alterung mittels Thermowechselbelastung negativ beeinflusst werden (Finger 1988, Miyazaki *et al.* 1998, Ogata *et al.* 2001). In vorliegender Studie wurde mit der Thermobelastung nach 24 Stunden Wasserlagerung begonnen, um einerseits Nachpolymerisationsprozesse ablaufen lassen zu können, andererseits einen Entspannungsprozess in Bonding und Komposit zu ermöglichen (Finger 1988). Der Scherversuch wurde ebenfalls entsprechend ISO/DTS 11405 durchgeführt. Die bereits vielfach in der Literatur dargestellten Scherversuche unterscheiden sich in der Regel in der Abschergeschwindigkeit bzw. der Höhe und dem Durchmesser des Kompositzylinders. Die Zylinderdurchmesser variieren hier von 2,5 mm bis zu 5 mm. Die zum Abscheren benötigte Kraft berechnet sich aus dem Verhältnis Kraft zu Fläche (N/mm^2), wodurch dieser Faktor keinen signifikanten Einfluss auf die Ergebnisse haben sollte. Tatsächlich werden jedoch mit kleinerem Zylinderdurchmesser Fehler in der Substrat- und Bondingoberfläche minimiert, so dass man von aussagekräftigeren Werten ausgehen kann (Brown *et al.* 2002).

Zur Untersuchung des adhäsiven Verbundes zwischen Komposit und Dentin werden unterschiedliche Methoden herangezogen. Zwei in der Literatur als gängige Verfahren dargestellte Versuche sind die Scherbonduntersuchung (SBS) und der Miniaturzugversuch (μ -TBS) (Finger, Balkenhol 2002, Suh, Schiltz 2001, Perdigao *et al.* 1999

b, Frankenberger *et al.* 2001 b, Frankenberger 2002), wobei der SBS Test wiederholt in der Kritik steht (Frankenberger *et al.* 2002, Perdigao *et al.* 1994, Versluis *et al.* 1997). Bei den genannten Testverfahren wird häufig dazu tendiert, innerhalb des jeweiligen Verfahrens, aber auch verfahrensübergreifend Werte miteinander zu vergleichen. Hier ist Vorsicht geboten, da die Ergebnisse keine zuverlässigen Aussagen zum klinischen Verhalten widerspiegeln und alle Resultate immer auch methoden- und untersucherabhängig sind (Finger 1988). Vergleicht man die beiden Debondingverfahren, SBS Test und μ -TBS Test, sind einige grundlegende Unterschiede festzustellen.

Während der in vorliegender Arbeit beschriebene und eingesetzte SBS Test je einen bis maximal zwei Prüfkörper pro planer Schmelz- oder Dentinfläche zulässt, wird im μ -TBS Test die klinische Krone bis zum Erreichen einer gleichmäßigen Schmelz- oder Dentinfläche plan geschliffen, komplett adhäsiv behandelt und mit einem Kompositaufbau versehen (Frankenberger *et al.* 2002).

Bei beiden Verfahren fehlen laterale Schmelz- und Dentinwände, wodurch der interfaziale Stress durch Polymerisationsschrumpfung minimiert wird und nur ein niedriger C-Faktor vorliegt, der nicht mit dem C-Faktor einer mehrflächigen Restauration *in vivo* übereinstimmt (Frankenberger 2002). Eine wichtige Größe stellt der Durchmesser der gebondeten Oberfläche bzw. des Prüfkörpers dar. Mit zunehmendem Prüfkörperdurchmesser steigt hierbei der Anteil des kohäsiven Versagens, was für den μ -TBS Test mit kleinsten Bondingflächen spricht. Hier werden im Gegensatz zum SBS Test die Probenzähne nach Aufbringen des Kompositzylinders vertikal in 10 bis 40 Stäbchen mit einer Bondingfläche, je nach Untersuchung, zwischen 0,5 und 1 mm gesägt, um das zu untersuchende Bondingareal zu minimieren (Frankenberger 2001). Je nach μ -TBS Verfahren arbeitet man mit parallelwandigen oder im Interfacedebereich sanduhrförmig eingezogenen Prüfstäbchen, um dort eine maximale Stresentwicklung zu erzielen (Pashley *et al.* 1999). Zur Messung werden die Stäbchen, im Gegensatz zum Einspannen in eine Schervorrichtung beim SBS Test, so in eine Universalprüfmaschine eingespannt, dass Komposit und Schmelz- oder Dentinfläche bis zum Versagen des Adhäsivverbundes geradlinig auseinandergezogen werden. Vorteile dieses Verfahrens sind, neben der Herstellung zahlreicher Prüfkörper aus einem Zahn, das relativ zuverlässige Unterbinden des kohäsiven Versagensmodus

und das Messen klar umschriebener Zahnhartsubstanzbereiche. Allerdings geht mit der kleinen Bondingfläche auch die Schwierigkeit bei der Herstellung der Stäbchen einher und, dass sich Haftwerte unter 5 MPa kaum messen lassen. Ebenso muß beachtet werden, dass die graziilen Prüfkörper anfällig gegen Austrocknung sind (Frankenberger 2001).

Die nur schwer messbare Schmelz- und Dentinschichtdicke und das daraus resultierende inhomogene Bondingareal, das unter Umständen verschiedene Schmelz oder Dentinstärken innerhalb eines Prüfkörpers aufweist, stehen beim SBS Test in der Kritik. Dieses Problem kann im μ -TBS Test durch die kleine Adhäsivfläche vermieden werden. Die μ -TBS Methode misst die Haftfestigkeit von Flächen kleiner 1 mm², im Vergleich zu den 3-5 mm Durchmesser beim SBS Test (3,5 mm in vorliegender Untersuchung). Einfluss hat dieser Faktor vor allem im Dentin aufgrund des variierenden Abstandes zur Pulpa, während er im Schmelz eher vernachlässigbar ist. Die für Untersuchungen interessante Frage nach Testergebnissen an gesunder sowie an kariös veränderter Zahnhartsubstanz lässt sich mit Hilfe des μ -TBS Tests einfacher lösen. Die Platzierung von Prüfkörpern kann selektiv auf gesundem oder kariös verändertem Material erfolgen, während man beim SBS Test in solchen Fällen häufig Überschneidungen hat. Die Ergebnisse des μ -TBS Tests zeigen zwar in der Regel eine größere Streubreite, aber insgesamt höhere Werte als beim SBS Test (Frankenberger *et al.* 2002). Ein weiterer Kritikpunkt am SBS Test sind die nicht uniformen Belastungsspitzen und Kerbspannungen durch die Scherbelastung des Prüfkörpers im 90° Winkel, die auf das Dentin beim Erreichen von Werten größer als 15 MPa ausgeübt werden. Die jenseits dieser Grenze lokal entstehenden Stressmomente können zu kohäsiven Frakturmodi im Dentin, verbunden mit einer Verfälschung der Ergebnisse, führen (Frankenberger 2002). Diese Probleme werden mit der μ -TBS Methode umgangen, da es normalerweise aufgrund des Belastungsmodus zu adhäsivem Versagen kommt (Frankenberger *et al.* 2002). Die Haftwerte des μ -TBS Tests verhalten sich in der Regel invers zur Größe der gebondeten Fläche (Sano *et al.* 1994).

Versluis *et al.* beschreiben in ihrer Arbeit die mögliche Problematik des Abscherens mittels SBS im Dentin. Sobald die Adhäsion des Bondings stärker ist als die Kohäsion des Dentins, kommt es durch das punktuelle Einwirken der Scherkraft auf den

Kompositzylinder zu lokalem Stress im Interface. Dabei kann es zu initialen, räumlich umschriebenen Rissen im Dentin und im Adhäsiv kommen, die sich tiefer ins Dentin fortpflanzen und dort zu Ausrissen führen, ohne das Interface zerstört zu haben (Versluis *et al.* 1997).

Die Applikation der Abscherkraft auf das Interface stellt keine reine Scherkraft dar, sondern ist vielmehr eine Kombination aus Scherbelastung, „Schälbelastung“ und Zugbelastung, was zu einer ungleichmäßigen Kräfteverteilung führen kann (Frankenberger 2002). Diese Phänomene werden im reinen Zugversuch durch die punktförmige, geradlinige Belastung unterbunden, so dass Dentinausrisse selten sind. Allerdings ist anzumerken, dass das μ -TBS Verfahren viel Erfahrung erfordert und nicht fehlerfrei ist. Beim fehlerhaften Einspannen der Prüfkörper außerhalb der Parallelen zur Zugrichtung kommt es leicht zu Torsionen während des Versuchs. Die Herstellung und maschinelle Bearbeitung der gebondeten Prüfvorrichtungen mittels Säge kann bei unsauberem, mangelhaftem Sägeblatt oder -band schnell zu Rissen im Randbereich der Prüfstäbchen führen, die auch hier das Ergebnis negativ beeinflussen.

Letztendlich bleibt festzustellen, dass ein Vergleich von Werten unterschiedlicher Verfahren nicht vorgenommen werden kann (Finger 1988). Selbst innerhalb eines Verfahrens sind Vergleiche aufgrund bereits genannter Variabilitäten, wie Behandler und Versuchsaufbau, eher zurückhaltend und negativ zu bewerten. Idealerweise vergleicht man Haftwertuntersuchungen eines Untersuchers zu verschiedenen Materialien, die aber mit ein und demselben Versuchsaufbau durchgeführt wurden. Nur dann kann von der Vergleichbarkeit der Werte ausgegangen werden (Miyazaki *et al.* 2000 a).

Vor diesem Hintergrund bleibt der SBS Methode zwar einerseits im Vergleich zum μ -TBS Test noch immer die größere Anzahl an Unwägbarkeiten, andererseits stellt der SBS Test für den Vergleich aus Untersuchungen mit konstanter Methode eines Behandlers ein adäquates Werkzeug dar, um Aufschluss über das Verhalten verschiedener Systeme zueinander zu erhalten. Jedoch sollten diese Werte nicht isoliert als Absolutwerte betrachtet werden. Die SBS Messung stellt, wie die Haftfestigkeitsmessung im Allgemeinen, eine gute Möglichkeit der Orientierung für die Entwicklung dar und kann auf eventuelle klinische Mängel aufmerksam machen (Krejci *et al.* 1993). Allerdings können und sollen diese Messungen nicht als alleiniges Qualitätskriterium

gelten, da weder mit SBS noch mit μ -TBS auf eine klinische Relevanz geschlossen werden kann. Im Vergleich zur klinischen Situation ist eine Bewertung des SBS Tests, aber auch des μ -TBS Tests, mit Vorsicht vorzunehmen, da sowohl das eine, als auch das andere Verfahren nur einen Teil der physiologisch auftretenden Kräfte imitieren kann und eine Vielzahl variabler Parameter *in vivo* und *in vitro* vorliegen (Swift 1998). Der SBS Test wie auch der μ -TBS Test bilden nur eine Säule der *in vitro* Untersuchungen und müssen durch andere Untersuchungen, wie der Randspaltmessung, verifiziert und erweitert werden.

