

Aus der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie  
der Ludwig-Maximilian-Universität München  
Direktor: Prof. Dr. Reinhard Hickel

# **Untersuchung des Dentininfiltrationsverhaltens unter- schiedlicher dentaler Adhäsivsysteme**

Dissertation  
zum Erwerb des Doktorgrades der Zahnheilkunde  
an der Medizinischen Fakultät der  
Ludwig-Maximilians-Universität zu München

Vorgelegt von Alina Langer  
aus Târgu Ocna

2013

---

Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät  
der Universität München

Berichterstatter: PD Dr. Dipl.-Ing. Nicoleta Ilie

Mitberichterstatter: Prof. Dr. Daniel Edelhoff

Priv. Doz. Dr. Christof Holberg

Dekan: Prof. Dr. med. Dr. h.c. M. Reiser, FACR, FRCR

Tag der mündliche Prüfung: 10. 04. 2013

# Inhaltsverzeichnis

<b>Inhaltsverzeichnis.....</b>	<b>3</b>
<b>1. Einleitung.....</b>	<b>4</b>
<b>2. Literaturübersicht.....</b>	<b>5</b>
2.1 Einführung in die historische Entwicklung der Adhäsive .....	5
2.2 Dentinstruktur .....	7
2.3 Adhäsive (Dentinhaftvermittler) .....	8
2.4 Total-Ätz-Adhäsive (TÄ) .....	9
2.4.a Drei-Schritt-Adhäsive (TÄ-3) .....	9
2.4.b Zwei-Schritt-Adhäsive (SÄ-2).....	12
2.5 Selbstätzende Adhäsive (SÄ) .....	12
2.5.a Zwei-Schritt-Adhäsive (SÄ-2).....	12
2.5.b Ein-Schritt-Adhäsive (SÄ-1) .....	13
2.6 Klinische Kriterien für die Untersuchung von Adhäsiven .....	13
2.7 In vitro Kriterien für die Untersuchung von Adhäsiven.....	14
2.8 Bedeutung des Verbundmechanismus am Zahnsubstrat .....	15
2.9 Methoden für die Visualisierung der Penetration von Adhäsiven .....	17
<b>3. Ziel der Dissertation .....</b>	<b>18</b>
<b>4. Material und Methode.....</b>	<b>19</b>
4.1 Charakterisierung der Materialien .....	19
4.2 Präparation der Proben .....	28
4.3 Messungen mit CLSM.....	30
4.3.1 Grundlagen der konfokalen Laser-Scanning-Mikroskopie .....	30
4.3.2 Auflösungsgrenzen und Fehlerquellen des CLSM .....	32
4.3.3 Ausstattung und Einstellungen des CLSM.....	34
<b>5. Ergebnisse .....</b>	<b>37</b>
5.1 Die CLSM-Bilder und die qualitative Auswertung .....	37
5.2 Statistische Auswertung .....	46
5.2.a Statistische Auswertung der quantitativen Analyse .....	46
5.2.b Statistische Auswertung der qualitativen Analyse.....	53
<b>6. Diskussion .....</b>	<b>58</b>
<b>7. Zusammenfassung.....</b>	<b>64</b>
<b>Abkürzungsverzeichnis.....</b>	<b>66</b>
<b>Danksagung .....</b>	<b>67</b>
<b>Literaturverzeichnis.....</b>	<b>68</b>

# 1. Einleitung

Dentaladhäsive werden als Dentin- und Schmelzhaftvermittler verwendet, um einen chemischen Verbund zwischen dem Zahnsubstrat und dem Restaurationsmaterial (Kompositmaterialien) herzustellen. Durch die Einführung der Säure-Ätz-Technik von Buonocore (1955) konnten erstmals ästhetisch akzeptable und dauerhaft haltbare Kompositfüllungen angeboten werden.

Zur Verbesserung der Haftung zwischen Komposit und Dentin wurden auf dem Markt komplexe Dentinadhäsivsysteme eingeführt. Eine Weiterentwicklung hat bis heute zu einer großen und konstanten Verbesserung der Dentinhaftung geführt. Angesichts der guten klinischen Resultate ist heute eine Adhäsiv-Zahnheilkunde ohne den Einsatz von Dentinhaftvermittlern kaum noch denkbar.

Eine dauerhafte und dichte Verbindung zwischen Restaurationsmaterialien und Zahnhartsubstanzen ist aus mechanischen, biologischen und ästhetischen Gründen wünschenswert (Perdigão 1994).

Die Haftung an Dentin wird hauptsächlich durch mechanische Retention an Mikroporositäten und an rauen Oberflächen erreicht (Van Meerbeek 2003).

Die grundlegenden Mechanismen der Dentinhaftung können dabei wie folgt zusammen gefasst werden:

- a) durch die in die Dentintubuli eingedrungenen Monomergemische bilden sich nach der Aushärtung Kunststoffzapfen (Lutz 1993; Eick 1997), die auch als „Tags“ bezeichnet werden, und
- b) aus der Durchdringung der konditionierten Dentinoberfläche mit einem Adhäsiv resultiert nach Lichthärtung eine so genannte „Hybridschicht“ (Nakabayashi 1992).

Die Problematik bei der Erzeugung von Haftung an Zahnhartsubstanz wird durch den unterschiedlichen Aufbau von Schmelz und Dentin begründet (Gwinnett 1992).

In der vorliegenden Arbeit werden die Grundursachen der Dentinadhäsion genauer untersucht.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist, mit Hilfe der konfokalen Laser-Scanning-Mikroskopie (CLSM) eine Analyse des Infiltrationsverhaltens verschiedener Adhäsivsysteme durchzuführen. Das Infiltrationsverhalten wurde quantitativ analysiert und qualitativ charakterisiert. In der vorliegenden Arbeit wurde außerdem im Rahmen der quantitativen und der qualitativen Analyse untersucht, ob die Parameter (das Infiltrationsverhältnis und die Länge der Tags) und die Kriterien (Homogenität, Regularität und Kontinuität) sowie deren Kombinationen von der Anzahl der Arbeitsschritte der Adhäsive (3-Arbeitsschritte-Adhäsive oder 2-Arbeitsschritte-Adhäsive), von der Dentinposition (d.h. 0,5, 1,5 und 2,5 von der Schmelz-Dentin-Grenze - SDG), oder vom Adhäsivtyp (Total-Ätz-Adhäsive und Selbst-Ätz-Adhäsive) beeinflusst sind.

## 2. Literaturübersicht

### 2.1 Einführung in die historische Entwicklung der Adhäsive

Die Entwicklung der Dentinadhäsive begann in den `50 er Jahren.

Bereits 1955 stellte Buonocore (Buonocore 1955; Kugel 2000; Söderholm 2007) die Annahme auf, dass die Ausbildung von Tags als der wesentliche Grund für die Adhäsion von Adhäsiv am ätzenden Zahnsubstrat anzusehen ist. Diese Adhäsion von Adhäsiven der *ersten Generation* war eine mikromechanische Bindung. Weil das Kollagen unfähig ist, Hydroxylapatit zu bilden, können lediglich die Dentinkanälchen mikromechanische Retention bieten. Somit ist die Anzahl der Kanälchen sehr wichtig für die Adhäsionsqualität. Seinerzeit war die Adhäsion sehr kompliziert zu erreichen wegen der Schmierschicht. Man glaubte, dass diese Schicht grundsätzlich immer die Penetration in die Kanälchen blockiert (Buonocore 1955; Kugel 2000; Hellwig 2007; Söderholm 2007).

Daher wurden Dentinehaftvermittler entwickelt, die eine chemische Bindung mit dem organischen und anorganischen Anteil des Dentins eingehen sollten und aus diesem Grund eine funktionelle Gruppe zur Reaktion mit dem Dentin hatten. Die chemische Haftung am Dentin erwies sich jedoch als zu gering, so dass die Adhäsive der ersten Generation heute keine Bedeutung mehr haben (Kugel 2000; Hellwig 2007; Söderholm 2007).

Bei der *zweiten Generation* in den `60er und `70er Jahren wurde die Schmierschicht modifiziert, jedoch war die Haftung ebenfalls noch nicht ausreichend (Buonocore 1975; Buonocore 1981; Crim 1984). Als Neuheit enthielten diese Adhäsive Bisphenolglycidylmethacrylat (bis-GMA) und Hydroxyethylmethacrylat (HEMA) mit Halo-Phosphorester (Kugel 2000; Hellwig 2007).

In der *dritten Generation* von Adhäsiven (Mitte und Ende der `80er Jahre) wurde die Schmierschicht modifiziert oder partiell entfernt. Die Haftvermittler der dritten Generation bestanden aus einem Konditionierer, einem Primer und einem Dentineadhäsiv. Zusätzlich wurde anschließend bei jedem Adhäsivsystem ein Schmelzadhäsiv aufgetragen. Als Konditionierer verwendete man eine Säure (sehr oft Phosphorsäure) oder einen Komplexbildner, Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA). Der Primer enthielt immer ein hydrophiles Monomer, z.B. Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Hydroxypropylmethacrylat (HPMA), Biphenyldimethacrylat

## 2. Literaturübersicht

---

(BPDM), Polyethylene glycoldimethacrylat (PEGDMA) in einem Lösungsmittel, z.B. Wasser, Aceton oder Alkohol. Das Dentinadhäsiv bestand aus Mono- und Dimethacrylaten wie 4-Methacryloyloxyethyl-trimellitat-anhydrit (4-META), N-Phenyl-glycin-glycidyl-methacrylat (NPGGMA), usw (Krejci 1994; Kugel 2000; Hellwig 2007).

Nach der Konditionierung sind die Dentinkanälchen geöffnet, das intertubuläre Dentin wird demineralisiert und das Kollagen frei gelegt. Manchmal wird dabei auch das peritubuläre Dentin demineralisiert. Der Primer wird eingetragen und nach der Einwirkzeit abgeblasen, um das Lösungsmittel zu entfernen. Anschließend wird das Dentinadhäsiv und das Schmelzadhäsiv aufgetragen und kurz ausgehärtet, um eine hohe Haftfestigkeit zu erreichen. Der Primer und Teile des Dentinadhäsivs penetrieren in die Dentinkanälchen und bilden hier nach dem Aushärten die Tags (Kugel 2000; Hellwig 2007; Söderholm 2007).

Ein Vertreter der dritten Generation ist Syntac (Ivoclar Vivadent). Es kam 1990 als erstes derartiges System auf den Markt und stellt bis heute den „Goldstandard“ der Adhäsivtechnik dar.

Die Anwendung dieser Adhäsiven war jedoch kompliziert, so dass ein Bedarf bestand, einfachere Verfahrensweisen zu entwickeln.

Für die Adhäsive der *vierten Generation* (ab der ersten Hälfte der 90er Jahre) ist die Total-Ätz-Technik charakteristisch. Das Ätzen erfolgt mit Phosphorsäure (10-37 %) für Schmelz und Dentin und die optimale Ätzzeit am Zahnschmelz beträgt 30 bis 60 s. Anschließend wird das Adhäsiv auf das Dentin aufgetragen. Um eine Überätzung des Dentins zu vermeiden, sollte die Kontaktzeit der Phosphorsäure zum Dentin nicht mehr als 15 s betragen. Es findet also kein gemeinsames Konditionieren statt. Die Schmierschicht wird bei diesem Systems total entfernt, der Wirkungsprozess ist wie bei der dritten Generation, wo der selbstätzende Primer Dentin demineralisiert und das Kollagen frei gelegt wird. Damit dieses Kollagen nicht kollabiert, sollte das Dentin nicht übertrocknet werden. Wie nass oder trocken das Dentin allerdings tatsächlich sein sollte, konnte klinisch nicht befriedigend ermittelt werden (Kugel 2000; Hellwig 2007; Söderholm 2007).

Die Adhäsive der *fünften Generation* arbeiten wie die der vierten Generation mit der Total-Ätz-Technik, nur dass der Primer und das Adhäsiv (getrennte Flaschen bei der vierten Generation) sich in der gleichen Flasche befinden (die Schmierschicht wird auch hier entfernt) (Kugel 2000; Hellwig 2007; Söderholm 2007). Ein Beispiel aus dieser Klasse, welches auch in der vorliegenden Studie benutzt wurde, ist Prime Bond NT (Dentsply DeTrey).

Zu der *sechsten Generation* von Adhäsiven zählen die sogenannten selbstkonditionierenden Materialien, die in zwei Arbeitsschritten - Primer und Adhäsiv - aufgetragen werden (die Schmierschicht wird modifiziert). Die meisten dieser Adhäsivsysteme enthalten Phosphorsäureester.

## 2. Literaturübersicht

---

Die einzelnen Komponenten dieser Adhäsive können aufgrund der Instabilität der aktivierten sauren Phosphorsäureester jedoch nicht in einer Flasche aufbewahrt, sondern müssen vor der Verwendung angemischt werden (Kugel 2000; Hellwig 2007; Söderholm 2007). Zu dieser Kategorie zählen Adper Scotchbond SE (3M ESPE), Xeno III (Dentsply DeTrey), Adper Prompt L-Pop (3M ESPE), Clearfil SE Bond (Kuraray), usw.

Adhäsive der *siebten Generation* sind alle so genannte „Eine-Flasche-Adhäsive“, die nur einen einzigen Arbeitsschritt für Ätzen, Primen und Bonden verwenden (Söderholm 2007). Beispiele für diese auch in der vorliegenden Arbeit untersuchten Adhäsive sind iBond (Heraeus Kulzer), Adper Easy Bond (3M ESPE), usw.

### **2.2 Dentinstruktur**

Das Dentin umgibt mit seiner Dreischichtung (Manteldentin, zirkumpulpaes Dentin und Prädentin) die Pulpa des Zahnes. Es macht den größten Bestandteil des menschlichen Zahnes aus und ist aus organischen (20 %) und anorganischen (70 %) Anteilen sowie Wasser (10 %) aufgebaut (Schroeder 1982; Hellwig 2007). Der organische Anteil besteht aus 91-92 % Kollagen und 8-9 % kollagenartigen Verbindungen (Smillie 1973; Hellwig 2007). Der anorganische Anteil des Dentins enthält hauptsächlich die Mineralien, Kalzium und Phosphat, welche zusammen das Hydroxylapatit bilden (Hellwig 2007).

Das gesamte Dentin wird von den Dentinkanälchen (Dentintubuli) durchzogen. Die Dentinkanälchen sind mit peritubulärem Dentin ausgekleidet. Dieses ist homogener und bis zu 9 % stärker mineralisiert und weniger säureresistent als die Masse des intertubulären Dentins, welches zwischen den Kanälchen liegt (Hellwig 2007). Zwischen dem peritubulären Dentin und dem Odontoblastenfortsatz (die Dentinkanälchen enthalten die Fortsätze der Odontoblasten und marklose Fasernerven) befindet sich Dentinliquor. Dieser spielt für die Sensibilität des Dentins eine entscheidende Rolle (Coffey 1970).

Der Durchmesser und das Volumen der Dentinkanälchen hängen vom Alter des untersuchten Zahnes ab und von der Dentinschicht (Hellwig 2007). Der Durchmesser der Tubuli variiert zwischen 4-5 µm vor dem Eintritt ins Prädentin über 1-3 µm im Prädentin und 1-2 µm im pulpennahen Bereich bis hin zu 0,5-1 µm im pulpenfernen Bereich (Garberoglio 1976).

Der Verbund zum Dentin ist anders als der Verbund zum Schmelz, weil Dentin feuchter ist (Perdigão 2010). Die morphologischen und physikalischen Variationen des Dentins erschweren die Ausbildung von haltbaren Bindungen zwischen Adhäsiv und Dentin (Perdigão 2010).

### 2.3 Adhäsive (Dentinhaftvermittler)

Ein modernes Adhäsivsystem besteht aus einem Konditionierer (Säuren, Komplexbildner), einem Primer (hydrophiles Monomer in einem Lösungsmittel) und einem Adhäsiv (verschiedene Monomere) (Hellwig 2007).

Für eine bessere AbbindeWirksamkeit enthalten moderne Adhäsive außerdem Füllstoffe, um eine gewisse Schichtdicke nach dem Aushärten zu erreichen oder um das Material bei Röntgenaufnahmen besser sichtbar zu machen (Hellwig 2007).

Der Hauptschwachpunkt von modernen Adhäsiven ist ihre begrenzte Haltbarkeit *in vivo*. Die häufigsten Gründe für den Ausfall der Restauration bei der Verwendung von Adhäsiven sind Verlust der Retention und Randanpassung (De Munck 2005; Peumans 2005).

Die Restaurationen bei der Verwendung von Adhäsiven bleiben nur unter optimalen Bedingungen für 3 bis 5 Jahre bestehen (Hickel 2001; Peumans 2005).

Die Adhäsive werden nach chronologischen Generationen (siehe Seiten 5 bis 7), nach Adhäsionsmechanismen und Arbeitsschritten (zu unterscheiden sind Total Ätz-Systeme mit Drei- und Zwei-Schritt -Applikation, sowie selbstkonditionierende Systeme mit Zwei- und Ein-Schritt-Applikation, siehe Tabellen 1, 2 und 3), nach klinischen Kriterien (siehe Seiten 13 und 14) oder nach *in vitro* Kriterien (nach Laborstudien, siehe Seiten 14 und 15) klassifiziert (De Munck 2005). Auf dem Dentalmarkt findet sich mittlerweile eine Vielzahl verschiedenartiger Adhäsivsysteme. Diese Systeme sind in Tabelle 1 aufgelistet und werden nachfolgend beschrieben.

**Tabelle 1: Einteilung der Dentinhaftvermittler**

Total Ätz-Adhäsive		Selbstkonditionierende Adhäsive	
3 Schritte	2 Schritte	2 Schritte	1 Schritt
Konditionierer	Konditionierer	Selbstkonditionierender	Selbstkonditionierendes Primer-Adhäsiv
Primer	Primer + Adhäsiv	Primer	
Adhäsiv		Adhäsiv	



### 2.4 Total-Ätz-Adhäsive (TÄ)

#### 2.4.a Drei-Schritt-Adhäsive (TÄ-3)

Bei den TÄ werden Schmelz und Dentin mit einer Säure geätzt, wobei meistens 30-37 %ige Phosphorsäure verwendet wird. Da die Phosphorsäure nicht gleichzeitig auf Zahnschmelz und Dentin aufgebracht wird, findet keine Überätzung statt. Zunächst wird der Schmelz geätzt (Einwirkzeit 30 s) und dann das Dentin (Einwirkzeit 15 s), anschließend werden beide simultan abgesprüht (Hellwig 2007).

Die ideale Ätzeinwirkzeit im Dentin bei bleibenden Zähnen beträgt 15 s; längere Einwirkzeiten produzieren unnötig tiefe Entmineralisierungen und erfordern eine tiefere Harzimprägnierung und eine dickere Hybridschicht, die keine höhere Verbundfestigkeit ( $\mu$ TBS, micro tensile bond strength = Mikro-Zugfestigkeit) produzieren kann (Pioch 1998; Perdigão 2001).

Bei den TÄ wird die Schmierschicht ("smear layer") - eine mikroskopisch dünne und organische Schicht, die das Dentin nach der Zahnpräparation bedeckt - partiell oder total entfernt. Je nach Konzentration der Säure kommt es dabei zu einer partiellen oder totalen Auflösung der Schmierschicht (Van Meerbeek 1994).

Dieser Film hat eine Dicke von ca. 0,5 bis 15  $\mu$ m und enthält zertrümmerte, zusammengepresste Dentinteilchen (Eick 1970; Pashley 1988), Speichel sowie gegebenenfalls Blutreste und Bakterien. Die Zusammensetzung der Schmierschicht ist abhängig von der Umdrehungszahl, der Diamantkörnung, der Wasserkühlung und dem Anpressdruck des verwendeten rotierenden Instrumentes (Brännström 1979; Gilboe 1980). Die Schmierschicht hat eine schützende Wirkung für die Pulpa, da sie zusammen mit dem intratubulären Pfropfen ("smear plug") als Barriere dem Austritt von Flüssigkeit aus den Kanälchen (Tubuli) an die Oberfläche entgegenwirkt (Pashley 1981); dieses führt zu einer Verminderung der Dentinpermeabilität (Dippel 1984).

Bei den ersten Dentinhaftvermittlern wurde versucht, den Kunststoff auf dieser vorhandenen Schmierschicht zu befestigen. Die Haftung an der Dentinoberfläche ist aber nicht ausreichend. Aufgrund von Schrumpfkraften bei der Polymerisation kommt es zu einem Abreißen der Füllung vom Zahn. Es entsteht ein mikroskopisch kleiner Spalt, in den Bakterien eindringen können. Daher hat man das Konzept der Dentinadhäsive geändert (Nakabayashi 1985; Van Meerbeek 1992).

Die Entfernung der Schmierschicht hat den Vorteil, dass die applizierten hydrophilen Monomere nach der Konditionierung in die Dentinkanälchen eindringen und bei der Polymerisation „retentive tags“ bilden, die die oben genannten Kanälchen versiegeln. Somit entsteht eine Verbindung

## 2. Literaturübersicht

---

zwischen freigelegten Kollagennetzwerk und Adhäsiv (Van Meerbeek 1992; Hellwig 2007).

Der Mechanismus eines modernen Adhäsivs basiert zur Zeit mehr auf mikromechanischem Ineinandergreifen („interlocking“) als auf primärer chemischer Adhäsion (Nakabayashi 1982; Van Meerbeek 1992).

Die Entfernung der Schmierschicht hat Nachteile, z.B. eine höhere Dentinpermeabilität, denaturierte Kollagenfasern durch die Entmineralisierung sowie eine tiefere Dekalzifizierung als die Penetration des Adhäsivs.

Moderne Adhäsive verfügen über zwei Möglichkeiten für eine gute Bindung mit unterschiedlicher Behandlung der Schmierschicht (Pashley 1991; Van Meerbeek 1992):

- partielle Entfernung der Schmierschicht und ihre Infiltration (Eindringen) mit Adhäsiv
- totale Entfernung der Schmierschicht

Nach Auftragen einer Säure ist das oberflächliche Dentin entmineralisiert und das Kollagen freigelegt. Dieses Kollagen ist aufgerichtet, solange Feuchtigkeit vorhanden ist. Damit das frei gelegte Kollagen nicht kollabiert, sollte das Dentin nicht übertrocknet werden (Hellwig 2007).

Nach der Säurekonditionierung wird ein Primer appliziert und nach der vorgegebenen Einwirkzeit getrocknet. Der Primer enthält Wasser, Ethanol oder Aceton in gelösten Monomeren oder Monomergemischen. Das Lösungsmittel (Wasser, Ethanol, Aceton oder Gemische) begünstigt aufgrund seiner wasserabstoßenden Eigenschaften und seiner Flüchtigkeit eine gute Ausbreitung der Monomere auf der feuchten Dentinoberfläche (Van Meerbeek 1994).

Aceton ist als Lösungsmittel für Adhäsive sehr gut geeignet. Es verdunstet rasch auf der Dentinoberfläche. Dentinadhäsive mit Aceton erfordern ein feuchtes Dentin, um ein Übertrocknen zu vermeiden („wet-bonding“) (Haller 1999; Van Meerbeek 2003; Hellwig 2007).

Der Nachteil acetonhaltiger Lösungsmittel ist die Flüchtigkeit des Lösungsmittels, weil es aus der geöffneten Flasche sehr schnell verdunstet und mit der Zeit die Wirksamkeit des Adhäsivs verringern kann. Wasser als Lösungsmittel für Adhäsive hat den Vorteil, dass es die kollabierten Netzwerke von Kollagen wieder erweichen und aufrichten werden kann (Hellwig 2007). Der Nachteil der wasserhaltigen Lösungsmittel ist ihre schlechte Verdunstungseigenschaft, aufgrund derer Lösungsmittel zurückbleiben und die Polymerisation negativ beeinflussen kann (Haller 1999). Ethanol als Lösungsmittel erfordert ebenfalls feuchtes Dentin, da Alkohol die Eigenschaft besitzt, Wasser zu entziehen (Van Meerbeek 1994).

Im Anschluss an die Primer-Behandlung wird ein niedrigviskoses hydrophobes Adhäsiv aufgetragen. Durch Penetration in das vorbehandelte Dentin und anschließende Polymerisation verbindet sich das Adhäsiv über intratubuläre Zapfenbildung („tags“) und die Bildung einer Hybridschicht („hybrid layer“) fest mit dem Dentin (Lutz 1993; Eick 1997).

## 2. Literaturübersicht

---

Die Eigenschaften der Hybridschicht (die Dicke, die Form und die Zusammensetzung) sind abhängig von der Adhäsivtechnik. Bei TÄ beträgt die Dicke der Hybridschicht ca. 3 µm ohne Hydroxyapatit-Kristalle (Nakabayashi 1985; Ding 2009; Albaladejo 2010; Ding 2010; Van Dijken 2010); bei SÄ-Adhäsiven ist sie deutlich dünner (0,5 bis 1 µm) und enthält noch Hydroxyapatit-Kristalle (Nakabayashi 1985; Van Landuyt 2006; Ding 2009; Albaladejo 2010; Ding 2010; Van Dijken 2010).

Die beiden Strukturen - Hybridschicht und Zapfenbildung - sorgen vermutlich für den Verbund von Kunststoff und Dentin. Bei der Anwendung von adhäsiven Techniken ist ein dichter Verschluss der Dentinoberfläche wichtig, um Spaltbildungen und daraus Pulpenirritationen zu verhindern (Pashley 1991; Pashley 1991).

Die Applikation des Adhäsives induziert eine strukturelle Veränderung in Dentin, wobei ein Austauschbereich („interdiffusion zone“) zwischen tiefem und nicht befallenen Dentin und dem Komposit entsteht. Dieser Bereich weist Bindestellen („bonding sites“) für Kopolymerisation mit dem Komposit auf und wirkt als Schutz für die Pulpa (Van Meerbeek 1992).

Bei nicht ausreichender Penetration des Adhäsivsystems kommt es zur Ausbildung nicht-infiltrierter Bereiche des Kollagengeflechts, so genannter „Nanoleakages“, die seit 1995 bekannt sind (Sano 1995). Der Begriff der "Nanoleakages" wurde eingeführt, um eine bestimmte Form von "Undichtigkeiten" am dentinbegrenzten Restaurationsrand zu kennzeichnen.

Nanoleakage ist abhängig vom Lösungsmittel (Reinhardt 1997; Dörfer 2000) - so könnte ein Lösungsmittel mit guten Benetzungseigenschaften hier tatsächlich Vorteile in der Vermeidung der beschriebenen Porositäten haben; vorteilhaft könnte hier wiederum Aceton sein (Ding 2009) - und entscheidend für die Qualität der Dentinhaftung.

Die Größe dieser ungefüllten Porosität ist ungefähr 10 bis 20 nm, mit einem Maximum von 50 nm. „Nanoleakages“ kontrastieren mit „Microleakages“ (Mikrospalten); die wegen zu großer Abstände zwischen Zahnstruktur und Restaurierungs-Material (20 bis 40 µm) entstehen (Ding 2009).

"Microleakages" sind feine Undichtigkeiten (Mikrospalten), zwischen Füllungsmaterial und natürlichem Zahn, durch die Bakterien unter die Füllung bzw. in den Wurzelkanal einwandern können. Dies kann sowohl zu einer Sekundärkariesbildung sowie zu einer bakteriellen Penetration in die Pulpa mit den daraus resultierenden entzündlichen Abwehrprozessen führen, als auch zu hydrodynamischen Phänomenen, deren Ursache in einer Flüssigkeitsbewegung in den Dentintubuli liegt. Bei diesen „Microleakages“ ist der adhäsive Verbund vollständig aufgehoben und keine Haftfestigkeit in diesem Bereich mehr vorhanden (Ding 2009).

### 2.4.b Zwei-Schritt-Adhäsive (TÄ-2)

Bei den Zwei-Schritt-Systemen wird ähnlich wie bei den Drei-Schritt-Systemen zunächst eine Konditionierung von Schmelz und Dentin mit Phosphorsäure durchgeführt. Anschließend wird ein so genanntes Primer-Adhäsiv aufgetragen. Die Funktion von Primer und Adhäsiv ist hier zusammengefasst und wird daher auch als Eine-Flasche („One-bottle“-)Adhäsiv bezeichnet.

