

**Aus der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie
der Ludwig-Maximilians-Universität München**

Vorstand: Prof. Dr. med. dent. Reinhard Hickel

**Untersuchungen eines neuen Portlandzements hinsichtlich seiner
chemisch-physikalischen Eigenschaften und seiner Dichtigkeit als
retrogrades Wurzelfüllmaterial im Vergleich zu etablierten
Werkstoffen**

Dissertation

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

vorgelegt von

Carolina Elisabeth Preis
aus Köln

2016

Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät der Universität München

Berichterstatter: Prof. Dr. med. dent. Karin Christine Huth

Mitberichterstatter: Priv.- Doz. Dr. Dipl. Ing. (FH)
Bogna Stawarczyk, MSc.
Prof. Dr. Johannes Randzio

Mitbetreuung durch den
promovierten Mitarbeiter:

Dekan: Prof. Dr. med. dent. Reinhard Hickel

Tag der mündlichen Prüfung: 20.04.2016

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	5
1.1	Einführung in die Problematik.....	5
1.2	Pathogenese der apikalen Parodontitis und deren Therapie	6
1.3	Technik der Wurzelspitzenresektion.....	9
1.3.1	Prä-operative Diagnostik.....	9
1.3.2	OP-Technik	10
1.3.3	Retrograde Aufbereitung.....	14
1.3.4	Retrograde Füllung	14
1.3.4.1	Mineral Trioxide Aggregate.....	17
1.3.4.2	Portland-Zemente	17
1.3.4.3	Bioaktive Gläser auf Calciumsilikatbasis	18
1.3.5	Nachsorge und Kontrollintervalle bei Wurzelspitzenresektionen	19
1.4	Stand der Forschung.....	20
1.4.1	Biokompatibilität und chemisch-physikalische Eigenschaften	20
1.4.2	Dichtigkeit retrograder Wurzelfüllungen.....	23
1.4.3	Wirtschaftliche Aspekte	26
2	Fragestellung und Studienziele	27
3	Material und Methoden	28
3.1	Werkstoffkundliche Untersuchungen nach DIN-Norm.....	28
3.1.1	Abbindezeit	28
3.1.2	Fließfähigkeit	30
3.1.3	Röntgensichtbarkeit	32
3.1.4	Löslichkeit.....	34
3.1.5	Filmdicke.....	36
3.2	Dichtigkeitsprüfung	37
3.2.1	Sammlung und Auswahl der Versuchszähne.....	37
3.2.2	Vorbereitung der Zähne	38
3.2.3	Reaktion Zement / Glucose.....	38
3.2.4	Orthograde endodontische Behandlung.....	39

3.2.5	Wurzelspitzenresektion und retrograde Wurzelkanalfüllung	40
3.2.6	Versuchsaufbau	43
3.2.7	Auswertungstechnik und Bestimmung der Glucosekonzentration	45
3.3	Statistische Auswertung	47
4	Ergebnisse	49
4.1	Physikalische Eigenschaften	49
4.1.1	Abbindezeit	49
4.1.2	Fließfähigkeit	50
4.1.3	Röntgensichtbarkeit	50
4.1.4	Löslichkeit	51
4.1.5	Filmdicke	52
4.2	Dichtigkeitsprüfung	52
5	Diskussion	56
6	Zusammenfassung	66
7	Literaturverzeichnis	68
8	Abbildungs- und Tabellenverzeichnis	79
9	Danksagung	81

1 Einleitung

In einer modernen minimal-invasiven Zahnheilkunde, die an einem langfristigen Zahnerhalt orientiert ist, stellt das Management von therapierefraktären apikalen Parodontitiden eine Schlüsselrolle dar (Nair, 2006). Viele unterschiedliche Verfahren sind dazu in den letzten Jahrzehnten beschrieben worden, wobei als Endpunkt häufig eine kombiniert chirurgisch-endodontische Therapie genannt wird. Hierbei kommt es zu einem direkten Kontakt des verwendeten Wurzelfüllmaterials mit biologisch aktiven Geweben. Daher ist es von größter Wichtigkeit diese Materialien genau zu untersuchen und deren Eigenschaften zu evaluieren. Zudem ist die Dichtigkeit einer solchen Versorgung von Interesse, da dieser Faktor eine entscheidende Rolle für den Therapieerfolg darstellt (Ng *et al.*, 2008).

1.1 Einführung in die Problematik

Ein Standardverfahren der chirurgischen Endodontie ist die Wurzelspitzenresektion (WSR), welche einen chirurgischen Eingriff bezeichnet, bei dem die Wurzelspitze eines Zahnes gekürzt wird und das pathologisch veränderte periapikale Gewebe entfernt wird (Velvart *et al.*, 2007). Im Anschluss wird der Wurzelkanal retrograd, das heißt von apikal her, aufbereitet und anschließend bakteriendicht verschlossen. Ziel dieser Behandlung ist ein bakteriendichter Verschluss des Wurzelkanals auf Höhe der resezierten Zahnwurzel mit einem möglichst biokompatiblen Material und einer folgenden Ausheilung von bestehenden pathologischen Gewebeveränderungen des Knochens und des apikalen Parodonts (Chong und Pitt Ford, 2005). Damit soll ein langfristiger Erhalt des Zahnes gewährleistet werden. Solch eine chirurgische Intervention stellt häufig eine sekundäre Option dar und wird erst dann notwendig, wenn die primäre endodontische Behandlung keine Wirkung gezeigt hat oder nicht möglich ist.

Trotz einer hohen klinischen Erfolgsrate von 90%, kann es doch zu Komplikationen im Verlauf der endodontischen Behandlung kommen. Die orthograde Revision der Wurzelfüllung ist allerdings oft nicht ohne weiteres möglich. In diesen Fällen stellt die WSR ein weiteres Therapiekonzept dar. So sind beispielsweise restaurative Maßnahmen, wie z.B. ein Stift mit entsprechendem Aufbau ein Hindernis für einen orthograden Zugang zum Wurzelkanalsystem (Löst, 2001). Allerdings zeigen durchaus erfolgreiche prospektive Langzeitstudien über einen Zeitraum von mehr als 4 Jahren, dass chirurgische Eingriffe am apikalen Parodont mit retrograder Füllung mit Materialien wie IRM/SuperEBA, MTA oder RetroplastTM einem chemisch dualhärtenden aus zwei Komponenten bestehenden Komposit, Erfolgsraten zwischen 72% und 92% aufweisen (Yazid, 2007; Rubinstein und Kim, 2002).