6.2 Diskussion der Einflussfaktoren auf die *in vitro* Schmelz- und Dentinhaftung

Die in der vorliegenden Arbeit untersuchten Adhäsive unterscheiden sich neben ihrer Anzahl an Komponenten bzw. Zuordnung zu einer bestimmten Generation zusätzlich im chemischen Mechanismus. Dadurch bedingt kann es zu signifikanten Unterschieden zwischen den verwendeten Bondings innerhalb einer Studie kommen. So zeigen Mehrflaschenadhäsive der dritten und vierten Generation häufig höhere Haftwerte an Schmelz und Dentin als die der fünften Generation oder selbstkonditionierende Systeme. Zum einen kann dies durch die Sicherheit eine Hybridschicht bzw. einen Adhäsivfilm zu bilden bedingt sein, zum anderen in der Dicke dieser Adhäsivschicht. Extrem dünne Adhäsivschichten in der Größenordnung 1-2 μm können zwar ebenso stabil durch die Hybridschicht am Dentin verankert sein, jedoch fehlt diesen Adhäsivschichten die Fähigkeit als Puffer gegen die auftretenden Polymerisationskräfte des Komposits zu wirken. Die gute Pufferwirkung der Mehrflaschenadhäsive geht den One-Bottle-Bondings häufig verloren, was sich je nach Studie in tendenziell bis signifikant niedrigeren Haftwerten bemerkbar macht. Ebenso werden bei vielen selbstkonditionierenden Adhäsiven im Vergleich zu Mehrflaschensystemen der vierten Generation dünnere Adhäsivschichten gebildet, die kaum schockabsorbierende Wirkung aufweisen. Zusätzlich tritt bei den selbstkonditionierenden Materialien das bereits beschriebene Phänomen der sauren Inhibitionsschicht auf, die als Polymerisationsinhibitor zum Komposit wirken kann. Hieraus können niedrigere Haftwerte resultieren. Außerdem können Präzipitate im Hybridlayer der selbstkonditionierenden Materialien zu Unregelmäßigkeiten in dieser Schicht führen, die sich negativ auf die

Struktur und Stabilität auswirken können. Wassergelöste Systeme bergen grundsätzlich die Gefahr, dass Restfeuchtigkeit im Adhäsiv zurückbleibt, die die Polymerisation inhibiert. Je nach Untersucher führt das zu Auswirkungen im Resultat der ermittelten Haftwerte. Frankenberger *et al.* verdeutlichten z.B. die Abhängigkeit der Haftwerte von der empfohlenen Penetrationszeit. Sowohl bei konventionellen Systemen wie EBS Multi (3M Espe) oder Prime&Bond NT als auch beim selbstätzenden L-Pop kommt es bis zu einer Halbierung der Haftwerte bei halbiertes Penetrationszeit. Gleichzeitig konnte auch herausgestellt werden, dass Systeme der dritten Generation (Syntac Classic, Ivoclar Vivadent) weniger anfällig für Verarbeitungsfehler sind (Frankenberger *et al.* 2001 a). Um Scherhaftwerte an Schmelz und Dentin in verschiedenen Studien vergleichen zu können, ist bei allen Unwägbarkeiten, die im Handling des jeweiligen Untersuchers liegen, zumindest auf einen einheitlichen Versuchsaufbau zu achten. Miyazaki *et al.* stellen in ihrer Studie den Einfluss verschiedener Behandlergruppen auf die Scherbondhaftung eines selbstätzenden und eines One-Bottle-Adhäsivs heraus. Sie kamen zu dem Schluss, dass es zu signifikanten Unterschieden zwischen den Behandlern trotz gleicher Versuchsbedingungen kommt (Miyazaki *et al.* 2000 a). Dabei kommt es außerdem zu signifikanten Unterschieden von Proben mit und ohne Thermowechselbelastung sowie zu einer Abhängigkeit von der Zahl der Thermowechselzyklen. Während eine kleine Zyklenzahl von bis zu 3.000 noch wenig Einfluss hat, steigt dieser deutlich, wenn es sich um höhere Zyklenzahlen handelt. Miyazaki *et al.* beobachteten dieses thermowechselzyklenabhängige Verhalten für selbstätzende Primer im Vergleich zu Adhäsiven der fünften Generation. Sie stellten fest, dass es in den Gruppen mit selbstätzenden Primern zu signifikantem Nachlassen der Haftkraft mit steigender Zyklenzahl kommt. Bei den selbstprimierenden Adhäsiven kam es zwar auch zu einer Verringerung der Haftwerte nach Thermocycling, aber zu keinem Abfall in Abhängigkeit zur Zyklenzahl (Miyazaki *et al.* 2000 b). Ebenso ist bekannt, dass es in den ersten Stunden nach Polymerisation von Bonding und Komposit zu Nachpolymerisationsprozessen und Entspannungsphänomenen in Bond und Komposit kommt. Daraus können signifikant schlechtere Werte in Messungen direkt nach Applikation (10 min Wartezeit) zu jenen, die für 16 Stunden oder länger wassergelagert wurden, resultieren. Bui *et al.* untersuchten die Auswirkung des Abscherens eines mit L-Pop Adhäsiv befestigten Kom-

positzylinders von Schmelz und Dentin nach 10 min beziehungsweise 16 Stunden Wasserlagerung. Hierbei konnte ein Anstieg der Haftkraft am Schmelz von 17,4 MPa auf 28,7 MPa und am Dentin von 17,8 MPa auf 27,8 MPa gezeigt werden. Das gleiche Phänomen konnte für Bondings der fünften Generation nachgewiesen werden (Bui *et al.* 2001). Je nach Applikation, der daraus resultierenden Vollständigkeit der Hybridschicht und dem Randschlussverhalten, kann es während der Thermocyclingphase zu ersten Hydrolyseprozessen kommen. Bei Wasserlagerung über einen längeren Zeitraum findet eine Quellung des Komposits durch Wasseraufnahme statt. Daneben kommt es bei unvollständiger Infiltration des Kollagenfasergeflecht durch hydrophile Monomere zum Abriss des Netzwerkes vom unbehandelten Dentin (Haller *et al.* 1993, Pashley *et al.* 1994). Von entscheidender Bedeutung für alle Systeme ist deshalb die vollständige Ausbildung einer Hybridschicht. Ausgehend vom Zahn als Bondingssubstrat können Unterschiede in Studienergebnissen bei sonst identischer Versuchsdurchführung im Lagermedium der extrahierten Zähne liegen. Eine weitere Rolle spielt der Durchmesser des aufgetragenen Kompositzylinders, dessen Material und die Vorschubgeschwindigkeit und Abscherkopfform der Prüfmaschine (Brown *et al.* 2002). Erst bei Übereinstimmung im Versuchsaufbau und -durchführung kann von annähernder Vergleichbarkeit gesprochen werden.

6.3 Diskussion der eigenen Ergebnisse

In vorliegender Untersuchung wurden die vier selbstkonditionierenden Adhäsive AC, AC+D, L-Pop, Resul im Vergleich zu einem etablierten Adhäsiv der vierten Generation (Opti) und zu zwei etablierten Adhäsiven der fünften Generation (Excite, GCB) geprüft. AC, AC+D und Resul lagen als experimentelle Lösungen vor. Außerdem kamen vier experimentelle Materialien eines Herstellers zum Einsatz, die der fünften Generation angehören, jedoch mit selektiver Schmelzätzung (Capo E1, Capo E2, ENA, Capo W), wobei Capo E1 und Capo E2 eine identische Zusammensetzung aufweisen und lediglich aus verschiedenen Chargen stammen. ENA gleicht Capo E1 und Capo E2 im wesentlichen ebenfalls, beinhaltet aber einen uns nicht bekannt gegebenen Zusatzstoff. Capo W basiert im Vergleich zu Capo E1, E2 und ENA auf Wasser als Lösungsmittel.

Die Adhäsive der Gruppe „Total-Etch“ stellen den Standard dar, mit dem verglichen werden soll. Die drei Adhäsive dieser Gruppe kommen unter Verwendung der Total-Etch-Technik zum Einsatz. Die Schmierschicht auf der Dentinoberfläche wird entfernt und das oberflächliche Kollagenfasergeflecht wird freigelegt. Die Demineralisationstiefe beträgt dabei laut Literatur ca. 7,5 µm. Die Systemkomponenten werden dann entweder in mehreren Lösungen (Opti) oder als eine Flüssigkeit (Excite, GCB) auf Schmelz und Dentin aufgetragen. Es resultieren an Schmelz und Dentin im Vergleich zu den Materialien der Gruppen „Selbstkonditionierende Adhäsive“ und „Selektive Schmelzätzung“ die höchsten Mittelwerte. Innerhalb der Gruppe „Total-Etch“ zeigt Opti an Schmelz und Dentin jeweils die höchsten Mittelwerte, wobei ein signifikanter Unterschied zu Excite Dentin und GCB Schmelz und Dentin vorliegt. Als Gründe dafür können vor allem die Vorteile eines Mehrkomponentensystems angenommen werden. Der Primer aus HEMA, GPDM, Wasser und Ethanol ist extrem hydrophil und dünnflüssig, so dass er das inter- und peritubuläre Kollagenfasergeflecht schnell und vollständig penetrieren kann. Unterstützt wird diese Penetration durch die geringe Größe der HEMA-Moleküle. Das so vorbereitete Kollagenfasernetzwerk nimmt das eher zähflüssige, lösemittelfreie Adhäsiv aus bis-GMA und HEMA auf, wobei neben der Hybridschicht eine relativ dicke Adhäsivschicht gebildet wird, die als Puffer bzw. Schockabsorber während der Polymerisationsschrumpfung des Komposits und während des Thermocyclings fungiert, was die hohen Haftwerte an Schmelz und Dentin erklären würde.