Im Allgemeinen sind die Zwei-Schritt-Total-Ätz-Adhäsive in der klinischen Anwendung weniger vorteilhaft als die Drei-Schritt-Total-Ätz-Adhäsive. In-vitro Studien zeigten, dass die Bindung der Zwei-Schritt-Adhäsive weniger effektiv und dauerhaft ist wegen ihres verringerten Infiltrations-Hybridationspotentials (De Munck 2003). Diese Adhäsive haben mehr Schwierigkeiten, in das entmineralisierte Kollagennetzwerk einzusickern und alles Restlösungsmittel zu entfernen (Peumans 2005).

## **2.5 Selbstätzende Adhäsive (SÄ)**

### 2.5.a Zwei-Schritt-Adhäsive (SÄ-2)

Bei diesen Adhäsiven wird zunächst ein selbstkonditionierender Primer (enthaltend organische Säuren oder saure Monomere) aufgetragen, der die Funktion von Säure und Primer übernimmt. Anschließend wird ein Adhäsiv appliziert.

Durch die Applikation des selbstkonditionierenden Primers wird das intertubuläre Dentin ebenfalls entmineralisiert. Dabei kommt es zu einer teilweisen oder totalen Auflösung der Schmierschicht und dadurch zu einer Erhöhung der Permeabilität (Van Meerbeek 1992). Gleichzeitig dringen die Monomere in das Kollagenfasergeflecht ein. Deswegen besteht zu keiner Zeit ein ungeschütztes Kollagenfasergeflecht wie bei den TÄ. Bei Anwendung dieser Adhäsive fällt nicht nur ein Arbeitsschritt weg, sondern es wird auch die Technik vereinfacht. Nach der Vorbehandlung mit dem selbstkonditionierenden Primer wird bei den SÄ-2 ein Adhäsiv aufgetragen und lichtgehärtet. Das Adhäsiv bewirkt den Verbund zwischen dem vorbehandelten Dentin und dem Komposit.

### 2.5.b Ein-Schritt-Adhäsive (SÄ-1)

Die Ein-Schritt-Adhäsiven (SÄ-1) erfordern nur noch einen Verarbeitungsschritt. Die ursprünglich getrennte Anwendung von Ätzmittel, Primer und Adhäsiv wird bei diesen Adhäsiven in einer Flüssigkeit vereint. In dieser Klasse gibt es:

- Adhäsive in zwei Flaschen, die vor der Verwendung gemischt werden müssen, z.B.

Xeno III wird als „Adhäsiv A“ und „Adhäsiv B“ geliefert und erlaubt somit die Aufteilung von Lösungsmitteln (Wasser und Ethanol als Co-Lösungsmittel) und säurehaltigen Monomeren auf verschiedene Flaschen (Faria-e-Silva 2009).

- Adhäsive mit nur einer Flasche, die deswegen auf dem Dentalmarkt „Eine-Flasche-Adhäsive“ genannt werden, z.B. iBond wird in einer Flasche geliefert, in der die Lösungsmittel (Wasser und Aceton als Co-Lösungsmittel) und säurehaltige Monomere bereits vom Hersteller gemischt sind (Faria-e-Silva 2009).

SÄ (SÄ-2 und SÄ-1) unterscheiden sich durch ihre Aggressivität und werden in drei Klassen eingeteilt: mild, mittelmäßig und sehr aggressiv (Van Meerbeek 2003).

Das Ätzpotential von SÄ-Adhäsiven ist abhängig von ihrem pH (Santini 2008).

Adper Prompt L-Pop wird als stark aggressiv (pH = 0,9 - 1,0) angesehen im Vergleich zu anderen Eine-Flasche Adhäsive, z.B. iBond (pH = 1,6) und Clearfil SE Bond (pH = 1,9) (Van Meerbeek 2003). Silorane System (pH = 2,7) (Santini 2008) und Bond Force (pH = 2,3) sind mild (Margvelashvili 2010).

## **2.6 Klinische Kriterien für die Untersuchung von Adhäsiven**

Bei der Untersuchung der klinischen Wirksamkeit von Adhäsiven wird empfohlen, Studien mit nicht-kariösen Klasse-V-Kavitäten zu betrachten, wofür es folgende Gründe gibt (Van Meerbeek 1998; Peumans 2005):

- zervikale Läsionen liefern keine makromechanische Retention,
- sie erfordern mindestens 50 % Bindung ans Dentin,
- wenn sie restauriert werden, ergeben sie sowohl Schmelz als auch Dentinseitenrand,
- sie sind weit verbreitet erhältlich,
- sie werden normalerweise bei Vorderzähnen oder bei Prämolaren mit gutem Zugang gefunden,
- die Vorbereitung und Restauration der Klasse-V-Läsionen ist minimal und verhältnismäßig

einfach, was die Abhängigkeit vom Anwender verringert,

- trotz der unterschiedlichen Kavitätskonfigurationsfaktoren der Klasse-V-Läsionen und der daraus resultierenden Grenzflächenspannung sind die mechanischen Eigenschaften des verwendeten Komposits weniger wichtig, und
- unwirksame Haftung führt in der Regel zu Restaurationsverlust.

### **2.7 In vitro Kriterien für die Untersuchung von Adhäsiven**

Labortests erlauben eine Vorausschätzung der klinischen Leistung der Adhäsive und/oder der Arbeitstechnik (Heinze 2009).

Die Verbundfestigkeitsmessung ( $\mu$ TBS-Methode) ist ein sehr häufig benutzter Test zum Auswählen von Adhäsiven (De Munck 2005). Sie wurde 1994 von Sano et al. entwickelt (Van Meerbeek 2010) und ist heute die mit Abstand am häufigsten verwendete Methode zur Messung der Verbundfestigkeit (Van Meerbeek 2010). Weitere, weniger häufig verwendete Methoden sind Mikro-Scherfestigkeit („micro shear“), Makro-Scherfestigkeit („macro shear“), Makro-Zugfestigkeit („macro tensile“), Mikro-Schubfestigkeit („micro push-out“), Makro-Schubfestigkeit („macro push-out“) (Van Meerbeek 2010). Die Unterscheidung zwischen Mikro- und Makro-Tests ist dabei jeweils durch die Größe der untersuchten Verbundfläche definiert, mit einer maximalen Fläche von 1 mm<sup>2</sup> bei Mikro-Tests und einer Fläche von mindestens 3 mm<sup>2</sup> bei Makro-Tests (De Munck 2005; Van Meerbeek 2010).

Die Verbundfestigkeit ist stark abhängig von der Hybridschicht, von den in den Dentinkanälchen ausgebildeten Tags und von der chemischen Bindung (Nakabayashi 1985; Ding 2009; Ding 2010).

Die Schmierschicht hat keinen Einfluss auf die Verbundfestigkeit (Kenshima 2005).

Während Nanoleakages keinen statistisch bedeutenden Einfluss auf die Verbundfestigkeit aufweisen, zeigen die Hybridschicht und die Tags einen positive Einfluss (Ding 2009).

Die vorherige Studien von Ding (Ding 2009; Ding 2010) zeigen, dass eine Fluoreszenzfärbung mit Rhodamin-B-isothiocyanat, hingegen keinerlei Einfluss auf die Verbundfestigkeit hat.

Für die Schmelzverbindung ergab die Verbundfestigkeitsmethode Werte von 39 MPa für TÄ-3 und 30 MPa für TÄ-2. Im Allgemeinen sind nach der Verbundfestigkeitsmethode also die TÄ-3 etwas besser als die TÄ-2. Der Unterschied ist allerdings nicht besonders groß, so dass der Primer keinen negativen Einfluss auf die Verbindung hat (De Munck 2005).

Bei der Dentinverbindung war der Unterschied zwischen den oben genannten Adhäsiven bei der Verbundfestigkeitsmethode hingegen signifikant größer (De Munck 2005).

## 2. Literaturübersicht

---

Das Lösungsmittel des Adhäsives beeinflusst die Verbundfestigkeit: wenn als Lösungsmittel Wasser mit Alkohol verwendet wird (sehr oft Wasser-Ethanol Gemisch), ist die Verbundfestigkeit höher als bei Adhäsiven mit Aceton als Lösungsmittel, weil Wasser dem kollabierten Netzwerk von Kollagen erlaubt, sich wieder zu erweichen und aufzurichten (Van Meerbeek 1998; Manso 2008).

Weitere die Haltbarkeit von Adhäsiven bestimmende Faktoren sind der künstliche Alterungsprozess, die Risszähigkeit und die Ermüdungsresistenz (De Munck 2005). Der künstliche Alterungsprozess wird durch Thermocycling, durch Wasserlagerung (im Wasser bei 37°C für einige Monate bis 4-5 Jahre) oder durch Okklusalbelastung durchgeführt (De Munck 2005). Die Risszähigkeit (Bruchzähigkeit) kann als Maß für die Resistenz gegen Bruchausbreitung definiert werden und ist eine Materialeigenschaft (De Munck 2005).

Nach Studien *in vitro* sind Nanoleakage und Microleakage (siehe Seite 11) ebenfalls Kriterien zum Auswählen von Adhäsiven (De Munck 2005).

### 2.8 Bedeutung des Verbundmechanismus am Zahnsubstrat

Während die Adhäsion am Schmelz sich als einfach und dauerhaft erwiesen hat (Van Meerbeek 2011), stellt die Adhäsion am Dentin wegen dessen großer morphologischer und physikalischer Variation (variable röhrenförmige Struktur, hoher organischer Anteil, und Flüssigkeitsströme) eine weitaus größere Herausforderung dar (Levinkind 1992; Perdigão 2010).

Die Adhäsion am Zahnsubstrat beinhaltet einen Austausch von anorganischem Zahnsubstrat mit Kunststoffen (Van Meerbeek 2001; Van Meerbeek 2003; Peumans 2005) und besteht aus zwei Phasen:

1. In der ersten Phase werden Kalziumphosphate entfernt, wodurch Mikroporositäten an den Schmelz- und an den Dentinoberflächen freigelegt werden.
2. In der zweiten Phase erfolgt dann die Infiltration und nachfolgend die *In-situ*-Polymerisation des Kunstharzes innerhalb der an den Oberflächen erzeugten Mikroporositäten. Dieses resultiert in einem mechanisches Ineinandergreifen, welches primär auf Diffusionsmechanismen basiert. Das mechanische Ineinandergreifen wird als eine Voraussetzung für eine gute Verbindung unter klinischen Umständen angesehen (Van Meerbeek 2003).

Die Penetration von Adhäsiv in das entmineralisierte Dentin bildet eine Hybridschicht mit intrabulären Zapfen („tags“), wodurch die mikromechanische Retention von Harz an vorbehandeltem Zahnsubstrat unterstützt wird (Van Meerbeek 1992; Albaladejo 2010).

Diese mikromechanische Retention ist wichtig für die Klebefähigkeit am Dentin (Van Meerbeek

## 2. Literaturübersicht

---

1992; Albaladejo 2010).

Der Verbundmechanismus ist abhängig von der Penetration von Primer und Adhäsiv in die vorbehandelte Dentinfläche, um ein mikromechanisches Ineinandergreifen mit den Kollagenfasern zu erzeugen (Perdigão 2010). Dabei spielen sowohl mikromechanische als auch chemische Verbundmechanismen eine wichtige Rolle (Van Meerbeek 2003).

Der Beitrag der Tags zur gesamten Verbundfestigkeit hängt von den getesteten Materialien, von der Orientierung der Dentinkanälchen (parallel oder schräg zur vorbereiteten Dentinfläche) und von der Dentintiefe (wo die Messungen gemacht sind: oberflächlich, mittel oder tief) (Albaladejo 2010).

Während der Beitrag der Penetration von Adhäsiv in die Dentinkanälchen zur gesamten Verbundfestigkeit als gering angesehen wird, spielt die Anpassung der Adhäsivtags an die inneren Dentinkanälchenwände wahrscheinlich eine signifikant größere Rolle (Van Meerbeek 1992; Pashley 1993; Tam 1994; Albaladejo 2010).

Die Rolle der Penetration von Adhäsiven in vorbehandelte Dentinkanälchen ist jedoch noch ungeklärt. Die Bedeutung, die der Infiltration und dem Fluss des Adhäsivs innerhalb der säurebehandelten Dentinkanälchen gegeben wird, wird kontrovers diskutiert (Giachetti 2004).

Die aktuelle Literatur enthält mehrere widersprüchliche Interpretationen bezüglich der Rolle der Tags: während die Tags nach (Gwinnett 1993) ungefähr 30 % zur gesamten Verbundfestigkeit beitragen können, besagen andere Studien, dass keine Wechselwirkung zwischen der Verbundfestigkeit und der Bildung der Tags existiert (Tao 1988) oder dass die Penetration von Adhäsiv ins Dentin der Haupteinflussfaktor für die Verbundfestigkeit ist (Van Meerbeek 1992; Albaladejo 2010).

Aufgrund der Bedeutung der Tags als wichtiger Faktor für die Verbundeffektivität werden die Morphologie, die Länge und die Dichte der Tags in einigen Studien zur qualitativen oder semiquantitativen Untersuchung der Wirksamkeit von Adhäsivsystemen verwendet (Dagostin 2001; Giachetti 2004).

Ein zweifacher Verbundmechanismus (mikromechanische und chemische Verbindung) wird als vorteilhaft im Hinblick auf die Dauerhaftigkeit der Restauration angesehen. Dieser Mechanismus hat eine mikromechanische Komponente, die insbesondere Widerstand gegen plötzlich auftretende Ablösespannungen bieten kann. Die chemische Interaktion hingegen kann zu Bindungen führen, die widerstandsfähiger gegen hydrolytische Zusammenbrüche sind und somit die Restaurationskanten für längere Zeiten versiegeln (De Munck 2005).



### **2.9 Methoden für die Visualisierung der Penetration von Adhäsiven**

Die Visualisierung der Penetration von Adhäsiven in die Dentinkanälchen ist möglich mit mehreren Methoden, z.B. Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), Rasterelektronenmikroskopie (SEM) und konfokaler Laser-Scanning-Mikroskopie (CLSM).

In Vergleich zu anderen Methoden zur Visualisierung von Verbindungsstrukturen wie TEM und SEM bietet CLSM die Möglichkeit, die Komponenten von Adhäsiven zu unterscheiden (Bitter 2009) und stellt eine wertvolle Technik für das Visualisieren der Abbindestrukturen wie Hybridschicht und Dentintags dar. Außerdem hat CLSM die Vorteile einer nichtzerstörenden Methode und kann Schichten bis zu 100 µm unter der Oberfläche sichtbar machen (Pioch 1997).

CLSM-Untersuchungen bieten also die Gelegenheit zur Feststellung, welche von den Bestandteilen des Adhäsivs für die Bildung der hybriden Schicht hauptsächlich verantwortlich sind (Pioch 1997).

Im 1987 wurde das CLSM zum ersten Mal von Watson und Boyde zur Darstellung von Adhäsivstrukturen auf der Dentinoberfläche verwendet (Watson 1987). Das Einfärben von Adhäsivkomponenten mit einem Fluoreszenzfarbstoff wurde bereits 1991 beschrieben (Watson 1989; Watson 1991) und danach von anderen Autoren in Studien benutzt (Watson 1992).

Der Fluoreszenzfarbstoff absorbiert Licht in einem bestimmten Wellenlängenbereich (Erregung) und emittiert es in einem anderen, langwelligeren Wellenlängenbereich mit niedrigerer Energie (Emission) (D'Alpino 2006).

Die am häufigsten verwendeten Fluoreszenzfarbstoffe sind Rhodamin B und Fluorescein sowie Thiocyanate. Die Erregungs- und Emissionwellenlängen für Fluorescein sind kürzer und es gibt eine Deckung mit denen von Rhodamin B (D'Alpino 2006).

Rhodamin B ist sehr löslich in organischer Lösung wie Dentinprimer (Pioch 1997) und stabil unter verschiedenen pH (Sidhu 1998).

Die Verwendung von mehreren Fluoreszenzfarbstoffen und mehreren Fluoreszenzmoden ist empfehlenswert, um die Verteilung von Primer und Adhäsiv innerhalb der Hybridschicht und der Dentinkanälchen (Dentintubuli) zu untersuchen (Watson 1989; Griffiths 1995).

Die Beimischung von Fluoreszenzfarbstoffen in einer Komponente des Adhäsives (Primer oder Adhäsiv) basiert auf einer einfachen Mischung, weshalb das Risiko einer inhomogenen Distribution von Fluoreszenzfarbstoffen nicht auszuschließen ist (Watson 1997; D'Alpino 2006; Bitter 2009).

### 3. Ziel der Dissertation

Aufgabe der vorliegenden Arbeit ist es, das Infiltrationsverhalten von vier unterschiedlichen Klassen von Adhäsivsystemen und insgesamt 20 Adhäsiven in Dentin mittels konfokaler Laser-Scanning-Mikroskopie (CLSM) zu untersuchen und zu vergleichen.

Das Infiltrationsverhalten soll dabei qualitativ und quantitativ analysiert werden.

Mit Hilfe dieser Studie sollen folgende Fragen geklärt werden:

1. Sind die Parameter der quantitativen Analyse (d.h. das Infiltrationsverhältnis und die Länge der Tags) abhängig von Adhäsivtyp, Lösungsmittel des Adhäsivs, Dentinposition (0,5, 1,5 und 2,5 mm Entfernung von SDG) sowie deren Kombinationen ?
2. Sind die Parameter der quantitativen Analyse (d.h. das Infiltrationsverhältnis und die Länge der Tags) abhängig von der Adhäsivklasse ?
3. Beeinflusst die Dentinposition die Parameter der quantitative Analyse (d.h. das Infiltrationsverhältnis und die Länge der Tags) ?
4. Beeinflussen der Adhäsivtyp, das Lösungsmittel des Adhäsivs und die Dentinposition sowie ihre Kombinationen die Parameter der qualitativen Analyse (d.h. Homogenität, Regularität und Kontinuität) ?

# 4. Material und Methode

### 4.1 Charakterisierung der Materialien

Für die vorliegende Studie wurden 20 Adhäsive zur Untersuchung ausgewählt, die sich durch ihre Ätztechniken (Total-Ätz-Technik und Selbstätz-Technik), ihre Lösungsmittel (Wasser, Aceton, Alkohol), die Anzahl der Arbeitsschritte sowie durch klinische Kriterien voneinander unterscheiden. Die Adhäsive sind in vier Klassen aufgeteilt, wobei für jede Klasse mindestens zwei Adhäsive ausgewählt wurden, die miteinander verglichen werden können (Tabellen 2 und 3).

Im folgenden werden die Gründe für die Auswahl der einzelnen Adhäsive insbesondere im Hinblick auf die Verbundeffektivität als Verbundfestigkeit ( $\mu$ TBS) unter verschiedenen Umstände näher erläutert:

Für die Klasse der **TÄ-3-Adhäsive** wurden *Syntac (Ivoclar Vivadent)* und *Solobond Plus (Voco)* ausgewählt.

1. *Syntac* ist eines der Adhäsive mit der längsten klinischen Erfahrung (es wird seit mehr als 15 Jahren klinisch verwendet). Bei *Syntac* wird die Schmierschicht partiell oder total entfernt. Die Dicke der Hybridschicht ist abhängig von der Ätzeinwirkungszeit, so wird z.B. nach 30 s eine Dicke von  $4,7 \pm 0,7 \mu\text{m}$  und nach 15 s eine Dicke von  $1,9 \pm 0,8 \mu\text{m}$  gemessen (Pioch 1997).

2. *Solobond Plus* ist ein Haftvermittlersystem mit Aceton als Lösungsmittel. Es kann unter Modifizierung der Schmierschicht sowohl als selbstkonditionierender Primer eingesetzt werden als auch in der Total-Ätz-Technik mit der Konditionierung über konzentrierte Phosphorsäure (34,5%). Durch sehr flexible Monomere, die im Primer und im Adhäsiv enthalten sind, werden die elastischen Eigenschaften der Hybridschicht erhöht. Die komplette Komposit-Füllung gibt dadurch bei Stressbelastung ohne zu reißen in die Richtung der Kraft nach und baut somit Spannungsspitzen ab. Dies führt neben der hohen Dentinhaftung zu langlebigen, dauerhaften Befestigungen. Die Wichtigkeit der elastischen Eigenschaften im Vergleich zur reinen Dentinhaftung ist in einer Studie (Van Meerbeek 1992) in Zusammenhang mit dem "elastic cavity wall concept" ausführlich erörtert worden.

#### 4. Materialien und Methode

---

Aus der Klasse der **TÄ-2-Adhäsive** wurden vier verschiedene Materialien ausgewählt:

*XP Bond (Dentsply)*, *Excite (Ivoclar Vivadent)*, *Prime&Bond NT (Dentsply DeTrey)* und *Solobond M (Voco)*.

3. *XP Bond* erzielt gemäß einer Studie (Rosales-Leal 2007) eine sehr hermetische Verschliefung der Dentinkanälchen, wenn die Endungen der Läsionen sowohl in Schmelz und auch in Dentin sind. *XP Bond* wurde für die vorliegende Studie insbesondere wegen seiner hervorragenden Microleakage-Eigenschaften ausgewählt, welche in der Praxis für beide Zahnkomponenten (d.h. Schmelz und Dentin) die gleiche Qualität wie bei TÄ-3 (z.B. Syntac) liefern (Manhart 2007).

Desweiteren zeigt *XP Bond* im REM eine komplette Infiltration in das demineralisierte Dentin und eine sehr gute chemische Interaktion mit den Dentinkomponenten (Latta 2007).

Außerdem zeigt *XP Bond* in einer Studie (Latta 2007) eine signifikant hohe Verbundfestigkeit an Dentin von ca.  $25,8 \pm 2,6$  MPa im Vergleich mit einem TÄ-3, nämlich Syntac mit einer Verbundfestigkeit von ca.  $13,2 \pm 3,7$  MPa.

4. *Excite* zeigt eine gute Infiltrationskapazität, es penetriert fast den gesamten Läsionskörper, so dass nur sehr wenige poröse Räume an der Läsionsfrontseite übrig bleiben. Der Durchgriff von *Excite* wird offenbar durch den lösenden Ethanol erhöht, welcher einerseits die Viskosität des Adhäsivs senkt und zweitens den Wiedereinbau des eventuell verbleibenden restlichen Wassers an der Unterseite der Läsion ermöglicht (Meyer-Lueckel 2006).

5. *Solobond M* hat den höchsten Penetrationskoeffizienten aller geprüften Handelsprodukte, dringt aber kaum in künstliche Schmelzkaries (Meyer-Lueckel 2006) ein und ist nicht in der Lage, die weitere Entmineralisierung zu hemmen (Paris 2006). Es wird angenommen, dass die Verdampfung des Lösungsmittels die Penetration hemmt (Paris 2006).

6. *Prime & Bond NT* entwickelt eine niedrigere Verbundfestigkeit als andere Adhäsive mit Aceton, was sich durch seine hohe Acetonkonzentration erklären lässt (Manso 2008).

Bei der Benutzung von *Prime & Bond NT* und Syntac zeigt sich eine positive Permeabilität von Dentin (Rosales-Leal 2007).

Aus der Klasse der **SÄ-2-Adhäsive** wurden 6 Materialien ausgewählt:

*Silorane System (3M ESPE)*, *Clearfil SE (Kuraray)*, *Adper™ Scotchbond™ SE (3M ESPE)*, *Futurabond NR (Voco)*, *Xeno III (Dentsply DeTrey)* und *AdheSE (Ivoclar Vivadent)*.

7. *Silorane System* hat als Besonderheit die Polymerisierung des Primers nach dem Auftragen. Weil

#### 4. Materialien und Methode

---

der *Silorane*-Primer saure Monomere enthält und vor der Anwendung des *Silorane*-Adhäsivs polymerisiert wird, ist er vergleichbar mit Eine-Flasche-Adhäsiven. So zeigt eine neuere Studie, dass die Dicke der Hybridschicht von *Silorane*, beobachtet durch REM, erheblich dünner als die Hybridschicht von TÄ ist, jedoch fast gleich dünn wie bei Eine-Flasche-Adhäsiven (Santini 2008).

8. *Clearfil SE Bond* ist ein mildes SÄ-2 mit Wasser als Lösungsmittel, welches das Dentin teilweise entmineralisiert und zu einer flachen, aber konstanten Hybridschicht führt (Fukeyawa 2006). Innerhalb dieser flachen Hybridschicht wirkt der Hydroxy-Apatit um die herausgestellten Kollagenfäserchen chemisch auf ein Funktionsmonomer, d.h. 10-Methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphat (10-MDP) intensiv und beständig ein. Dieser Effekt ist für die sehr gute Abbindewirksamkeit dieses Adhäsivs zum Dentin verantwortlich (Fukeyawa 2006). *Clearfil SE Bond* wird in dieser Adhäsivklasse wegen seiner sehr guten Verbundfestigkeit (Manso 2008) empfohlen; gemäß einer Studie (Proença 2007) ist seine Verbundfestigkeit vergleichbar mit der von dem TÄ-Adhäsiv Prime & Bond NT.

9. *AdheSE* wird als mittelstarkes SÄ-Adhäsiv betrachtet, mit einem pH-Wert des Primers von 1,5. Die mittelstarken SÄ liegen zwischen den starken SÄ mit pH-Werten kleiner gleich 1 und den milden SÄ mit einem pH-Wert rund um 2. Bei den mittelstarken SÄ ist der Übergang von der Hybridschicht zum darunter liegenden unbeeinflussten Dentin mehr graduell. In der vorliegenden Studie werden außerdem auch *Xeno III* (pH-Wert des Primers = 1,4) und *iBond* (pH-Wert des Primers = 1,6) als mittelstarke SÄ angesehen (Van Meerbeek 2003). In einer Studie (Bradna 2008) zeigt *AdheSE* eine Verbundfestigkeit, die vergleichbar ist mit der von *Clearfil SE Bond* und *Excite*, aber höher als die von *iBond* und *Xeno III*.

10. *Adper™ Scotchbond™ SE* hat eine höhere Verbundfestigkeit im Vergleich mit einem auch in dieser Studie verwendeten SÄ-1 gezeigt (*Adper Easy Bond*), aber eine niedrigere im Vergleich mit einem SÄ-2-Adhäsiv (*Clearfil SE Bond*) (Mine 2009).

*Adper™ Scotchbond™ SE* hat keine Anzeichen von Nanoleakages im Vergleich mit anderen Adhäsiven (*Adper Prompt L-Pop*, *Clearfil SE Bond*, *Clearfil S3 Bond*, *Adper Single Bond Plus*, *G-Bond*) gezeigt (Perdigão 2006).

11. *Xeno III* erzielt eine höhere Dentinversiegelung als die TÄ, weil die TÄ-Primer das freigelegte Kollagen infiltrieren, das Wasser ersetzen und die Dentinkanälchen versiegeln müssen und die Dichtung daher schwieriger zu erreichen ist (Rosales-Leal 2007).

*Xeno III* und *Adper Prompt L-Pop* haben das beste Ätzpotential von mehreren selbstätzenden

#### 4. Materialien und Methode

---

Adhäsiven, weil die Monomere Phosphatderivate enthalten (Grégoire 2007). Das Ätzpotential ist daher vergleichbar mit dem von Adhäsiven, welche mit Phosphorsäure arbeiten (Grégoire 2007).

12. *Futurabond NR* enthält Nanofüller, die eine stärkere Adhäsivschicht und flexiblere Schnittstelle ermöglichen und Ormoceren (organisch modifiziertes Keramikmaterial), dem eine kalziumerschwerende Funktion zugeschrieben wird, welche die Verbundfestigkeit zur Zahnstruktur erhöht (Abdalla 2007).