1.2 Pathogenese der apikalen Parodontitis und deren Therapie

Eine Schädigung der Pulpa ist durch vielfältigste Faktoren zu erklären. Der häufigste Grund ist die bakterielle Entzündung der pulpalen Gewebe, die vor allem durch tiefe kariöse Dentinläsionen bedingt ist, welche in vielen Fällen zum Absterben der Pulpa führt (Fabricius *et al.*, 1982). Aber auch durch thermische Reizung kann es zu einer Nekrose des Pulpengewebes kommen, es handelt sich dabei jedoch um eine sterile Nekrose, bei der es zu einer Denaturierung der Proteine kommt. Im Verlauf kommt es dann zu einer sekundär bakteriellen Infektion (Schroeder, 1991). Ein weiterer möglicher Pathomechanismus ist die physikalische Reizung, die durch eine osmotisch bedingte Übertrocknung des Zahnes bei restaurativen Maßnahmen zustande kommen kann oder auch chemisch durch den Gebrauch von sauren Zementen. Eher selten erfolgt eine iatrogene Devitalisierung der Pulpa aus prothetischen Gründen, was eine anschließende Wurzelkanalbehandlung erforderlich macht. Ziel einer Wurzelkanalbehandlung ist es die Keime in den infizierten Pulpaarealen zu entfernen und eine weitere Infektion von umliegendem Gewebe zu verhindern (Byström *et al.*, 1987, Fabricius *et al.*, 2006). Diese Maßnahmen

führen im besten Fall zum langfristigen Erhalt des betroffenen Zahnes unter Ausheilung aller entstandener Gewebsdefekte. Es wird die gesamte Pulpa bzw. das nekrotische Gewebe exstirpiert und anschließend chemo-mechanisch aufbereitet (Siqueira *et al.*, 2000). Diese mechanische Aufbereitung kann sowohl mit Handfeilen, als auch mit maschinellen Feilensystemen durchgeführt werden. Dabei kommen oftmals moderne Werkstoffe wie Legierungen aus Nickel und Titan zum Einsatz, welche deutlich verbesserte werkstoffkundliche Eigenschaften hinsichtlich ihrer Belastbarkeit zeigen (Lee *et al.*, 1996).

Das chemische Spülprotokoll des Wurzelkanalsystems umfasst sowohl Stoffe mit weichgewebsauflösender Wirkung als auch Substanzen, die in der Lage sind anorganische Anteile des Zahnes in Lösung zu bringen (Huth *et al.*, 2009). Als Goldstandard unter den gewebsauflösenden Substanzen gilt Natriumhypochlorit (NaOCl), welches in Konzentrationen von 0,5% - 5,25% eingesetzt wird (Siqueira *et al.*, 2000).

Durch Komplexbildung mit Calcium-Ionen aus der Zahnhartsubstanz sind Chelatoren wie Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA, Konzentrationen von 7-25%) in der Lage die oberflächliche Schicht der Zahnhartsubstanz zu demineralisieren und damit zu einer wirkungsvollen Entfernung von infiziertem Hart- und Weichgewebe beizutragen. Es existieren viele unterschiedliche Spülprotokolle, welche unter anderem den Einsatz von Zitronensäure (Konzentration 10%) als Chelator oder Chlorhexidindigluconat (Konzentration 0,2-2%) zur Desinfektion des Kanalsystems vorsehen. Zum Schluss folgen eine dichte Wurzelkanalfüllung und eine bakteriendichte Abdeckung des Wurzelkanalsystems. Die Erfolgsquote bei primären Wurzelkanalbehandlungen liegt bei 66-96% und stellt somit initial eine gute Therapiemöglichkeit dar (Estrela, 2014; Nair, 2006). Dennoch laufen nicht alle Wurzelkanalbehandlungen ohne Komplikationen ab. Es gibt Zähne, deren Anatomie eine konventionelle Aufbereitung nicht ermöglicht. Dazu gehören Zähne, deren Wurzelkanäle sehr stark gekrümmt sind oder auch Zähne, deren

apikale Ramifikationen bzw. Seitenkanäle extrem ausgeprägt sind (Karabucak und Setzer, 2007). Bei Ramifikationen handelt es sich um Verästelungen des Wurzelkanals im Bereich der Wurzelspitze. Als Seitenkanäle bezeichnet man laterale Verbindungen zwischen Wurzelpulpa und dem Desmodont. Oft sind diese Schwierigkeiten radiologisch und klinisch für den Behandler nicht ersichtlich und werden somit durch ein Persistieren der Symptomatik oft erst bei einem Versagen der Therapie erkannt (Walton und Ardjmand, 1992). Eine weitere Ursache für Therapieversagen kann die Fraktur von Instrumenten sein, mit denen der Wurzelkanal aufbereitet wird. Verantwortlich dafür sind mögliche Überbelastungen bzw. Ermüdung der Materialien. Die Erfolgsquote der Entfernung von frakturierten Instrumenten wurde in klinischen Studien zwischen 66% und 87% angegeben (Hülsmann, 1993). Damit lässt sich ein erheblicher Teil der frakturierten Instrumente nicht wieder aus dem Zahn entfernen. Dieses bestehende Problem kann dann nur über eine Extraktion des Zahnes, eine WSR oder ein Belassen des frakturierten Instruments im Wurzelkanal gelöst werden. Das Auftreten von persistierenden Infektionen mit oder ohne Symptome kann ebenfalls ein Grund für einen erneuten Therapiebedarf nach endodontischer Behandlung sein. Häufig tritt eine solche Infektion mit dentingängigen Keimen auf, wobei das Bakterium *Enterococcus faecalis* eine entscheidende Rolle zu spielen scheint (Peciuliene *et al.*, 2000). Eine Studie von Molander und Mitarbeitern zeigte, dass endodontisch behandelte Zähne mit röntgenologisch sichtbarer apikaler Parodontitis deutlich häufiger mit dem Bakterium *E. faecalis* infiziert sind als endodontisch behandelte Zähne ohne periapikale Aufhellung (Molander *et al.*, 2002). Zudem kommt es bei undichter provisorischer Versorgung der Zugangskavität oder auch bei zu langen Abständen zwischen den einzelnen Behandlungssitzungen zu einer erhöhten Inzidenz für das Auftreten von *E. faecalis* (Siren *et al.*, 1997). Weitere Untersuchungen zeigen, dass neben den bakteriellen Infektionen, die Infektion mit pathogenen Pilzen ebenfalls zu den Ursachen des primären endodontischen Therapieversagens

führen kann. Vor allem Infektionen mit der Pilzspezies *Candida albicans* scheinen hierbei von Bedeutung zu sein (Peciulienė *et al.*, 2001).

Bei einem Therapieversagen der orthograden Wurzelkanalbehandlung (WKB) gibt es zunächst die Möglichkeit einer Revision der Wurzelfüllung. Die Indikation hierzu wird dann gestellt, wenn die Wurzelkanalfüllung insuffizient ist, das heißt vor allem dann, wenn die Wurzelfüllung eine mangelnde Homogenität aufweist oder nicht alle Wurzelkanäle vollständig auf einer klinisch akzeptablen Länge abgefüllt worden sind (Weiger *et al.*, 1994). Eine weitere Indikation ist das Persistieren klinischer und röntgenologischer Symptome einer apikalen Parodontitis an bereits wurzelkanalbehandelten Zähnen. Das Ziel einer Revision ist, wie bei einer primären, orthograden Wurzelkanalbehandlung auch, der Erhalt und die Wiederherstellung der periapikalen Gewebe unter Rückläufigkeit der klinischen und röntgenologischen Symptomatik. Dabei wird die alte, möglicherweise insuffiziente Wurzelfüllung entfernt, die Wurzelkanäle erneut aufbereitet und es kommt zu einer erneuten bakteriendichten Füllung mit Verschluss des Wurzelkanalsystems (Hülsmann und Weiger, 1994). Diese Therapie erfordert allerdings großes manuelles Geschick von Seiten des Behandlers und ist deshalb meist nur durch Spezialisten auf dem Gebiet der Endodontie erfolgreich.

1.3 Technik der Wurzelspitzenresektion

Im Folgenden soll die Technik der Wurzelspitzenresektion aus chirurgischer Sicht beschrieben werden und ein Überblick über verschiedene Methoden aufgezeigt werden.