Die One-Bottle-Bondings Excite und GCB unterscheiden sich dagegen nicht signifikant und ähneln sich auch in ihrem Mechanismus. Auch hier wird das durch Total-Etch entstandene Geflecht als Substrat herangezogen. Allerdings liegen alle chemischen Bestandteile zum Erzeugen einer Hybridschicht in nur einer Lösung vor, so dass es vorstellbar wäre, dass aufgrund der zwischen einem Primer und einem Adhäsiv liegenden Viskosität zwar eine gute Penetration erreicht wird, die entstandene Adhäsivschicht jedoch wegen ihrer evtl. geringeren Schichtstärke nicht so hohe elastische Eigenschaften aufweist, wie die von Opti. GCB verfügt über das in vernetztem Zustand etwas elastischere UDMA, Excite beinhaltet bis-GMA. Beide Systeme haben die Eigenschaft, Komplexe mit Kalzium zu bilden: Excite über die Phosphonsäure, GCB über das 4-META. Die guten Dentinhaftwerte können bei Excite und

GCB durch das leicht saure Verhalten unterstützt sein, indem es am Dentin nach Applikation zu einer geringen Nachätzung kommen kann (Ivoclar Vivadent 1999, Balkenhol 1998).

Die getesteten selbstkonditionierenden Materialien zeigen innerhalb ihrer Gruppe deutlichere Unterschiede als die der Gruppe „Total-Etch“. Resul und AC zeigen hier die höchsten Mittelwerte an Schmelz und Dentin. Resul hat hierbei im Vergleich zu den anderen Bondings dieser Gruppe die Vorteile eines selbstätzenden Mehrkomponentensystems. Die dünnflüssige Primerlösung beinhaltet zwar den gleichen Wirkmechanismus wie L-Pop – beide konditionieren Schmelz und Dentin über Phosphorsäureester und müssen vor Applikation mit Wasser gemischt werden – wird aber nach Applikation des selbstkonditionierenden Primers mit einem lösemittelfreien bis-GMA/TEGDMA Bonding überschichtet. Vorstellbar ist, dass dadurch der Primer dünnflüssiger sein kann, als der des L-Pop, da er keine suffiziente Adhäsivschicht ausbilden muss. Die dünnflüssigere Primerlösung hat dann Vorteile in der Penetration des smearlayerbedeckten Dentins. Die im zweiten Schritt applizierte Bondingschicht wirkt wohl auch beim Resul als elastisches Band und Stressbreaker während der Polymerisationsschrumpfung des Komposits und der Thermowechselbelastung. Da Silva *et al.* kommen in ihrer Studie zu dem Schluss, dass die Hybridschichtausbildung bei L-Pop zu gering ist (da Silva Telles *et al.* 2001). Pashley *et al.* zeigen in ihrer Studie den Effekt einer Applikation von L-Pop in zwei Schichten, woraus eine Verdopplung des Haftwertes resultierte. Es ist daher anzunehmen, dass die Schichtdicke des Adhäsivfilmes nach einfacher herstellergemäßer Applikation zu gering ist, um auftretenden Kräften zu widerstehen (Pashley *et al.* 2001). Zu einem entsprechenden Ergebnis kommen Frankenberger *et al.* Es ist außerdem anzunehmen, dass es durch die Bondingschicht des Resul zu keiner Inhibition zwischen saurer Inhibitionsschicht und Komposit kommt, so dass bereits beschriebene Probleme umgangen werden können (Frankenberger *et al.* 2001 b). Die Kontaktzeit zwischen saurer Primerlösung und Bonding ist hier scheinbar kurz genug, um negative Beeinflussung zu vermeiden. Trotz der guten Ergebnisse von Resul scheint die Total-Etch-Technik ohne Verwendung saurer Monomere der Signifikanz nach zu urteilen im Hinblick auf Scherhaftfestigkeit einen effektiveren Verbund, sowohl in der Variante eines Mehrfläschchenadhäsivs als auch als One-Bottle-Bonding, herzustellen. Dennoch ist zu erken-

nen, dass die Ergebnisse von AC, AC+D und Resul von den Scherhaftwerten her durchaus im klinisch suffizienten Bereich von größer 17 MPa liegen – v.a. AC und Resul mit ihren Werten im Bereich von etablierten Bondings der fünften Generation (Frankenberger *et al.* 1997, Hannig *et al.* 1999 b). AC und Resul unterscheiden sich trotz verschiedener chemischer Mechanismen nicht signifikant. Hier scheint die Ätzwirkung von 4-META in AC gleichwertig zu der des Resul Primer zu agieren und durch UDMA ein derart stabiler, ausreichend dicker Adhäsivfilm zu entstehen, um auftretenden Kräften widerstehen zu können. AC scheint trotz Darreichung in nur einer Komponente keine Einbußen in Ätzwirkung, Penetrationsfähigkeit oder Filmbildung hinnehmen zu müssen. Erstaunlich ist dagegen der Verlust an Haftkraft sowohl am Schmelz als auch am Dentin bei AC+D, da sich dieses Produkt von AC lediglich im Zusatz von Glutardialdehyd unterscheidet. Eine logische chemische Erklärung scheint es hierfür nicht zu geben. Vermuten könnte man allenfalls einen Zusammenhang mit der Verschiebung des prozentualen Anteils der anderen Komponenten, zumal da der Zusatz von Glutardialdehyd laut Ritter *et al.* eher zu einer Stabilisierung des Kollagennetzwerkes und damit auch des Hybridlayers führen sollte (Ritter *et al.* 2001). Die erreichten Werte liegen aber dennoch im klinisch suffizienten Bereich. Überraschend im Vergleich zu den anderen selbstkonditionierenden Materialien ist das relativ schlechte Ergebnis von L-Pop. Obwohl dem Produkt in der Literatur eine hohe Ätzwirkung bescheinigt wird und sogar von Ätzmustern am Schmelz gesprochen wird, die vergleichbar zu konventioneller Phosphorsäureätzung sind, werden am Schmelz nur klinisch insuffiziente Werte erreicht. Eine mögliche Erklärung kann eventuell nicht evaporiertes Lösungsmittel (Wasser) sein. Allerdings wurde während der Versuche auf einen glänzenden, nicht mehr fließenden Film geachtet. Alternativ wäre vorstellbar, dass durch die aggressive Ätzwirkung ein graziles Ätzmuster entsteht, das während des anhaltenden Einreibevorgangs zerstört oder zumindest beeinträchtigt wird. Nur separate Untersuchungen könnten das belegen. Auch eine zu saure Inhibitionsschicht oder ein zu dünner Adhäsivfilm könnte das Verhalten von L-Pop erklären. Während der erhöhten Stressmomente im Thermowechselbad könnte dies mechanisches Versagen oder Eindringen von Wasser ins Interface bedeuten. Die Gruppe „Selektive Schmelzätzung“ zeigt eine große Differenz zwischen den Materialien. Nachdem es bei Capo E1 nach Anwendung gemäß Gebrauchsinforma-

tion zu klinisch insuffizienten Werten am Schmelz und Dentin kam, wurde das Ergebnis mit einer weiteren Charge Capo E2 zu verifizieren versucht. Außerdem wurde ein weiteres ethanolgelöstes Material (ENA) in die Versuchsreihe aufgenommen. Die Resultate zeigen, dass sich Capo E1, E2 und ENA bis auf die Dentinwerte von Capo E1 und E2 nicht signifikant unterscheiden und dass offensichtlich bei Capo E1 kein Chargenproblem vorlag. Die Materialien zeigen zwar nach selektiver Schmelzätzung höhere Schmelz- als Dentinhaftwerte, können einen klinisch akzeptablen Bereich aber nicht erreichen. Noch dramatischer sieht die Situation bei den Dentinwerten aus, bei denen im Mittel die 10 MPa-Marke nur knapp erreicht werden kann. Es lässt sich vermuten, dass keiner der drei Ansätze in der Lage ist, die Schmierschicht aufzulösen und das Dentin zu penetrieren. Trotz Aufbringen und Polymerisieren in zwei Schichten können die Lösungen selbst bei konventionell präpariertem Schmelz keine adäquate Haftung erzeugen. Neben der zu dünnen Adhäsivschicht kann auch über eine unzureichende Polymerisationsqualität spekuliert werden. Überraschend sind die Haftwerte von Capo W, da sich Capo W laut Hersteller nur im Lösungsmittel von Capo E1, Capo E2 und ENA unterscheidet. Bei ersterem ist Wasser eingesetzt während letztere ethanolbasiert sind. Capo W erreicht als extrem dünnflüssiges, schwierig zu applizierendes und kaum kontrollierbares Bonding Werte, die in der Region etablierter Total-Etch One-Bottle-Bondings liegen, obwohl bei wassergelösten Systemen die Wahrscheinlichkeit für fehlerhafte Lösemittelverdunstung größer ist. Da die genaue Zusammensetzung der Materialien der Gruppe „Selektive Schmelzätzung“ vom Hersteller nicht mitgeteilt wurde, lässt sich aufgrund des Wirkmechanismus und der selektiven Schmelzätzung nur über den Einsatz von schwachen Säuren wie Itakon-, Zitronen- oder Maleinsäure spekulieren, die das Dentin konditionieren sollen. Ist dies der Fall, könnte eine Inaktivierung der Säure in den ethanolgelösten Varianten in Betracht gezogen werden.

6.4 Vergleich zu Haftwerten anderer Untersucher

Die in dieser Untersuchung verwendeten Adhäsivsysteme L-Pop, Excite, GCB und Opti sind bereits in anderen Untersuchungen verwendet worden. Jain *et al.* ermittelten in ihrer Scherhaftuntersuchung unter anderem einen durchschnittlichen Haftwert für Opti von 26,8 MPa am Schmelz, wobei allerdings eine vorherige Lagerung der