Aus der Klasse der **Ein-Schritt-Adhäsive** wurden insgesamt acht Adhäsivsysteme ausgewählt:

*AQ Bond* (Sun Medical Co.), *Xeno V* (Dentsply De Trey), *Adper Easy Bond* (3M ESPE), *iBond* (Heraeus Kulzer), *Bond Force* (Tokuyama), *Hybrid Bond* (Sun Medical Co.), *Futurabond DC* (Voco) und *Adper Prompt L-Pop* (3M ESPE).

13. Für *AQ Bond* und andere selbstätzende Adhäsive, die einen  $\text{pH} > 1$  und Ethanol als Lösungsmittel verwenden, hat sich gezeigt, dass diese auch nach einem Jahr Wasserlagerung trotz gesunkener Verbundfestigkeit sehr gut erhalten sind (Osorio 2008).

14. *Xeno V* und *Bond Force* haben eine Verbundfestigkeit vergleichbar mit der des TÄ-2 XP Bond (Margvelashvili 2010).

15. *Adper Easy Bond* enthält Phosphorester, die unter wässrigen Bedingungen die Oberflächen von Dentin und von Schmelz ätzen, um die mikromechanische Bindung eines Restaurierungs-Materials zuzulassen. *Adper Easy Bond* ( $\text{pH} = 2,4$ ) hat eine Verbundfestigkeit vergleichbar mit der von sehr milden selbstätzenden Adhäsiven (Adhäsive mit  $\text{pH} > 2$ ) (Mine 2009)

16. *iBond* erzielt eine Verbundfestigkeit, welche auch nach 12 Monaten Wasserlagerung konstant bleibt und vergleichbar ist mit der Verbundfestigkeit von *Adper Prompt L-Pop* und *Clearfil SE Bond* (Reis 2009).

17. *Bond Force* zeigt einen sehr guten Wert für die Verbundfestigkeit nach zwei Jahren Wasserlagerung, vergleichbar mit den Werten von *Clearfil SE Bond* (Walter 2012).

18. *Hybrid Bond* zeigt in einer Studie (El Zohairy 2010) über die Verbundfestigkeit von Adhäsiven an Schmelz niedrige Werte im Vergleich mit anderen auch in der vorliegenden Arbeit verwendeten

#### 4. Materialien und Methode

Materialien (z.B. Clearfil SE Bond und Adper Prompt L-Pop). Dieses Adhäsiv erzielt jedoch gute Ergebnisse für die Verbundfestigkeit vergleichbar mit denen von AQ Bond in einer Studie (Ori 2004), welche die Verbundfestigkeit von gesunden und kariösen Zähne untersucht, wobei der genannte Befund für gesunde und kariöse Molaren gleichermaßen gilt.

19. *Futurabond DC* ist ein mit Nano-Füllern verstärktes Adhäsiv der siebten Generation. Mit seiner Toleranz gegenüber Restfeuchtigkeit sorgt es für sichere Haftung und dauerhafte Randdichtigkeit und hilft so, postoperative Sensibilitäten zu vermeiden. In einer Studie (Abdalla 2010) über die Verbundfestigkeit von Adhäsiven an Schmelz zeigt Futurabond DC sehr gute Ergebnisse vergleichbar mit denen von Clearfil SE Bond und Admira Bond (ein andere TÄ von Voco) und höhere Verbundfestigkeitswerte als Hybrid Bond.

20. *Adper Prompt L-Pop* enthält Methacrylat-Phosphorsäure-Mono- und Di-Ester, welche eine kontinuierliche Entmineralisierung in den an die Dentinkanälchen angrenzenden Strukturen verursachen und somit das Kollagen destabilisieren können, weshalb diesem Material im Vergleich zu anderen Adhäsiven der gleichen Klassen eine geringere Verbundfestigkeit zugeschrieben wird (Proença 2007). In einer Studie (Van Meerbeek 2003) zeigt dieses Adhäsiv wegen seines Säuregrades einen Verbundfestigkeitswert vergleichbar mit dem von SÄ-2.

Tabelle 2 fasst die untersuchten TÄ-Adhäsive mit Verfallsdatum, LOT, Zusammensetzung und Applikation zusammen.

**Tabelle 2: Total-Ätz-Adhäsive**

<b>3 Arbeits- schritte</b>	<b>Adhäsiv, LOT Nr.</b>	<b>Zusammensetzung</b>	<b>Applikation</b>
	Syntac (Ivoclar Viva- dent) Ätzel, K14609	37% Phosphorsäure	Ätzel auf Dentin auftragen und 15 s einwirken lassen, Ätzel gründlich für 5 s mit kräftigem Wasserstrahl abspülen, vorsichtig mit leichtem Luftstrom verblasen
	Primer, Ko8247	Tetraethylen-GDMA 25 % Maleinsäure 4%, Aceton, Wasser	Primer mit Pinsel für ca. 15 s einmas- sieren, Überschuss von Syntac-Pri- mer verblasen, gründlich trocknen
	Adhäsiv, K02656	Glutaraldehyd, Maleinsäure, PEGDMA, Wasser	Adhäsiv auftragen, 10 s einwirken lassen, mit Luftbläser gründlich trocknen
	Heliobond, K01560	Bis-GMA, Dimethacrylat, Initiatoren und Stabilisatoren	Heliobond applizieren, dünn ausbla- sen und lichthärten für 20 s

#### 4. Materialien und Methode

	Solobond Plus (Voco) Vococid-Ätzel, 791595	34,5% Phosphorsäure	Ätzel auf Dentin auftragen und 15 s einwirken lassen, Ätzel gründlich für 5 s mit kräftigem Wasserstrahl abspülen, vorsichtig mit leichtem Luftstrom verblasen
	Primer, 0803003	Maleinsäure, Wasser, Aceton, Natriumfluorid	Primer auf Dentin 30 s einarbeiten, Primer-Überschüsse entfernen, mit Luft gründlich trocknen
	Adhäsiv, 0803002	Methacryl-Carbonsäureester, HEMA, BisGMA, Kampferchinon, Butylhydroxytoluol, Aceton	Adhäsiv für 15 s einarbeiten, anschließend Adhäsiv mit einem schwachen Luftstrom fein verteilen und 20 s lighthärten
<b>2 Arbeit- schritte</b>	Solobond M (Voco) Vococid-Ätzel, 791595	34,5% Phosphorsäure	Ätzel auf Dentin auftragen und 15 s einwirken lassen, Ätzel absaugen, ca. 20 s mit Wasser abspülen, überschüssige Feuchtigkeit mit Luftbläser entfernen
	Adhäsiv, 792382	Methacryl-Phosphorsäureester, HEMA, Bis-GMA, Natriumfluorid, Kampferchinon, Butylhydroxytoluol, Aceton	Solobond M mit Einwegpinsel auftragen und 20 s einwirken lassen, anschließend mit einem schwachen Luftstrom verblasen und 20 s polymerisieren
	Excite (Ivoclar Vivadent) Ätzel, K14609	37% Phosphorsäure	Ätzel auf Dentin auftragen und 15 s einwirken lassen, Ätzel mit Wasser ca. 5 s abspülen und leicht trocknen
	Adhäsiv, K01754	Phosphorsäureacrylat, HEMA, Bis-GMA, weitere Dimethacrylate, hochdisperses Siliziumdioxid (0,5%), Ethanol	Adhäsiv dick auftragen, 10 s einmassieren, leicht verblasen, damit eine gleichmäßige Schicht entsteht und 20 s lighthärten
	XP Bond (Dentsply) Ätzel (De Trey Conditioner ) 0609001329	36% Phosphorsäure	Ätzel auf Dentin auftragen und 15 s einwirken lassen, Ätzel absaugen und mit Wasser 15 s abspülen, überschüssiges Wasser mit einem sanften Luftstoß entfernen
	Adhäsiv, 0609001329	PENTA, TCB resin, UDMA, TEGDMA, HEMA, Lichtinitiatoren (Kampferchinon, DMABE), Stabilisatoren (Butylatbenzenediol), Tertiäres Butanol, Nanofüller (formloses Silica)	Adhäsiv auftragen und 20 s einwirken lassen, mit Luftbläser 5 s sanft verblasen und 20 s lighthärten
	Prime & Bond NT (Dentsply DeTrey) Ätzel (DeTrey Conditioner ) 0609001329	36% Phosphorsäure	Ätzel auf Dentin auftragen und 15 s einwirken lassen, das Gel absaugen und mit Wasser 10 s abspülen, mit Luft leicht trocknen
	Adhäsiv, 0705002648	Di- und Trimethacrylat-Harze, funktionalisiertes amorphes Siliziumdioxid, PENTA (Dipentaerythritolpentacrylat-Phosphorsäure-Monomer), Lichtinitiatoren, Stabilisatoren, Cetylaminhydrofluorid, Aceton	Adhäsiv auftragen und 20 s einwirken lassen, mit Luftbläser 5 s leicht verblasen und dann 20 s lighthärten



#### 4. Materialien und Methode

Tabelle 3 fasst die untersuchten SA-Adhäsive mit Verfallsdatum, LOT, Zusammensetzung und Applikation nach Hersteller zusammen.

**Tabelle 3: Selbstätz-Adhäsive**

2 Arbeit – schritte	Adhäsiv, LOT Nr.	Zusammensetzung	Applikation
	Silorane System (3M ESPE) Primer, 292319	phosphorylierte Methacrylate, Vitrebond™ Copolymer, HEMA, BisGMA, Wasser, Ethanol, mit Silica-Füller behandelte Silane, Initiatoren und Stabilisatoren	Silorane Primer auftragen und 15 s einmassieren, mit Luftbläser leicht trocken und 10 s polymerisieren
	Adhäsiv, 292274	hydrophobes Dimethacrylat, phosphorylierte Methacrylate, TEGDMA, mit Silica-Füller (6%) behandelte Silane, Initiatoren und Stabilisatoren	Silorane Adhäsiv auftragen, mit Luft sanft verblasen für einen gleichmäßigen Film und 20 s lichthärten
	Clearfil SE Bond (Kuraray) Primer, 41586	MDP, HEMA, Hydrophiles DMA, Wasser, Kampferchinon, N, N-Diethanol-p-toluidin	Primer auftragen und 20 s einwir- ken lassen, mit leichtem Luftstrom Lösungsmittel verdampfen
	Adhäsiv, 41586	Bis-GMA, HEMA, MDP, Hydrophobes DMA, Kampferchinon, N,N-Diethanol- p-toluidin, Mikrofüller	Adhäsiv auftragen, mit leichtem Luftstrom zu einem gleichmäßigen Film verblasen und 20 s lichthärten
	Adper™ Scotch- bond™ SE (3M ESPE) Liquid A, 7AH	2-HEMA, Rose Bengal Farbstoffe, Wasser	Liquid A auftragen
	Liquid B, 7AG	Diurethandimethacrylat, D,L-Kampherchinon, Triethylen- glycoldimethacrylat, Dimethyl- aminoethylbenzoat, Mono-HEMA -Phosphat, Di-HEMA-Phosphat, Tri-HEMA-Phosphat, Hexandiol- dimethacrylat, Phosphorsäure- methacryloxyhexylester, Propylidintrimethyltrimethacrylat, Pyrophosphatmethacrylat, Zirkonoxid-Nanofüller (15-25%)	Liquid B auftragen und 20 s ein- massieren, mit Luft 10 s trocken blasen, damit das Wasser verdunstet, nochmal mit dem Liquid B eine zweite Schicht auftragen, mit leichtem Luftstrom zu einem gleichmäßig dünnen Film verbla- sen und 20 s lichthärten
	Adhe SE (Ivoclar Vivadent ) Primer, JO6075	Phosphonsäureacrylat, Bis-Acrylsäureamid, Wasser, Initiatoren und Stabilisatoren	Primer 15 s ins Dentin einmas- sieren und 15 s einwirken lassen, Überschuss mit starkem Luftstrom verblasen, bis kein beweglicher Flüssigkeitsfilm mehr sichtbar ist
	Adhäsiv, K03345	Dimethacrylate-HEMA, hochdisperses Siliziumdioxid, Initiatoren und Stabilisatoren	Adhäsiv auf Dentin auftragen, mit leichtem Luftstrom verblasen und 20 s lichthärten
	Futurabond NR (Voco) Liquid A, 761101	2-HEMA, Wasser, Ethanol, Butylhydroxytoluol (BHT), hochdisperses Siliziumdioxid	20 s einen Tropfen Liquid A und einen Tropfen Liquid B auf einer Mischplatte ca. 5 s mischen, Adhä- siv in nicht zu dünner Schicht auf
	Liquid B, 761102	Ethanol, Wasser, Fluorid, hydrophile Adhäsiv-Monomere	Dentin auftragen und 20 s einmas- sieren, Adhäsivschicht mit Luftblä- ser 5 s trocknen und 20 s polymeri-

#### 4. Materialien und Methode

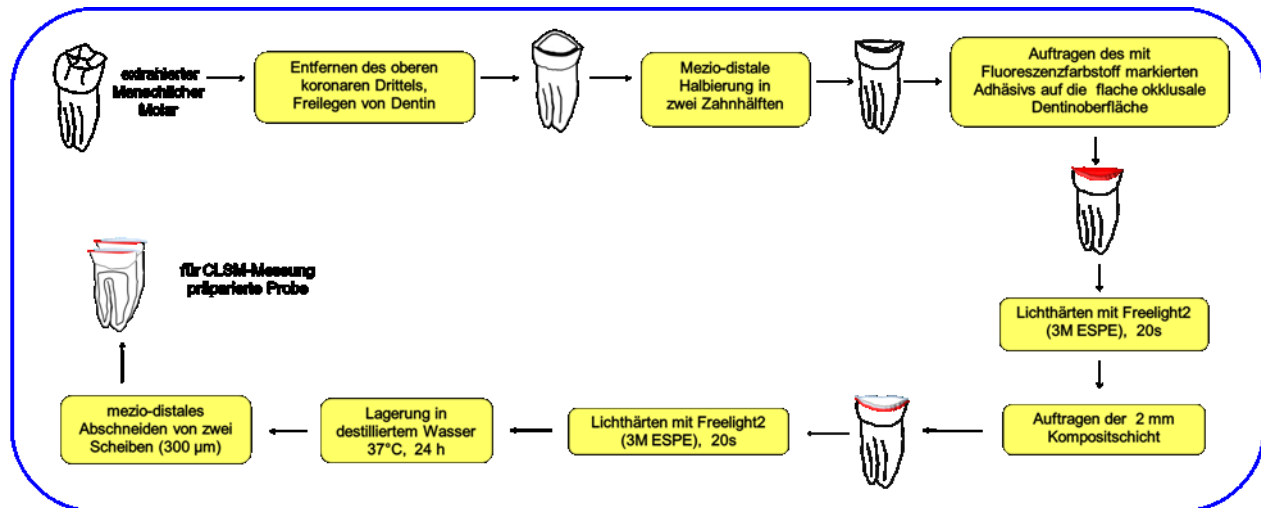
<b>1 Arbeits- schritt</b>			sieren
	XenoIII (Dentsply) Adhäsiv A, 0608002341 Adhäsiv B, 0608002669	HEMA, Wasser, Ethanol, BHT, hochdisperses Siliziumdioxid Pyro-EMA, PEM-F, UDMA, BHT, Kampferchinone, EPD	gleiche Menge von Flüssigkeit A und B 5 s durchmischen, ange- mischtes Adhäsiv auf Dentin auf- tragen und 20 s einwirken lassen, mit leichtem Luftstrom verblasen und 20 s lichthärten
	XenoV (Dentsply) Adhäsiv, 0704000721	Bifunktionale Acrylate, Saure Acrylate, Acrylsäure, Phosphor- säureester, Tertiäres Butanol, Initiator (Kampferchinon), Stabilisator (Butyliertes Benzen- diol), Wasser	Adhäsiv auftragen und 20 s einmassieren, mit Luftstrom mindestens 5 s ver- blasen und 20 s polymerisieren
	Adper Prompt L- Pop (3M ESPE) Adhäsiv, 2554565	Wasser, 10% HEMA, Bis-GMA, methacrylierte Phosphorsäure- ester, Initiatoren basierend auf Kampferchinon, Stabilisatoren	Adhäsiv auftragen und 15 s unter Druck einmassieren, mit Luft verblasen und 20 s licht- härten
	iBond (Heraeus Kulzer) Adhäsiv, 010043	UDMA, 4-META, Glutardialdehyd, Aceton, Wasser, Photoinitiatoren, Stabilisatoren	Adhäsiv auftragen und 20 s ein- massieren, mit Luft verblasen und 20 s licht- härten
	Hybrid Bond (Sun Medical Co.) Adhäsiv, LF 2	UDMA, MMA, 4-META, Polymerisationsinitiatoren, Aceton, Wasser	Adhäsiv auftragen und 20 s ein- massieren, mit Luft verblasen und 20 s licht- härten
	Futurabond DC (Voco) Liquid 1, 791595	Methacryl-Phosphorsäureester, HEMA, Bis-GMA, Natriumfluorid, Kampferchinon Butylhydroxytoluol, Aceton	1 Tropfen Liquid 1 und 1 Tropfen Liquid 2 auf einer Mischplatte mischen,
	Liquid 2, 792382	organische Säuren, Bis-GMA, HEMA, TMPTMA, Kampferchi- non, Amine (DABE), BHT, Kata- lysatoren, Nanofüller, Fluoride und Ethanol	Adhäsiv in nicht zu dünner Schicht auf Dentin auftragen und 20 s ein- massieren, Adhäsivschicht mit Luftbläser 5 s trocknen und 20 s polymerisieren
	Bond Force (Tokuyama) Adhäsiv, YT 20177	Alkohol, C2-4 alkyl, Methacryl- oxyalkylsäurephosphat (Phos- phorsäure-Monomer), 2-HEMA, Bis-GMA, Kampferchinon, Triethylenglykoldimethacrylat, gereinigtes Wasser	Adhäsiv auftragen und für 20 s einmassieren, mit starkem Luftstrom mindestens 5 s abblasen und 20 s lichthärten
	AQ Bond (Sun Medical Co.) Adhäsiv, SE 2	UDMA, MMA, 4-META, HEMA, Polymerisationsinitiator, Aceton, Wasser	1 Tropfen AQ Bond auf Mischplat- te, die schon einen AQ Bond- Schwamm enthält, Adhäsiv mit dem Schwamm 20 s auftragen, mit Luft ca. 5 s verbla- sen und 20 s lichthärten
	Adper <sup>TM</sup> Easy Bond (3M ESPE) Adhäsiv, 302051	HEMA, BIS-GMA, Methacrylated Phosphorester, Hexandiol-1.6-Dimethacrylat, Vitrebond <sup>TM</sup> Copolymer, zerstreute fein verbundene Silikonfüller (7 nm), Ethanol, Wasser, Initiatoren basierend auf Kampferchinon	Adhäsiv auftragen und 20 s ein- massieren, mit Luft 5 s verblasen und 20 s lichthärten

Tabelle 4 zeigt die anderen in dieser Studie verwendeten Materialien mit Verfallsdatum, LOT, Zusammensetzung und Applikation nach Hersteller.

**Tabelle 4: Andere in der vorliegenden Studie verwendete Materialien außer Adhäsive**

<b>Material</b>	<b>Hersteller</b>	<b>Lot Nr.</b>
Komposit	Saremco Dental B2	7107
Fluoreszenzfärbung Rhodamin B- Isothiocyanat	Polysciences Inc. Warrington USA	560587
Fluoreszenzfärbung Nilblauschlorid	Fluka, USA	1281992

### 4.2 Präparation der Proben



**Abb. 1: schematische Zeichnung der Molaren Präparation**

Es wurden durch visuelle Inspektion 70 extrahierte menschliche Molaren ausgewählt, die zuvor in Natriumazid gelagert wurden und keine Karies, Füllungen oder Verfärbungen aufwiesen. Zur Vorbereitung wurden die Molaren für eine Minute in Natriumhypochlorit zur Desinfektion gelagert. Anschließend wurde die Position der Molaren im Mund bestimmt und mit einem Marker die Zahnseite (vestibulär, lingual oder buccal), die mezio-distale Linie und das obere koronare Drittel markiert.

Die markierten Molaren wurden mit heißem Wachs (Kerr GmbH, Ratstatt, Deutschland) auf die für die Präzisions-Trennschneider Niedertourensäge (Isomet, Buehler GmbH, Düsseldorf, Deutschland) gehörigen Objekthalter geklebt. Das obere koronare Drittel von jedem Molar wurde mit dieser Präzisions-Trennschneider-Niedertourensäge mit einem diamantierten Sägeblatt mit niedriger Geschwindigkeit abgeschnitten. Zudem wurde auf eine ausreichende Kühlung mit destilliertem Wasser geachtet. Die Molaren ohne das erste koronare Drittel wurden mit dem gleichen Gerät auf der mezio-distalen Linie halbiert.

Jede Hälfte wurde mit Schleifpapier (LECO Corporation, Körnung 220) (Olalekan 2005) ca. 2 min nass geschliffen (Nassschleif und Poliersystem Leco VP 100, Leco Instrumente GmbH, Mönchengladbach, Deutschland), um eine Oberfläche zu bekommen, die mit der Schmierschicht vergleichbar ist, die in der Praxis durch die Behandlung mit dem Rosenbohrer entsteht (Van Landuyt 2005).

Jede dieser Oberflächen wurde mit den ausgewählten Adhäsiven behandelt, wobei die Adhäsive entsprechend den Herstellerangaben aufgetragen wurden und dann 20 s mit einem LED-

#### 4. Materialien und Methode

---

Polymerisationsgerät (Elipar Freelight 2, 3M ESPE, Seefeld, Deutschland) polymerisiert wurden. Bei den Adhäsiven mit zwei oder drei Arbeitsschritten wurde das Adhäsiv mit 0,1 % Fluoreszenzfärbung Rhodamin B-Isothiocyanat (Tabelle 4) gemischt, während der Primer mit 0,1 % Fluoreszenzfärbung Nilblaulchlorid (Tabelle 4) gemischt wurde. Die Quantität der Fluoreszenzfarbstoffe wurde mit einer Mikro-Präzisionswaage (Sartorius Type: R 200 D Serie Nr: 21102353, Mettler-Toledo GmbH, Ockerweg 3, Gießen, Deutschland) bestimmt.

Beim Filtek Silorane System Adhäsiv (3M ESPE) wurde aus chemischen Gründen umgekehrt vorgegangen: der Primer wurde mit 0,1 % Rhodamin B-Isothiocyanat gemischt, während das Adhäsiv mit 0,1 % Nilblaulchlorid gemischt wurde.

Am Ende der Präparation wurde das Restaurationsmaterial, ein Komposit (Saremco Dental B2, Tabelle 4) mit einer Dicke von 1,5 mm aufgetragen und dann 20 s mit einer LED-Lampe (Elipar Freelight 2) polymerisiert. Die präparierten Hälften wurden 24 Stunden in destilliertem Wasser bei 37°C im Ofen (Mettler-Toledo GmbH, Model 400, Schwabach, Deutschland) gelagert.

Jede Hälfte wurde mit Sekundenkleber (UHU GmbH & Co. KG, Bühl, Deutschland) auf die zur Innenlochsäge (Leica SP 1600, Leica Mikrosystems Vertrieb GmbH, Bensheim, Deutschland) gehörigen Objekthalter geklebt und mit dieser Innenlochsäge und einem diamantierten Sägeblatt der Dicke 300 µm bei einer Drehzahl von 600 U/min zerteilt.

Zudem wurde auf eine ausreichende Wasserkühlung und minimalen Druck geachtet und die Molaren wurden in zwei Scheiben geschnitten. Jeweils die beiden zur mezio-distalen Linie benachbarten Scheiben wurden zur Untersuchung mit dem CLSM (Confocal Laser Scanning Microscope LSM 510, Zeiss, Jena, Deutschland) bereitgestellt. Die Proben wurden endgültig mit gewässertem Schleifpapier aufsteigender Körnung (Schleifpapier Körnung 1200, 2500, LECO Corporation) parallelisiert und poliert (Nassschleif und Poliersystem Leco VP 100, Leco Instrumente GmbH, Mönchengladbach, Deutschland). Die Dicke der Proben wurde mit einem digitalen Mikrometer überprüft (Bügelmessschraube Digimatic; Fa. Mitutoyo, Kawasaki, Japan).

Die beiden Scheiben, die gemessen werden sollten, wurden unter destilliertem Wasser ausgespült, um jeden möglichen Rest zu entfernen, und dann auf die CLSM-Kunststoffplatte gebracht. Die Messungen wurden in destillierter Wasserimmersion gemacht, weil die Proben immer feucht bleiben müssen, da jede Gelegenheit zur Trocknung die Qualität der Proben und der Messungen beeinflussen kann.

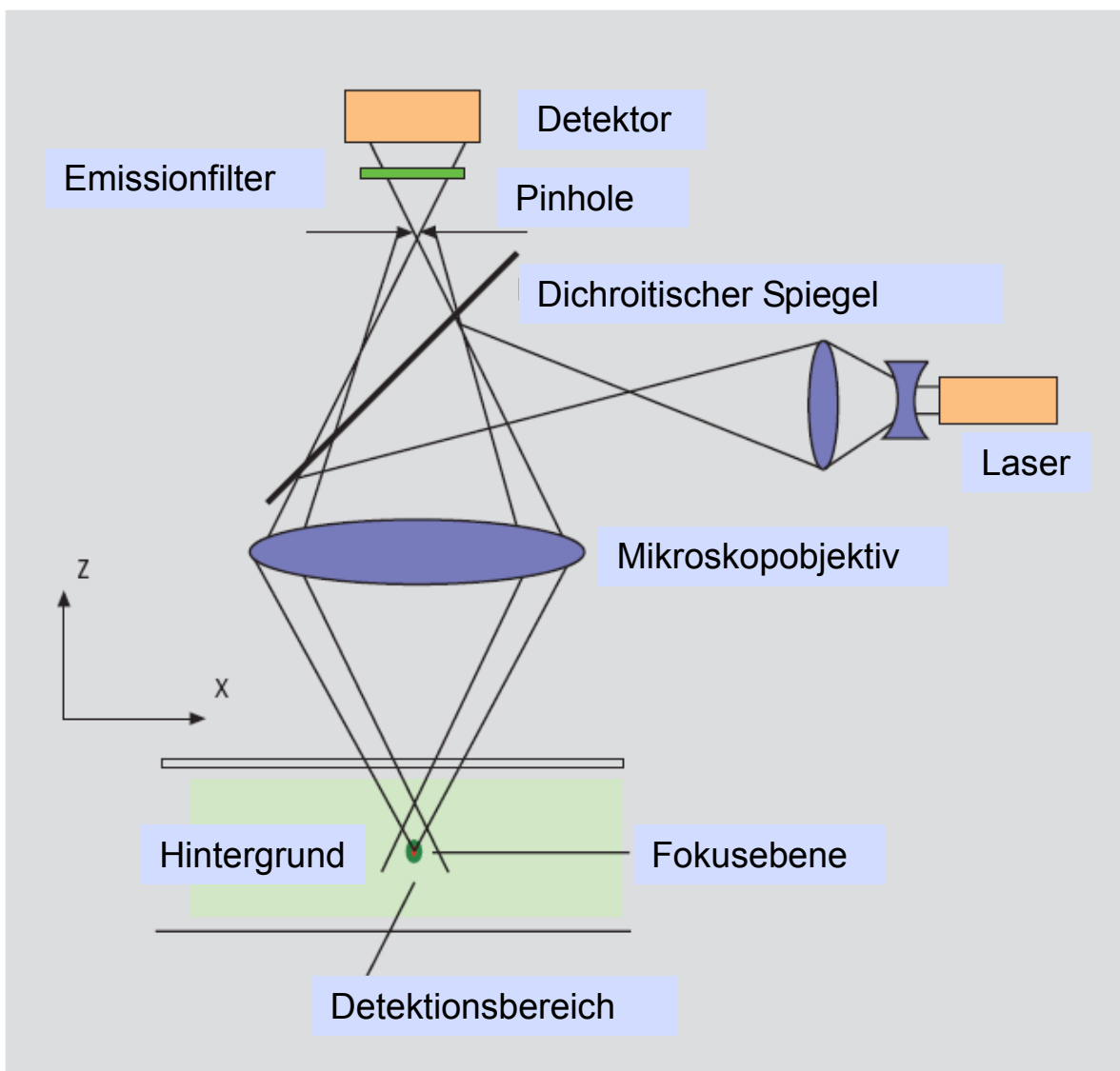
Jede dieser beiden Scheiben wurde dann mit dem CLSM jeweils an drei Stellen in Abständen von 0,5 mm (d1), 1,5 mm (d2) und 2,5 mm (d3) von der SDG untersucht. Die jeweils observierte Schicht befand sich 10,2 µm unter der polierten Probenoberfläche.