1.3.1 Prä-operative Diagnostik

Die prä-operative Diagnostik, sowohl klinisch als auch röntgenologisch, spielt hinsichtlich der Planung und Vorbereitung eines chirurgischen Eingriffs wie der Wurzelspitzenresektion eine entscheidende Rolle. Hierbei muss unter Berücksichtigung des gesamten Zustands des stomatognathen Systems

entschieden werden, ob der betroffene Zahn erhaltungswürdig ist und den Aufwand eines chirurgischen Eingriffs rechtfertigt. Zur röntgenologischen Diagnostik muss ein aktuelles Röntgenbild, ein Zahnfilm oder ein Orthopantomogramm vorliegen. In einigen Fällen ist auch eine dreidimensionale Darstellung der Strukturen erforderlich (Eckelt, 2009). Dabei wird im zahnärztlichen Bereich aus Gründen des Strahlenschutzes, die digitale Volumentomographie bevorzugt, da hier im Vergleich zu einer Computertomographie eine deutlich geringere Strahlenbelastung für den Patienten resultiert. So lassen sich zum Beispiel Abgrenzungen von Zysten und deren Knochenbegrenzungen nach oral und vestibulär, oder auch akzessorische Wurzelkanäle oder Frakturen leichter erkennen.

Risiken bei der Wurzelspitzenresektion sind insbesondere die Gefahr von Verletzung der Nachbarstrukturen wie Nerven und Gefäße und vor allem von benachbarten Zähnen. So sind im Oberkiefer insbesondere im Bereich der Fossa canina der N. infraorbitalis sowie im Unterkiefer im Bereich der Prämolaren der N. mentalis als Endast des N. alveolaris inferior bei einer chirurgischen Manipulation gefährdet. Zusätzlich ist auf eine erhöhte Blutungsgefahr durch Verletzung der A. palatina bei palatinaler Resektion einer Wurzel von Oberkiefermolaren hinzuweisen. Weitere Komplikationen können eine Luxation der Wurzelspitze im Oberkiefer in die Kiefer- oder Nasenhaupthöhle oder im Unterkiefer in den Mundboden oder in den Nervkanal des N. alveolaris inferior sein. Desweiteren kann es auch zu einer Längs- oder Querfraktur der Zahnwurzel kommen. Bei erhöhtem Operationsrisiko sollte frühzeitig auch über alternative Therapieformen zur Wurzelspitzenresektion hingewiesen werden. Insbesondere implantologische Konzepte müssen hierbei in Erwägung gezogen werden.

1.3.2 OP-Technik

Der chirurgische Eingriff bei einer Wurzelspitzenresektion wird in der Regel in Lokalanästhesie durchgeführt, ähnlich wie bei einer Zahnextraktion. Die

routinemäßige Gabe von Antibiotika vor und nach der Operation wird bei gesunden Patienten laut einer klinischen Doppelblindstudie bei apikaler Chirurgie nicht empfohlen. So zeigte sich kein Unterschied in den postoperativen Infektionsraten sowohl mit als auch ohne antibiotische Medikation (Lindebloom *et al.*, 2005). Die lokale Anästhesie wird mit möglichst hoher Konzentration eines vasokonstringierenden Zusatzes gewählt, um nicht nur eine ausreichende Anästhesiezeit, sondern auch eine vorteilhafte, geringere Durchblutung des Operationsfeldes mit verbesserter Übersichtlichkeit für den Operateur zu erreichen (Kim und Kratchman, 2006). Die Wahl des operativen Zugangs wird vor allem durch die Größe, Ausdehnung und Lage der periradikulären Läsion bestimmt. Durch die gewählte Inzision wird das Operationsgebiet dargestellt und der Alveolarfortsatz freigelegt. Insbesondere sollte darauf geachtet werden, dass die Schnittführung nicht über dem Knochendefekt liegt, um für die spätere Naht und Wundheilung eine einwandfreie Knochenunterlage bereit zu stellen (von Arx und Salvi, 2008). Die Wahl des richtigen operativen Zugangs wird hinsichtlich der zuvor genannten Aspekte gewählt und bietet eine große Auswahl.

Der Zahnfleischrandschnitt, auch Sulkusinzision genannt, gehört zu den Standardtechniken und bietet sowohl eine gute Repositionierung und einen einfachen Wundverschluss. Eine Schemazeichnung ist in Abbildung 1 gezeigt.

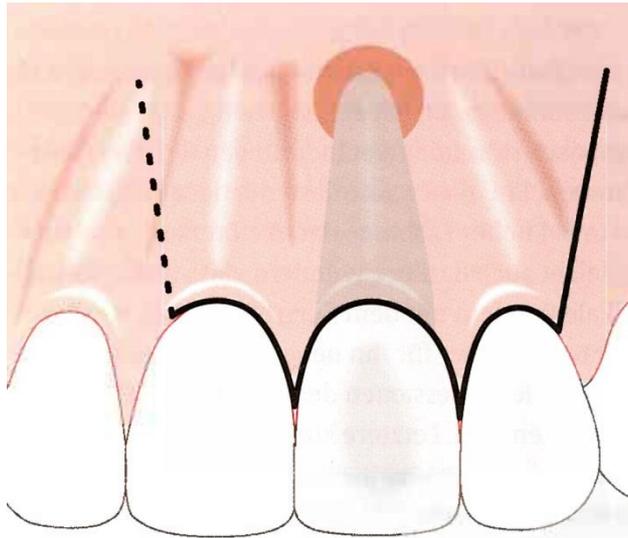


Abbildung 1: Schnittführung bei der Sulkusinzision (nach von Arx, 2011)

Besonders bei großen Ausdehnungen der periapikalen Osteolyse eignet sich diese Schnittführung und ist bei palatinal gelegenen Wurzeln von Oberkiefermolaren unentbehrlich. Diese Schnittführung bringt jedoch einige Nachteile mit sich, insbesondere das mögliche Auftreten von Rezessionen, welche im sichtbaren Bereich eine Beeinträchtigung für den Patienten darstellen können.

Eine weitere hochästhetische Alternative ist die Papillenbasisinzision. Hier ist die Schnittführung so gewählt, dass die Papillen ausgespart werden und deshalb das Risiko für eine Papillenschrumpfung minimiert wird. Auch die Nahttechnik ist hier einfacher und schont die Papillen. Diese Schnittführung wird besonders gerne im Prä- und Molarenbereich angewandt und ist in Abbildung 2 genauer dargestellt (Velvart *et al.*, 2004).