Probenzähne in physiologischer Kochsalzlösung stattfand und die zu behandelnde Zahnhartsubstanz mit Körnung 600 aufgeraut wurde. Die Kompositzylinder unterschieden sich zu den vorliegenden darin, dass sie einen Durchmesser von 3 mm hatten, die Proben wurden lediglich 300 Thermocyclingzyklen ausgesetzt und anschließend mit 5 mm/min Vorschubgeschwindigkeit abgeschert. Weiterhin fanden Jain *et al.*, dass die Primerapplikation auf trockenen Schmelz keine negativen Auswirkungen auf die Haftkraft hat, auf feuchten Schmelz appliziert sogar zu einer signifikanten Haftkraftsteigerung führt. Aus seinen Ergebnissen schloss er, dass eine Applikation von Optibond FL Primer auf den geätzten Schmelz zu empfehlen ist (Jain, Stewart 2000). Das gute Ergebnis für Opti Schmelz konnte in der vorliegenden Studie bestätigt und wahrscheinlich bedingt durch die unterschiedliche Versuchsanordnung deutlich übertroffen werden. Wakefield *et al.* konnten dieses Verhalten von Opti bestätigen. Sie erreichten bei Versuchen an menschlichen Zähnen Werte von 22,6 MPa am Schmelz und 18,4 MPa am Dentin (Wakefield *et al.* 1996). Auch May *et al.* führten Scherversuche zur Dentinhaftung von Opti durch. Trotz herstellergemäßer Verarbeitung und bloßer Wasserlagerung für 24 Stunden ohne Thermocycling resultierten Durchschnittswerte von nur 16,4 MPa und 17,4 MPa am Dentin von Rinderzähnen. Allerdings unterscheidet sich auch hier die Versuchsanordnung von vorliegender Studie, da mit Körnung 600 Siliciumcarbidpapier, einen Kompositzylinder von 4,4 mm Durchmesser und einer Abschergeschwindigkeit von 5 mm/min gearbeitet wurde. Andere Faktoren sind eventuell im Handling des Prüfers oder in der Polymerisationsqualität der Materialien zu sehen. Innerhalb der Studie von May *et al.* sind jedoch zu einem anderen Mehrflaschensystem (EBS, 3M Espe) keine signifikanten Unterschiede festzustellen, was zusätzlich ein Indiz für die abweichende Versuchsdurchführung sein könnte (May *et al.* 1997). Wilder *et al.* lagerten Rinderzähne in 0,5 prozentiger Chloraminlösung und destilliertem Wasser bevor sie sie für Dentinversuche heranzogen. Bei sonst gleichem Versuchsaufbau zu May *et al.* wurden die Proben für 48 Stunden in destilliertem Wasser gelagert. Hier resultiert ein zu May *et al.* vergleichbarer Haftwert von 17,0 MPa, was die Notwendigkeit eines identischen Versuchsaufbaus unterstreicht, um einen Vergleich vornehmen zu können (Wilder *et al.* 1998).

Ritter *et al.* ermittelten für GCB im Scherversuch lediglich einen Durchschnittswert von 10,0 MPa am Dentin. Für ihre Versuche zogen Ritter *et al.* Rinderzähne heran, die in 0,5 prozentiger Chloraminlösung gelagert waren, mit Körnung 600 aufgeraut und unter Verwendung von Charisma vor dem Abscheren mit 0,5 mm/min 24 Stunden wassergelagert wurden. Angaben über die Abschervorrichtung sind nicht gemacht, die gebondete Fläche betrug 4,3 mm im Durchmesser. Da weitere Ergebnisse von Ritter *et al.* mit anderen Materialien der fünften Generation keine signifikanten Unterschiede innerhalb derselben Studie zu GCB aufweisen, ist im Vergleich zu vorliegender Untersuchung die Diskrepanz wahrscheinlich ebenfalls in Versuchsaufbau und -durchführung zu sehen (Ritter *et al.* 2001). Jang *et al.* geben für GCB einen Scherhaftwert von 24,4 MPa an. Hierbei wurden wie in vorliegender Untersuchung menschliche Molaren verwendet, die aber in destilliertem Wasser gelagert waren und mit Körnung 600 aufgeschliffen wurden. Die gebondete Fläche hatte einen Durchmesser von 3 mm, die Proben wurde nach 24 Stunden Wasserlagerung 500 Thermocyclingzyklen bei 6°C und 60°C unterworfen, bevor sie bei 0,5 mm/min abgeschert wurden. Zu sehen ist hier, dass der im Vergleich zu der vorliegenden Studie ähnliche Versuchsaufbau zu Ergebnissen ähnlicher Größenordnung führen kann (Jang *et al.* 2000). Eine weitere Untersuchung von Fritz *et al.* zeigt für GCB Haftwerte von 22,4 MPa am Schmelz. Der Versuch unterscheidet sich hier durch den Verzicht auf Thermocycling und der Aufrauung mit Körnung 600. Allerdings wurde als Komposit ein wesentlich elastischerer niedriggefüllter Bracket-Kleber eingesetzt, so dass auch hier keine Vergleichbarkeit gegeben ist (Fritz *et al.* 2001). Henderson *et al.* maßen für GCB einen Scherhaftwert von 26 MPa am Dentin von Menschenzähnen nach 24 Stunden Wasserlagerung der Proben (Henderson *et al.* 2000). Für Excite werden Dentinscherhafte je nach Versuchsanordnung zwischen 20 MPa und 34,2 MPa angegeben (Ivoclar Vivadent 1999). Lyra *et al.* fanden Haftwerte von 9,7 MPa für Excite am Dentin. Dabei behandelten sie menschliche Molaren mittels Total-Etch-Technik, jedoch unter zu vorliegenden Messungen anderer Vorgehensweise. Für L-Pop werden in der gleichen Arbeit 9,1 MPa am Dentin angegeben (Lyra *et al.* 2002). Die in der vorliegenden Arbeit ermittelten Werte für Excite liegen zwar weit entfernt von denen von Lyra *et al.*, bestätigen aber die Werte verschiedener Untersucher, die in der wissenschaftlichen Dokumentation zu Excite angegeben werden (Ivoclar Vivadent

1999). Brown *et al.* verglichen in ihrer Studie zwei Techniken der Probenherstellung für die Messung der Scherbondhaftung und kommen, je nachdem, ob sie die Gel Cap Methode mit größerem Zylinderdurchmesser oder die Ultradent Methode mit kleinerer Zylindergrundfläche anwenden, zu unterschiedlichen Dentinergebnissen bei der Betrachtung von Excite (Gel Cap: 11,2 MPa; Ultradent: 20,6 MPa). Ebenso stellt sich das Ergebnis für L-Pop mit 6,7 MPa und 12,5 MPa am Dentin je nach eingesetzter Methode dar, wodurch eindrucksvoll die Abhängigkeit der Resultate von der Vorgehensweise gezeigt wird. Ein direkter Vergleich ist nicht möglich. Schaut man hingegen auf das Ranking innerhalb der einzelnen Methoden, so kann man mit vorliegenden Ergebnissen übereinstimmende Resultate vorfinden (Brown *et al.* 2002). Perdigao und Frankenberger zeigen in ihrer Studie die Abhängigkeit von Excite von feuchtem Dentin und erreichen Haftwerte zwischen 26,2 MPa und 29,5 MPa (Perdigao, Frankenberger 2001). Luchterhandt *et al.* zeigen in ihrer Microtensile Strength Studie sogar, dass es keinen signifikanten Unterschied zwischen Excite und L-Pop am Dentin gibt. Für L-Pop wird lediglich eine größere Standardabweichung angegeben (Excite 13,9 MPa; L-Pop 13,4 MPa) (Luchterhandt *et al.* 2001). Inoue *et al.* hingegen kommen in ihrer Microtensile Strength Studie am Schmelz zu einer Rangordnung, die mit vorliegendem Ergebnis übereinstimmt, wenngleich die Absolutwerte dieser Methode nicht mit den vorliegenden verglichen werden können. Bei der Betrachtung von Opti, Excite und L-Pop weist Opti die höchsten Schmelzhaftwerte (40,6 MPa) auf, dicht gefolgt vom nicht signifikant unterschiedlichen Excite (40,1 MPa), während L-Pop mit nur 28,4 MPa diese Region nicht erreichen kann (Inoue *et al.* 2001).

Das selbstätzende All-in-One Adhäsiv L-Pop wurde seit seiner Markteinführung zahlreichen Scherhaftuntersuchungen unterzogen. Finger und Balkenhol berichten bei zu vorliegenden Ergebnissen vergleichbarem Versuchsaufbau, jedoch ohne Thermocycling, von Haftwerten am Schmelz von 20,2 MPa und am Dentin von 18,1 MPa. Aber auch hier ist ein Vergleich durch das fehlende Thermocycling nur bedingt möglich, auch wenn die resultierenden Werte beider Messungen in ähnlicher Größenordnung liegen. Im Vergleich zu CLB 2 V und CSEB war L-Pop niedriger angesiedelt, was die vorliegenden Ergebnisse im Vergleich zu Resul, AC und AC+D bestätigen. Nicht bestätigt werden konnten jedoch Scherhaftwerte von selbstätzenden Bondings, die un-

terhalb der L-Pop-Werte lagen, wie es in der Studie von Finger und Balkenhol der Fall war (AQ-Bond, Sun Medical; Futurabond, Voco; One-Up-Bond, Kuraray). AC Bond differenzierte sich in der Studie von Finger und Balkenhol im Gegensatz zu der vorliegenden Studie nicht signifikant von L-Pop (AC Schmelz: 21,9 MPa, Dentin: 20,8 MPa; L-Pop Schmelz: 20,2 MPa, Dentin: 18,1 MPa) (Finger, Balkenhol 2002). Rosa und Perdigao untersuchten L-Pop an Rinderzähnen deren Schmelz- und Dentinoberfläche sie mit Körnung 600 bearbeiteten. Neben einer Bondingfläche mit 4,4 mm Durchmesser, einer Thermocyclingzahl von 500 Zyklen und einer Abschergeschwindigkeit von 5,5 mm/min wurde L-Pop vor Kompositapplikation nicht polymerisiert. Es resultierten Haftwerte am Schmelz von 12,8 MPa und am Dentin von nur 5,6 MPa. Ein Vergleich kann durch die grundsätzlich andere Verarbeitungsweise nicht vorgenommen werden (Rosa, Perdigao 2000). Kanca stellte im Vergleich mehrerer selbstätzender Bondings (CSEB, One-Up-Bond, CLB) im Scherbondtest an Schmelz und Dentin ein signifikant schlechteres Ergebnis für L-Pop fest, was durch die vorliegende Studie im Vergleich zu hier verwendeten selbstätzenden Bondings bestätigt wird, wenngleich die Werte von Kanca (Schmelz 11,5 MPa, Dentin 7,7 MPa) methodenbedingt unter denen in der vorliegenden Studie angesiedelt sind (Kanca 2001). Hald und Latta zeigten an menschlichen Molaren Dentinhaftwerte von L-Pop von 14,3 MPa ohne Thermocycling und bei abweichendem Versuchsaufbau. Eine Vergleichbarkeit ist trotz nahezu übereinstimmendem Resultat eher zweifelhaft. Auffällig und einhergehend mit vorliegender Untersuchung ist aber, dass L-Pop im Resultat niedriger als alle anderen getesteten selbstätzenden Materialien ist (Hald, Latta 2001). Bouillaguet *et al.* ermittelten Dentinhaftwerte für Bondings der vierten, fünften und sechsten Generation mittels Microtensile Test. Auch wenn kein direkter Vergleich zu der vorliegenden Studie gezogen werden kann, ist die übereinstimmende Abstufung von Opti als Bonding mit dem besten Resultat und L-Pop als Material mit dem schlechtesten Resultat zu erkennen. Excite ist zwischen den beiden genannten angesiedelt. Die Autoren kamen zu dem Schluss, dass konventionelle Adhäsive bessere Haftwerte erzielen als andere (Bouillaguet *et al.* 2001). Cobb und Macgregor konnten in ihrer Studie von Scherbondwerten am Dentin nach Thermocycling für L-Pop mit 16,0 MPa tendenziell bis signifikant bessere Werte ermitteln, als für One-Up-Bond (14,3 MPa) und Touch&Bond (= AQ Bond) (12,2 MPa), liegen aber auf ver-