### 4.3 Messungen mit CLSM

#### 4.3.1 Grundlagen der konfokalen Laser-Scanning-Mikroskopie

Die Abb. 2 zeigt den prinzipiellen Aufbau eines konfokalen Laser-Scanning-Mikroskops (CLSM). Im Unterschied zur konventionellen Lichtmikroskopie, bei der jeweils ein einziger flächiger Probenbereich vergrößert abgebildet wird, erfolgt beim CLSM eine sequentielle punktförmige Abtastung des Probe mit einem fokussierten Laserstrahl, wobei das von der Probe abgestrahlte Licht Punkt für Punkt auf einen Detektor abgebildet wird (Wilhelm 2003). Aus den nacheinander gewonnenen Bildpunkten wird dann im Computer ein vergrößertes zweidimensionales Bild des gesamten sequentiell abgetasteten Probenbereiches zusammengesetzt. Die konfokale Laser-Scanning-Mikroskopie gehört somit zu den Rastermikroskopieverfahren.

Die punktförmige Abbildung wird mittels einer in der Zwischenbildebene des CLSM-Mikroskops angeordneten konfokalen Apertur erzeugt, welche mit dem englischsprachigen Fachbegriff „Pinhole“ bezeichnet wird (Wilhelm 2003). Dabei handelt es sich um eine Lochblende mit variablem Durchmesser. Im Idealfall wäre der Pinhole-Durchmesser unendlich klein, so dass eine punktförmige Abbildung entsteht. In der Praxis ist der Durchmesser des Pinholes und damit die Auflösung des konfokalen Abbildungssystems nach unten begrenzt durch die wellenlängenabhängige Beugung des Lichtes sowie durch die begrenzte Intensität des von der Probe abgestrahlten Lichtes (Wilhelm 2003), worauf im folgenden Absatz 4.3.2 genauer eingegangen wird.



**Abb. 2: Prinzipieller Aufbau eines konfokalen Laser-Scanning-Mikroskops (Wilhelm 2003)**

Da das Pinhole und die Probe in konjugierten Ebenen des optischen System liegen, wird – bei hinreichend kleinem Pinhole-Durchmesser – jeweils nur Licht aus der Fokusebene der Probe auf den Detektor abgebildet. Somit werden Streulicht und Licht aus tiefer liegenden Probenbereichen weitgehend ausgeblendet, was einen – im Vergleich zur konventionellen Lichtmikroskopie – höheren Bildkontrast ermöglicht (Wilhelm 2003). Außerdem erlaubt die konfokale Laser-Scanning-Mikroskopie auf diese Weise eine tiefenabhängige Untersuchung von dreidimensionalen Proben. Durch Variation der Fokusebene oder durch Verschiebung der Probe entlang der optischen Achse können übereinanderliegende, bis zu weniger als 500 nm dünne Probenschichten abgebildet werden (Wilhelm 2003). Daher eignet sich das CLSM besonders für die zerstörungsfreie Untersuchung von biologischem Gewebe, welches – meistens in Kombination mit Fluoreszenz – in Tiefen von bis zu 100  $\mu\text{m}$  unter der Oberfläche untersucht werden kann (Pioch 1997).

Andererseits kann das CLSM durch Vergrößerung des Pinholes auf maximalen Durchmesser als nichtkonfokales konventionelles Lichtmikroskop oder Fluoreszenzmikroskop betrieben werden, wodurch Vergleichsmessungen zwischen konventioneller Mikroskopie und konfokaler Rastermikroskopie ermöglicht werden.

### 4.3.2 Auflösungsgrenzen und Fehlerquellen des CLSM

Als laterale Auflösung des CLSM wird die Länge der kleinstmöglichen auflösbaren, senkrecht zur optischen Achse in der Fokusebene angeordneten Struktur verstanden. Wegen der Möglichkeit zur tiefenabhängigen dreidimensionalen Probenuntersuchung ist beim CLSM außerdem auch die axiale Auflösung als kleinstmögliche auflösbare Länge in Richtung der optischen Achse zu berücksichtigen (Wilhelm 2003).

Die axiale und laterale optische Auflösung des CSLM ist durch die wellenlängenabhängige Beugung des Lichtes begrenzt. Unter Beugung wird in der Optik allgemein die Ablenkung des Lichtes durch Objekte verstanden, deren Abmessungen in der Größenordnung der Lichtwellenlänge liegen. In diesem Fall verlieren die für größere Längenskalen geltenden Gesetze der geometrischen Optik ihre Gültigkeit, da sich die Wellennatur des Lichtes unmittelbar bemerkbar macht (Hecht 1989). Gemäß der Beugungstheorie wird die Ausbreitung des Lichtes als Überlagerung von Elementarwellen erklärt, die sich von jedem Punkt des vom Licht durchflossenen Raumes gleichmäßig in alle Richtungen ausbreiten (Kugelwellen). Durch die Überlagerung vieler benachbarter Elementarwellen entstehen in homogenen Medien aufgrund von Interferenzen resultierende Lichtwellen, die für große Längenskalen als sich geradlinig ausbreitende Lichtstrahlen darstellt werden können (Hecht 1989).

Hingegen kommt es an Hindernissen kleiner oder gleich der Größenordnung der Wellenlänge wegen des Fehlens von destruktiven Interferenzen zu einer teilweisen Ausbreitung des Lichtes in den Schattenraum; d.h. es wird Licht auch in solche Bereiche abgelenkt, die nach den Gesetzen der geometrischen Optik (Strahlenoptik) abgeschattet sein müssten (Hecht 1989).

Aus diesem Grunde kann ein Objekt in der Größenordnung kleiner oder gleich der Wellenlänge nicht entsprechend den Abbildungsgesetzen der geometrischen Optik scharf abgebildet werden, sondern erscheint durch Beugung „verschmiert“, da die in einem einzelnen Punkt enthaltene Information nicht jeweils wieder auf einen Punkt abgebildet werden kann, sondern auf ein ausgedehntes Beugungsmuster verteilt wird (Wilhelm 2003).



#### 4. Materialien und Methode

---

Daher gilt generell, dass die optische Auflösungsgrenze nicht wesentlich niedriger als die jeweilige Lichtwellenlänge sein kann.

Bei einer Lochblende wie dem beim CLSM verwendeten Pinhole breiten sich kugelförmige Wellen von der Blendenöffnung in den Schattenraum aus und es ergibt sich hinter der Blende ein charakteristisches Beugungsbild, welches aus einer inneren hellen Kreisscheibe und einer Abfolge von diese Scheibe umschließenden konzentrischen Kreisringen mit abnehmender Intensität besteht. Die zentrale innere Scheibe wird als Beugungscheibchen oder Airy-Scheibe bezeichnet (Hecht 1989).

Beim CLSM wird zur Abschätzung des Einflusses der Beugung und zur vereinfachten Parameterdarstellung unter anderem die Pinholegröße als Vielfaches der optischen Koordinate AU („Airy unit“) angegeben, wobei

$$(4.1) \quad 1AU = 1.22 \cdot \lambda_{ex} / NA$$

mit  $\lambda_{ex}$  als Wellenlänge des anregenden Lichtes und NA als die numerische Apertur des Mikroskopobjektivs (Wilhelm 2003).

1 AU entspricht dabei jeweils dem Durchmesser der Airy-Scheibe, die durch Beugung am ebenfalls als Blende wirkenden Mikroskopobjektiv entsteht.

Für kleine Pinholedurchmesser größer oder gleich 1 AU ergibt sich laut (Wilhelm 2003) bei homogener Ausleuchtung

$$(4.2) \quad \text{laterale Auflösung} = 0.51 \cdot \lambda_{ex} / NA$$

und

$$(4.3) \quad \text{axiale Auflösung} = \frac{0.88 \cdot \lambda_{ex}}{n - \sqrt{n^2 - NA^2}},$$

wobei  $\lambda_{ex}$  die Wellenlänge des auf die Probe eingestrahlten Laserlichtes und n der Brechungsindex der Immersionsflüssigkeit ist.

Die Dicke d der mit dem CLSM abbildbaren optischen Schichten ergibt sich gemäß (Wilhelm 2003) für Pinholedurchmesser PH größer als 1 AU zu

$$(4.4) \quad d = \sqrt{\left( \frac{0.88 \cdot \lambda_{em}}{n - \sqrt{n^2 - NA^2}} \right)^2 + \left( \frac{\sqrt{2} \cdot n \cdot PH}{NA} \right)^2}$$

Gemäß (Carl Zeiss Jena GmbH 2003) wird eine Pinhole-Größe von 1 AU empfohlen als bester Kompromiss zwischen einer möglichst geringen optischen Schichtdicke einerseits und einer möglichst hohen Messgenauigkeit andererseits.

Die Bildqualität des CLSM hängt jedoch nicht nur von der Auflösung des optischen Systems ab, sondern auch von der Art der Digitalisierung sowie von der Pixelgröße (Wilhelm 2003). Als optimale Pixelgröße gilt nach dem Nyquist-Theorem die Hälfte der lateralen Auflösungsgrenze, d.h. exakt zwei Pixel pro auflösbarer Struktur, da eine geringere Pixelzahl zu Informationsverlusten führt, während eine höhere Pixelzahl in einer höheren Datenmenge ohne relevanten Informationsgewinn resultiert (oversampling).

Bei der Digitalisierung wird grundsätzlich zwischen zwei Typen unterschieden, die durch das Verhältnis von Signaldetektionszeit (Messzeit) und Pixelzeit bestimmt sind:

- a) Sampling: Die Signaldetektionszeit (Messzeit) ist klein gegenüber der Pixelzeit, und
- b) Integration: Signaldetektionszeit und Pixelzeit liegen in der gleichen Größenordnung.

Die Pixelzeit kann durch Variation der Scangeschwindigkeit eingestellt werden.

Während Punkt-Sampling in einer höheren zeitlichen Dichte von Messpunkten und daher allgemein zu einer höheren Genauigkeit führt, kann die Integration über größere Messzeiträume zur Reduzierung von statistischen Fehlerquellen (Rauschen) des CLSM verwendet werden (Wilhelm 2003).

Die wichtigsten statistischen Fehlerquellen bei der Bilderzeugung im CLSM sind Detektorrauschen, Laserrauschen sowie das Quantenrauschen des Lichtes, wobei letzteres bei Fluoreszenzmessungen in der Regel den größten Beitrag zum Gesamtrauschen liefert (Wilhelm 2003). Der Einfluss des Rauschens auf das Meßergebnis nimmt dabei jeweils mit sinkender Intensität des Lichtsignales zu. Somit führt eine Verkleinerung des Pinholes einerseits zu einer höheren Bildauflösung in axialer und lateraler Probenrichtung, andererseits jedoch auch zu einem höheren Signal-Rausch-Verhältnis. Zur Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses wird daher üblicherweise eine genügend hohe Pixelzeit sowie eine Mittelung über eine Mehrzahl von Scans verwendet (Wilhelm 2003).

Diese Mittelwertbildungen sind jedoch wiederum durch die Abklingzeiten der Fluoreszenzanregung begrenzt, da nicht sinnvoll über Zeiten gemittelt werden kann, die größer als die mittlere Abklingzeit der Fluoreszenzanregung sind.

### 4.3.3 Ausstattung und Einstellungen des CLSM

Für die Untersuchungen der vorliegende Studie wurde ein konfokales Laser-Scanning-Mikroskop vom Typ LSM 510, Zeiss (Jena) mit einem Wasser-Immersions-Objektiv „Achromplan 63x/0,95 W“ - d.h. ein Objektiv mit 63facher Vergrößerung und einer numerischen Apertur von 0.95 - verwendet.

#### 4. Materialien und Methode

---

Das LSM 510 verfügt über ein aus mehreren Lasern bestehendes Lasermodul, welches einen Argon-Laser (30 mW) mit den Wellenlängen 458 nm, 477 nm, 488 nm und 514 nm sowie drei verschiedene Helium-Neon-Laser mit Wellenlängen von 543 nm (1 mW), 594 nm (2 mW) und 633 nm (5 mW) aufweist (Carl Zeiss Jena GmbH 2003).

Bei den im Rahmen der vorliegenden Studie durchgeführten Messungen wurde die Proben jeweils ausschließlich mit dem blauen Licht der Wellenlänge 488 nm des Argon-Lasers sowie der roten Helium-Neon-Laserwellenlänge 633 nm beleuchtet. Mit dem blauen Laserlicht wurden die Fluoreszenz-Moleküle des Farbstoffes in den Proben angeregt. Das von den Fluoreszenzmolekülen abgestrahlte Licht weist eine höhere Wellenlänge und somit eine andere Farbe als das anregende Laserlicht auf und kann daher eindeutig von diesem unterschieden werden. Durch Einschaltung geeigneter Farbfilter zwischen Pinhole und Detektor wird weiterhin sicher gestellt, dass nur das von der jeweiligen Probenschicht in der Fokusebene abgestrahlte Fluoreszenzlicht und nicht das an der Probe reflektierte blaue Laserlicht den Detektor erreicht. Bei dem in dieser Studie verwendeten Farbstoff Rhodamin-B-Isothiocyanat liegen die Emissionswellenlängen im gelben bis roten Bereich des optischen Spektrums.

Zur Kontrastverbesserung wurden für die Untersuchungen insgesamt vier verschiedene zur Verfügung stehende Farbkanäle des CLSM verwendet. Dabei wird für jeden der Kanäle 1 bis 3 eine bestimmte Lichtwellenlänge und eine bestimmte Farbfilterkonfiguration eingestellt. Dazu passende Strahlteileranordnungen und Pinholegrößen können dann durch die CLSM-Software automatisch („optimale Konfiguration“) oder benutzerdefiniert ausgewählt werden. Bei den unten ausgewerteten Messungen betrugen die Filterwellenlängen jeweils 650 nm (Kanal 1), 530 bis 600 nm (Kanal 2), 420 nm (Kanal 3). Das im Kanal 4 detektierte Signal stellt eine Überlagerung der in den Kanälen 1 bis 3 detektierten Signale dar.

Dabei dient der Kanal 1 zur Visualisierung der mit Rhodamin-B-Isothiocyanat markierten Adhäsive, während der Kanal 2 zur Identifizierung der nicht mit Adhäsiv infiltrierten Dentinkanälchen dient. Die Pinholegröße muss für jeden Kanal so eingestellt werden, dass die optische Schichtdicke („optical slice thickness“) für jeden Kanal gleich ist. Diese Einstellung wird vom Steuerprogramm vorgenommen, so dass für die gewählten Filterwellenlängen der einzelnen Kanäle automatisch die zugehörige Pinholegröße berechnet und eingestellt wird.

Das punktweise Abtasten der Proben erfolgt durch ein computergesteuertes Scanmodul, welches zwei unabhängig voneinander ansteuerbare Scanspiegel aufweist, mit denen der Laserstrahl in zwei zu einander senkrechten Richtungen abgelenkt wird. Die Scanauflösung kann kontinuierlich zwischen 4x1 und 2048 x 2048 Pixeln eingestellt werden. Für die Scangeschwindigkeit kann eine von insgesamt 13x2 verschiedene Geschwindigkeitsstufen ausgewählt werden.

In der vorliegenden Studie wurden jeweils folgende Einstellungen gewählt:

- Scanauflösung: 512 x 512 Pixel als vom Steuerprogramm gewählte „optimale Konfiguration“ bei einer Laserwellenlänge von 488 nm und einer numerischen Apertur von 0,95, und
- Scangeschwindigkeit: Stufe 8 als vom Hersteller empfohlene Standardeinstellung (Carl Zeiss Jena GmbH 2003).

Das von den Proben ausgesendete Licht wird mittels des Immersionsobjektivs in die Zwischenbildebene abgebildet, in welcher das Pinhole angeordnet ist. In dem für die Messungen verwendeten Fluoreszenz-Modus wurde der Pinholedurchmesser jeweils auf 1 AU (Standard-Einstellung) gesetzt, wodurch sich in der Probenebene jeweils gemäß Gleichung (4.2) eine laterale Auflösung von  $0,26\text{ }\mu\text{m}$  ergibt. Weiterhin ergibt sich für diese Pinholegröße gemäß Gleichung (4.3) mit  $NA = 0,95$  und  $n_{\text{wasser}} = 1,33$  eine axiale Auflösung von  $1\text{ }\mu\text{m}$ , so dass die gewählte Dicke der untersuchten optischen Schichten gemäß Gleichung (4.4)  $d = 1,242\text{ }\mu\text{m}$  betrug.

Entsprechend dem Nyquist-Theorem wird beim schichtweisen Abtasten der Probe die Schrittweite in Tiefenrichtung (Z-Richtung) als die halbe optische Schichtdicke gewählt, so dass die aufeinanderfolgenden untersuchten optischen Schichten sich jeweils mit der Hälfte ihrer Schichtdicke überlappen.

Die Pixelgröße wurde jeweils entsprechend der lateralen Auflösungsgrenze auf  $0,26\text{ }\mu\text{m} \times 0,26\text{ }\mu\text{m}$  gesetzt.

Zur Erzeugung und Analyse der CLSM-Bilder wurde der LSM Image Browser 4.6 von Carl Zeiss verwendet. Bei der Auswertung der Fotos wurde die Penetrationstiefe des Materials als Abstand von der Probenoberfläche bis zum Ende der Schicht, in der nicht fluoreszierende Bereiche (schwarz) zu erkennen sind, definiert. Diese wurde anhand von Bildern des Kontrollbereichs ermittelt.

## 5. Ergebnisse

### 5.1 Die CLSM-Bilder und die qualitative Auswertung

Von jeder untersuchten Stelle wurde eine Aufnahme mit einem Objektiv Achroplan 63x/0,95W gewonnen. Die CLSM-Bilder zeigen (Abb. 3):

- die infiltrierten Tags mit Adhäsiven als rot fluoreszierenden Bereich der Probe
- die infiltrierten Tags mit Primer als blau fluoreszierenden Bereich der Probe
- die infiltrierten Tags mit Primer + Adhäsiv als rosa Bereich der Probe
- die gesamten Dentintubuli sind weiß.

Die Aufnahmen wurden innerhalb einer Bildfläche von 100 µm x 100 µm untersucht.

Die quantitative Auswertung der Tags ist durch zwei Parameter bestimmt:

#### 1. Die Länge der Tags:

Die Länge der Tags wurde als Entfernung ihrer Enden von der Zahn-Adhäsiv-Oberfläche in Mikrometern gemessen.

#### 2. Das Infiltrationsverhältnis:

Das Infiltrationsverhältnis ist definiert als der prozentuale Anteil der gefüllten Tubuli (gefärbte Tags) an der Gesamtzahl der Dentintubuli (weiß).

Die qualitative Auswertung der Tags ist durch *drei Kriterien* bestimmt. Die Kriterien sind:

#### 1. Homogenität: Beschreibt den Unterschied in der Länge der Tags

- sehr homogen: 100 % der Tags sind gleich lang = 0
- homogen: mehr als die Hälfte der Tags sind gleich lang = 1
- wenig homogen: weniger als die Hälfte der Tags sind gleich lang = 2
- inhomogen: keine Tags sind gleich lang = 3

#### 2. Regularität: Beschreibt die Gleichmäßigkeit der Tags

- sehr regulär: 100 % von 100 µm hat Tags = 0
- regulär: mehr als die Hälfte von 100 µm hat Tags = 1
- wenig regulär: weniger als die Hälfte von 100 µm hat Tags = 2

- irregulär: die 100  $\mu\text{m}$  haben keine Tags = 3

**3. Kontinuität:** Beschreibt ob die Tags ununterbrochen gefüllt sind oder nicht

- sehr kontinuierlich: 100 % von Tags sind ununterbrochen gefüllt = 0

- kontinuierlich: mehr als Hälfte der Tags sind ununterbrochen gefüllt = 1

- wenig kontinuierlich: weniger als die Hälfte der Tags sind ununterbrochen gefüllt = 2

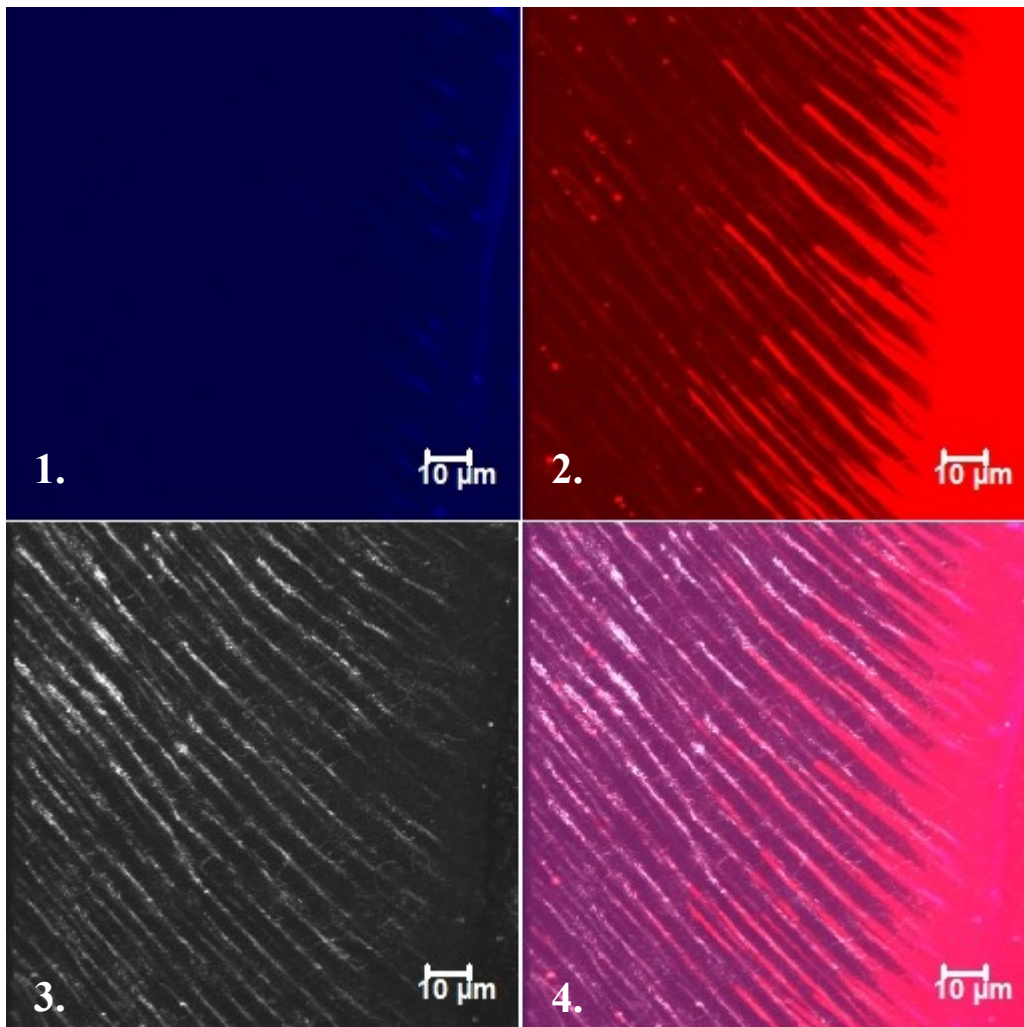
- diskontinuierlich: alle Tags sind unterbrochen = 3

Alle Werte der qualitativen und quantitativen Auswertung wurden in das Tabellenkalkulationsprogramm Excel 2007 (Microsoft Office Home and Student 2007, Microsoft Corporation One, Microsoft Way Redmond, WA 98052 USA ) übernommen.

## 5. Ergebnisse

---

Die Abbildungen 3 bis 11 zeigen Beispiele von den CLSM-Untersuchungen der Tags für verschiedene Adhäsive der vorliegenden Studie.

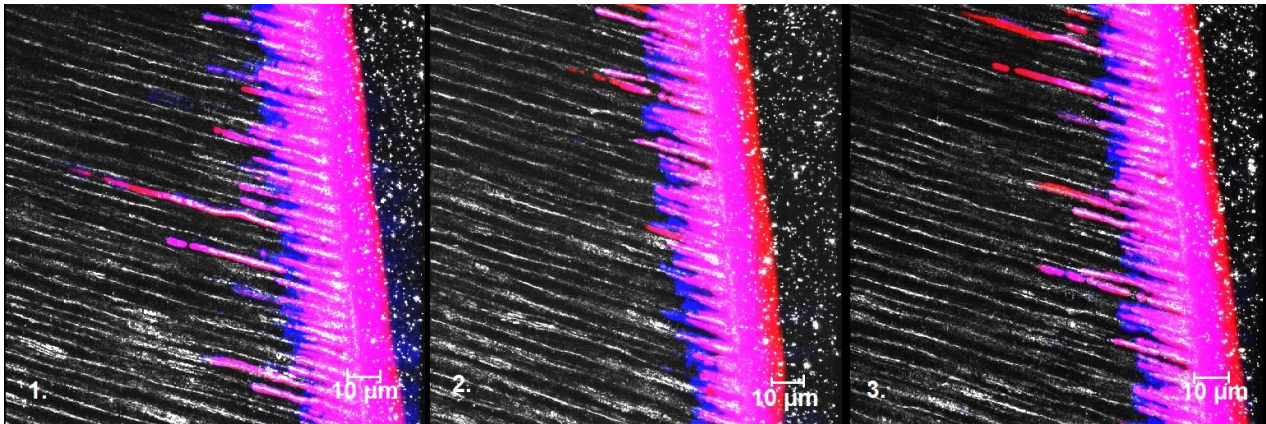


**Abb. 3: CLSM-Bild von Syntac (TÄ-3-Adhäsiv)**

- die erste Scheibe nach mezio-distalen Abschnitt
- Position d3 = 2,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

1. Fluoreszenz-Modus: die infiltrierten Tags mit Primer als blau fluoreszierender Bereich der Probe
2. Fluoreszenz-Modus: die infiltrierten Tags mit Adhäsiv als rot fluoreszierender Bereich der Probe
3. die gesamten Dentintubuli
4. Fluoreszenz-Modus: die infiltrierten Tags mit Primer + Adhäsiv als rosa Bereich der Probe und die gesamten Dentintubuli



**Abb. 4: CLSM-Bild von AdheSE, SÄ-2-Adhäsiv (1, 2, 3)**

- die erste Scheibe nach mezio-distalen Abschnitt

**1. Position d1 - 0,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze**

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

Fluoreszenz-Modus: die infiltrierten Tags mit Primer als blauer Bereich, Tags mit Adhäsiv als rote Bereiche, die infiltrierten Tags mit Primer + Adhäsiv als rosa Bereich der Probe

**2. Position d2 - 1,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze**

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 0, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

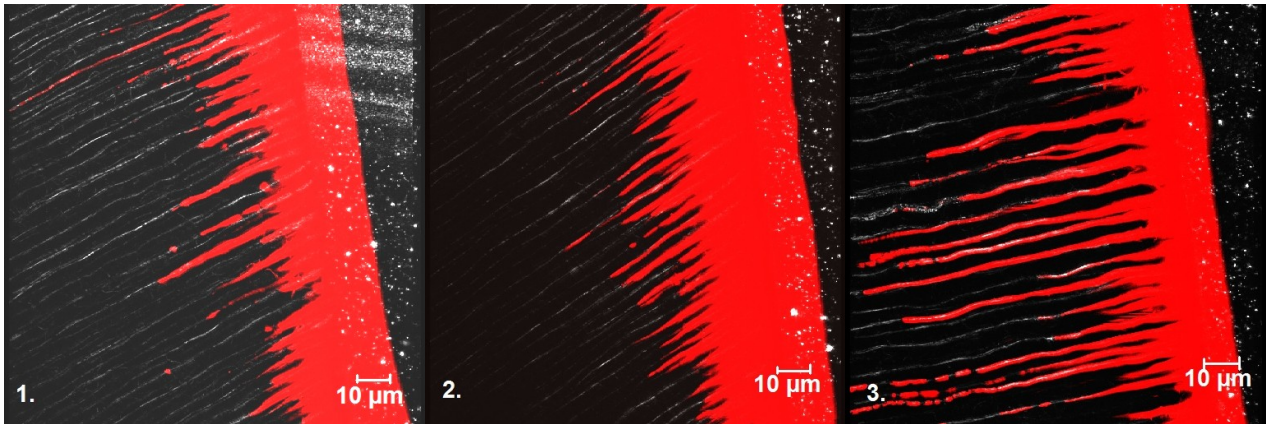
**3. Position d3 - 2,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze**

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

Bei der quantitativen Auswertung zeigt AdheSE das höchste Infiltrationsverhältnis (91,8 %) von allen 20 Adhäsive, hat aber einen Mittelwert für die Länge der Tags von lediglich 9,0 µm, während Syntac mit 20,8 µm die längsten Tags von allen 20 Adhäsiven aufweist.