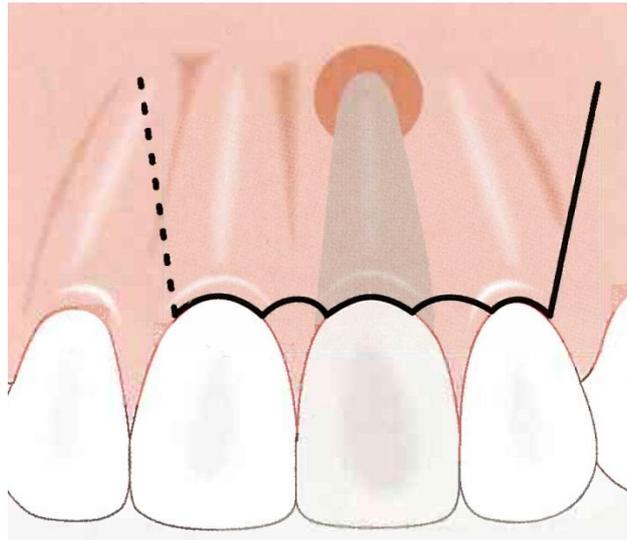


Abbildung 2: Schnittführung bei der Papillenbasisinzision (nach von Arx, 2011)

Die endgültige Darstellung der Wurzelspitze erfolgt durch eine Osteotomie. Dazu wird mit Hilfe eines rotierenden Rosenbohrers ein rundes Knochenfenster von etwa 5 mm Durchmesser über dem Apex des zu resezierenden Zahnes angelegt. Alternative Möglichkeit der Osteotomie ist der Einsatz von piezo-chirurgischen Geräten. Das piezo-chirurgische Gerät ist besonders gewebeschonend in der Anwendung und hat dadurch ein deutlich geringeres Risiko von Nerv- und Gefäßverletzungen als ein rotierendes Instrument. Ist der Knochen um die Wurzelspitze herum durch eine apikale Läsion stark resorbiert, kann auf eine Osteotomie verzichtet werden. Eine Erweiterung des vorhandenen Defekts und eine Glättung der Knochenstrukturen reichen zur Darstellung der Wurzelspitze meistens aus. Eine weitere vorbereitende Maßnahme der Wurzelspitzenresektion ist eine periapikale Kürettage, bei der mit einem scharfen Löffel pathologisches Gewebe oder Fremdmaterial, wie zum Beispiel überstopftes Wurzelfüllmaterial, entfernt wird. Sollte das Operationsfeld in unmittelbarer Nähe zu Nerven oder Nasennebenhöhlen liegen, sollte auf die Kürettage verzichtet werden, es sei denn, es handelt sich um zystisches- oder tumoröses Gewebe (Lin *et al.*, 1996). Die Wurzelspitzenresektion wird mit einer Lindemann-Fräse durchgeführt und dabei 3-4 mm der Wurzelspitze vollständig abgetrennt. Bei einer Resektionslänge von 3-4 mm werden sowohl die

Ramifikationen der apikalen Pulpa als auch insuffiziente Wurzelfüllungen vollständig abgetrennt (Eckelt, 2009). Die Neigung der Resektionsschnittstelle wurde früher in einem Winkel von 30-45° empfohlen. Neuere Studien haben ergeben, dass durch eine vergrößerte Schnittfläche ein erhöhtes Risiko für eine Re-infektionen über eröffnete Dentinkanälchen entsteht. Deshalb wird heute der Resektionswinkel im rechten Winkel zur Wurzellängsachse empfohlen (Gilheany *et al.*, 1994).

1.3.3 Retrograde Aufbereitung

Die retrograde Aufbereitung eines wurzelspitzenresezierten Zahnes schafft eine Kavität für eine anschließende dichte retrograde Wurzelfüllung. Durch neue mikrochirurgische Instrumente ist diese Aufbereitung deutlich vereinfacht worden (Camilleri und Pitt Ford, 2006). Die Geometrie der Ansätze für das piezo-chirurgische Instrument ermöglicht einen achsengerechten Zugang zu der apikal gekürzten Wurzelspitze. Mit diesen oszillierenden Instrumenten kann eine Kavität präpariert werden, die dem Wurzelkanal folgt und idealerweise 3 mm tief sein sollte. Das Risiko einer Perforation wird durch den Einsatz dieser Instrumente deutlich herabgesetzt und es kommt zusätzlich während der Aufbereitung zu einer Reinigung des Kanals durch Ultraschall ($f = 30000$ Hz). Die Anwendung der piezo-chirurgischen Instrumente sollte nur mit leichtem Druck sowie leichten Auf- und Abwärtsbewegungen durchgeführt werden, um Instrumentenfrakturen zu vermeiden. Zudem ist auf eine ausreichende Kühlung mit steriler Kochsalzlösung (NaCl 0,9%) zu achten.

1.3.4 Retrograde Füllung

Die retrograde Füllung ist ein wichtiger Parameter für den Erfolg des Eingriffs. Ziel ist es einen dichten Verschluss des Wurzelkanalsystems zu schaffen und eine Reinfektion durch Mikroorganismen aus dem restlichen Wurzelkanalsystem zu verhindern. Das retrograde Wurzelfüllmaterial sollte in möglichst zäher Konsistenz in die retrograde Kavität mit einem

Mikrostopfinstrument oder einem kleinen Spatel eingebracht werden. Nach gründlicher Reinigung der Knochenwunde, wird das Operationsfeld wieder verschlossen. Dabei sollte darauf geachtet werden, dass die entstandene Knochenhöhle vollständig einbluten kann, um ein stabiles Blutkoagulum zu bilden. Zum Schluss wird der Lappen repositioniert und speicheldicht mit chirurgischen Nähten fixiert.

Viele Materialien wurden bereits in der Geschichte der apikalen Chirurgie eingesetzt, von Amalgam, über Zinkoxid-Eugenol haltigen Zement und Glasionomierzement (GIZ) bis hin zu Mineral Trioxid Aggregat (MTA).

Das ideale retrograde Füllmaterial muss das Wurzelkanalsystem gegenüber den umliegenden Geweben vollständig abdichten können. Dabei darf das Material durch das feuchte Milieu seine Abdichtungseigenschaft und Dimensionsstabilität nicht verlieren und sollte vor allem auch biokompatibel sein (Fernández-Yáñez Sánchez *et al.*, 2008). Es darf weder toxisch noch cancerogen oder mutagen sein. Für den behandelnden Arzt ist auch eine einfache Anwendung und ausreichende Röntgenopazität von entscheidender Bedeutung. So wurden in der Vergangenheit, auch aus Mangel an Alternativen, häufig Metalle wie Blattgold, Silber, Titan oder auch Amalgam verwendet, welche aus der restaurativen Zahnheilkunde bereits bekannt waren. Jedoch zeigten viele Untersuchungen Schwächen von Amalgam auf, insbesondere im Hinblick auf die Dichtigkeit der Füllung. Eine Studie aus dem Jahr 1990 zeigte, dass die Dichtigkeit von Zähnen mit Amalgam als retrograder Wurzelfüllung signifikant schlechter war als eine Vergleichsgruppe gefüllt mit warmer Guttapercha (Woo *et al.*, 1990). Im Gegensatz dazu berichteten Escobar und Mitarbeiter von einer ähnlichen Dichtigkeit der retrograden Füllungen bei Einsatz von Amalgam bzw. thermoplastischer Guttapercha (Escobar *et al.*, 1986). Vergleichende Studien zeigten, dass Amalgam kurz nach dem Anmischen eine hohe Zelltoxizität durch eine unvollständige Abbindereaktion aufweist und seine Toxizität erst nach einer gewissen Zeit und vollständiger Aushärtung sinkt

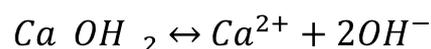
(Tronstad und Wennberg, 1980). Um dem Negativaspekt des Dichtigkeitsmangels von Amalgam zu entgehen, wurde nach alternativen Materialien gesucht. Dies führte zur Entwicklung von Zementen auf Zinkoxid-Eugenol-Basis sowie Komposit-basierten Materialien. In einer Vergleichsstudie zu Amalgam wurde ein kunststoffverstärkter Zinkoxid-Eugenol-basierter Zement (Intermediate Restorative Material, IRM, Dentsply, Milford, DE, USA) und ein aluminiumverstärkter Zinkoxid-Eugenol-basierter Zement (Super EBA, Bosworth Company, Skokie, IL, USA) verglichen. Dabei zeigte sich eine signifikant bessere Dichtigkeit für beide Zemente im Verhältnis zu Amalgam (Higa *et al.*, 1994). Diese Vorteile der verbesserten werkstoffkundlichen Aspekte werden allerdings durch eine deutlich gesteigerte Zytotoxizität dieser Zemente zunichte gemacht. Insbesondere in den ersten Tagen nach Applikation haben diese Zemente ein erhebliches zytotoxisches Potenzial (Meryon und Browne, 1983). Dabei muss beachtet werden, dass all diese Ergebnisse auf in vitro Experimenten mit verschiedenen Zellkultursystemen basieren, was einen Vergleich dieser Studien recht schwierig macht. So ist der toxische Effekt in hohem Maße abhängig von der verwendeten Testmethode und der eingesetzten Zelllinie. Oftmals sind hier Zellen mit wenig Bezug zum oralen System verwendet worden, was eine Interpretation der Ergebnisse erschwert. Abbildung 3 zeigt die drei in dieser Studie verglichenen Materialien zur retrograden Wurzelfüllung.