gleichbarem Niveau zum L-Pop Wert aus der vorliegenden Studie, wobei sich auch hier der Versuchsaufbau durch geringere Thermocyclingzahl (500) unterscheidet (Cobb, McGregor 2001). Pecora *et al.* hingegen gaben in ihrer Studie nach 500 Thermocyclingzyklen eine Dentinhaftkraft von 14,75 MPa an, die allerdings im Vergleich zu den anderen getesteten selbstätzenden Bondings, wie auch in der vorliegenden Studie, den niedrigsten Wert zeigte (Pecora *et al.* 2001). Lilley *et al.* erreichen in ihren *in vitro* Untersuchungen am Schmelz menschlicher Weisheitszähne einen Scherhaftwert von 14,7 MPa für L-Pop. Sie lagerten dabei die Proben für 72 Stunden bei 37°C in destilliertem Wasser, bevor sie 1.000 Thermocyclingzyklen unterworfen wurden. Unerwarteter Weise wurde in gleicher Messung nur 7,9 MPa für Excite am Schmelz ermittelt. Aufschlussreich ist allerdings die Beobachtung, dass die von Lilley *et al.* getesteten selbstätzenden Bondings einen drastischen Verlust an Haftkraft aufweisen, sobald ein Thermocycling im sauren Milieu stattfindet, während sich die Werte der konventionellen Bondings kaum verändern (Lilley *et al.* 2001). Strukowska *et al.* ermittelten für alle getesteten selbstätzenden Bondings (One-Up-Bond, L-Pop, CSEB, E&P) niedrigere Schmelz- als Dentinwerte. Im Fall von L-Pop, das auch in der vorliegenden Studie getestet wurde, kann dieses Verhalten bestätigt werden. Ebenso das Abschneiden von L-Pop als ein Bonding mit den niedrigsten Haftwerten aller geprüften selbstätzenden Bondings. Strukowska *et al.* kamen auf einen Schmelzhaftwert von 11,8 MPa und einen Dentinhaftwert von 13,6 MPa an menschlichen Zähnen unter Verwendung von Schmirgelpapier mit Körnung 320 und einer Wasserlagerung für zwei Stunden (Strukowska *et al.* 2002). Das weit aufgefächerte Spektrum an Scherbondwerten in unterschiedlichen Studien trotz Einsatz des gleichen Bondings zeigt die Bedeutung exakt übereinstimmender Versuchsdurchführung, um direkt vergleichbare Resultate zu erhalten. Selbst bei äußerlich gegebener Übereinstimmung bleibt die Frage nach Differenzen im Handling offen, so dass zusammenfassend gesagt werden kann, dass Werte aus verschiedenen Quellen nur bedingt verglichen werden können. Aussagekräftige Schlüsse zwischen verschiedenen Bondings sollten daher nur aus Messwerten einer Studie gezogen werden.

7. Zusammenfassung

Die wachsende Nachfrage nach zahnfarbenen Füllungsmaterialien und die Verunsicherung im Hinblick auf den Werkstoff Amalgam führte in den letzten Jahren zu einem enormen Zuwachs der am Markt erhältlichen Kompositmaterialien. Der Schwerpunkt der Entwicklung lag hierbei deutlich auf der Weiterentwicklung und der Verbesserung vorhandener Werkstoffsysteme, als auf der Ausbietung von Systemen mit innovativen chemischen Mechanismen. Im Bondingbereich kristallisierte sich ein Trend zu schnelleren, einfacheren und angeblich sicherer zu verarbeitenden Systemen heraus, die zum Ziel haben, möglichst viele Arbeitsschritte in eine Lösung zu integrieren.

Das Ziel der vorliegenden *in vitro* Studie war es, die Haftkraft verschiedener neuartiger selbstkonditionierender sowie etablierter Total-Etch-Adhäsivsysteme in ihrem Verhalten an Schmelz und Dentin zu vergleichen. Um eine Vergleichbarkeit zu erzielen, wurde auf möglichst standardisierte Ausgangsbedingungen bei der Vorbereitung der Probenzähne geachtet. Die Haftkraft wurde nach künstlicher Alterung der Proben im Thermowechselbad über 5.000 Zyklen mittels Scherversuch ermittelt. Dazu wurden je 20 Proben von 11 Bondings an menschlichem Schmelz und Dentin gemessen. Das aufgebrachte Bonding- und Kompositmaterial wurde jeweils entsprechend der Herstellerangaben verarbeitet. Die Bondingmaterialien wurden den 3 Gruppen „selbstätzende Adhäsive“, „selektive Schmelzätzung“ und „Total-Etch“ zugeordnet, um gruppeninternes von gruppenübergreifendem Verhalten leichter trennen zu können. Die statistische Auswertung (vgl. Tab. 14 Übersicht statistische Werte, Anhang S. XVI) der jeweils 20 Messwerte ergab die höchsten Mittelwerte aller Bondings für das Total-Etch Mehrkomponenten-System Optibond FL (MW Schmelz 33,2 MPa, SD Schmelz $\pm 3,2$ MPa, MW Dentin 34,4 MPa, SD Dentin $\pm 3,8$ MPa). Insgesamt ist zu sehen, dass die Materialien der vierten und fünften Generation tendenziell (Excite (MW Schmelz 30,5 MPa, SD Schmelz $\pm 5,1$ MPa, MW Dentin 30,0 MPa, SD Dentin $\pm 4,6$ MPa), Gluma Comfort Bond (MW Schmelz 30,1 MPa, SD Schmelz $\pm 3,7$ MPa, MW Dentin 27,9 MPa, SD Dentin $\pm 2,6$ MPa)) oder signifikant (Optibond FL) über denen der selbstätzenden Bondings liegen. In der Gruppe der selbstätzenden Materialien zeigen AC Bond (MW Schmelz 28,1 MPa, SD Schmelz $\pm 4,4$ MPa,

MW Dentin 27,0 MPa, SD Dentin $\pm 4,5$ MPa) und Resulcin Aqua Prime N (MW Schmelz 27,0 MPa, SD Schmelz $\pm 5,8$ MPa, MW Dentin 25,8 MPa, SD Dentin $\pm 5,7$ MPa) Werte, die durchaus in die Region etablierter Materialien der fünften Generation reichen und klinisch suffiziente Werte von größer 17 MPa an Schmelz und Dentin erzeugen. Auch AC Bond+Desensitizer (MW Schmelz 22,2 MPa, SD Schmelz $\pm 4,1$ MPa, MW Dentin 20,7 MPa, SD Dentin $\pm 3,7$ MPa) erreicht einen klinisch akzeptablen Bereich. Lediglich L-Pop (MW Schmelz 15,9 MPa, SD Schmelz $\pm 3,4$ MPa, MW Dentin 20,7 MPa, SD Dentin $\pm 2,9$ MPa) erfüllt diese Erwartungen am Schmelz nicht.

Überraschend war das schlechte Abschneiden der ethanolbasierten Varianten der Gruppe „selektive Schmelzätzung“, die komplett unter den klinischen Anforderungen zurückblieben. Einzig das wasserbasierte Capo Wasser (MW Schmelz 25,8 MPa, SD Schmelz $\pm 5,7$ MPa, MW Dentin 24,8 MPa, SD Dentin $\pm 7,0$ MPa) konnte mit Werten um 25 MPa überzeugen. Abschließend lässt sich sagen, dass sich durch intensive Forschung und Entwicklung viel in Richtung Vereinfachung und Erleichterung des Bondings getan hat, aber Materialien der fünften und vor allem der vierten Generation noch als Vergleichsstandard gesehen werden können. Nichtsdestotrotz zeigen die selbstätzenden Materialien eine enorme Entwicklung und neueste Bondings wie AC Bond reichen in ihren Haftwerten an etablierte Systeme heran. Zu prüfen bleibt das Randspaltverhalten sowie das Abschneiden *in vivo* der neuen selbstätzenden Bondings. Sollte das ebenso erfolgreich sein, wie die Ergebnisse der Haftwerte, sind Adhäsive wie AC Bond, AC Bond+Desensitizer und Resulcin Aqua Prime N eine adäquate, sichere Alternative zu den Total-Etch-Systemen.

ANHANG

Tab. 13 Arbeitsabläufe der verwendeten Bondings

Resulcin Aqua Prime N

Arbeitsschritte	Schmelz	Dentin
Ätzen	Kein Ätzen	Kein Ätzen
Selbstätzender Primer	<ul style="list-style-type: none"> • 1 Tropfen Resul + 1 Tropfen Aqua conservans • 5 s Mischen 	<ul style="list-style-type: none"> • 1 Tropfen Resul + 1 Tropfen Aqua conservans • 5 s Mischen
Primer Applikation	30 s mit Pinsel einmassieren	30 s mit Pinsel auf leicht feuchte Oberfläche einmassieren
Verblasen	<ul style="list-style-type: none"> • Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist • Keine Polymerisation 	<ul style="list-style-type: none"> • Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist • Keine Polymerisation
Bond	RMB mit Pinsel in gleichmäßiger dünner Schicht aufbringen	RMB mit Pinsel in gleichmäßiger dünner Schicht aufbringen
Verblasen	RMB durch Luftbläser gleichmäßig verteilen	RMB durch Luftbläser gleichmäßig verteilen
Polymerisation	30 s mit Halogenlichtgerät	30 s mit Halogenlichtgerät
Komposit	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation 	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation

Optibond FL

Arbeitsschritte	Schmelz	Dentin
Ätzen	<ul style="list-style-type: none"> • 37,5% Phosphorsäuregel für 30 s • 15 s Abspülen 	<ul style="list-style-type: none"> • 37,5% Phosphorsäuregel für 15 s • 15 s Abspülen
Primer	<ul style="list-style-type: none"> • Lufttrocknung bis Ätzmuster erkennbar • Primer in 1 Schicht 30 s mit Kerr-Applikator einmassieren 	<ul style="list-style-type: none"> • Moist-Bonding: Wasserüberschuss mit Kosmetiktuch abtupfen • Primer in 1 Schicht 30 s mit Kerr-Applikator einmassieren
Verblasen	<ul style="list-style-type: none"> • 5 s im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist • Keine Polymerisation 	<ul style="list-style-type: none"> • 5 s im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist • Keine Polymerisation
Adhäsiv	Adhäsiv in gleichmäßig dünnem Film mit Kerr-Applikator auftragen	Adhäsiv in gleichmäßig dünnem Film mit Kerr-Applikator auftragen
Verblasen	Mit Luftbläser dünn und gleichmäßig verteilen	Mit Luftbläser dünn und gleichmäßig verteilen
Polymerisation	30 s mit Halogenlichtgerät	30 s mit Halogenlichtgerät
Komposit	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation 	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation

Gluma Comfort Bond

Arbeitsschritte	Schmelz	Dentin
Ätzen	<ul style="list-style-type: none"> • 20% Phosphorsäuregel für 30 s • 15 s Abspülen 	<ul style="list-style-type: none"> • 20% Phosphorsäuregel für 15 s • 15 s Abspülen
Bonding	<ul style="list-style-type: none"> • Lufttrocknung bis Ätzmuster erkennbar • 3 Schichten GCB aufeinanderfolgend mit Microbrush drucklos auftragen 	<ul style="list-style-type: none"> • Moist-Bonding: Wasserüberschuss mit Kosmetiktuch abtupfen • 3 Schichten GCB aufeinanderfolgend mit Microbrush auftragen und insgesamt 20 s einmassieren
Verblasen	Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.	Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.
Polymerisation	20 s mit Halogenlichtgerät	20 s mit Halogenlichtgerät
Komposit	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation 	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation

Capo Bond Ethanol 1+2, Capo Bond Aqua, ENA Bond

Arbeitsschritte	Schmelz	Dentin
Ätzen	<ul style="list-style-type: none"> • 37% Phosphorsäuregel für 20 s • 20 s Abspülen 	Keine Ätzung
Bonding	<ul style="list-style-type: none"> • Lufttrocknung bis Ätzmuster erkennbar • 1 Schicht des jeweiligen Bondings mit Microbrush 30 s einmassieren 	<ul style="list-style-type: none"> • Moist-Bonding: Wasserüberschuss mit Kosmetiktuch abtupfen • 1 Schicht des jeweiligen Bondings mit Microbrush 30 s einmassieren
Verblasen	15 s im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.	15 s im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.
Polymerisation	20 s mit Halogenlichtgerät	20 s mit Halogenlichtgerät
Bonding	Bonding erneut 30 s in 1 Schicht einmassieren und wie oben Verblasen	Bonding erneut 30 s in 1 Schicht einmassieren und wie oben Verblasen
Polymerisation	20 s mit Halogenlichtgerät	20 s mit Halogenlichtgerät
Komposit	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation 	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation

AC Bond, AC Bond + Desensitizer

Arbeitsschritte	Schmelz	Dentin
Ätzen	Keine Ätzung	Keine Ätzung
Bonding	<ul style="list-style-type: none"> • Zahnfläche im sanften Luftstrom trocknen • 3 Schichten des jeweiligen Bondings direkt aufeinanderfolgend mit Microbrush auftragen • 30 s ohne Manipulation einwirken lassen 	<ul style="list-style-type: none"> • Moist-Bonding: Wasserüberschuss mit Kosmetiktuch abtupfen • 3 Schichten des jeweiligen Bondings direkt aufeinanderfolgend mit Microbrush auftragen • 30 s ohne Manipulation einwirken lassen
Verblasen	Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.	Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.
Polymerisation	20 s mit Halogenlichtgerät	20 s mit Halogenlichtgerät
Komposit	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation 	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation

Excite

Arbeitsschritte	Schmelz	Dentin
Ätzen	<ul style="list-style-type: none"> • 37% Phosphorsäuregel für 30 s • 15 s Abspülen 	<ul style="list-style-type: none"> • 37% Phosphorsäuregel für 15 s • 15 s Abspülen
Bonding	<ul style="list-style-type: none"> • Lufttrocknung bis Ätzmuster erkennbar • 1 Schicht Excite mit Vivadent-Applikator drucklos auftragen 	<ul style="list-style-type: none"> • Moist-Bonding: Wasserüberschuss mit Kosmetiktuch abtupfen • 1 Schicht Excite mit Vivadent-Applikator auftragen und 10 s einmassieren
Verblasen	Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.	Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.
Polymerisation	20 s mit Halogenlichtgerät	20 s mit Halogenlichtgerät
Komposit	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation 	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation

Prompt L-Pop

Arbeitsschritte	Schmelz	Dentin
Ätzen	Keine Ätzung	Keine Ätzung
Bonding	<ul style="list-style-type: none"> • Zahnfläche im sanften Luftstrom trocknen • Anmischen der Kammern 1 und 2 in 3 • 15 s mit Applikator-Brush unter Druck einmassieren 	<ul style="list-style-type: none"> • Moist-Bonding: Wasserüberschuss mit Kosmetiktuch abtupfen • Anmischen der Kammern 1 und 2 in 3 <p>15 s mit Applikator-Brush unter Druck einmassieren</p>
Verblasen	Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.	Im sanften Luftstrom bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr sichtbar ist und der Film durchgängig ist.
Polymerisation	10 s mit Halogenlichtgerät	10 s mit Halogenlichtgerät
Komposit	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation 	<ul style="list-style-type: none"> • Bulkfüllung Tetric Ceram A 2 • 40 s Polymerisation

Tab. 14 Übersicht statistische Werte

Gruppe	Bonding	MW in MPa (Schmelz)	SD in MPA (Schmelz)	MW in MPa (Dentin)	SD in MPA (Dentin)
Gruppe 1	AC	28,1	4,4	27,0	4,5
	AC+D	22,2	4,1	20,7	3,7
	L-Pop	15,9	3,4	20,7	2,9
	Resul	27,0	5,8	25,8	5,7
Gruppe 2	Capo E1	17,0	3,9	9,7	2,4
	Capo E2	15,2	3,0	12,4	3,1
	Capo W	25,8	5,7	24,8	7,0
	ENA	17,0	4,2	11,3	3,0
Gruppe 3	Excite	30,5	5,1	30,0	4,6
	GCB	30,1	3,7	27,9	2,6
	Opti	33,2	3,2	34,4	3,8

	AC	AC+D	L-Pop	Resul	Capo E1	Capo E2	Capo W	ENA	Excite	GCB	Opti
AC											
AC+D	<0,0001										
	<0,0001										
L-Pop	<0,0001	<0,0001									
	<0,0001	0,955									
Resul	0,503	0,004	<0,0001								
	0,461	0,002	0,001								
Capo E1	<0,0001	<0,0001	0,347	<0,0001							
	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001							
Capo E2	<0,0001	<0,0001	0,479	<0,0001	0,106						
	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,004						
Capo W	0,161	0,026	<0,0001	0,511	<0,0001	<0,0001					
	0,233	0,027	0,024	0,606	<0,0001	<0,0001					
ENA	<0,0001	<0,0001	0,374	<0,0001	0,997	0,129	<0,0001				
	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,063	0,290	<0,0001				
Excite	0,133	<0,0001	<0,0001	0,048	<0,0001	<0,0001	0,009	<0,0001			
	0,043	<0,0001	<0,0001	0,014	<0,0001	<0,0001	0,008	<0,0001			
GCB	0,131	<0,0001	<0,0001	0,0054	<0,0001	<0,0001	0,008	<0,0001	0,747		
	0,445	<0,0001	<0,0001	0,144	<0,0001	<0,0001	0,071	<0,0001	0,083		
Opti	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,055	0,007	
	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,002	<0,0001	

Tab. 15 Signifikanzwerte aller untersuchter Bondings

Blau: Signifikanz Schmelz

Rot: Signifikanz Dentin

LITERATURVERZEICHNIS

LITERATURVERZEICHNIS

- Backhaus, K., Erichson, B., Plinke, W., Weiber, R. (1996) *Multivariate Analysemethoden. Eine anwendungsorientierte Einführung*. 8. Auflage. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg
- Balkenhol, M. (1998) *Gluma One Bond, Scientific Documentation*. 1. Auflage. Heraeus Kulzer, Hanau
- Bouillaguet, S., Gysi, P., Wataha, J.C., Ciucchi, B., Cattani, M., Godin, C., Meyer, J.M. (2001) Bond strength of composite to dentin using conventional, one-step and self-etching adhesive systems. *Journal of Dentistry* **29**: 55-61
- Bowen, R.L. (1965) Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. II. Bonding to dentin promoted by a surface-active comonomer. *Journal of Dental Research* **44**: 895-902
- Breschi, L., Perdigao, J., Mazzotti, G., Nunes, M.F., Gobbi, P. (1999) Ultramorphology and shear bond strengths of self etching adhesives on enamel. *Journal of Dental Research* **78**: Abstract 2957
- Brown, P., Schlitz, M., Sharp, L. (2002) Comparison of two different dentin shear bond strength testing techniques using nine dental adhesives. IADR, Abstract 1682, www.iadr.com
- Bui, H., Le, M.A., Shellard, E. (2001) Bond strength studies of self-etch adhesive systems. IADR, Abstract 1137, www.iadr.com
- Buonocore, M.G. (1955) A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of Dental Research* **34**: 849
- Burke, F.J., Mc Caughey, A.D. (1995) The four generations of dentin bonding. *American Journal of Dentistry* **8**: 88-92
- Christensen, G.J. (2001) Self-etching primers are here. *Journal of the American Dental Association* **132**: 1041-3
- Cobb, D., Macgregor, K. (2001) *In vitro* shear bond strength to dentin using self-etching primer/adhesives. IADR, Abstract 2434, www.iadr.com
- Costa, C.A., Hebling, J., Hanks, C.T. (2000) Current status of pulp capping with dentin adhesive systems: a review. *Dental Materials* **16**: 188-97
- da SilvaTelles, P.D., Aparecida, M., Machado, M., Nör, J.E. (2001) SEM study of a self-etching primer adhesive system used for dentin bonding in primary and permanent teeth. *Journal of Paediatric Dentistry* **23**: 315-20
- Dammaschke, T., Schäfer, E. (2000 a) Selbstkonditionierende Dentinadhäsive ohne Abspülen: Eine neue Generation von Dentinhaftvermittlern Teil 1. *Das Deutsche Zahnärzteblatt*, **109**: 30-34

Dammaschke, T., Schäfer, E. (2000 b) Selbstkonditionierende Dentinadhäsive ohne Abspülen: Eine neue Generation von Dentinhaftvermittlern Teil 2. Das Deutsche Zahnärzteblatt, **109**: 81-87