In Abb. 3 und Abb. 4 lässt sich der Unterschied in der Länge der Tags zwischen AdheSE (SÄ-2) und Syntac (TÄ-3) deutlich erkennen.





**Abb. 5: CLSM-Bild von XP Bond, TÄ-2-Adhäsiv (1, 2, 3)**

- die erste Scheibe nach mezio-distalen Abschnitt

**1.** Position d1 - 0,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

**2.** Position d2 - 1,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

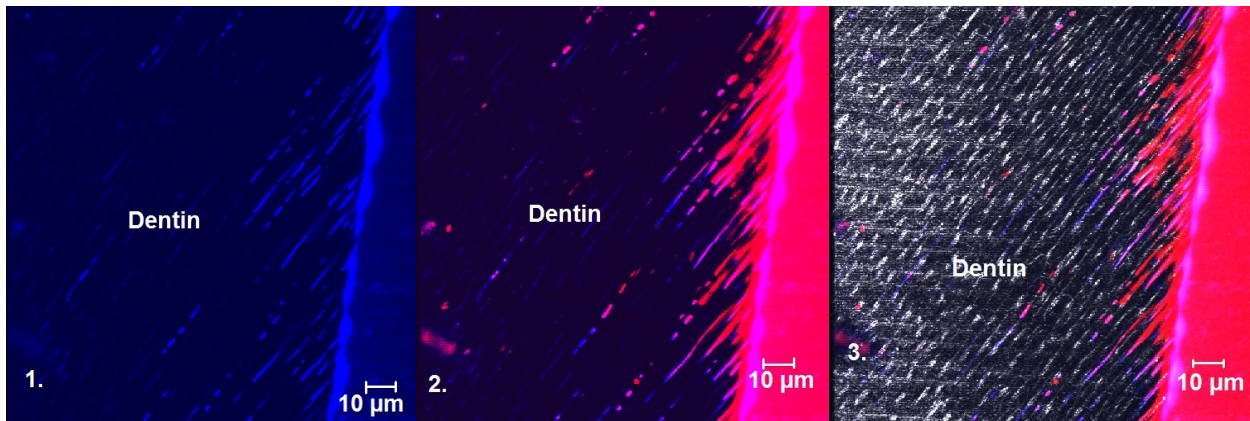
Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

**3.** Position d3 - 2,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

Bei der quantitativen Auswertung hat XP Bond ein sehr hohes Infiltrationsverhältnis (90,6 %), aber auch eine sehr große Länge der Tags (20,3 µm).

In Abb. 3 und Abb. 5 sieht man, dass die Längen der Tags von Syntac und XP Bond vergleichbar sind, die Unterschiede sind nicht statistisch signifikant, beide gehören zu den Total-Ätz-Adhäsiven.



**Abb. 6: CLSM-Bild von Silorane Systeme, SÄ-2-Adhäsiv (1, 2, 3)**

- die zweite Scheibe nach mezio-distalen Abschnitt,

Position d3 - 2,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

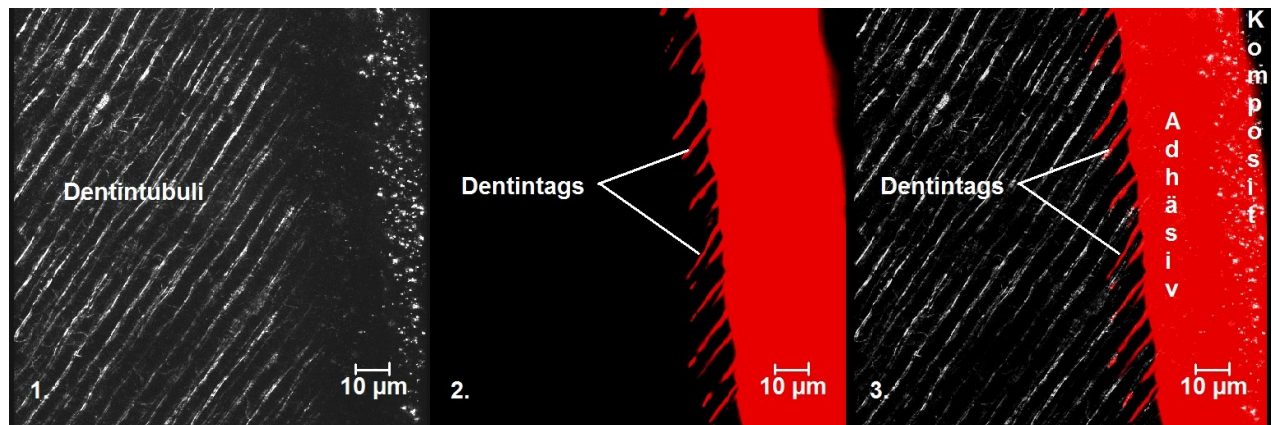
Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

Beim Silorane System -Adhäsiv ist aus chemischen Gründen der Primer rot und das Adhäsiv blau gefärbt.

1. Fluoreszenz-Modus: die infiltrierten Tags mit Adhäsiv als blauer Bereich der Probe
2. Fluoreszenz-Modus: die infiltrierten Tags mit Primer + Adhäsiv als rosa Bereich der Probe
3. Fluoreszenz-Modus: die infiltrierten Tags mit Primer + Adhäsiv als rosa Bereich der Probe und die gesamten Dentintubuli (weiß)

Silorane hat beim Infiltrationsverhältnis mit 59,8 % den letzten Platz von allen 20 Adhäsiven der vorliegenden Studie, dieser Wert ist zudem signifikant niedriger im Vergleich zum nächstfolgenden Adhäsiv. Bei der Länge der Tags ist der Mittelwert von 9,2 µm vergleichbar mit AdheSE (siehe Abb. 4) und AQ Bond.

Silorane und AdheSE gehören zu den 2-Schritt-Selbstätz-Adhäsiven, aber bei Silorane ist die Penetration des Adhäsivs wegen des polymerisierten Primers geringer.

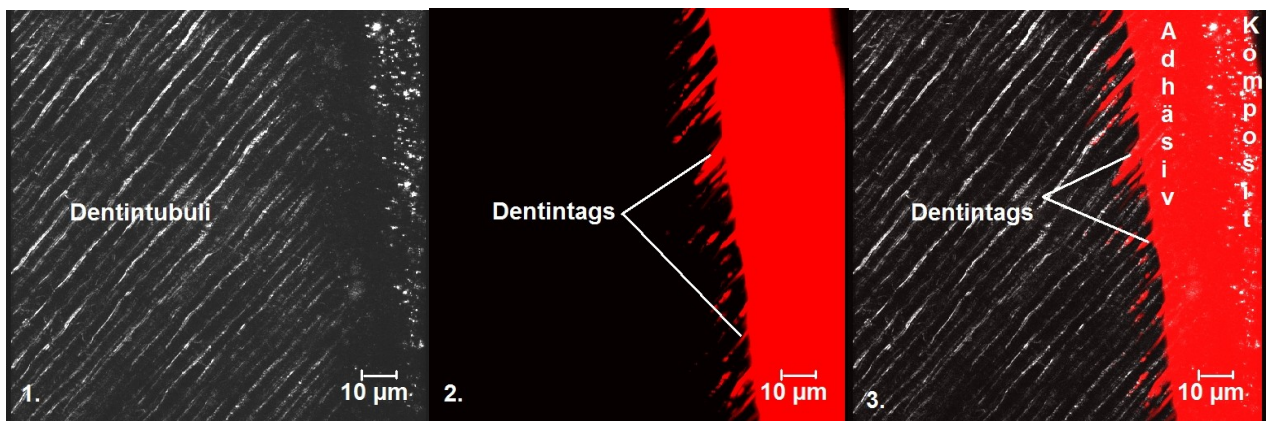


**Abb. 7: CLSM-Bild von Bond Force, SÄ-1-Adhäsiv, Eine Flasche (1, 2, 3)**

- die erste Scheibe nach mezio-distalen Abschnitt
- die Position d1 - 0,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 1, Kontinuität: 0*

1. Die gesamten Dentintubuli
2. Fluoreszenz-Modus: das Adhäsiv mit Rhodamin B-Isothiocyanat bildet Tags in Dentintubuli
3. Fluoreszenz-Modus: das Adhäsiv mit Rhodamin B-Isothiocyanat bildet Tags in Dentintubuli



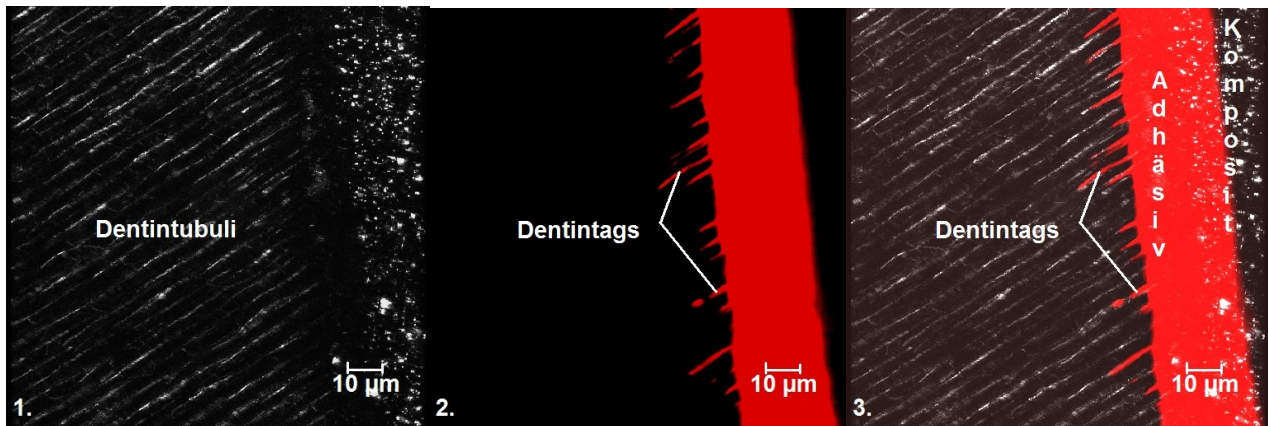
**Abb. 8: CLSM-Bild von Bond Force, SÄ-1-Adhäsiv, Eine Flasche (1, 2, 3)**

- die erste Scheibe nach mezio-distalen Abschnitt
- die Position d2 - 1,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 2, Kontinuität: 2*

1. Die gesamten Dentintubuli
2. Fluoreszenz-Modus: das Adhäsiv mit Rhodamin B-Isothiocyanat bildet Tags in Dentintubuli
3. Fluoreszenz-Modus: das Adhäsiv mit Rhodamin B-Isothiocyanat bildet Tags in Dentintubuli



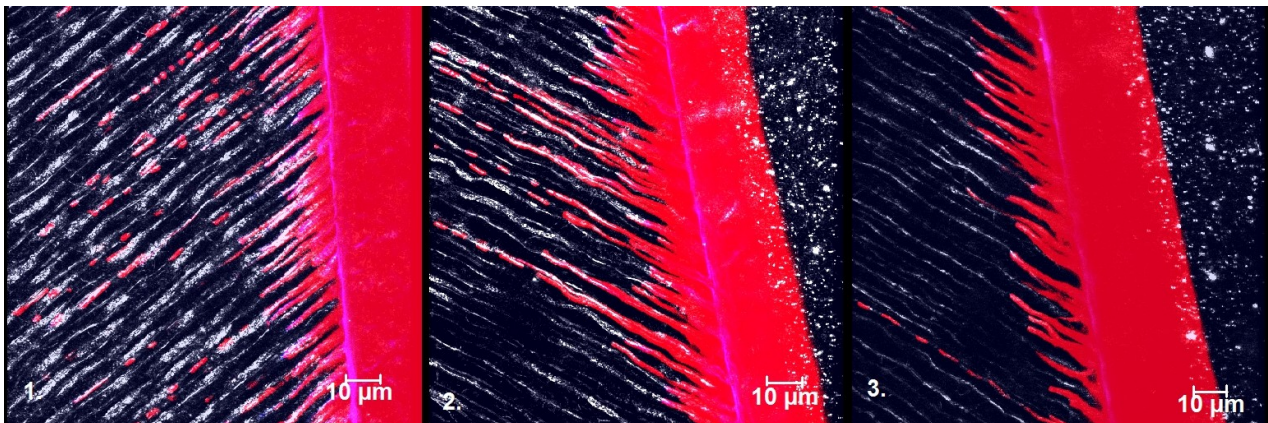


**Abb. 9: CLSM-Bild von Bond Force, SÄ-1-Adhäsiv, Eine Flasche (1, 2, 3)**

- die erste Scheibe nach mezio-distalen Abschnitt
- die Position d3 - 2,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 2, Kontinuität: 0*

Bei der quantitativen Auswertung hat Bond Force für die Länge der Tags (7,3 µm) die niedrigsten Werte von allen Materialien in der vorliegenden Studie; diese sind aber nahezu vergleichbar mit denen von Silorane (Abb. 6), AdheSE (Abb. 4) und AQ Bond.



**Abb. 10: CLSM-Bild von Solobond Plus, TÄ-3-Adhäsiv (1, 2, 3)**

- die erste Scheibe nach mezio-distalen Abschnitt

**1.** die Position d1 - 1,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

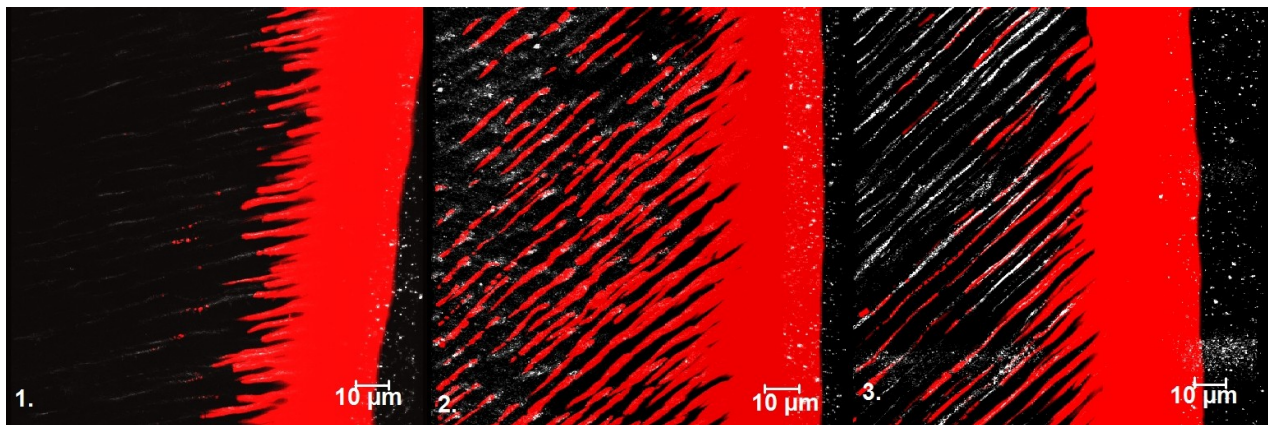
Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 2*

**2.** die Position d2 - 2,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

**3.** die Position d3 - 3,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 1, Regularität: 0, Kontinuität: 1*



**Abb. 11: CLSM-Bild von Prime&Bond NT, TÄ-2-Adhäsiv (1, 2, 3)**

- die zweite Scheibe nach mezio-distalen Abschnitt

1. die Position d1 - 1,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 0, Regularität: 0, Kontinuität: 1*

2. die Position d2 - 2,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 0, Regularität: 0, Kontinuität: 3*

3. die Position d3 - 3,5 mm Abstand von Schmelz-Dentin Grenze

Bei der qualitativen Auswertung: *Homogenität: 0, Regularität: 0, Kontinuität: 3*

Alle Bilder 1 bis 3 der Abb. 11 sind im Fluoreszenz-Modus aufgenommen und zeigen, wie das Adhäsiv mit Rhodamin B-Isocyanat in den Dentintubuli die Tags ausbildet.

In den Abbildungen 7 bis 10 erkennt man den Fluoreszenzfärbungsdurchgriff vom Adhäsiv in das Komposit. Die Applikation des farbfreien Komposits führt zu einer gemischten Oberflächenzone, in der das Komposit mit einer restlichen Schicht von Adhäsivbestandteilen verbunden ist (Pioch 1997).

Insgesamt lässt sich beim Vergleich der Abbildungen 3 bis 11 deutlich erkennen, dass die Tags hinsichtlich ihrer Form, Länge und Größe sehr verschieden sind.

Bei Syntac (Abb. 3) und XP Bond (Abb. 5) haben die Tags reduzierte Durchmesser und eine verengte Silhouette, was typisch ist für die Adhäsive, bei denen die Schmierschicht partial oder total entfernt wurde (Van Meerbeek 1992).

Bei AdheSE (Abb. 4) wurde die Schmierschicht weitgehend aufgelöst und die Eingänge der Tubuli sind sichtbar. Auch hier finden sich in der Tiefe noch Reste der Schmierpfropfen. Peritubuläres und intertubuläres Dentin wurden deutlich geringer demineralisiert als in Abb. 3 und Abb. 5.

## 5. Ergebnisse

---

Mehrere unterbrochene Tags zeigen die Adhäsivsysteme, die mit vorherigem Ätzen zu verwenden sind:

- Syntac und Solobond Plus (TÄ-3) in Abb. 3 und 10 mit Kontinuität 1 und 2,
- Prime&BondNT (TÄ-2) in Abb. 11 mit Kontinuität 3, wie selbststützende Adhäsive (SÄ-2 und SÄ-1) (Bitter 2009; Albaladejo 2010).

Bei den Abbildungen von TÄ-Adhäsiven (Abb. 3, 5, 10 und 11) haben die Tags eine konische Basis, die dicker ist als bei SÄ-Adhäsiven.

Die Tags von SÄ-Adhäsiven (Abb. 4 und 7 bis 9) sind bei der qualitativen Analyse wenig regulärer als die Tags von TÄ-Adhäsiven (Abb. 3, 5, 10, 11).

Hinsichtlich der Homogenität und der Kontinuität verhalten sich die Tags unterschiedlich, wobei beide Adhäsivsysteme (TÄ- und SÄ-Adhäsive) gute Werte haben können.

Die Fluoreszenz auf den CLSM-Bildern war uniform, was eine homogene Verteilung von Rhodamin-B vermuten lässt (siehe CLSM – Bilder, Abb. 3 bis 11).

### 5.2 Statistische Auswertung

Die statistische Auswertung der Daten erfolgte mit SPSS (IBM SPSS Statistics, USA). Abweichungen zwischen den Gruppen von Adhäsiven wurden mit Hilfe der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA,  $p < 0,05$ ) mit nachgeschaltetem Tukey-posthoc-Test ( $\alpha = 0,05$ ) sowie mit einer multifaktoriellen Varianzanalyse (allgemeines lineares Modell,  $\eta^2$ -Statistik,  $p = 0,05$ ) auf Signifikanz getestet. Mit Hilfe der statistischen Korrelationsbestimmung nach Pearson wurde die Korrelation zwischen Länge der Tags und Infiltrationsverhältnis ermittelt.

#### 5.2.a Statistische Auswertung der quantitativen Analyse

Die Tabellen 6 bis 11 bieten einen Überblick über die Werte der quantitativen Analyse (Länge der Tags und das Infiltrationsverhältnis) und den Einfluss des Adhäsivsystems, des Lösungsmittels, der Dentinposition sowie der Kombinationen von diesen Einflussfaktoren. Die Standardabweichung (SA) ist neben den Mittelwerten in Klammern gesetzt, die hochgestellten Buchstaben und Ziffern klassifizieren die homogenen Untergruppen, die durch eine einfaktorielle Varianzanalyse zur Überprüfung der Unterschiede zwischen den getesteten Materialien mit Hilfe des Tukey-posthoc-

## 5. Ergebnisse

Testes untersucht wurden.

**Tabelle 6:** Berechnete Werte für die Länge der Tags und das Infiltrationsverhältnis (Mittelwert und Standardabweichung in Klammern).

Einfluss des Adhäsivsystems auf die Länge der Tags und auf das Infiltrationsverhältnis.

Material	Adhäsivtyp	Lösungsmittel	Infiltrationsverhältnis [%]	Länge der Tags [µm]
AdheSE	SÄ-2	Wasser	91,8 <sup>K</sup> (8,9)	9,0 <sup>12</sup> (6,2)
Solobond Plus	TÄ-3	Wasser	91,7 <sup>K</sup> (8,8)	19,5 <sup>9</sup> (11,5)
XP Bond	TÄ-2	tert-Butanol	90,6 <sup>JK</sup> (8,4)	20,3 <sup>9</sup> (12,0)
Prime&Bond NT	TÄ-2	Aceton	90,5 <sup>JK</sup> (10,7)	14,5 <sup>78</sup> (10,2)
Solobond M	TÄ-2	Aceton	90,2 <sup>JK</sup> (10,4)	12,8 <sup>567</sup> (10,5)
Excite	TÄ-2	Ethanol	87,9 <sup>IJ</sup> (9,9)	10,5 <sup>234</sup> (6,39)
Clearfil SE Bond	SÄ-2	Wasser	86,9 <sup>I</sup> (12,4)	13,2 <sup>678</sup> (7,8)
AQ Bond	SÄ-1	Aceton	86,6 <sup>IJ</sup> (11,4)	9,2 <sup>123</sup> (9,6)
Adper Prompt L-Pop	SÄ-1	Wasser	86,5 <sup>I</sup> (13,3)	12,3 <sup>456</sup> (12,7)
Futurabond NR	SÄ-1	Wasser	80,4 <sup>H</sup> (17,7)	10,0 <sup>23</sup> (8,3)
Syntac	TÄ-3	Wasser	78,5 <sup>GH</sup> (16,4)	20,8 <sup>9</sup> (15,6)
Futurabond DC	SÄ-1	Aceton	78,5 <sup>GH</sup> (11,5)	14,9 <sup>8</sup> (14,1)
Adper Easy Bond	SÄ-1	Wasser	78,1 <sup>F<sup>GH</sup></sup> (21,8)	11,0 <sup>2345</sup> (7,5)
Hybrid Bond	SÄ-1	Aceton	77,1 <sup>FG</sup> (15,8)	10,4 <sup>234</sup> (6,9)
Adper Scotchbond SE	SÄ-2	Ethanol	75,5 <sup>EF</sup> (17,5)	14,4 <sup>78</sup> (11,6)
Bond Force	SÄ-1	Ethanol	73,9 <sup>DE</sup> (14,0)	7,3 <sup>I</sup> (5,0)
iBond	SÄ-1	Aceton	71,3 <sup>CD</sup> (19,8)	12,6 <sup>567</sup> (8,2)
Xeno V	SÄ-1	tert-Butanol	69,6 <sup>BC</sup> (20,1)	11,1 <sup>345</sup> (10,18)
Xeno III	SÄ-1	Ethanol	67,6 <sup>B</sup> (18,9)	14,6 <sup>78</sup> (15,6)
Silorane System	SÄ-2	Wasser	59,8 <sup>A</sup> (15,9)	9,1 <sup>123</sup> (6,1)

Bezüglich des Infiltrationsverhältnisses:

Von allen 20 Adhäsiven dieser Studie haben die folgenden das höchste Infiltrationsverhältnis: AdheSE (91,8 %, SÄ-2), Solobond Plus (91,7 %, TÄ-3), XP Bond (90,6 %, TÄ-2), Prime&Bond NT (90,5 %, TÄ-2) und Solobond M (90,2 %, TÄ-2). In Kontrast zu diesen Ergebnissen steht der niedrige Wert von Silorane System (SÄ-2) mit 59,8 %.

Bezüglich der Länge der Tags:

## 5. Ergebnisse

Von allen 20 verwendeten Adhäsiven haben die folgenden die höchste Länge der Tags:

Futurabond DC (14,9 µm, SÄ-1), Xeno III (14,6 µm, SÄ-1), Prime&Bond NT (14,5 µm, TÄ-2), Adper Scotchbond SE (14,4 µm, SÄ-2), Clearfil SE Bond (13,2 µm, SÄ-2).

Die niedrigsten Werte für diesen Parameter zeigen die folgende Materialien:

Bond Force (7,1 µm, SÄ-1), AdheSE (9,0 µm, SÄ-2), Silorane System (9,1 µm, SÄ-2), AQ Bond (9,2 µm, SÄ-1).

Tabelle 7 zeigt die Werte für die Länge der Tags und das Infiltrationsverhältnis für jedes der 20 untersuchten Adhäsive an drei unterschiedlichen Dentinpositionen, d.h. im Abstand von 0,5 mm, 1,5 mm und 2,5 mm von SDG.

**Tabelle 7:** Berechnete Werte für die Länge der Tags und das Infiltrationsverhältnis von jedem Adhäsiv und für jede Dentinposition (Mittelwert und Standardabweichung in Klammern).

Einfluss der Dentinposition auf die Länge der Tags und auf das Infiltrationsverhältnis. Gleiche hochgestellte Buchstaben in einer Zeile klassifizieren die homogenen Untergruppen für das betreffende Adhäsiv.