Abbildung 3: Materialien für retrograde Wurzelfüllungen: ProRootMTA, MedcemMTA und Biodentine

1.3.4.1 Mineral Trioxide Aggregate

Die genutzten Materialien aus der restaurativen Zahnheilkunde wiesen somit nicht die idealen Eigenschaften auf, sodass Anfang der 1990er- Jahre an der kalifornischen Loma Linda Universität in den USA, Mineral Trioxide Aggregate (MTA) entwickelt wurde. Es handelt sich dabei um einen feinkörnigen hydrophilen Zement. Zum größten Teil (ca. 75%) besteht MTA aus stark erhitztem und feingemahlenem modifiziertem Portlandzement, 20% Bismutoxid, um eine ausreichende Röntgenopazität zu erzielen, sowie aus 5% Calciumsulfat (CaSO_4), dass für das Abbindeverhalten verantwortlich ist. Seit dem Jahr 2000 ist MTA unter dem Namen ProRootMTA (Dentsply-Maillefer, Ballaigues, Schweiz) in Deutschland erhältlich (Parirokh und Torabinejad, 2010). Mineral Trioxid Aggregate weist während des Abbindevorgangs einen pH-Wert von 10,2 auf, der bereits nach den ersten Stunden auf 12,5 pH ansteigt, ähnlich dem Verhalten von Calciumhydroxid (Torabinejad *et al.*, 1995). Erreicht wird der hohe pH-Wert durch Dissoziation des bei der Abbindung entstandenen Calciumhydroxids im wässrigen Milieu der Gewebsflüssigkeit nach folgender Reaktionsgleichung (Duarte *et al.*, 2003):



Verschiedene Studien zeigten, dass der alkalische pH-Wert dieses Materials, ähnlich wie bei Calciumhydroxid-Präparaten, einen wichtigen Beitrag zur Regeneration von Gewebe, sowohl von Zahnhartsubstanzen als auch des Zahnhalteapparats liefert. Die antimikrobielle Wirkung kommt dabei durch ein Ansteigen des pH-Werts zustande. Zudem werden Enzyme wie die alkalische Phosphatase unterstützt, die einen entscheidenden Anteil an der Regeneration insbesondere von Knochen haben (Foreman und Barnes, 1990).

1.3.4.2 Portland-Zemente

Ein weiteres Produkt mit ähnlichen chemischen Eigenschaften ist MedcemMTA. Dieses Material besteht auf der Basis von Portlandzement und

wird von einem Schweizer Hersteller (Medcem GmbH, Weinfelden) hergestellt und auch in Deutschland über den DSI Huber Online-Shop vertrieben. Geliefert wird MedcemMTA in luft- und feuchtigkeitsdichten Kapseln von je 0,35 g. Der europäische Standard für MedcemMTA (EN 197-1) reguliert die industrielle Produktion von Zementen in Europa (Steffen und van Waes, 2009). Einige Untersuchungen sehen MedcemMTA als Ersatzmaterial zu MTA (Coomaraswamy *et al.*, 2007). Die Zusammensetzung von MedcemMTA wird als annähernd ähnlich zu MTA beschrieben und besteht aus den Hauptbestandteilen Calcium, Silicium und Aluminium, dessen Ausgangsstoffe gesintert und fein gemahlen werden. MedcemMTA hat darüber hinaus einen Zirkoniumdioxidzusatz, der als Röntgenkontrastmittel dient. Auf den Zusatz von Bismutoxid wie in den bisher auf dem Markt erhältlichen MTA-Präparaten, wird hingegen verzichtet und dadurch eine höhere Farbstabilität und somit weniger Verfärbungen der behandelten Zähne erreicht (Funteas *et al.*, 2003). Wie auch bei MTA findet bei MedcemMTA eine Hydratisierungsreaktion bei der Zugabe von Wasser statt, aus der sich anschließend eine feste Kristallstruktur bildet (Camilleri, 2007). Durch unterschiedliche Herstellungsprozesse unterscheidet sich MedcemMTA auch hinsichtlich der Korngröße von anderen Präparaten, was Auswirkungen auf die physikalischen Eigenschaften dieses Materials hat.

1.3.4.3 Bioaktive Gläser auf Calciumsilikatbasis

Eine weitere Gruppe von Materialien stellen bioaktive, glasbasierte Materialien dar. Der Hauptbestandteil dieser Werkstoffe ist Tricalciumsilicat, was in der Lage ist bei Kontakt mit Flüssigkeiten Calciumhydroxid freizusetzen und damit sowohl eine bessere Heilung durch einen Anstieg des pH-Werts zu erzielen als auch die direkte Bildung von Hydroxylapatitkristallen zu ermöglichen (Grech *et al.*, 2013a, Gandolfi *et al.*, 2014). Ein typischer Vertreter dieser Gruppe von Materialien ist Biodentine (Septodont, Niederkassel, Deutschland). Dieses Material weist die oben beschriebene Freisetzung von Calciumhydroxid im Gewebe auf, wofür unter anderem die zum Anmischen verwendete

Calciumchloridlösung verantwortlich ist.

In werkstoffkundlicher Hinsicht haben sich einige Unterschiede aber auch Gemeinsamkeiten zu MTA und portlandzementbasierten Materialien gezeigt. So berichteten Grech und Mitarbeiter im Jahr 2009 von einer ausreichenden Röntgenopazität, die allerdings noch verbesserungswürdig erscheint. Andererseits zeigte sich eine erhöhte Tendenz von Biodentine in Flüssigkeiten auszuwaschen, was zu einer Freisetzung von Bestandteilen des Materials führen könnte (Grech *et al.*, 2013b). Weiterhin zeigte sich eine vergleichbare Mikrohärte zu konventionellen Glasionomern zu dem Dentinersatz (Camilleri, 2013a). Als Mittel zur Steigerung der Röntgenopazität wurde bei Biodentine, analog zu MedcemMTA, Zirkondioxid verwendet, was neben einem guten Röntgenkontrast zusätzlich eine exzellente Biokompatibilität aufweist (Piconi und Maccauro, 1999; Camilleri *et al.*, 2013b). Dies ist ein Vorteil gegenüber den meisten MTA-basierten Materialien, die als Kontrastmittel Bismutverbindungen enthalten. Diese Verbindungen haben neben einem umstrittenen toxikologischen Potential auch den Nachteil, dass sie eine auffällige Eigenfarbe aufweisen, die sich bei weit koronal gelegenen Restaurationen auch auf das Erscheinungsbild des behandelten Zahnes auswirken kann (Watts *et al.*, 2007).