Denhey, G.E., Cobb, D.S., Bouschlicher, M.B., Vargas, M.A. (2000) Clinical evaluation of self-etching primer/adhesive in posterior composites. Journal of Dental Research **79**: Abstract 340

Engelhardt, A. (2000) Einfluss unterschiedlicher Phosphorsäurekonzentrationen und Einwirkzeiten auf den Haftverbund eines Adhäsivsystems zu Schmelz und Dentin. Inauguraldissertation. Fachbereich Medizin der Johannes Gutenberg-Universität, Mainz

Ernst, C.P. (2001) Was Sie schon immer über Dentinadhäsive wissen wollten. Magazin für Zahnheilkunde, Management & Kultur **5**: 254-269

Ernst, C.P., Schmitt, U., Rippin, G., Victor, A. Willershausen, B. (2001) Evaluation eines Feldtests zur klinischen Anwendung des selbstkonditionierenden Adhäsivs Prompt L-Pop II. dental-praxis **3/4**: 95-104

Fabianellia, A., Vichi, A., Kugel, G., Ferrari, M. (2000) Influence of self-etching-priming bonding systems on sealing ability of class II restorations: leakage and SEM evaluation. Journal of Dental Research **79**: Abstract 305

Finger, W.J. (1988) Dentin bonding agents. Relevance of *in vitro* investigations. American Journal of Dentistry **1**: 184-188

Finger, W.J., Balkenhol, M. (2000) Rewetting strategies for bonding to dry dentin with an acetone based adhesive. Journal of Adhesive Dentistry **2**: 51-6

Finger, W.J., Balkenhol, M. (2002) Comparative *in vitro* evaluation of self-etching primer adhesives. IADR March, www.iadr.com

Finger, W.J., Fritz, U. (1996) Laboratory evaluation of one component enamel/dentin bonding agents. American Journal of Dentistry **9**: 206-210

Finger, W.J., Uno, S. (1995) Effect of acid etchant composition and etching duration on enamel loss and resin composite bonding. American Journal of Dentistry **8**: 236-241

Frankenberger, R., Krämer, N., Petschelt, A. (2000 a) Long-term effect of dentin primers on enamel bond strength and marginal adaptation. Operative Dentistry **25**: 11-9

Frankenberger, R., Krämer, N., Petschelt, A. (2000 b) Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. Operative Dentistry **25**: 324-30

Frankenberger, R., Krämer, N., Sindel, J. (1997) Beeinflussen Dentinadhäsive und ihre Applikatoren die Schmelzhaftung? Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift **52**: 202-205

-
- Frankenberger, R., Krämer, N., Sindel, J. (1996) Haftfestigkeit und Zuverlässigkeit der Verbindung Dentin-Komposit und Dentin-Kompomer. Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift **51**: 556-560
- Frankenberger, R., Mattonet, H., Lohbauer, U., Krämer, N., Petschelt, A. (2001 a) Effect of primer penetration time on microtensile bond strength to dentin. Journal of Dental Research **80**: 103, Abstract 543
- Frankenberger, R., Perdigao, J., Rosa, B.T., Lopes, M. (2001 b) "No-bottle" vs. "multi-bottle" dentin adhesives--a microtensile bond strength and morphological study. Dental Materials **17**: 373-80
- Frankenberger, R. (2001) Materialkundliche Grundlagen der Adhäsivtechnik. S. 12-27. In: 3MEspe. Die Adhäsivtechnologie. Ein Leitfaden für Theorie und Praxis. 3MEspe AG Seefeld
- Frankenberger, R. (2002) Zur Dauerhaftigkeit des Dentinverbunds. Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift **57**: 154-171
- Frankenberger, R., Lopes, M., Perdigao, J., Ambrose, W., Rosa, B. (2002) The use of flowable composites as filled adhesives. Dental Materials **18**: 227-238
- Fritz, U., Diedrich, P., Finger, W.J. (2001) Self-etching primers – an alternative to the conventional acid etch technique? Journal of Orofacial Orthopedics **62**: 238-45
- Fritz, U.B., Finger, W.J. (1999) Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. American Journal of Dentistry **112**: 277-82
- Gallo, J.R., Comeaux, R., Haines, B., Xu, X., Burgess, J.O. (2001) Shear bond strength of four filled dentin bonding systems. Operative Dentistry **26**: 44-7
- Giannini, M., Carvalho, R.M., Martins, L.R., Dias, C.T., Pashley, D.H. (2001) The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. Journal of Adhesive Dentistry **3**: 315-24
- Gordan, V.V., Vargas, M.A., Denehy, G.E. (1998) Interfacial ultrastructure of the resin-enamel region of three adhesive systems. American Journal of Dentistry **11**: 13-16
- Gottlieb, E.W., Retief, D.H., Jamison, H.C. (1982) An optimal concentration of phosphoric acid as an etching agent. Part I: Tensile bond strength studies. Journal of Prosthetic Dentistry **48**: 48-51
- Gwinnett, A.J. (1992) Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. American Journal of Dentistry **5**: 127
- Gwinnett, A.J. (1994) Dentin bond strength after air drying and rewetting. American Journal of Dentistry **7**: 144-148

-
- Gwinnett, A.J., Tay, F.R., Wei, S. (1996) Bridging the gap between overdry and overwet bonding phenomenon - optimization of dentin hybridization and tubular seal. S. 359-363 In: Shimono, M., Maeda, T., Suda, H., Takahashi, K. (Eds.) Dentin/pulp complex. Quintessence, Tokyo
- Hald, T.S., Latta, M.A. (2001) Effect of conditioning time on bond strength to dentin. IADR, Abstract 1857, www.iadr.com
- Haller, B. (1994) Mechanismus und Wirksamkeit von Dentinhafvermittlern. Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift **49**: 750-759
- Haller, B., Hoffmann, N., Klaiber, B., Pfannkuch, A. (1993) Beständigkeit des Komposite-Dentinverbundes bei künstlicher Alterung. Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift **48**: 100
- Hannig, M., Bott, B., Emmermann, A. (1999 a) Randschlussverhalten von Klasse II Kompositefüllungen nach Schmelzkonditionierung mit selbstätzenden Primern. Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift **54**: 133-136
- Hannig, M., Reinhardt, K.J., Bott, B. (1999 b) Self-etching primer vs. phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. Operative Dentistry **24**: 172-80
- Hara, A.T., Amaral, C.M., Pimenta, L.A., Sinhoreti, M.A. (1999) Shear bond strength of hydrophilic adhesive systems to enamel. American Journal of Dentistry **12**: 181-4
- Henderson, M., Gallo, J., Xu, X., Burgess, J.O. (2000) Shear bond strength to wet and dry dentin. Journal of Dental Research **79**: Abstract 2394, www.iadr.com
- Heymann, H.O., Bayne, S.C. (1997) Current concepts in dentin bonding: focusing on dentinal adhesion factors. Journal of the American Dental Association **124**: 27
- Inoue, S., van Meerbeek, B., Abe, Y., Yoshida, Y., Lamprechts, P., Vanherle, G., Sano, H. (2001) Micro-tensile bond strength of eleven modern adhesive systems to enamel. Journal of Dental Research **80**: 543, Abstract 132
- International Organization for Standardization (2001) ISO/DTS 11405. Iso copyright office, Geneva
- Ivoclar Vivadent (1999) Excite wissenschaftliche Dokumentation. Ivoclar Vivadent, Schaan
- Jacobson, T., Söderholm, K.J. (1995) Some effects of water on dentin bonding. Dental Materials **11**: 132-136
- Jain, P., Stewart, G.P. (2000) Effect of dentin primer on shear bond strength of composite resin to moist and dry enamel. Operative Dentistry **25**: 51-8
- Jang, K.T., Mejia, F., Garcia-Godoy, F. (2000) Dentin bond strength of packable composites using one-bottle adhesives. American Journal of Dentistry **13**: 308-310

Kanca J. III. (1992 a) Improving bond strength through acid etching of dentin and bonding to wet dentin surfaces. *Journal of the American Dental Association* **123**: 35-43

Kanca, J. III. (1992 b) Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength on dentin. *American Journal of Dentistry* **5**: 213-215

Kanca, J. III. (1996) Wet bonding: effect of drying time and distance. *American Journal of Dentistry* **9**: 273-276

Kanca, J. III. (2001) Laboratory evaluation of self-etching systems. IADR, Abstract 2432, www.iadr.com

Koibuchi, H., Yasuda, N., Nakabayashi, N. (2001) Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect of smear layers. *Dental Materials* **17**: 122-6.

Krejci, I., Kuster, M., Lutz, F. (1993) Influence of dentinal fluid and stress on marginal adaptation of resin composites. *Journal of Dental Research* **72**: 490-494

Kugel, G., Ferrari, M. (2000) The science of bonding: from first to sixth generation. *Journal of the American Dental Association* **131** Supplement: 20-25

Lamprechts, P., van Meerbeek, B., Perdigao, J., van Herle, G. (2000) Adhesives: dos and don'ts. In: Roulet, J.F. (Edt.) *Adhesion: The silent revolution in dentistry*. Quintessence Publishing

Lexikonredaktion des bibliographischen Instituts (Hrsg.), Digel W, Kwiatkowski G (Chefredaktion) (1985) *Meyers Taschenlexikon*. Meyers Lexikonverlag, Mannheim, Wien, Zürich

Lilley, H., Kerby, R.E., Knobloch, L.A. (2001) Relative bond strengths of one-step and conventional bonding agents. IADR, Abstract 2433, www.iadr.com

Luchterhandt, T., Frey, O., Hansen, M., Richter, R. (2001) Comparison of micro- and macro tensile bond strength. *Journal of Dental Research* **80**: 528, Abstract 12

Lyra, A.M.V.C., Dantas, D.C.R.E., Loretto, S.C., Correr Sobrinho, L., Correia, M.N., Braz, R. (2002) Shear bond strength of adhesives systems with and without previous etching. IADR, Abstract 1865, www.iadr.com

Manhart, J. (2002) Selbstkonditionierende Adhäsivsysteme. *Bayerisches Zahnärzteblatt* **7/8**: 22-24

Marshall, G.W. Jr. (1993) Dentin: Microstructure and characterization. *Quintessence International* **24**: 606-617

Matsushige, K., Kimura, M., Kazama, H. (2002) Development of a new polymerization initiator system containing a borate derivative. The first international congress on adhesive dentistry, Tokyo, Japan