Material	Länge der Tags [µm]			Infiltrationsverhältnis [%]		
	0,5 mm	1,5 mm	2,5 mm	0,5 mm	1,5 mm	2,5 mm
Syntac	18,3 <sup>A</sup> (11,7)	22,1 <sup>AB</sup> (19,4)	21,1 <sup>A</sup> (14,0)	85,6 <sup>a</sup> (16,9)	80,2 <sup>b</sup> (15,0)	69,5 <sup>c</sup> (12,8)
Adper Prompt L-Pop	12,1 <sup>a</sup> (14,4)	12,8 <sup>a</sup> (13,3)	11,9 <sup>a</sup> (10,1)	89,4 <sup>A</sup> (10,1)	88,9 <sup>A</sup> (11,3)	81,3 <sup>B</sup> (15,9)
Xeno III	17,6 <sup>A</sup> (20,2)	15,0 <sup>A</sup> (16,2)	12,0 <sup>AB</sup> (9,3)	67,9 <sup>a</sup> (21,7)	68,2 <sup>a</sup> (21,5)	68,2 <sup>a</sup> (21,5)
Xeno V	13,6 <sup>a</sup> (12,8)	9,9 <sup>b</sup> (7,9)	10,6 <sup>b</sup> (9,6)	60,3 <sup>A</sup> (15,6)	75,8 <sup>B</sup> (17,5)	70,1 <sup>C</sup> (22,7)
Futurabond NR	10,8 <sup>A</sup> (9,1)	9,9 <sup>A</sup> (7,7)	9,2 <sup>A</sup> (7,9)	85,4 <sup>a</sup> (14,3)	78,2 <sup>b</sup> (16,7)	77,4 <sup>b</sup> (20,3)
Silorane System	8,3 <sup>a</sup> (6,4)	10,8 <sup>b</sup> (6,9)	8,3 <sup>a</sup> (4,8)	62,8 <sup>A</sup> (14,8)	55,9 <sup>B</sup> (14,8)	60,6 <sup>A</sup> (8,3)
iBond	12,2 <sup>A</sup> (6,6)	13,5 <sup>A</sup> (10,1)	11,9 <sup>A</sup> (6,9)	75,4 <sup>a</sup> (21,4)	76,5 <sup>a</sup> (19,5)	61,0 <sup>b</sup> (13,0)
Hybrid Bond	9,8 <sup>a</sup> (6,7)	9,7 <sup>a</sup> (5,5)	11,6 <sup>b</sup> (8,0)	75,3 <sup>A</sup> (17,7)	78,6 <sup>A</sup> (14,2)	77,2 <sup>A</sup> (15,6)
Excite	11,3 <sup>A</sup> (7,2)	9,7 <sup>A</sup> (6,0)	10,5 <sup>B</sup> (5,7)	88,1 <sup>a</sup> (10,0)	88,0 <sup>a</sup> (11,1)	87,7 <sup>a</sup> (8,7)
Solobond Plus	19,9 <sup>a</sup> (10,6)	21,5 <sup>a</sup> (12,6)	17,3 <sup>b</sup> (10,7)	94,3 <sup>A</sup> (7,0)	92,5 <sup>A</sup> (9,5)	88,5 <sup>B</sup> (8,7)
Solobond M	14,0 <sup>A</sup> (10,9)	13,8 <sup>A</sup> (12,7)	10,8 <sup>B</sup> (6,7)	85,5 <sup>a</sup> (11,6)	93,0 <sup>b</sup> (8,9)	91,0 <sup>b</sup> (9,8)
Futurabond DC	17,9 <sup>a</sup> (16,9)	13,3 <sup>b</sup> (11,8)	14,0 <sup>b</sup> (13,3)	80,8 <sup>A</sup> (13,6)	78,9 <sup>A</sup> (10,2)	76,1 <sup>B</sup> (10,2)
Prime&Bond NT	12,9 <sup>A</sup> (7,3)	15,4 <sup>A</sup> (11,5)	14,7 <sup>A</sup> (10,5)	90,2 <sup>a</sup> (13,8)	93,6 <sup>b</sup> (10,6)	88,0 <sup>c</sup> (8,0)
Clearfil SE Bond	13,2 <sup>a</sup> (7,3)	12,6 <sup>a</sup> (7,7)	13,7 <sup>b</sup> (8,2)	94,7 <sup>A</sup> (9,9)	86,9 <sup>B</sup> (11,4)	80,5 <sup>C</sup> (11,6)
XP Bond	21,5 <sup>A</sup> (6,7)	16,4 <sup>B</sup> (11,1)	23,1 <sup>A</sup> (19,6)	95,6 <sup>a</sup> (4,9)	91,7 <sup>b</sup> (6,6)	85,4 <sup>c</sup> (9,3)
AQ Bond	8,3 <sup>a</sup> (8,7)	8,2 <sup>a</sup> (6,6)	10,9 <sup>b</sup> (12,2)	85,5 <sup>A</sup> (8,7)	92,9 <sup>B</sup> (10,9)	86,8 <sup>A</sup> (7,9)
Scotchbond SE	12,7 <sup>A</sup> (12,3)	16,5 <sup>B</sup> (12,5)	13,9 <sup>A</sup> (9,8)	81,7 <sup>a</sup> (12,7)	74,6 <sup>b</sup> (15,6)	71,0 <sup>b</sup> (15,6)
Adhe SE	7,8 <sup>a</sup> (5,1)	9,3 <sup>b</sup> (5,6)	9,6 <sup>b</sup> (7,1)	95,2 <sup>A</sup> (6,7)	89,4 <sup>B</sup> (10,6)	91,4 <sup>C</sup> (8,0)
Bond Force	7,6 <sup>A</sup> (4,9)	7,4 <sup>A</sup> (5,0)	6,8 <sup>A</sup> (4,9)	74,9 <sup>a</sup> (14,8)	72,7 <sup>a</sup> (13,2)	74,2 <sup>a</sup> (13,9)
Adper Easy Bond	11,2 <sup>a</sup> (7,4)	11,5 <sup>b</sup> (7,8)	10,2 <sup>b</sup> (7,1)	76,5 <sup>A</sup> (14,8)	80,1 <sup>B</sup> (20,1)	77,4 <sup>B</sup> (24,5)



Tabelle 8 zeigt den Einfluss des Lösungsmittels des Adhäsivs, des Adhäsivtyps, der Dentinposition sowie ihrer Kombinationen auf die Länge der Tags und auf das Infiltrationsverhältnis. Der Vergleich erfolgt mit Hilfe des allgemeinen linearen Modells ( $\eta^2$  Statistik,  $p = 0,05$ ).

**Tabelle 8:** Einfluss des Lösungsmittels, des Adhäsivtyps, der Dentinposition und ihrer Kombinationen auf die Länge der Tags und auf das Infiltrationsverhältnis.

Die  $\eta^2$ -Werte zeigen, wie hoch der Einfluss des Lösungsmittels, des Adhäsivtyps, der Dentinposition und ihrer Kombinationen auf die Länge der Tags und auf das Infiltrationsverhältnis sind.

Einflussfaktor	Länge der Tags	Infiltrationsverhältnis
Lösungsmittel	0,004	0,027
Adhäsivtyp	0,060	0,196
Dentinposition	0,001	0,053
Lösungsmittel + Adhäsivtyp	0,005	0,009
Lösungsmittel + Dentinposition	0,001	0,006
Adhäsivtyp + Dentinposition	0,004	0,010

Das Lösungsmittel hat einen signifikanten statistischen Einfluss auf beide Parameter der quantitativen Analyse ( $p < 0,001$ ), wobei der Einfluss des Lösungsmittels auf die Länge der Tags ( $\eta^2 = 0,004$ ) niedriger ist als der Einfluss auf das Infiltrationsverhältnis ( $\eta^2 = 0,027$ ).

Der Adhäsivtyp hat ebenfalls einen signifikanten statistischen Einfluss auf die Parameter der quantitativen Analyse ( $p < 0,001$ ); auch hier ist der Einfluss auf die Länge der Tags ( $\eta^2 = 0,060$ ) niedriger als der Einfluss auf das Infiltrationsverhältnis ( $\eta^2 = 0,196$ ).

Die Dentinposition beeinflusst statistisch signifikant beide Parameter der quantitativen Analyse ( $p < 0,001$ ). Der Einfluss auf die Länge der Tags ( $\eta^2 = 0,001$ ) ist hier ebenfalls niedriger als der Einfluss auf das Infiltrationsverhältnis ( $\eta^2 = 0,010$ ).

Die Kombinationen „Lösungsmittel + Adhäsivtyp“, „Lösungsmittel + Dentinposition“, „Adhäsivtyp + Dentinposition“ beeinflussen statistisch signifikant beide Parameter der quantitativen Analyse ( $p < 0,001$ ). Die Einflüsse der Kombinationen sind wie folgt: „Lösungsmittel + Adhäsivtyp“ ( $\eta^2 = 0,005$  für die Länge der Tags und  $\eta^2 = 0,009$  für das Infiltrationsverhältnis), „Lösungsmittel + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,001$  für die Länge der Tags und  $\eta^2 = 0,006$  für das Infiltrationsverhältnis) und „Adhäsivtyp + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,004$  für die Länge der Tags und  $\eta^2 = 0,010$  für das Infiltrationsverhältnis).

Insgesamt ist in der Tabelle 8 für alle Faktoren der Einfluss auf das Infiltrationsverhältnis jeweils größer als der Einfluss auf die Länge der Tags.

Tabelle 9 zeigt den Einfluss des Materials, des Zahntyps, der Scheibenummer (erste und zweite mittig nach seitlich geschnittene Zahnscheibe, siehe Seite 29) und der Dentinposition sowie ihrer Kombinationen auf die Gesamtzahl der gefüllten Dentintubuli. Der Vergleich erfolgt mit Hilfe des allgemeinen linearen Modells ( $\eta^2$  Statistik,  $p = 0,05$ ).

**Tabelle 9:** Einfluss von Adhäsivtyp, Zahntyp, Scheibenummer und Dentinposition sowie ihrer Kombinationen auf die Gesamtzahl der gefüllten Dentintubuli. In der Tabelle verwendete Abkürzungen für die Einflussfaktoren: a: Adhäsivtyp, b: Zahntyp, c: Scheibenummer, d: Dentinposition, e: Adhäsivtyp + Zahntyp, f: Adhäsivtyp + Scheibenummer, g: Adhäsivtyp + Dentinposition, h: Zahntyp + Scheibenummer, i: Zahntyp + Dentinposition, j: Scheibenummer + Dentinposition, k: Adhäsivtyp + Zahntyp + Scheibenummer, l: Adhäsivtyp + Zahntyp + Dentinposition, m: Adhäsivtyp + Scheibenummer + Dentinposition, n: Zahntyp + Scheibenummer + Dentinposition, o: Adhäsivtyp + Zahntyp + Scheibenummer + Dentinposition.

Die  $\eta^2$ -Werte zeigen, wie hoch der Einfluss der Einflussfaktoren (a-o) auf die Gesamtzahl der gefüllten Dentintubuli ist.

Einflussfaktor	a	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l	m	n	o
$\eta^2$ (Gesamtzahl der gefüllten Dentintubuli)	0,701	0,131	0,022	0,542	0,590	0,132	0,345	0,077	0,066	0,007	0,461	0,333	0,097	0,088	0,311

Alle Einflussfaktoren in Tabelle 9 (a-o) haben einen signifikanten statistischen Einfluss auf die Gesamtzahl der gefüllten Dentintubuli ( $p < 0,001$ ).

Bezüglich der Höhe des Einflusses auf die Gesamtzahl der gefüllten Dentintubuli sortieren sich die Einflussfaktoren wie folgt: das Adhäsiv ( $\eta^2 = 0,701$ ), die Dentinposition ( $\eta^2 = 0,542$ ), der Zahntyp ( $\eta^2 = 0,131$ ) und die Scheibenummer ( $\eta^2 = 0,022$ ). Der Einfluss des Adhäsivs ist hier wiederum der höchste von allen Einflussfaktoren, während die Scheibenummer den niedrigsten Wert aufweist (Tabelle 9).

Die folgenden Kombinationen von Einflussfaktoren haben einen signifikanten statistischen Einfluss auf die Gesamtzahl der gefüllten Dentintubuli ( $p < 0,001$ ). Die Einflusswerte sind:

- „Adhäsivtyp + Zahntyp“ ( $\eta^2 = 0,590$ )
- „Adhäsivtyp + Scheibenummer“ ( $\eta^2 = 0,077$ )
- „Adhäsivtyp + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,345$ )
- „Zahntyp + Scheibenummer“ ( $\eta^2 = 0,077$ )
- „Zahntyp + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,066$ )
- „Scheibenummer + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,007$ )
- „Adhäsiv + Zahntyp + Scheibenummer“ ( $\eta^2 = 0,461$ )

## 5. Ergebnisse

- „Adhäsiv + Zahntyp + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,333$ )
- „Adhäsiv + Scheibenummer + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,097$ )
- „Zahntyp + Scheibenummer + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,088$ )
- „Adhäsiv + Zahntyp + Scheibenummer + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,311$ )

In der Tabelle 9 hat somit das Adhäsiv ( $\eta^2 = 0,701$ ) die höchsten Werte für den Einfluss auf die Gesamtzahl der gefüllten Dentintubuli, wohingegen die Kombination „Scheibenummer + Dentinposition“ ( $\eta^2 = 0,007$ ) den niedrigsten Wert für den Einfluss auf die Gesamtzahl der gefüllten Dentintubuli von allen Einflussfaktoren aufweist.

Tabelle 10 zeigt den Einfluss der vier untersuchten Adhäsivklassen auf die beiden Parameter der quantitativen Analyse (d.h. das Infiltrationsverhältnis und die Länge der Tags).

**Tabelle 10:** Berechnete Werte für das Infiltrationsverhältnis und die Länge der Tags für jede Adhäsivklasse (Mittelwert und Standardabweichung in Klammern).

Adhäsivklasse	Infiltrationsverhältnis [%]	Länge der Tags [µm]
TÄ-2	89,9 <sup>4</sup> (9,9)	14,8 <sup>c</sup> (12,4)
TÄ-3	85,7 <sup>3</sup> (9,3)	20,1 <sup>b</sup> (13,5)
SÄ-2	81,0 <sup>2</sup> (17,7)	11,6 <sup>a</sup> (8,6)
SÄ-1	78,1 <sup>1</sup> (17,7)	11,2 <sup>a</sup> (10,4)

Von allen vier Klassen von Adhäsivsystemen haben die TÄ-2 mit 89,9 % das beste Infiltrationsverhältnis, gefolgt von den TÄ-3 (85,7 %) und SÄ-2 (81,0 %) sowie den SÄ-1 (78,1 %).

Hingegen haben die TÄ-3 mit durchschnittlich 20,1 µm die längsten Tags, gefolgt von den TÄ-2 (14,8 µm) und den SÄ, bei denen die Zahl der Arbeitsschritte keinen statistischen Einfluss hat (die Länge der Tags ist für SÄ-2 mit 11,6 µm und für SÄ-1 mit 11,2 µm nahezu identisch).

Die Tabelle 11 zeigt den Einfluss der drei untersuchten Dentinpositionen (0,5, 1,5 und 2,5 mm von SDG) auf die Parameter der quantitativen Analyse (das Infiltrationsverhältnis und die Länge der Tags) für jede Adhäsivklasse: TÄ mit TÄ-1 und TÄ-2 und SÄ mit SÄ-2 und SÄ-1. Diese Tabelle 11 zeigt auch die berechnete Länge der Tags und das Infiltrationsverhältnis für jede Dentinposition.

**Tabelle 11:** Einfluss der Dentinposition auf die Länge der Tags und auf das Infiltrationsverhältnis für jede Adhäsivklasse (Mittelwert und Standardabweichung in Klammern). Einfluss der Dentinposition auf die Länge der Tags und auf das Infiltrationsverhältnis. Gleiche hochgestellte Buchstaben in einer Zeile klassifizieren die homogenen Untergruppen für die betreffende Adhäsivklasse.

## 5. Ergebnisse

Adhäsivklasse	Länge der Tag (SA) [ $\mu\text{m}$ ]			Infiltrationsverhältnis (SA) [%]		
	0,5 mm	1,5 mm	2,5 mm	0,5 mm	1,5 mm	2,5 mm
TÄ-3	19,2 <sup>A</sup> (11,2)	22,1 <sup>B</sup> (16,1)	18,9 <sup>B</sup> (12,3)	90,2 <sup>a</sup> (13,3)	86,9 <sup>a</sup> (13,8)	80,3 <sup>a</sup> (14,2)
TÄ-2	15,1 <sup>a</sup> (12,7)	14,1 <sup>b</sup> (11,0)	15,8 <sup>a</sup> (13,2)	90,2 <sup>A</sup> (10,9)	91,8 <sup>b</sup> (9,6)	87,9 <sup>c</sup> (9,1)
SÄ-2	10,7 <sup>A</sup> (8,6)	12,3 <sup>A</sup> (8,9)	11,6 <sup>A</sup> (8,2)	85,9 <sup>a</sup> (18,0)	79,6 <sup>b</sup> (17,5)	78,4 <sup>c</sup> (16,8)
SÄ-1	11,8 <sup>a</sup> (11,8)	10,9 <sup>b</sup> (9,8)	10,8 <sup>b</sup> (9,5)	78,6 <sup>A</sup> (18,1)	79,9 <sup>B</sup> (16,5)	76,0 <sup>B</sup> (18,3)

Bei den TÄ-3-Adhäsiven:

- die Tags an der ersten Dentinposition (0,5 mm von SDG) sind kürzer als die Tags an der zweiten (1,5 mm von SDG) und dritten (2,5 mm von SDG) Dentinposition, zwischen denen es keinen statistisch signifikanten Unterschied gibt.
- die Dentinposition hat keinen statistisch signifikanten Einfluss auf das Infiltrationsverhältnis.

Bei den TÄ-2-Adhäsiven:

- zwischen den Tags an der ersten und dritten Dentinposition gibt es keine statistisch signifikanten Unterschiede, sie sind lediglich etwas länger als die Tags an der zweiten Dentinposition.
- das Infiltrationsverhältnis steigt von der ersten zur zweiten Dentinposition hin leicht an, sinkt aber an der dritten Dentinposition auf den kleinsten Wert von allen ab.

Bei den SÄ-2-Adhäsiven:

- die Dentinposition hat keinen statistisch signifikanten Einfluss auf die Länge der Tags
- die Infiltrationsverhältnis sinkt von der ersten bis zur dritten Dentinposition.

Bei den SÄ-Adhäsiven:

- die Tags sind an der ersten Dentinposition länger als an der zweiten und dritten Dentinposition, zwischen denen es keine statistisch signifikanten Unterschiede gibt.
- die Infiltrationsverhältnis steigt von der ersten bis zur zweiten Dentinposition, sinkt aber an der dritten Dentinposition auf den kleinsten Wert von allen ab.

### 5.2.b Statistische Auswertung der qualitativen Analyse

**Tabelle 12:** Die Auswertung der qualitativen Analyse für jede Adhäsivklasse mit den drei oben beschriebenen Kriterien Homogenität, Regularität und Kontinuität.

Adhäsivklasse	Homogenität				Regularität				Kontinuität			
	Auswertung [%]				Auswertung [%]				Auswertung [%]			
	0	1	2	3	0	1	2	3	0	1	2	3
SÄ-2	19,0	79,1	1,9	0	68,2	25,0	6,8	0	37,2	35,0	25,2	2,6
TÄ-2	31,4	64,4	4,2	0	91,7	8,2	0,1	0	46,6	31,9	17,7	3,8
TÄ-3	31,3	65,2	3,5	0	84,8	14,7	0,5	0	38,9	27,6	21,1	12,4
SÄ-1	37,2	57,9	4,9	0	62,5	31,1	6,3	0	33,4	31,6	17,9	17,1

In der vorliegenden Studie sind die Adhäsive mit großer Anzahl von Score 0 mehr homogen/regulär/kontinuierlich als die Adhäsive mit der größten Anzahl von Score 1, 2 oder 3.

Betreffend Homogenität sind somit die SÄ-1-Adhäsive mit 37,2 % Score 0 die besten. Die TÄ-2 und die TÄ-3-Adhäsive folgen mit 31,4 % und 31,3 % Score 0. Auffallend ist, dass der Unterschied zwischen den beiden Varianten von TÄ-Adhäsiven hier sehr klein ist. Die SÄ-2 Adhäsive sind mit 19,0 % Score 0 am wenigsten homogen.

Betreffend Regularität sind hingegen die TÄ-2-Adhäsive mit 91,7 % Score 0 am besten. Die TÄ-3-Adhäsive folgen mit 84,8 % Score 0. Auf dem dritten und vierten Platz liegen hier die SÄ-2 und SÄ-1-Adhäsive mit 68,2 % und 62,5 % Score 0, wobei der Unterschied zwischen den TÄ-Adhäsiven und den SÄ-Adhäsiven auffallend groß ist.

Betreffend Kontinuität sind die TÄ-2-Adhäsive mit 46,6 % Score 0 die besten. Die TÄ-3- und die SÄ-2-Adhäsive folgen mit 38,9 % und 37,2 % Score 0, wobei der Unterschied zwischen den vorgenannten Adhäsiven sehr klein ist. Auf dem letzten Platz sind hier die SÄ-1-Adhäsive mit 33,4 % Score 0.

Tabelle 13 zeigt den Einfluss des Lösungsmittels des Adhäsivs, des Adhäsivtyps und der Dentinposition auf die drei Kriterien der qualitativen Analyse der Tags (Homogenität, Regularität, Kontinuität) sowie auf ihre Kombinationen (Homogenität + Regularität, Homogenität + Kontinuität, Regularität + Kontinuität, Homogenität + Regularität + Kontinuität). Der Vergleich erfolgte mit Hilfe des allgemeinen linearen Modells ( $\eta^2$  Statistik,  $p = 0,05$ ).

## 5. Ergebnisse

**Tabelle 13:** Einfluss des Lösungsmittels des Adhäsivs, des Adhäsivtyps und der Dentinposition auf die Kriterien der qualitativen Analyse der Tags. In der Tabelle verwendete Abkürzungen für Einflussfaktoren: A: Homogenität, B: Regularität, C: Kontinuität, D: Homogenität + Regularität, E: Homogenität + Kontinuität, F: Regularität + Kontinuität, G: Homogenität + Regularität + Kontinuität.

NS = nicht signifikant

Einflussfaktoren	A	B	C	D	E	F	G
Adhäsivtyp	0,006	0,007	0,005	0,002	0,003	0,008	0,006
Lösungsmittel	NS	0,001	0,013	NS	0,006	0,007	0,007
Dentinposition	0,003	NS	0,004	NS	0,004	0,010	0,007

Der Adhäsivtyp hat einen signifikanten statistischen Einfluss auf alle drei Kriterien ( $p < 0,001$ ) und auf alle ihre Kombinationen ( $p < 0,001$ ). Die Einflusswerte sind:  $\eta^2 = 0,006$  für Homogenität,  $\eta^2 = 0,007$  für Regularität und  $\eta^2 = 0,005$  für Kontinuität,  $\eta^2 = 0,002$  für „Homogenität + Regularität“,  $\eta^2 = 0,003$  für „Homogenität + Kontinuität“,  $\eta^2 = 0,008$  für „Regularität + Kontinuität“ und  $\eta^2 = 0,006$  für „Homogenität + Regularität + Kontinuität“.

Der Adhäsivtyp hat auf die Kombination „Regularität + Kontinuität“ insgesamt den höchsten Einfluss ( $\eta^2 = 0,008$ ) und zeigt für die Kombination „Homogenität + Regularität“ ( $\eta^2 = 0,002$ ) den niedrigste Einflusswert.

Das Lösungsmittel hat einen signifikanten statistischen Einfluss nur auf die Kriterien Regularität ( $p < 0,001$ ) und Kontinuität ( $p < 0,001$ ) sowie auf die drei Kombinationen dieser Kriterien ( $p < 0,001$ ). Die Einflusswerte sind:  $\eta^2 = 0,001$  für Regularität,  $\eta^2 = 0,013$  für Kontinuität,  $\eta^2 = 0,006$  für „Homogenität + Kontinuität“,  $\eta^2 = 0,007$  für „Regularität + Kontinuität“ und  $\eta^2 = 0,007$  für „Homogenität + Regularität + Kontinuität“.

Das Lösungsmittel hat insgesamt den höchsten Einfluss auf das Kriterium Kontinuität ( $\eta^2 = 0,013$ ) und den niedrigsten Einfluss auf das Kriterium Regularität ( $\eta^2 = 0,001$ ).

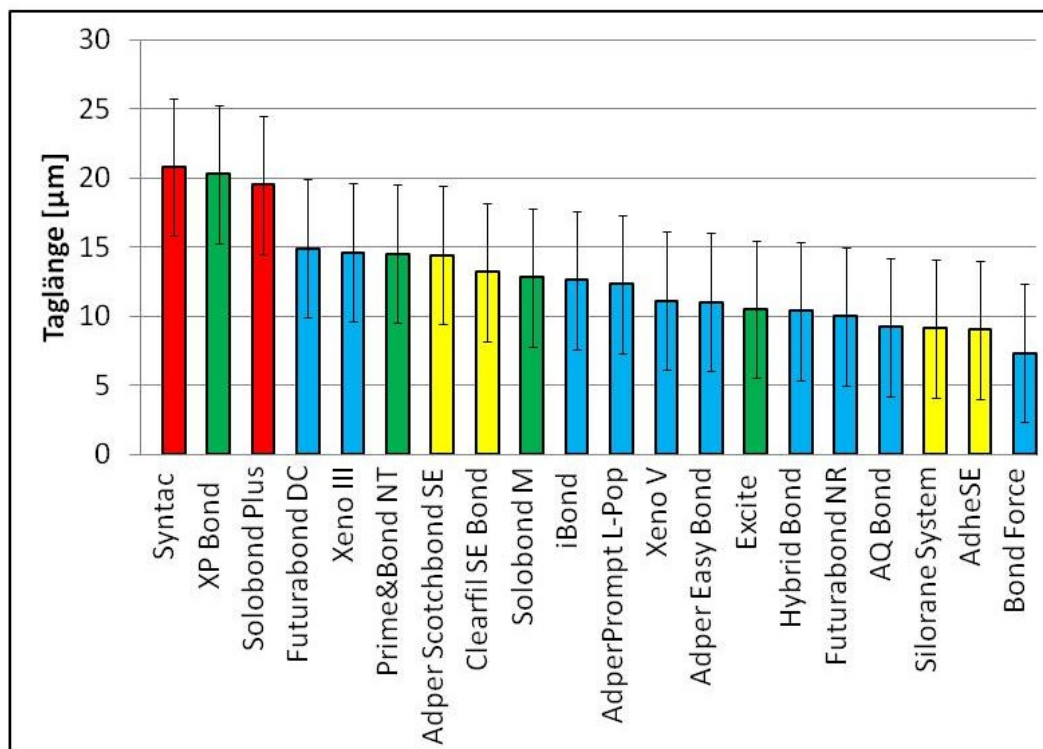
Die Dentinposition hat einen signifikanten statistischen Einfluss nur auf die Kriterien Homogenität und Kontinuität ( $p < 0,001$ ) und auf die Kombinationen „Homogenität + Kontinuität“, „Regularität + Kontinuität“ und „Homogenität + Regularität + Kontinuität“ ( $p < 0,001$ ). Die Einflusswerte sind:  $\eta^2 = 0,003$  für Homogenität,  $\eta^2 = 0,004$  für Kontinuität,  $\eta^2 = 0,004$  für „Homogenität + Kontinuität“,  $\eta^2 = 0,010$  für „Regularität + Kontinuität“ und  $p = 0,007$  für „Homogenität + Regularität + Kontinuität“. Die Dentinposition zeigt ihren höchsten Einflusswert für die Kombination „Regularität + Kontinuität“ ( $\eta^2 = 0,010$ ), während der Einfluss auf das Kriterium Homogenität ( $\eta^2 = 0,003$ ) am niedrigsten ist.

Der Höchstwert in dieser Statistik von Tabelle 13 ergibt sich für den Einfluss des Lösungsmittels

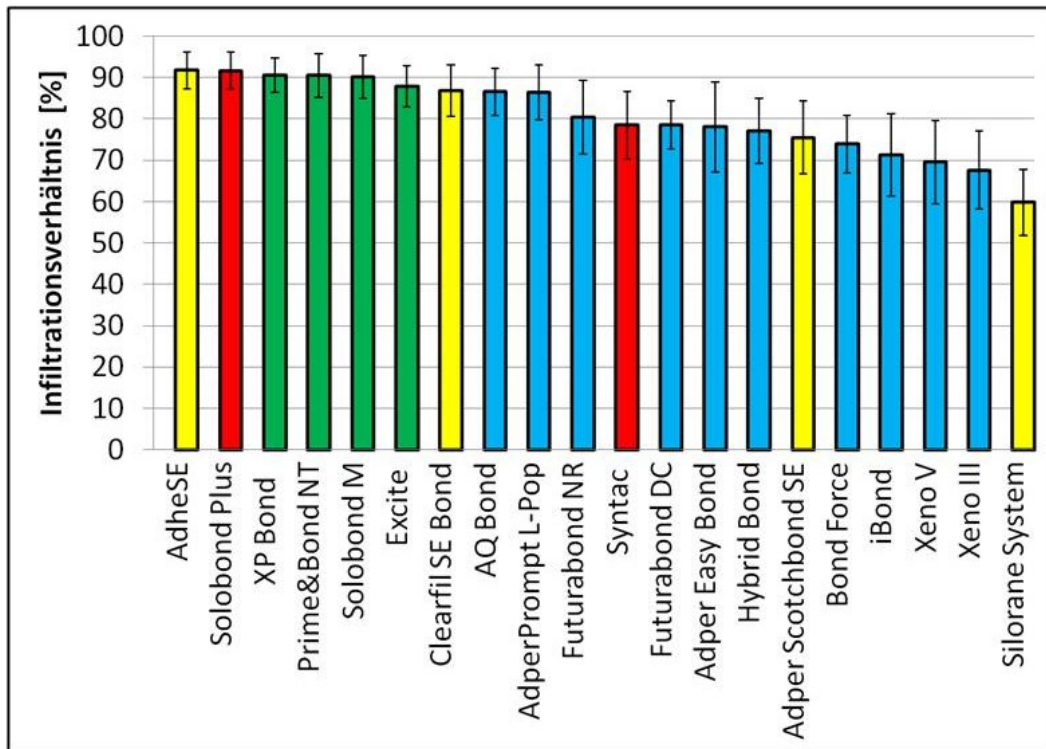
## 5. Ergebnisse

auf das Kriterium Kontinuität ( $\eta^2 = 0,013$ ), während der Einfluss des Lösungsmittels auf das Kriterium Regularität ( $\eta^2 = 0,001$ ) den insgesamt niedrigsten Wert aufweist.