1.3.5 Nachsorge und Kontrollintervalle bei Wurzelspitzenresektionen

Postoperativ sollte unabhängig von der verwendeten Technik und Materialien eine analgetische und antiphlogistische Medikation erwogen werden, um Schwellung und Schmerzen vorzubeugen. Die Mundhygiene sollte im OP-Gebiet für 2 Wochen ausschließlich durch Spülen mit 0,1-0,2% CHX-Lösung erfolgen bei weitest gehendem Verzicht auf eine mechanische Reinigung. Die erste postoperative Kontrolle findet nach 2-3 Tagen statt. Sollten Anzeichen einer Wundinfektion bestehen, empfiehlt sich eine Drainage durch Entfernung einiger Nähte. Ist die Wundheilung regelrecht, werden die Fäden nach 7-10 Tagen

entfernt. Die weiteren Kontrollintervalle sind abhängig vom klinischen Befund. Eine radiologische Kontrolle zur Ausheilung des periradikulären Defekts wird nach etwa 6 Monaten durchgeführt. Langzeitstudien zeigen, dass die Prognose nach einem Jahr, sowohl klinisch als auch röntgenologisch, zu 95% definitiv beurteilt werden kann. Wird eine vollständige Heilung nach einem Jahr erkannt, kann diese daher als abgeschlossen angesehen werden (Molven *et al.*, 1987). Ist dies nicht der Fall, sollte der Patient einmal jährlich zur weiteren Kontrolle erscheinen.

1.4 Stand der Forschung

Im Hinblick auf die Vielzahl von Produkten, die auf MTA oder Portlandzementen basieren, ist es schwierig einen vergleichenden Überblick über die Daten hinsichtlich ihrer Eigenschaften zu geben. Im Folgenden soll insbesondere auf ProRootMTA als klassisches Mineral Trioxide Aggregate, MedcemMTA als Vertreter moderner Portlandzemente und Biodentine als zusätzliche Therapiealternative eingegangen werden.

1.4.1 Biokompatibilität und chemisch-physikalische Eigenschaften

Eine Vielzahl von Studien, unter anderem auch eine Metaanalyse, haben sich mit Biokompatibilität, Toxizität und Mutagenität von zahnmedizinischen Materialien beschäftigt und zeigten, dass ProRootMTA ein deutlich biokompatibleres Material im Vergleich zu SuperEBA, IRM (intermediate restorative material) und Amalgam ist (Torabinejad und Parirokh, 2010; Fernández-Yáñez Sánchez *et al.*, 2008). Es wurden sehr viele Studien zur *in vitro* Zytotoxizität von MTA und Portlandzementen durchgeführt, wobei übereinstimmende Ergebnisse von einer guten bis sehr guten Biokompatibilität dieser Materialien berichten (De Deus *et al.*, 2005; Gorduysus *et al.*, 2007; Saidon *et al.*, 2003). Dennoch ist festzustellen, dass insbesondere Portlandzemente keinem standardisierten Herstellungsverfahren unterliegen und somit jedes einzelne neue Material einer erneuten Überprüfung unterzogen

werden muss, da unterschiedliche Bestandteile enthalten sein können. Zum jetzigen Zeitpunkt existiert keine Studie, die beispielsweise den Zement MedcemMTA hinsichtlich seiner Biokompatibilität untersucht hat.

In Bezug auf Biodentine wurde eine etwas höhere Zytotoxizität berichtet, allerdings liegt diese hinsichtlich der früher eingesetzten Materialien wie Amalgam immer noch im akzeptablen Bereich (Lee *et al.*, 2014; Mori *et al.*, 2014).

In Bezug auf die chemisch-physikalischen Eigenschaften der Materialien ist festzustellen, dass in Gegenwart von Blut oder anderen Körperflüssigkeiten MTA problemlos abbindet und zudem ein gutes Abdichtungsvermögen hinsichtlich bakterieller Invasionen aufweist (Torabinejad *et al.*, 1994). Die **Abbindezeit** von MTA und Portlandzementen beträgt 165 ± 5 min, nach dem das Pulver mit sterilem Wasser angemischt wurde. Die Abbindezeit ist damit um einiges länger als die von Amalgam, Super EBA und IRM (Torabinejad *et al.*, 1995). Die lange Abbindezeit von MTA ist einer der größten Negativaspekte dieses Materials, da ein vollständiges Abbinden des Materials im Verlauf des Eingriffs oft nicht abgewartet werden kann und es somit möglicherweise zu Veränderungen des OP-Situs kommen kann, bevor das Material vollständig erhärtet ist. Deshalb ist bereits in mehreren Weiterentwicklungen versucht worden diesen Parameter zu verbessern. So zeigt beispielsweise Biodentine eine deutlich kürzere Abbindezeit von nur etwa 9 bis 12 Minuten laut Angabe des Herstellers. Abhängig von der Definition des Zeitpunkts des Endes des Abbindevorgangs ergeben sich Werte bis zu 45 Minuten, was allerdings immer noch deutlich schneller ist als bei ProRootMTA oder Portlandzementen (Grech *et al.*, 2013b). Eine kurze Abbindezeit von maximal wenigen Minuten ist daher ein entscheidender Faktor, der die Verarbeitung dieser Materialien deutlich erleichtert.

Die **Fließfähigkeit** und die **Filmdicke** von Materialien sind eher selten untersuchte Faktoren. Diese sind insbesondere für die Benetzung von schwierig

zu erreichenden Abschnitten des Wurzelkanalsystems von Bedeutung. So sind zähflüssige Materialien oft nicht in der Lage in dünne Strukturen des Wurzelkanals einzufließen und dadurch einen suffizienten Verschluss dieser zu erzielen. Eine Studie berichtet Werte von 7,8 mm Fließfähigkeit für eine nicht näher bezeichnete Portland-Zement-Formulierung (Wongkornchaowalit und Lertchirakarn, 2011). Für ProRootMTA sind deutlich abweichende Werte beschrieben worden, in einer Größenordnung von über 25 mm Fließfähigkeit (Duarte *et al.*, 2012). Dies ist allerdings auch durch unterschiedliche Versuchsanordnungen zu erklären. Eine ausreichende hohe Fließfähigkeit ist somit für ein adäquates Abdichtungsvermögen von großem Interesse.

Die **Röntgensichtbarkeit** dieser Materialien wird als Äquivalent zur Dicke von Aluminium beschrieben (nach entsprechender DIN-Norm). Eine ausreichende Röntgenopazität ist klinisch ein wichtiger Faktor, da nur so eine Unterscheidung des eingebrachten Materials von der Umgebung ermöglicht wird. Auch eine dem Dentin ähnliche Röntgenopazität ist hierbei von Nachteil, da im Röntgenbild die Grenze zwischen Zahnhartsubstanz und Füllungswerkstoff nicht einwandfrei identifiziert werden kann. Der Wert der Röntgenopazität für ProRootMTA wird bei 7,17 mm Aluminium-Äquivalent angegeben und ist damit weniger röntgenopak als Super EBA oder IRM (Laghios *et al.*, 2000). Dies wird jedoch in vielen Reviews der Literatur als noch nicht ideale Eigenschaft beschrieben (Vasudev *et al.*, 2003). Im Verhältnis zu ProRootMTA zeigt Biodentine eine signifikant geringere Radioopazität, allerdings liegt diese immer noch über der von Dentin (Tanalp *et al.*, 2013). Für Portlandzemente liegen naturgemäß keine einheitlichen Daten vor, eine Studie aus dem Jahr 2011 berichtet allerdings von deutlich schlechteren Werten für die Radioopazität von Portlandzementen im Vergleich zu ProRootMTA (Borges *et al.*, 2011). Aus diesem Grund ist dem neuen Material MedcemMTA Zirkoniumdioxid als Röntgenkontrastmittel beigefügt, so wie es auch bei Biodentine der Fall ist. Damit soll eine Röntgenopazität erzielt werden, die eine einfache radiologische

Identifizierung dieser Materialien nach Einbringen in den Zahn ermöglichen soll.