-
- May, K.N. Jr., Swift, E.J. Jr., Bayne, S.C. (1997) Bond strengths of a new dentin adhesive system. *American Journal of Dentistry* **10**: 195-8
- Milia, E., Lallai, M.R., Garcia-Godoy, F. (1999) *In vivo* effect of a self-etching primer on dentin. *American Journal of Dentistry* **12**: 167-71
- Miller, R.A. (2001) Laboratory and clinical evaluation of a self-etching primer. *Journal of Clinical Orthodontics* **35**: 42-5
- Mitchem, J.C., Gronas, D.G. (1986) Effects of time after extraction and depth of dentin on resin dentin adhesives. *Journal of the American Dental Association* **113**: 285-287
- Miyazaki, M., Mikitake, S., Onose, H., Moore, K. (1998) Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two step bonding systems. *American Journal of Dentistry* **11**: 118-122
- Miyazaki, M., Onose, H., Moore, B.K. (2000 a) Effect of operator variability on dentin bond strength of two-step bonding systems. *American Journal of Dentistry* **13**: 101-4
- Miyazaki, M., Sato, M., Onose, H. (2000 b) Durability of enamel bond strength of simplified bonding systems. *Operative Dentistry* **25**: 75-80
- Nakabayashi, N. (1996) Function of hybridised dentin created in subsurface of dentin. S. 202-208 In: Shimono, M., Maeda, T., Suda, H., Takahashi, K. (Eds.) *Dentin/pulp complex*. Quintessence, Tokyo
- Nakabayashi, N., Takarada, K. (1992) Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dental Materials* **8**: 125-130
- Nakabayashi, N., Watanabe, A., Gendusa, N.J. (1992 b) Dentin adhesion of modified 4-META/MMA-TBB resin: Function of HEMA. *Dental Materials* **8**: 259-264
- Nicholson, J.W. (2001) Biological considerations. pp. 1-25. In: Summit, J.B., Robins, J.W., Schwartz, R.S., dos Santo, J. (Eds) *Fundamentals of operative dentistry. A contemporary approach*. Quintessence Publishing Co. Chicago
- Ogata, M., Harada, N., Yamaguchi, S., Nakajima, M., Pereira, P.N., Tagami, J. (2001) Effects of different burs on dentin bond strength of self-etching primer bonding systems. *Operative Dentistry* **26**: 375-32
- Pashley, D., Ciucchi, B., Sano, H., Horner, J. (1993) Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence International* **24**: 618-631
- Pashley, D.H. (1991) The clinical correlations of dentin structure and function. *Journal of Prosthetic Dentistry* **6**: 777-781
- Pashley, D.H. (1992) The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Operative Dentistry* **17**: 224-242

-
- Pashley, D.H., Ciucchi, B. Sano, H. (1994) Dentin as a bonding substrate. *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift* **49**: 760
- Pashley, D.H., Carvalho, R.M., Sano, H., Nakajima, M., Yoshiyama, M., Shono, Y., Fernandes, C.A., Tay, F. (1999) the microtensile bond test: a review. *Journal of Adhesive Dentistry* **1**: 299-309
- Pashley, D.H., Tay, F.R. (2001 a) Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dental Materials* **17**: 296-308
- Pashley, D.H., Tay, F.R. (2001 b) Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dental Materials* **17**: 430-44
- Pashley, E.L., Agee, K.A., Pashley, D.H., Tay, F.R. (2001) Effect of one- or two layer application of an all-in-one adhesive on bond strength and ultrastructure. *Journal of Dental Research* **80**: 103, Abstract 540
- Pecora, N.G., Yaman, P., Dennison, J.B., Herrero, A. (2001) Bond strength and SEM evaluation of three self-etching-primers. IADR, Abstract 2435, www.iadr.com
- Perdigao, J., Frankenberger, R. (2001) Effect of solvent and rewetting time on dentin adhesion. *Quintessence International* **32**: 385-90
- Perdigao, J., Lopes, L., Lambrechts, P., Leitao, J., van Meerbeek, B. (1997 a) Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths SEM morphology. *American Journal of Dentistry* **10**: 141-146
- Perdigao, J., Lopez, M. (1999) Dentin bonding – questions for the new millennium. *Journal of Adhesive Dentistry* **1**: 1991-209
- Perdigao, J., Ramos, J.C., Lambrechts, P. (1997 b) *In vitro* interfacial relationship between human dentin and one-bottle dentin adhesives. *Dental Materials* **13**:218-27
- Perdigao, J., van Meerbeek, B., Lopes, M.M., Ambrose, W.W. (1999 b) The effect of a rewetting agent on dentin bonding. *Dental Materials* **15**: 282-295
- Perdigao, J., Swift, E.J., Denehy, G.E., Wefel, J.S., Donly, K.J. (1994) *In vitro* bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. *Journal of Dental Research* **73**: 44-45
- Peutzfeldt, A., Asmussen, E. (2001) Bonding of composites with 1-, 2-, and 3-bottle adhesives. The 84th Annual Meeting of NOF 2001, Book of abstracts, Abstract **030**: 50
- Reinhardt, K.J.(1998) Einsatz von Phosphorsäureestern als Dentinhaftvermittler. *Phillip Journal* **15**: 335-342
- Ritter, A.V., Bertoli, C., Swift, E.J. (2001) Dentin bond strength as a function of solvent and glutaraldehyde content. *American Journal of Dentistry* **14**: 221-6

-
- Rosa, B.T., Perdigao, J. (2000) Bond Strengths of nonrinsing adhesives. *Quintessence International* **31**: 353-358
- Sano, H., Shono, T., Sonoda, H., Takatsu, T., Ciucchi, B., Carvalho, R., Pashley, D.H. (1994) Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a microtensile bond test. *Dental Materials* **10**: 236-240
- Schäfer, E. (1999 a) Geschichtliche Entwicklung, Klassifizierung und Haftmechanismen der Dentinadhäsive; Teil 1: Grundlagen der Dentinadhäsion und Adhäsive der 1. bis 3. Generation. *Zahnärztliche Welt. Zahnärztliche Rundschau. Zahnärztliche Reform. Das Deutsche Zahnärzteblatt* **108**: 218-225
- Schäfer, E. (1999 b) Geschichtliche Entwicklung, Klassifizierung und Haftmechanismen der Dentinadhäsive; Teil 2: Von der Einführung der 4. Generation bis zu den sogenannten Ein-Schicht-Adhäsiven. *Zahnärztliche Welt. Zahnärztliche Rundschau. Zahnärztliche Reform. Das Deutsche Zahnärzteblatt* **108**: 306-311
- Schäfer, E. (1999 c) Geschichtliche Entwicklung, Klassifizierung und Haftmechanismen der Dentinadhäsive; Teil 3: Aktuelle Konzepte der Dentinadhäsion. *Zahnärztliche Welt. Zahnärztliche Rundschau. Zahnärztliche Reform. Das Deutsche Zahnärzteblatt* **108**: 390-396
- Schneider, H. (1995) *Konservierende Zahnheilkunde*. 6. Auflage. Apollonia Verlag, Linnich
- Schroeder, H.E. (2000) *Orale Strukturbiologie*. 5. Auflage. Georg Thieme Verlag, Stuttgart, New York
- Strukowska, A., Wang, Y., Sharp, L. (2002) Shear bond strength (SBS) of five self-etching adhesive systems on dentin and enamel. IADR, Abstract 0391, www.iadr.com
- Suh, B.I., Schiltz, M.Y. (2001) Effects of pH of single-bottle adhesive on shear bond strength. IADR, www.iadr.com
- Swift, E.J., Perdigao, J., Heymann, H.O. (1995) Bonding to enamel and dentin: A brief history and state of the art 1995. *Quintessence International* **26**: 95
- Swift, E.J. (1998) Bonding systems for restorative materials – a comprehensive review. *Pediatric Dentistry* **20**: 2
- Tay, F.R., Carvalho, R., Sano, H., Pashley, D.H. (2000 a) Effect of smear layers on the bonding of a self-etching primer to dentin. *Journal of Adhesive Dentistry* **2**: 99-116
- Tay, F.R., Gwinnett, J.A., Wei, S. (1998) Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. *Journal of Dentistry* **26**: 147-156

Tay, F.R., King, N.M., Suh, B.I., Pashley, D.H. (2001) Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. *Journal of Adhesive Dentistry* **3**: 207-225

Tay, F.R., Sano, H., Carvalho, R., Pashley, E.L., Pashley, D.H. (2000 c) An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *Journal of Adhesive Dentistry* **2**: 83-98

Toledano, M., Osorio, R., de Leonardi, G., Rosales-Leal, J.I., Ceballos, L., Cabrerizo-Vilchez, M.A. (2001) Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *American Journal of Dentistry* **14**: 205-10

Uno, S., Finger, W.J. (1996) Effect of mode of conditioning treatment on efficacy of dentin bonding. *Operative Dentistry* 1996 **21**: 31-5

van Meerbeek, B., Inoue, S., Perdigao, J., Lambrechts, P., Vanherle, G. (2001) Enamel and dentin adhesion. pp. 178-235. In: Summit, J.B., Robins, J.W., Schwartz, R.S., dos Santo, J. (Eds) *Fundamentals of operative dentistry. A contemporary approach*. Quintessence Publishing Co. Chicago

Vargas, M.A. (1999) Interfacial ultrastructure of a self-etching primer/adhesive. *Journal of Dental Research* **78**: Abstract 950

Versluis, A., Tantbirojn, D., Douglas, W.H. (1997) Why do shear bond tests pull out dentin? *Journal of Dental Research* **76**: 1298-307

Wakefield, C.W., Sneed, W.D., Draughn, R.A., Davis, T.N (1996) Composite bonding to dentin and enamel: effect of humidity. *Gen Dent* **44**: 508-12

Watanabe, I., Nakabayashi, N., Pashley, D.H. (1994) Bonding to ground dentin by a phenyl-p self-etching primer. *Journal of Dental Research* **73**: 1212-20

Wilder, A.D. Jr., Swift, E.J. Jr., May, K.N. Jr., Waddell, S.L. (1998) Bond strengths of conventional and simplified bonding systems. *American Journal of Dentistry* **11**: 114-7

DANKSAGUNG

DANKSAGUNG

Abschließend möchte ich all denjenigen danken, die zu der Durchführung und zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Allen voran danke ich meinem Doktorvater für die Überlassung des Themas und die freundliche Betreuung während der Entstehung dieser Studie.

Der Firma Heraeus Kulzer möchte ich für die Möglichkeit der praktischen Durchführung in den Laboratorien, für die Ermöglichung dieser Arbeit, Bereitstellung der Materialien und Fotografien und insbesondere den Mitarbeitern des Labors für die Hilfestellung danken.

Meiner Familie danke ich für die Korrekturlesung des Manuskripts und die statistische Beratung.

Mein ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern, die mir das Studium der Zahnmedizin ermöglicht haben.