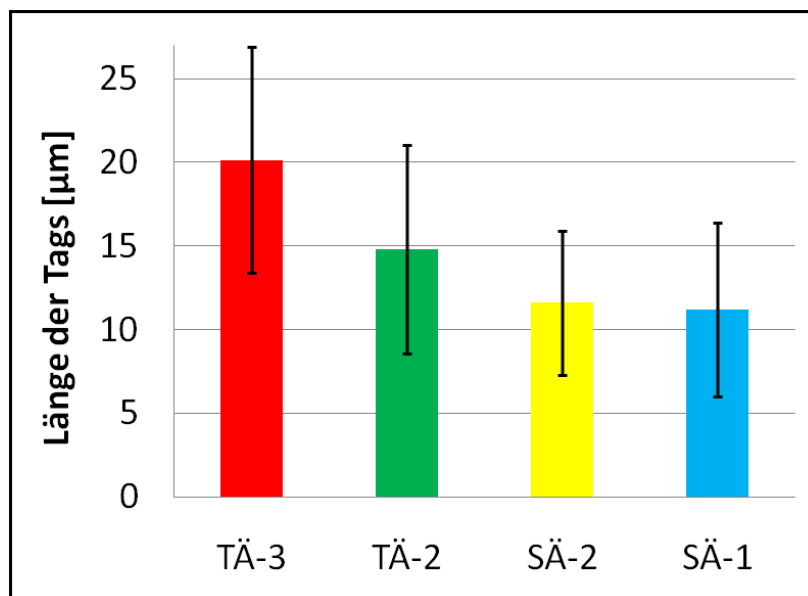
Die Ergebnisse der statistischen Auswertung der quantitativen und qualitativen Analyse sind in den Abbildungen 12 bis 16 grafisch dargestellt.



**Abb. 12:** Die Länge der Tags in Abhängigkeit vom Adhäsiv. Die unterschiedlichen Farben zeigen die Zugehörigkeit zu den in Tabelle 10 genannten Adhäsivklassen TÄ-3 (rot), TÄ-2 (grün), SÄ-2 (gelb), SÄ-1 (blau)

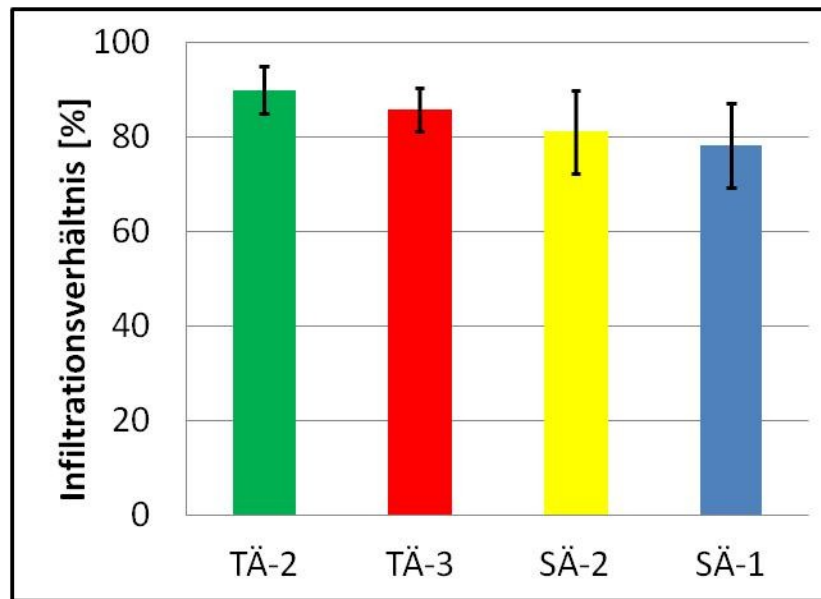


**Abb. 13:** Das Infiltrationsverhältnis in Abhängigkeit vom Adhäsiv. Die unterschiedlichen Farben zeigen die Zugehörigkeit zu den in Tabelle 10 genannten Adhäsivklassen TÄ-3 (rot), TÄ-2 (grün), SÄ-2 (gelb), SÄ-1 (blau)

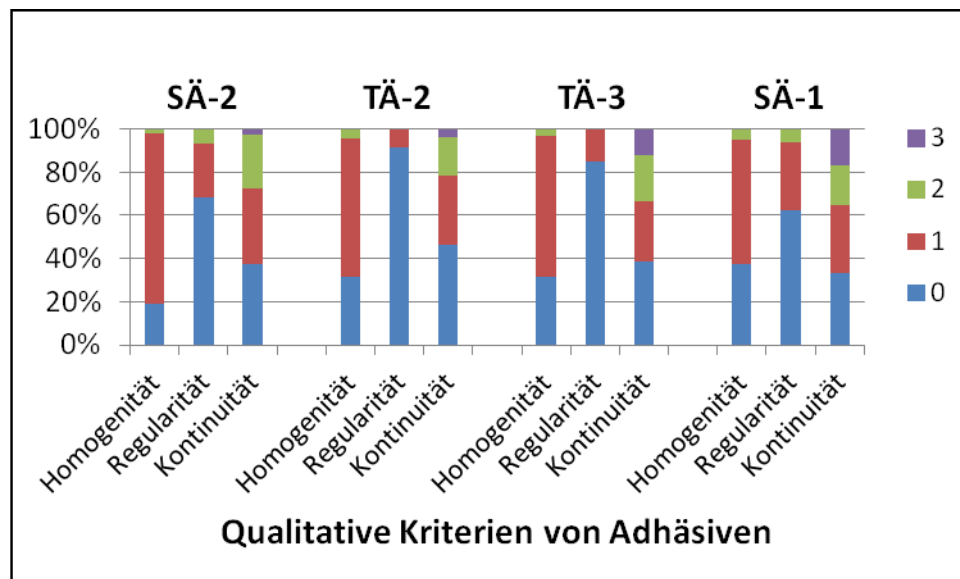


**Abb. 14:** Die Länge der Tags in Abhängigkeit vom Adhäsivtyp. Die unterschiedlichen Farben zeigen die Zugehörigkeit zu den in Tabelle 10 genannten Adhäsivklassen TÄ-3 (rot), TÄ-2 (grün), SÄ-2 (gelb), SÄ-1 (blau)





**Abb. 15:** Das Infiltrationsverhältnis in Abhängigkeit vom Adhäsivtyp. Die unterschiedlichen Farben zeigen die Zugehörigkeit zu den in Tabelle 10 genannten Adhäsivklassen TÄ-3 (rot), TÄ-2 (grün), SÄ-2 (gelb), SÄ-1 (blau)



**Abb. 16:** Die Kriterien der qualitativen Analyse. Die unterschiedlichen Farben zeigen die Zugehörigkeit zu den definierten Scores: 0 (blau), 1 (rot), 2 (grün) und 3 (lila)

## 6. Diskussion

Das Prinzip von Zahnadhäsiven ist die Bildung einer Hybridschicht (Nakabayashi 1991) sowie die Dentininfiltation und die Ausformung der Zapfen („Tags“) in den Dentinkanälchen (Ferrari 1996). Im Rahmen der vorliegenden Studie wurden mehrere interessante Informationen über die Adhäsiv-Dentin-Grenzfläche von 20 verschiedene Adhäsiven gewonnen.

Im ersten Teil der Arbeit wurde im Rahmen einer quantitativen Analyse die Länge der Tags und das Infiltrationsverhältnis (Prozentzahl der gefüllten Tags) gemessen und in einer qualitativen Analyse die Homogenität, Regularität und Kontinuität der Tags bestimmt.

Im zweiten Teil der Arbeit wurde der Einfluss des Adhäsivsystems, des Lösungsmittels des Adhäsives, des Adhäsivtyps, der Dentinposition, Scheibenummer und Zahntyp und ihrer Kombinationen auf die quantitative und qualitative Dentininfiltationsfähigkeit untersucht.

In der vorliegende Arbeit wurde das Adhäsiv mit idealer Penetration bestimmt als das Adhäsiv mit den höchsten Werten von allen für beide Parameter der quantitativen Analyse, d.h. die Länge der Tags und das Infiltrationsverhältnis.

Das Infiltrationsverhältnis hat für AdheSE (SÄ-2, 91,8 %), Solobond Plus (TÄ-3, 91,7 %), XP Bond (TÄ-2, 90,6 %), Prime&Bond NT (TÄ-2, 90,5 %) und Solobond M (TÄ-2, 90,2 %) keine statistische Signifikanz und ist für betreffenden Adhäsive annähernd gleich hoch (siehe Tabelle 6).

Die Länge der Tags hat für Solobond Plus (19,5 µm), XP Bond (20,3 µm) und Syntac (TÄ-3, 20,8 µm) keine statistische Signifikanz und die höchsten Werte von allen getesteten Adhäsiven (siehe Tabelle 6). In Kontrast dazu zeigt AdheSE das höchste Infiltrationsverhältnis, aber eine relativ kleine Länge der Tags (9,0 µm). Für Solobond Plus ergibt sich somit insgesamt eine gute Infiltration für beide Parameter.

Einige frühere Studien (De Munck 2005; De Munck 2005; Van Landuyt 2006; Bitter 2009; Mine 2009; Perdigão 2010; Pashley 2011) zeigten, dass die TÄ ein besseres Verbundfestigkeit zeigen als SÄ. Generell liefern in der gleichen Adhäsivklasse die 3-Arbeitsschritte-TÄ bessere Ergebnisse als die 2-Arbeitsschritte-TÄ (De Munck 2005; Pashley 2011), und die 2-Arbeitsschritte-SÄ sind besser als die 1-Arbeitsschritte-SÄ (De Munck 2005; De Munck 2005; Van Landuyt 2006).

Die bessere Verbundfestigkeit von TÄ ist daher in Abhängigkeit von ihren Ätzschritten zu betrachten (Margvelashvili 2010). In der vorliegenden Studie wurden verschiedene Adhäsivsysteme mit unterschiedlichen Konzepten der Schmierschichtbehandlung untersucht.

Bei den TÄ-3 und TÄ-2 erfolgt eine teilweise oder totale Auflösung der Schmierschicht, was zu einer erhöhten Infiltration führt, deswegen sind die Penetrationswerte hier höher im Vergleich zu

denen der SÄ-Adhäsive (Van Meerbeek 1992; Margvelashvili 2010; Perdigão 2010). Aus dem gleichen Grund sind die Tags von TÄ-Adhäsiven länger, schmaler und mehr distinkt (unterschiedlich geformt) wie die Tags von SÄ-Adhäsiven (Abb. 3, 5, 10 und 11).

Bei den Adhäsivsystemen, die in Verbindung mit der Totalätztechnik angewendet werden (TÄ-2, TÄ-3) bewirkt die Säureapplikation auf Dentin neben der Entfernung der Schmierschicht und Schmierpfropfen („smear plugs“) auch eine Demineralisation des Dentins. Es werden Hydroxylapatitkristalle aus dem Kollagennetzwerk des intertubulären und peritubulären Dentin herausgelöst. Das so freigelegte Kollagenfasernetzwerk kann dann von den nachfolgend aufgetragenen Primern bzw. den darin enthaltenen hydrophilen Monomeren sehr schnell und sehr gut infiltriert werden (Perdigão 2010). Diese Dentinpermeabilität resultiert in Dentinoberflächenfeuchtigkeit, die die Qualität des Verbunds beeinflusst. TÄ weisen daher eine im Vergleich zu SÄ höhere Mikropermeabilität auf (Rosales-Leal 2007). Somit könnte auch erklärt werden, warum die TÄ-3 und TÄ-2 Adhäsiven bessere Werte bei der quantitative Analyse zeigen (Tabelle 10).

Bei den selbstkonditionierenden Adhäsivsystemen (SÄ-2, SÄ-1 oder Eine-Flasche-Adhäsive) mit getrennter Applikation von Primer und Adhäsiv enthält der Primer hydrolysestabile selbstkonditionierende Monomere, und bei den selbstkonditionierenden Ein-Schritt-Adhäsiven enthält die applizierte Lösung eine Mischung von hydrophilen und hydrophoben Monomeren sowie Monomere mit Säureestern. Sie erfüllt so die Funktion des Adhäsives, des Primers und des Ätzmittels gleichzeitig. Die Schmierschichtpartikel der selbstkonditionierenden Monomere werden bei diesen Systemen in das Primer/Adhäsiv-Gemisch eingebettet und bilden die Pfropfen aus. (Pashley 1978; Perdigão 2010). Dadurch sinkt die Dentinpermeabilität auf 86 % und die infiltrierten Tags werden kürzer und dicker und zeigen bei der quantitative Analyse niedrige Werte (Tabelle 10).

Die Tags können anzeigen, wie tief das Dentin geätzt wurde, werden aber nicht einheitlich als Parameter des klinischen Erfolgs angenommen (Giachetti 2004; Celiberti 2005).

Bei den TÄ ist das Dentin tiefer geätzt als bei den SÄ, wodurch erklärt werden kann, warum die untersuchten TÄ-Materialien längere Tags aufweisen (Tabelle 6).

Weil der Silorane Primer Ätzmonomere enthält und diese vor der Anwendung des Silorane Adhäsivs polymerisiert werden, kann Silorane System zu den SÄ-1-Adhäsiven gezählt und mit diesen verglichen werden (Santini 2008). Daher hat Silorane System beim Infiltrationsverhältnis den kleinsten Wert von allen 20 Adhäsiven (59,6 %), vergleichbar mit anderen SÄ-1-Materialien: Xeno III (67,6 %), Xeno V (69,6 %) und i-Bond (71,3 %) (Tabelle 6).

Bei den SÄ ist die Entfernung der Schmierschicht abhängig vom pH-Wert des Primers (De Munck 2005; Banu Ermis 2008). Die getesteten SÄ-Adhäsive der vorliegenden Studie haben unterschiedliche pH-Werte: Bond Force (SÄ-1) mit einem pH-Wert von 2,3 (Margvelashvili 2010) wird

als mildes SÄ-Adhäsiv betrachtet und demineralisiert den Dentin nur oberflächlich, während der Primer von AdheSE (SÄ-2) mit einem pH-Wert von 1,5 (Van Meerbeek 2003) aggressiver ist und die Schmierschicht und die Schmierpfropfen total entfernt, unter Formation einer Hybridschicht mit fast gleicher Größe wie die Hybridschicht von TÄ und mit tiefer Infiltration in die Dentintubuli (Tay 2001; Margvelashvili 2010). Wegen des Säuregrades von Adhäsiven zeigt Bond Force ein niedriges Infiltrationsverhältnis und kürzere Tags (Abb. 7, 8, 9), während AdheSE ein höheres Infiltrationsverhältnis, aber kürzere Tags aufweist (Abb. 4).

Die Höchstwerte für das Infiltrationsverhältnis in dieser Studie bei AdheSE können daher durch Wasser als Lösungsmittel erklärt werden. Dieses deutet darauf hin, dass das in den Adhäsiven vorhandene Wasser während der Infiltration der gelösten Comonomere gleichzeitig die Kollagenfasern ausdehnt und somit eine bessere Infiltration ermöglicht (Van Meerbeek 1998; Hashimoto 2002; Manso 2008). Wasser als Lösungsmittel erklärt zugleich auch die guten Werte für Solobond Plus und Syntac.

Die guten Ergebnisse von XP Bond (Tabelle 6) können eine weitere Erklärung haben: das Lösungsmittel (tert-butanol) ist total mischbar mit Wasser und Adhäsiven, und der Phosphatester mit dem Mineral Apatit von Dentin (Lattaa 2007; Margvelashvili 2010). Dies begünstigt die Wechselwirkung des Adhäsivs mit einem feuchten Substrat und ermöglicht eine Erhöhung des Adhäsivgehalts in der Bondinglösung (Technical Bulletin, Dentsply De Trey Konstanz, Deutschland).

Der relative Beitrag der Tags zur Bindungsstärke hängt davon ab, wo die Verbindung gebildet wird (oberflächlicher, mittlerer oder tiefer Dentin) und ob die Dentinkanälchen senkrecht oder parallel zur vorbereiteten Dentinoberfläche orientiert sind (Duke 1991; Pashley 1991; Giachetti 2004; Perdigão 2010). In der vorliegenden Studie sind die Dentinkanälchen bei der ersten Messung (0,5 mm von SDG) schräg zur vorbereiteten Dentinoberfläche und bei der dritten Messung (2,5 mm von SDG) dann senkrecht zur vorbereiteten Dentinoberfläche. Die Messungen sind im mittlere Dentin gebildet. Für TÄ ist die senkrechte Orientierung der Dentinkanälchen verbunden mit längeren Tags (Perdigão 2010).

Für die Verbundfestigkeit wurde gezeigt, dass sie in den meisten Fällen abhängig von der während der Dentinpenetration entstehenden Hybridschicht ist.

Bei den TÄ wurde im Allgemeinen eine höhere Verbundfestigkeit als bei den SÄ gemessen, während sie bei den TÄ-3 nicht signifikant höher ist als bei TÄ-2 (De Munck 2005). Dadurch könnte auch erklärt werden, warum die in der vorliegenden Studie verwendeten TÄ-Adhäsiven ein besseres Infiltrationsverhältnis als die SÄ-Adhäsive aufweisen.

Bei speziellen SÄ-2-Materialien kann die Verbundfestigkeit im Einzelfall höher oder gleich hoch

wie bei TÄ-Materialien sein (Knobloch 2007; Margvelashvili 2010). Dieses steht im Einklang mit dem Befund der vorliegenden Studie, dass Clearfil SE Bond (SÄ-2) ein besseres Infiltrationsverhältnis (86,9 %) hat als Syntac (TÄ-3, 78,5 %), wodurch die bessere Verbundfestigkeit erklärt werden kann. Clearfil SE Bond ist ein mildes SÄ, das in mehreren Studie gute Werte von Verbundfestigkeit erzielte und deshalb als „Goldstandard“ für SÄ-Adhäsive gilt (Mine 2009)

Grundsätzlich haben Eine-Flasche-Adhäsive die niedrigste Verbundfestigkeit (De Munck 2005).

Dementsprechend sind in der vorliegenden Studie mehrere Eine-Flasche-Materialien in der zweiten Tabellenhälfte platziert, mit niedrigeren Werten im Vergleich zu TÄ oder SÄ-2 (siehe die Tabelle 7 und Abb. 14 und 15).

Die Rolle, welche die Anzahl der Tags und die Länge der Tags im Hinblick auf die Verbundfestigkeit spielen, wird noch nicht völlig verstanden. Frühere *in vitro* Studien zeigen keine Korrelation zwischen der Länge der Tags, der Verbundfestigkeit, optimalen Ätzbedingungen und microleakage (Shinchi 2000; Celiberti 2005). Bei Verwendung von SÄ ist der Demineralisationsgrad des Dentins und somit auch die Freilegung der Dentinkanälchen deutlich geringer. Schmierpfropfen, die die Dentinkanälchen besonders in tiefer liegenden Arealen verstopfen, halten einen Teil der HEMA-Moleküle zurück.

Die Adhäsive, die HEMA und Triethylenglycol-dimethacrylat (TEG-DMA) als Monomere und Ethanol als Lösungsmittel enthalten, haben niedrigere Viskositäten und höhere Penetrationskoeffizienten. Die kleinen hydrophilen Monomere wie HEMA können deshalb einfach das Dentin infiltrieren (Mine 2009). Die folgenden Adhäsive mit gutem Infiltrationsverhältnis (Solobond Plus, Solobond M, Excite, Clearfil Bond SE) enthalten HEMA, wodurch deren bessere Werte in der Tabelle 6 und den Abbildungen 12 und 13 erklärt werden können.

Im Gegensatz dazu haben diejenigen Adhäsive, die Bis-GMA oder Urethandimethacrylat (UDMA) als Monomere enthalten, eine höhere Viskosität und einen niedrigen Penetrationskoeffizienten (Paris 2006; Paris 2007), mit welchem die Penetration von Adhäsiven abgeschätzt wird (Paris 2007). Von den in der vorliegenden Studie untersuchten Adhäsiven enthalten Xeno III, iBond, Hybrid Bond, AQ Bond das Monomer UDMA; für diese Materialien ergaben sich jeweils niedrige Werte bei der quantitativen Analyse (Tabelle 6, Abb. 12 und 13).

Jedes individuelle Adhäsiv hat seine eigene spezielle Wechselwirkung mit Dentin. Die Verbundeffizienz ist nicht nur abhängig vom Adhäsivtyp, sondern mit Sicherheit auch von der Zusammensetzung des Adhäsivs (Van Landuyt 2006). Aus diesem Grund zeigen einige frühere Studien für manche SÄ bessere oder fast gleiche Resultate wie für TÄ (Knobloch 2007; Margvelashvili 2010). So zeigt zum Beispiel der Befund von Margvelashvili (Margvelashvili 2010), dass die Verbundfestigkeit von BondForce und Xeno III (beide sind SÄ-1) gleichwertig mit der

Verbundfestigkeit von TÄ ist. Weiterhin sind gemäß dem Befund von Knobloch (Knobloch 2007) die Verbundfestigkeit von den SÄ-Materialien, Clearfil SE Bond, Optibond Solo Plus, iBond und G-Bond nicht signifikant höher als die Verbundfestigkeit des TÄ-2-Adhäsivs Prime&BondNT. Entsprechend weisen auch in der vorliegenden Studie einige SÄ-Adhäsive bessere Ergebnisse auf als manche TÄ-Adhäsive (Tabelle 6 und Abb. 12 und 13).

Die bessere Homogenität von TÄ-Adhäsiven (TÄ-2 = 64,4 %, TÄ-3 = 65,2 %, Tabelle 12) kann erklärt werden durch die Ätz-Phase vor der Applikation des Adhäsivs: das Adhäsiv penetriert mehr und einfacher als bei den SÄ-Materialien. In der Ätz-Phase werden die Schmierschicht und die Schmierpfropfen entfernt und die restlichen kugelförmigen Teilchen von diesen beiden Strukturteilen verdecken die Dentinkanälchen; somit werden die Tags hier dicker als bei SÄ-Adhäsiven (Pashley 1991; Kugel 2000).

Unterbrochene Tags können auftreten als Resultat der extensiven Demineralisierung in der Ätz-Phase, der Harzinfiltration in die Dentinkanälchen, sowie Polymerisations-Schrumpfschwindspannung (Bitter 2009).

Die Dentinposition kann die Homogenität beeinflussen ( $p < 0,001$ ,  $\eta^2 = 0,006$ , Tabelle 13) wegen der Distribution der Dentinkanälchen: ihre Position verändert sich, bis sie senkrecht zu der getesteten Oberfläche orientiert sind; dadurch erhalten sie längere Tags.

Der Grund für die bessere Regularität von TÄ (TÄ-2 = 91,7 % und TÄ-3 = 84,8 %, Tabelle 12) ist die Ätz-Phase, wodurch die Schmierschicht entfernt wird und die Monomere einen einfacheren Zugang zu den Dentinkanälchen erhalten.

Hinsichtlich der klinischen Effektivität bezüglich der Beständigkeit der Dentin-Adhäsiv-Grenzfläche im Vergleich zu Laborbedingungen sind funktionelle Laboruntersuchungen wie Verbundfestigkeitsmessungen und Microleakage-Messungen notwendig um das klinische Verhalten vorhersagen zu können (Van Meerbeek 1994).

Klinisch wurde gezeigt, dass die TÄ-3 und TÄ-2 einen dauerhaften Verbund zum Dentin erzeugen, falls sich alle Kavitätsskanten im Zahnschmelz befinden. Für Kavitäten mit im Dentin endenden Rändern werden die TÄ-3 bevorzugt (De Munck 2003).

Einige Adhäsive haben eine sehr gute klinische Effektivität, während Laboruntersuchungen eher mittelmäßige Ergebnisse zeigen. Insbesondere kann ein Adhäsiv auch trotz geringer Ausbildung von Tags klinisch effektiv funktionieren (Peumans 2010). Es wurde sogar gezeigt, dass - im Gegensatz zum Verhalten unter Laborbedingungen - SÄ-Adhäsive klinisch besser sein können als TÄ-Adhäsive (Koshiro 2005). Ein Beispiel ist das SÄ-Adhäsiv Clearfil Bond SE, welches ein sehr gutes klinisches Verhalten zeigt (Peumans 2010), obwohl eine unzureichende Harzinfiltration im Vergleich zu TÄ-3 in Laboruntersuchungen gemessen wurde. Die Ursache für dieses Verhalten ist in

---

der speziellen Zusammensetzung des betreffenden Adhäsives zu suchen (Inoue 2005). Auf diese Weise scheinen die SÄ-2 mit der hydrolytischen Stabilität des funktionellen Monomers selbst und dessen Wechselwirkung mit Dentin zusammen zu hängen.

Adhäsive, welche 10-MDP als funktionelles Monomer enthalten, das effektiv mit Hydroxylapatit innerhalb einer klinisch sinnvollen Zeit chemisch wechselwirkt, zeigen keine Anzeichen von Abbau der Verbundfestigkeit und der Grenzflächen-Ultrastruktur. Eine innige Monomer-Dentingewebe-Wechselwirkung wird daher als förderlich für eine Verlängerung der Verbundlebensdauer angesehen (Inoue 2005). Das SÄ-2 Clearfil Bond SE, welches 10-MDP enthält, zeigt eine ausgezeichnete klinische Effektivität auch noch nach 8 Jahren klinischer Funktion (Peumans 2010). Gleichwohl muss die endgültige Effektivität von Adhäsiven erst noch in kontrollierten klinischen Langzeitexperimenten bestätigt werden (Van Meerbeek 1994).

Die vorliegende Studie zeigt, dass nicht nur die Klasse des Adhäsivs ein wichtiger Faktor für gute Penetration ins Dentin ist, sondern auch die Zusammensetzung des Adhäsivs und die Position, an der die Messungen gemacht werden. Das Untersuchungsergebnis zeigt, dass die TÄ-2 ein besseres Infiltrationsverhältnis aufweisen, während die TÄ-3 die längsten Tags haben.

Die klinische Rolle der qualitativen und quantitativen Analyse der Tags muss noch weiter untersucht werden.

# 7. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde das Infiltrationsverhalten von 20 verschiedenen kommerziellen Adhäsiven verglichen. Die Materialien wurden ausgewählt aufgrund ihres Typs, ihres Lösungsmittels sowie der Anzahl der Arbeitsschritte.

Die analysierten Proben wurden von 70 menschlichen Molaren präpariert. Die Adhäsive wurden mit Fluoreszenzfarbstoff gemischt, nach Herstellerangaben appliziert und mit einer LED-Lampe jeweils 20 s polymerisiert. Von jedem Molar wurden zwei Proben abgeschnitten und jede dieser Scheiben mittels CLSM an drei Stellen in Abständen von 0,5 mm, 1,5 mm und 2,5 mm von der SDG untersucht. Die jeweils observierte Schicht befand sich 10,2 µm unter der polierten Probenoberfläche.