Desweiteren zeigten Untersuchungen dass ProRootMTA gar keine oder nur eine sehr geringe **Löslichkeit** zeigt (Poggio *et al.*, 2007). In einer Langzeitstudie wurde beschrieben, dass eine steigende Tendenz der Löslichkeit zu beobachten ist (Fridland und Rosado, 2005). Naturgemäß soll das eingebrachte Material möglichst unverändert in situ verbleiben und keine weiter gehende Löslichkeit zeigen, da sonst eine erhöhte Gefahr für ein zytotoxisches oder allergenes Potential bestehen kann. Eine weitere Studie, die ProRootMTA mit zwei verschiedenen Portlandzementen verglichen hat, ergab, dass beide Portlandzemente eine signifikant höhere Löslichkeit zeigten als ProRootMTA (Danesh *et al.*, 2006). Auch für Biodentine sind im Vergleich relativ hohe Löslichkeitswerte berichtet worden, allerdings liegen hierzu nicht viele Studien vor. So berichtet eine aktuelle Studie von Löslichkeitswerten von fast 7% bezogen auf das Gesamtgewicht für Biodentine (Singh *et al.*, 2015). Dieser Wert bedarf auf jeden Fall einer weiteren Überprüfung und Diskussion der damit verbundenen Folgen und möglicherweise auftretenden Komplikationen.

1.4.2 Dichtigkeit retrograder Wurzelfüllungen

Die Dichtigkeit einer retrograden Wurzelfüllung ist ein wichtiger Parameter, der für den Erfolg der Therapie entscheidend ist. Ausgehend von einer bakteriellen Infektion als Ursache einer apikalen Parodontitis ist es von größter Wichtigkeit diese therapeutisch einzudämmen. Die apikale Kürettage mit Entfernung des Granulationsgewebes ist sicherlich ein entscheidender Schritt. Jedoch ist, nach Resektion der infizierten Wurzelspitze, ein dichter Verschluss des verbliebenen Wurzelkanalsystems unabdingbar. Dies gilt allerdings nicht nur für den retrograden Verschluss, sondern vor allem auch, wie bei orthograden endodontischen Behandlungen, für den koronalen Verschluss. Dies bedeutet

beispielsweise die Versorgung des Zahnes mit einer adhäsiven direkten oder indirekten Restauration (Ray und Trope, 1995).

Es sind sehr viele verschiedene Versuchsaufbauten zur Untersuchung der Dichtigkeit von Wurzelfüllungen beschrieben worden. Ein bereits seit langer Zeit angewandtes Verfahren beruht auf der Fähigkeit von Farbstoffen in eine Wurzelfüllung abhängig von deren Dichtigkeit zu diffundieren. Weit verbreitet ist hierbei Tinte als Farbstoff zum Sichtbarmachen der Penetrationstiefe (Roy *et al.*, 2001). Weitere eingesetzte Farbstoffe sind Methylenblau, Fuchsin, Rhodamin B und Silbernitrat (Torabinejad und Parirokh, 2010). Ein alternativer Ansatz ist die mikrobiologische Untersuchung der Penetrationsfähigkeit von verschiedenen Bakterienspezies durch eine Wurzelfüllung. Zum Einsatz kommen hier zumeist Stämme von *E. faecalis*. Aufgrund der recht schwierigen Durchführung insbesondere im Hinblick auf die Sterilität der Wurzelkanäle zu Versuchsbeginn sind sehr heterogene Ergebnisse beschrieben worden (Fischer *et al.*, 1998; Scheerer *et al.*, 2001). Eine weitere Möglichkeit ist die Konzentrationsmessung von durch die Wurzelfüllung hindurchpenetrierten Stoffen, wie zum Beispiel Proteinen (Valois und Costa, 2004; Leal *et al.*, 2011). Seit neuester Zeit wird hierfür auch Glucose verwendet (Xu *et al.*, 2005). Dabei hat sich Glucose als idealer Stoff erwiesen, da er einfach in seiner Handhabung ist und natürlicherweise nicht im Wurzelkanal vorkommt. Ein weiterer Vorteil ist die einfache enzymatisch-photometrische Messbarkeit der Glucosekonzentration im Gegensatz zu aufwändigen mikrobiologischen Kulturmethode.

Für den Einsatz von MTA als retrograde Wurzelfüllung existiert eine Vielzahl von Studien, die die Dichtigkeit dieses Materials in dieser Indikation untersucht haben. Im Jahr 2009 verglichen De Bruyne und De Moor die Dichtigkeit von retrograden Füllungen bestehend aus MTA oder Resilon (selbstadhäsives Wurzelfüllmaterial) über einen Zeitraum von 6 Monaten. Interessant war hierbei die initiale Überlegenheit von Resilon in Bezug auf die Dichtigkeit, die

allerdings bei der Untersuchung nach 6 Monaten der Dichtigkeit der MTA Gruppe unterlegen war (De Bruyne und De Moor, 2009). Ähnliche Ergebnisse berichteten Ashraf und Mitarbeiter im Jahr 2013 (Ashraf *et al.*, 2013). Im Gegensatz dazu ergab eine Studie aus dem Jahr 2011 eine steigende Undichtigkeit der retrograden Füllungen aus ProRootMTA und Portlandzement nach 15 Tagen im Gegensatz zu Füllungen aus Sealapex oder Zinkoxid-Eugenol-Zement. Dabei wurde die Dichtigkeit mit einer mikrobiologischen Methode untersucht, wobei *Staphylococcus aureus*, *E. faecalis*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Bacillus subtilis* und *Candida albicans* zum Einsatz kamen (Estrela *et al.*, 2011). Eine weitere Studie untersuchte ProRootMTA im Vergleich zu einem biokeramischen Wurzel-Reparaturzement. Dabei ergaben sich keine signifikanten Unterschiede zwischen den Testgruppen, wobei allerdings beide Gruppen eine signifikant höhere Bakterienzahl als die Negativ-Kontrolle aufwiesen (Nair *et al.*, 2011). Zu ähnlichen Ergebnissen kam eine elektronenmikroskopische Studie zur Dichtigkeit von verschiedenen Materialien. Keines der getesteten Materialien, unter anderem ProRootMTA und ein Portlandzement, konnte eine vollständige Abdichtung der apikalen Kavität erzielen (Chittoni *et al.*, 2012). Bereits im Jahr 2011 schlugen Shahi und Mitarbeiter die Austauschbarkeit von MTA und Portlandzement aufgrund sehr ähnlicher Dichtigkeit bei einem Einsatz als retrograde Wurzelfüllung vor. Dies sei insbesondere auch aufgrund einer besseren Kosten-Nutzen-Rechnung von Vorteil. Allerdings lieferte diese Arbeitsgruppe keine weiterführenden Informationen über den verwendeten Portlandzement insbesondere hinsichtlich seiner chemisch-physikalischen Eigenschaften und den damit eventuell auftretenden Komplikationen und Einschränkungen (Shahi *et al.*, 2011). Leal und Kollegen berichteten von einer guten Dichtigkeit von retrograden Wurzelfüllungen aus ProRootMTA, die sich nicht signifikant von denen der anderen getesteten Materialien unterschied (Leal *et al.*, 2011). Eine deutlich schlechtere Studienlage besteht für das Material Biodentine. Lediglich eine