Die CLSM-Abbildungen wurden innerhalb einer Bildfläche von 100 µm x 100 µm ausgewertet.

Das Infiltrationsverhalten konnte durch die quantitative und qualitative Auswertung von Tags (die infiltrierten Bereiche der Dentintubuli) bestimmt werden. Die Länge der Tags (definiert als Entfernung ihrer Enden von der Zahn-Adhäsiv-Oberfläche) und das Infiltrationsverhältnis (definiert als der prozentuale Anteil der - in den Figuren gefärbt dargestellten - gefüllten Tags an der Gesamtzahl der Dentintubuli, welche in den Figuren weiß dargestellt sind) wurde aus den CLSM-Bildern quantitativ bestimmt und statistisch analysiert.

Weiterhin wurden die Tags qualitativ charakterisiert durch die Kriterien Homogenität (beschreibt den Unterschied in der Länge der Tags), Regularität (beschreibt die Gleichmäßigkeit der Tags) und Kontinuität (beschreibt, ob die Tags unterbrochen gefüllt sind oder nicht).

Auf diese Weise konnten wertvolle Informationen über das Infiltrationsverhalten der untersuchten Adhäsive gewonnen werden und systematische Unterschiede zwischen den einzelnen Materialien und zwischen vier verschiedenen Adhäsivklassen festgestellt werden.

Die statistische Auswertung der quantitativen Analyse von Adhäsiven zeigt für AdheSE, Solobond Plus, XP Bond, Prime & Bond NT und Solobond M die besten Infiltrationsverhältniswerte, während Solobond Plus und XP Bond die längsten Tags haben. Die kürzesten Tags haben die folgenden Materialien: AdheSE, AQ Bond, Bond Force und Silorane System. Das Adhäsiv mit dem geringsten Infiltrationsverhältnis ist Silorane System.

Bei der quantitativen Analyse bezüglich der vier Adhäsivklassen ergeben sich für die TÄ-3-Adhäsive die längsten Tags, gefolgt von den TÄ-2-Adhäsiven und SÄ-Adhäsiven, wobei die Anzahl der Arbeitsschritte bei den SÄ-Adhäsiven keinen Einfluss auf die Länge der Tags hat.

Das beste Infiltrationsverhältnis zeigen die TÄ-2-Adhäsive, gefolgt von den TÄ-3-, SÄ-2- und SÄ-1-Adhäsiven.



## *7. Zusammenfassung*

---

Bei der qualitativen Analyse weisen die TÄ-Adhäsive die größte Homogenität auf, wobei die TÄ-2 zusätzlich auch die beste Regularität und Kontinuität zeigen.

Das Lösungsmittel und die Dentinposition haben einen statistischen Einfluss auf die Parameter der quantitativen Analyse, während der Adhäsivtyp diese beeinflusst.

Der Adhäsivtyp hat einen statistischen Einfluss auf alle Kriterien der qualitative Analyse, hingegen wirkt sich das Lösungsmittel nur auf die Homogenität aus, während die Dentinposition die Homogenität und die Kontinuität beeinflusst.

Das unterschiedliche Infiltrationsverhalten der untersuchten Adhäsivsysteme an den untersuchten Proben lässt sich nicht allein durch die Adhäsivklasse plausibel erklären, sondern erfordert zusätzlich die Betrachtung der chemischen Eigenschaften und Zusammensetzungen der wesentlichen beteiligten Komponenten sowie der Dentinposition, an der die Messungen gemacht werden.

## Abkürzungsverzeichnis

Bis-GMA	Bisphenolglycidylmethacrylat
BPDM	Biphenyldimethacrylat
CLSM	konfokales Laser-Scanning-Mikroskop
EDTA	Ethylendiamintetraessigsäure
HEMA	Hydroxyethylmethacrylat
HPMA	Hydroxypropylmethacrylat
NS	nicht signifikant
4-META	4-Methacryloyloxyethyl -trimellitat-anhydrit
NPGGMA	N-Phenyl-glycin-glycidyl-methacrylat
PEGDMA	Poly(ethylene glycol)dimethacrylat
REM	Mikro-Raman-Spektroskopie
SA	Standardabweichung
SÄ-2	Selbstätz-Zwei-Schritt-Adhäsive
SÄ-1	Selbstätz-Ein-Schritt-Adhäsive
SDG	Schmelz-Dentin-Grenze
TÄ-3	Total-Ätz-Drei-Schritt-Adhäsive
TÄ-2	Total-Ätz-Zwei-Schritt-Adhäsive
μTBS	micro tensile bond strength = Mikro-Zugfestigkeit
TÄ-Adhäsive	Total-Ätz-Adhäsive
TEG-DMA	Triethylenglycol-dimethacrylat
SÄ-Adhäsive	Selbstätz-Adhäsive
UDMA	Urethandimethacrylat
10-MDP	10-Methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphat

## **Danksagung**

Ich danke meiner Betreuerin Frau PD Dr. Dipl.-Ing. Nicoleta Ilie für die Betreuung und Diskussion meiner Arbeit, insbesondere bei der Einarbeitung in das Thema, der Auswertung der Literatur und der statistischen Analyse.

Herrn Prof. Dr. Reinhard Hickel und seinen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern danke ich für die freundliche Aufnahme und wohlwollende Unterstützung in der Poliklinik für Zahnerhaltung der LMU München, sowie für die Bereitstellung der technischen Hilfsmittel für die Durchführung der experimentellen Untersuchungen.

Ich danke meiner Familie für die Geduld und die häusliche Unterstützung bei der an vielen langen Tagen hauptsächlich in Heimarbeit entstandenen schriftlichen Ausarbeitung der Dissertation.

Meinem Ehemann danke ich für die kritische Durchsicht der Arbeit sowie für die Hilfe bei technischen Problemen.

Herzlichen Dank !

---

## Literaturverzeichnis

- Abdalla, A. A., Garcia-Godoy, F. (2007). *Clinical performance of a self-etch adhesive in Class V restorations made with and without acid etching*. J Dent 35 558-563.
- Abdalla, A. I., El Zohairy, A.A., Abdel Mohsen M.M., Feilzer A.J. (2010). *Bond efficacy and interface morphology of self-etching adhesives to ground enamel*. J Adhes Dent 10: 19-25.
- Albaladejo, A., Osorio, R., Toledano M., Ferrari, M. (2010). *Hybrid layers of etch-and-rinse adesive systems versus self-etching adhesive systems*. Med Oral Patol Oral Cir Bucal. 15: e112-e118.
- Banu Ermis, R., De Munck, J., Cardoso, M.V., Coutinho, E., Van Landuyt, K.L., Poitevin, A., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B. (2008). *Bond strength of self-etch adhesives to dentin prepared with three different diamond burs*. Dent Mater 24: 978-985.
- Bitter, K., Paris, S., Pfuertner, C., Neumann, K., Kielbassa, A.M. (2009). *Morphological and bond strength evaluation of different resin cements to root dentin*. Eur J Oral Sci 117: 326-333.
- Bradna, P., Vrbova, R., Dudek, M., Roubickova, A., Housova, D. (2008). *Comparison of bonding performance of self-etching and etch-and-rinse adhesives on human dentin using reliability analysis*. J Adhes Dent 10: 423-429.
- Brännström, M., Glantz, P-O., Nordenvall, K-J. (1979). *The effect of some cleaning solutions on the morphology of dentin prepared in different ways: an in-vivo study*. ASDC J Dent Child 46: 291-295.
- Buonocore, M. (1955). *A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces*. J. Dent Res 34: 849-853.
- Buonocore, M. (1975). *Restorations with adhesives*. Annu Meet Am Inst Oral Biol: 30-33.
- Buonocore, M. (1981). *Retrospections on bonding*. Dent Clin North Am 25: 241-255.
- Carl Zeiss Jena GmbH (2003). *Zeiss LSM 510 META - Guided Tour*. Presentation.
- Celiberti, P., Lussi, A. (2005). *Use of self-etching adhesive on previously etched intact enamel and its effect on sealant microleakage and tag formation*. J Dent 33: 163-171.
- Coffey, C. T., Ingram, M.J., Bjorndal, A.M. (1970). *Analysis of human dentinal fluid*. Oral Surg Oral Med Oral Pathol 30: 835-837.
- Crim, G. A., Swartz, M.L., Phillips, R.W. (1984). *An evaluation of cavosurface design and*

- microleakage*. Gen Dent 32: 56-58.
- D'Alpino, P. H. P., , Pereira C.J., Svizero, N.R., Rueggeberg, F.A., Pashley, D. (2006). *Use a fluorescent compounds in assessing bonded resin-based restorations: A literature review*. J of Dent 34: 623-634.
- Dagostin, A., Ferrari M. (2001). *In vivo bonding mechanism of an experimental dual-cure enamel-dentin bonding system*. Am J Dent 14: 105-108.
- De Munck, J., Van Landuyt, K.L., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., Van Meerbeek, B. (2005). *A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results*. J Dent Res 84: 118-132.
- De Munck, J., Van Meerbeek, B., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Suzuki, K. (2003). *Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin*. J Dent Res 82: 136-140.
- De Munck, J., Vargas, M., Iracki, J., Van Landuyt, K.L., Poitevin, A., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B. (2005). *One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin*. Oper Dent 30: 39-49.
- Ding, P. G. F., Matzer, A.R.A.H., Wolff, D., Mente, J., Pioch, T., Staehle, H.J., Dannewitz, B. (2010). *Relationship between microtensile bond strength and submicron hiatus at the composite-dentin interface using CLSM visualization technique*. Dent Mater 26: 257-263.
- Ding, P. G. F., Wolff, D., Pioch, T., Staehle, H.J., Dannewitz, B. (2009). *Relationship between microtensile bond strength and nanoleakage at the composite-dentin interface*. Dent Mater 25: 134-141.
- Dippel, H. W., Borggreven, J.M.P.M., Hoppenbrouwers, P.M.M. (1984). *Morphology and permeability of the dentinal smear layer*. J Prost Dent 52: 657-662.
- Dörfer, C. E., Staehle H.J., Wurst, M., Duschner, H., Pioch, T. (2000). *The nanoleakage phenomenon: influence of different dentin bonding agents, thermocycling and etching time*. Euro J Oral Sci 108: 346-351.
- Duke, E. S., Lindemuth, J. (1991). *Variability of clinical dentin substrates*. Am J Dent 4: 241-246.
- Eick, J. D., Gwinnett, A.J., Pashley, D.H., Robinson, S.J. (1997). *Current concepts on adhesion to dentin*. Crit Rev Oral Biol Med 8: 306-335.
- Eick, J. D., Wilko, R.A., Anderson, C.H., Sorensen, S.E. (1970). *Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of the electron microprobe*. J Dent Res 49: 1359-1368.
- El Zohairy, A. A., Saber, M.H., Abdalla, A.I., Feilzer, A.J. (2010). *Efficacy of microtensile versus microshear bond testing for evaluation of bond strength of dental adhesive systems to enamel*. Dent Mater 26: 848-854.
- Faria-e-Silva, A. L., Fabião, M.M., Sfalcin, R.A., De Souza Meneses M., Santos-Filho, P.C.F., Soares, P.V., Martins, L.R. (2009). *Bond Strength of One-Step Adhesives under Different Substrate Moisture Conditions*. European Journal of Dentistry 3: 290-296.

- Ferrari, M., Davidson, C.L. (1996). *In vivo resin-dentin interdiffusion and tag formation with lateral branches of two adhesive systems*. J Prosthet Dent 76: 250-253.
- Fukegawa, D., Hayakawa, S., Yoshida, Y., Suzuki, K., Osaka, A., Van Meerbeek, B. (2006). *Chemical Interaction of Phosphoric acid ester with hydroxyapatite*. J Dent Res 85: 941-944.
- Garberoglio, R., Brännström, M. (1976). *Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules*. Arch Oral Biol 21: 355-362.
- Giachetti, L., Bertini, F., Russo Scaminaci, D. (2004). *Investigation into the nature of dentin resin tags: A scanning electron microscopic morphological analysis of demineralized bonded dentin*. J Prosthet Dent 92: 233-238.
- Gilboe, D. B., Svare, C.W., Thayer, K.E., Drennon, D.G. (1980). *Dentinal smearing: an investigation of the phenomenon*. J Prosthet Dent 44: 310-316.
- Grégoire, G., Yasin, A. (2007). *Evaluation of the enamel etching capacity of six contemporary self-etching adhesives*. J Dent 35: 388-397.
- Griffiths, B. M., Watson, T.F. (1995). *Resin-dentin interface of Scotchbond Multi-Purpose dentinadhesive* Am J Dent 8: 212-216.
- Gwinnett, A. J. (1993). *Quantitative contribution of resin infiltration/hybridization to dentin bonding*. Am J Dent 6: 7-9.
- Gwinnett, A. J., Dickerson, W.G., Yu, S. (1992). *Dentin shear bond strength and microleakage for Syntac/Heliomolar: A comparison between the manufacturer's and total etch technique*. J Esthet Dent 4: 164-168.
- Haller, B., Fritzenschaft, A. (1999). *Dentinhaftung von Ein- und Mehrkomponenten-Haftvermittler bei Dry und Moist Bonding in vitro*. Dtsch Zahnärztl Z 54: 225-230.
- Hashimoto, M., Ohno, H., Kaga, M., Sano, H., Endo, K., Oguchi, H. (2002). *Fractured surface characterization: wet versus dry bonding*. Dent Mater 18: 95-102.
- Hecht, E. (1989). *Optik*, Addison-Wesley.
- Heinze, S. D., Blunck, U., Göhring, T.N., Rousson, V. (2009). *Marginal adaptation in vitro and clinical outcome of Class V restoration*. Dent Mater 25: 605-620.
- Hellwig, E., Klimek J., Attin, T., Ed. (2007). *Einführung in die Zahnerhaltung*. München Elsevier GmbH, Urban und Fischer Verlag.
- Hickel, R., Manhart, J. (2001). *Longevity of restorations in posterior teeth and reasons for failure*. J Adhes Dent Spring:3: 45-64.
- Inoue, S., Koshiro, K., Yoshida, Y., De Munck, J., Nagakane, K., Suzuki, K., Sano, H., Van Meerbeek, B. (2005). *Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin*. J Dent Res 84: 1160-1164.

- Kenshima, S., Reis, A., Uceda-Gomez, N., Tancredo de L, L., Filho, L.E., Nogueira, F.N., Loguercio, A. D. (2005). *Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin*. J Adhes Dent 7: 117-126.
- Knobloch, L., Gailey, D., Azer, Sh., Johnston, W., Clelland, N., Kerby, R. (2007). *Bond Strength of one- and two-step self-etch adhesive systems*. J Prosthet Dent 97: 216-222.
- Koshiro, K., Inoue, S., Sano, H., De Munck, J., Van Meerbeek, B. (2005). *In vivo degradation of resin-dentin bonds produced by a self-etch and an etch-and-rinse adhesive*. Eur J Oral Sci 113: 341-348.
- Krejci, I., Besek, M., Lutz, F. (1994). *Clinical and SEM study of Tetric resin composite in posterior teeth: 12-month results*. Am J Dent 7: 27-30.
- Kugel, G., Ferrari, M. (2000). *The Science of Bonding: from First to Sixth Generation*. J Am Dent Assoc 131: Suppl:20S-25S.
- Latta, M. A. (2007). *Shear Bond Strength and Physicochemical Interactions of XP Bond*. J Adhes Dent 9 Suppl 2:245-248.
- Levinkind, M., Vandernoot, T.J., Elliott, J.C. (1992). *Evaluation of Smear Layers on Serial Sections of Human Dentin by Means of Electrochemical Impedance Measurements*. J Dent Res 71: 426-433.
- Lutz, F., Krejci, I., Schüpbach, P. (1993). *Adhäsivsysteme für zahnfarbene Restaurationen*. Schweiz Monatsschr Zahnmed 103: 537-547.
- Manhart, J., Trumm, C. (2007). *Microleakage of XP Bond in Class II Cavities After Artificial Aging*. J Adhes Dent 9: Suppl 2:261-264.
- Manso, A., Luiz Marquezini Jr., S.M.A.S., Pashley, D., Tay, F.R., Carvalho, M.R. (2008). *Stability of wet versus dry bonding with different solvent-based adhesives*. Dent Mater 24: 476-482.
- Margvelashvili, M., Goracci, C., Beloica, M., Papacchini, F., Ferrari, M. (2010). *In vitro evaluation of bonding effectiveness to dentin of all-in-one adhesives*. J Dent 38: 106-112.
- Meyer-Lueckel, H., Paris, S., Müller, J., Cölfen, H., Kielbassa, M.A. (2006). *Influence of the application time on the penetration of different dental adhesives and a fissure sealant into artificial subsurface lesions in bovine enamel*. Dent Mater 22: 22-28.
- Mine, A., De Munck, J., Cardoso, M., Van Landuyt, K.L., Poitevin, A., Kuboki, T., Yoshida, Y., Suzuki, K., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B. (2009). *Bonding effectiveness of two contemporary self-etch adhesives to enamel and dentin*. J Dent 37: 872-883.
- Nakabayashi, N. (1985). *Bonding of restorative materials to dentin: the present status in Japan*. Int Dent J 35: 145-154.
- Nakabayashi, N., Ashizawa, M., Nakamura, M. (1992). *Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin*. Quintessence Int 23: 135-141.

- Nakabayashi, N., Kojima, K., Masuhara, E. (1982). *The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates*. J Biomed Mater Res. 16: 265-273.
- Nakabayashi, N., Nakamura, M., Yasuda, N. (1991). *Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism*. J Esthet Dent 3: 133-138.
- Olalekan, A. A.-Y., Driessen, C.H., Botha, A.J. (2005). *SEM–EDX study of prepared human dentine surfaces exposed to gingival retraction fluids*. J of Dent 33: 731-739.
- Ori, T., Nishitani, T., Yamamoto, T., Nishitani, Y., Yamada, Y., Yoshiyama, M. (2004). *Bond Strength of Caries-affected Dentin Using Thin-film Bonding Agent*. (IADR/AADR/CADR 82nd General Session ).
- Osorio, R., Pisani-Proeneca, J., Erhardt, M.C.G., Osorio, E., Aquilera, F., Tay, F.R., Toledano, M. (2008). *Resistance of ten contemporary adhesives to resin-dentine bond degradation*. J Dent 36: 163-169.
- Paris, S., Meyer-Lueckel, H., Cölfen, H., Kielbassa, M.A. (2006). *Penetration coefficients of commercially available and experimental composites intended to infiltrate enamel carious lesions*. Dent Mater 23: 742-748.
- Paris, S., Meyer-Lueckel, H., Cölfen, H., Kielbassa, M.A. (2007). *Resin infiltration of artificial enamel caries lesion with experimental light curing resins*. Dent Mater J 26: 582-588.
- Paris, S., Meyer-Lueckel, H., Mueller, J., Hummel, M., Kielbassa, M.A. (2006). *Progression of sealed initial bovine enamel lesions under demineralizing conditions in vitro*. Caries Res 40: 124-129.
- Pashley, D. H. (1991). *Clinical correlation of dentin structure and function*. J Prosthet Dent 66: 777-781.
- Pashley, D. H. (1991). *Dentin bonding overview of the substrate with respect to adhesive material*. J Esthet Dent 3: 46-50
- Pashley, D. H., Ciucchi, B., Sano, H., Horner, J.A. (1993). *Permeability of dentin to adhesive agents*. Quintessence Int 24: 618-631.
- Pashley, D. H., Livingstone, M.J., Greenhill, J.D. (1978). *Regional resistances of fluid flow in human dentin in vitro*. Arch Oral Biol 23: 807-810.
- Pashley, D. H., Michelich, V., Kehl, T. (1981). *Dentin Permeability: effects of smear layer removal*. J Prosthet Dent 46: 531-537.
- Pashley, D. H., Tay, F.R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R.M., Carrilho, M., Tezvergil-Mutluay, A. (2011). *State of the art etch-and-rinse adhesives*. Dent Mater 27: 1-16.
- Pashley, E. L., Tao, L., Boyd, L., King, G.E., Horner, J.A. (1988). *Scanning electron microscopy of the structure of smear layers in human dentin*. Arch Oral Biol 33: 265-270.
- Perdigão, J. (2006). *Microleakage study with Adper™Scotchbond™ SE Self-Etch Adhesive. Technical Product Profile*.



- Perdigão, J. (2010). *Dentin bonding-variables related to the clinical situation and the substrate treatment*. Dent Mater 26: e24 - e37.
- Perdigão, J., Lopez, M. (2001). *The effect of etching time on dentin demineralization*. Quintessence Int 32: 19-26.
- Perdigão, J., Swift, E.J., Denehy, G.E., Wefel, J.S., Donly, K.J. (1994). *In vitro bond strengths and SEM evaluations of dentin bonding systems to different dentin substrates*. J Dent Res 73: 44-55.
- Peumans, M., De Munck, J., Van Landuyt, K.L., Poitevin, A., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B. (2010). *Eight-year clinical evaluation of a 2-step self-etch adhesive with and without selective enamel etching*. Dent Mater 26: 1176-1184.
- Peumans, M., Kanumilli, P., De Munk, J., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., Van Meerbeck, B. (2005). *Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials*. Dent Mater 21: 864-881.
- Pioch, T., Stotz, S., Buff E., Duschner, H., Staehle, H.J. (1998). *Influence of different etching time on hybrid layer formation and tensile bond strength*. Am J Dent 11: 202-206.
- Pioch, T., Stotz, S., Staehle, H.J., Duschner, H. (1997). *Applications of confocal laser scanning microscopy to dental bonding*. Adv Dent Res 11: 453-461.
- Proença, J. P., Polido, M., Osorio, E., Erhardt, M.C.G., Aguilera, F. S., García-Godoy, F., Osorio, R., Toledano, M. (2007). *Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems*. Dent Mater 23: 1542-1548.
- Reinhardt, K. J. (1997). *Aktuelle Perspektiven der Dentin-Haftvermittlung*. Phillip Dent J 3-4: 101-112.
- Reis, A., Moura, SR., Pellizzaro, A., Dal-Bianco, K., Andrade, AM., Grande, RHM., Loguercio, AD. (2009). *Durability of enamel bonding using one-step self-etch systems on ground and unground enamel*. Oper Dent 34: 181-191.
- Rosales-Leal, J. I. (2007). *Microleakage of Class V Composite Restorations Placed with Etch-and-Rinse and Self-etching Adhesives Before and After Thermocycling*. J Adhes Dent 9: Suppl 2: 255-259.
- Rosales-Leal, J. I., de la Torre-Moreno, F.J., Bravo, M. (2007). *Effect of pulp pressure on the micropermeability and sealing ability of etch&rinse and self-etching adhesives*. Oper Dent 32: 242-250.
- Sano, H., Yoshiyama, M., Ebisu, S., Burrow, M.F., Takatsu, T., Ciucchi, B., et al. (1995). *Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer*. Oper Dent 20: 160-167.
- Santini, A., Miletic, V. (2008). *Comparison of the hybrid layer formed by Silorane adhesive, one-step self-etch and etch and rinse systems using confocal micro-Raman spectroscopy and SEM*. J Dent 36: 683-691.

- Schroeder, H. E. (1982). *Orale Strukturbiologie*. Stuttgart, Georg Thieme Verlag.
- Shinichi, M. J., Soma, K., Nakabayashi, N. (2000). *The effect of phosphoric acid concentration on resin tag length and bond strength of a photo-cured resin to acid-etched enamel*. Dent Mater 16: 324-329.
- Sidhu, S. K., Watson, T.F. (1998). *Interfacial Characteristics of Resin-modified Glass-ionomer Materials: A Study on Fluid Permeability Using Confocal Fluorescence Microscopy*. J Dent Res 77: 1749-1759.
- Smillie, A. C. (1973). *The chemistry of the organic phase of teeth*. New York, Wiley.
- Söderholm, K.-J. M. (2007). *Dental Adhesives...How it all started and later evolved*. J Adhes Dent 9: Suppl 2: 227-230.
- Tam, L. E., Pilliar, R.M. (1994). *Fracture surface characterization of dentin-bonded interfacial fracture toughness specimens*. J Dent Res 73: 607-619.
- Tao, L., Pashley, D.H. (1988). *Shear bond strength to dentin: effects of surface treatment, depth and position*. Dent Mater 4: 371-378.
- Tay, F. R., Pashley, D.H. (2001). *Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers*. Dent Mater 17: 296-308.
- Van Dijken, J. (2010). *A prospective 8-year evaluation of a mild two-step self-etching adhesive and a heavily filled two-step etch-and-rinse system in non-carious cervical lesions*. Dent Mater 26: 940-946.
- Van Landuyt, K., De Munck, J., Coutinho, E., Peumans, M., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B. (2005). *Smear layer and the process of hybridization*. In: Eliades G, Watts DC, Eliades T, editors. *Dental hard tissues and bonding interfacial phenomena and related properties* Berlin: Springer: 89-122.
- Van Landuyt, K. L., Peumans, M., De Munck, J., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B. (2006). *Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive*. Dent Mater 22: 533-544.
- Van Meerbeek, B., Braem, M., Lambrechts, P., Vanherle, G. (1994). *Dentinhaftung: Mechanismen und klinische Resultate*. Dtsch Zahnärztl Z 49: 977-984.
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., Vanherle, G. (2003). *Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges*. Oper Dent 28: 215-235.
- Van Meerbeek, B., Inokoshi, S., Braem, M., Lambrechts, P., Vanherle, G. (1992). *Morphological Aspects of the Resin-Dentin Interdiffusion Zone with Different Dentin Adhesive Systems*. J Dent Res 71: 1530-1540.
- Van Meerbeek, B., Perdigao, J., Lambrechts, P., Vanherle, G. (1998). *The clinical performance of adhesives*. J Dent 26: 1-20.

- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., De Munck, J. (2010). *Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes*. Dent Mater 26: e100-e121.
- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Verschuren, M., Gladys, S., Braem, M., Lambrechts, P., Vanherle, G. (1994). *Clinical status of ten dentin adhesive systems* J Dent Res 73: 1690-1702.
- Van Meerbeek, B., Vanherle, G., Lambrechts, P., Braem, M. (1992). *Dentin- and enamel bonding agents*. Curr Opin Dent 2: 117-127.
- Van Meerbeek, B., Vargas, S., Inoue, S., Yoshida, Y., Peumans, M., Lambrechts, P., Vanherle, G. (2001). *Adhesives and cements to promote preservation dentistry*. Oper Dent 26: s119-s144.
- Van Meerbeek, B., Yoshida, Y., Lambrechts, P., Vanherle, G., Duke, E.S., Eick, J.D., et al. (1998). *A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin*. J Dent Res 77: 50-59.
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J., Van Landuyt, K.L. (2011). *State of the art of self-etch adhesives*. Dent Mater 27: 17-28.
- Walter, R., Swift, E.J. Jr, Nagaoka, H., Chun, Y., Bartholomew, W., Braswell, K.M., Pereira, P.N. (2012). *Two-year bond strengths of "all-in-one" adhesives to dentine*. J Dent 40: 549-555.
- Watson, T. F. (1989). *A confocal optical microscope study of the morphology of the tooth/restoration interface using Scotchbond 2 dentin adhesive*. J Dent Res 68: 1124-1131.
- Watson, T. F. (1991). *Applications of confocal scanning optical microscopy to dentistry*. Br Dent J 171: 287-291.
- Watson, T. F. (1997). *Fact and artefact in confocal microscopy*. Adv Dent Res 11: 433-440.
- Watson, T. F., Boyde, A. (1987). *The use of flurescent markers for studying the distribution of a dentin bonding agent between a composite restoration and tooth*. Clin Mater 2: 45-53.
- Watson, T. F., Wilmot, D.M. (1992). *A confocal microscopic evaluation of the interface between Syntac adhesive and tooth tissue*. J Dent 20: 302-310.
- Wilhelm, S., Gröbler, B., Gluch, M., Heinz, H. (2003). *The Basics of Confocal laser scanning microscopy*, Brochure, 09/03, Carl Zeiss Jena GmbH.