aktuelle Untersuchung aus dem Jahr 2014 beschrieb das Verhalten sowohl von Biodentine als auch von Portlandzement mit einer Beigabe von 20% Zirkoniumdioxid im Vergleich zu ProRootMTA. Dabei wurden für beide getesteten Materialien keine signifikanten Unterschiede zu ProRootMTA in Bezug auf die Dichtigkeit herausgefunden (Amoroso-Silva *et al.*, 2014). Für MedcemMTA existiert zum jetzigen Zeitpunkt keine vergleichende Studie im Hinblick auf die Dichtigkeit von retrograden Wurzelfüllungen. Somit kann von einer nicht einheitlichen Studienlage gesprochen werden, da sehr viele unterschiedliche Methoden beschrieben wurden, die nicht alle miteinander einfach zu vergleichen sind.

1.4.3 Wirtschaftliche Aspekte

Ein weiterer, insbesondere für den niedergelassenen Zahnarzt wichtiger Aspekt, sind die Kosten solcher Materialien. Insbesondere die Verwendung von ProRootMTA ist mit hohen Kosten von durchschnittlich 74,28 € pro Applikation verbunden. Dies ist ein fast zehnfach höherer Preis als der von Materialien mit ähnlichen Indikationen wie MedcemMTA (8,13 € pro Applikation) und Biodentine (9,93 € pro Applikation). Dennoch ist bis jetzt ProRoot MTA ein auf dem Markt sehr gut etabliertes Produkt mit einer großen klinischen Therapieerfahrung und exzellenten Erfolgen in vielen Indikationsbereichen, auch außerhalb des Indikationsgebiets der retrograden Wurzelfüllung (Cardoso-Silva *et al.*, 2011).

2 Fragestellung und Studienziele

Da Portlandzement-Zubereitungen verschiedener Hersteller deutliche Unterschiede in ihrer Zusammensetzung aufweisen, ist es von großer Wichtigkeit, diese Produkte hinsichtlich ihrer chemisch-physikalischen Eigenschaften sowie ihres Verhaltens als zahnmedizinisches Restaurationsmaterial für die jeweilige Indikation zu untersuchen. Dabei soll das Verhalten von MedcemMTA als retrogrades Wurzelfüllmaterial untersucht werden, da dies eine Hauptindikation für den Einsatz von MedcemMTA darstellt. Als Vergleichsmaterialien wird der derzeitige Goldstandard ProRootMTA und ein neues, bioaktives Reparaturmaterial auf Calciumsilikatbasis (Biodentine) verwendet.

Für die Untersuchung der chemisch-physikalischen Eigenschaften wurden Norm-Versuche aus der DIN EN ISO 6876 ausgewählt und durchgeführt. Dabei sind die Abbindezeit, die Fließfähigkeit und die Filmdicke, die Röntgensichtbarkeit, die Löslichkeit von Interesse.

Zur Bestimmung der Dichtigkeit der Materialien als retrograde Wurzelfüllung soll ein Modell mit Bestimmung der Glucosepenetration zum Einsatz kommen.

Dadurch soll eine Einordnung von MedcemMTA in die Reihe von bereits auf dem Markt etablierten Produkten für diese Indikation erfolgen sowie dessen chemisch-physikalische Parameter genauer analysiert werden. Die Arbeitshypothese ist somit, dass MedcemMTA und ProRootMTA mindestens gleichwertige chemisch-physikalische Eigenschaften und Dichtigkeiten aufweisen.

3 Material und Methoden

3.1 Werkstoffkundliche Untersuchungen nach DIN-Norm

Zur Prüfung der werkstoffkundlichen Eigenschaften der zu testenden Materialien wurde als Versuchsgrundlage die DIN EN ISO 6876 aus dem Jahr 2012 verwendet.

3.1.1 Abbindezeit

Die Abbindezeit beschreibt die Zeit, die nötig ist, um nach Anmischen keinen Abdruck einer Prüfnadel der Masse $m = 100 \text{ g}$ mehr auf der Materialprobe erkennen zu lassen. Dieser Versuch beruhte auf einer rein optischen Interpretation. Ein genaues Auge lässt bereits kleinste Impressionen auf der zuvor geglätteten Zementoberfläche leicht und deutlich erkennen. Laut Herstellerangaben liegt die Abbindezeit von ProRootMTA und MedcemMTA bei vier Stunden. Biodentine dagegen härtet bereits nach zwölf Minuten aus. Es wurden für jedes der zu prüfenden Materialien drei unabhängige Versuche durchgeführt. Zur Herstellung der Probe wurde gemäß der DIN-Norm eine Ringform aus Stahl (Lederer GmbH, Ennepetal, Deutschland) mit einem Innendurchmesser von $d = 10 \text{ mm}$ und einer Höhe von $h = 2 \text{ mm}$ verwendet. Diese Ringform wurde auf eine flache Glasplatte gelegt und bis zum oberen Rand mit dem jeweiligen Material befüllt. Beim Anmischen der Materialien wurden stets die Angaben des Herstellers beachtet. Das ProRootMTA Basis-Pulver wurde zum Anmischen aus seiner luftdichten Verpackung auf eine kleine Anmischplatte aus Glas gebracht. Direkt neben das Pulver wurde aus der entsprechenden Dosierungskapsel die Flüssigkeit gegeben (destilliertes Wasser). Beides wurde dann mit einem Spatel für etwa eine Minute zu einer homogenen Masse vermischt, so dass alle Pulverpartikel hydratisiert waren. Ein ähnliches Vorgehen wurde für den MedcemMTA gewählt, jedoch wurde hier mit einer Pipette eine geringe Menge H_2O -bidest, wie vom Hersteller angegeben, auf die

Anmischplatte gegeben, da bei diesem Produkt keine mitgelieferte Flüssigkeit vorlag. Für das Anmischen des Biodentine wurde ein Kapselanmischgerät (Silamat, Ivoclar Vivadent, Ellwangen, Deutschland) benötigt, in den die Biodentine-Kapsel eingespannt wurde, nachdem aus den dafür vorgesehenen Einzeldosen fünf Tropfen Calciumchlorid-Lösung in die Kapsel gegeben wurde. Die Kapsel wurde für 30 s bei einer Geschwindigkeit zwischen 4000 und 4200 Schwingungen pro min gerüttelt. Damit war dieses Material fertig angemischt für die weitere Verwendung. Nach Ablauf einer Zeit von (120 ± 10) s wurde die Probe in einer Klimakammer mit einer Temperatur von 37°C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von $> 95\%$, auf einen 1 h vorkonditionierten Metallblock (Maße: $8 \times 20 \times 10$ mm) gegeben. Dies diente zur gleichmäßigen Applikation der Wärme. Für die Messung wurde eine Prüfnadel vom Gilmor-Typ benötigt, die ein Masse von $m = (100,0 \pm 0,5)$ g aufweisen sollte. Dieser Prüfnadelkörper wurde aus Titan (Tizian Titan, Grade 2, Schütz-Dental, Rosbach, Deutschland) mittels eines CAD/CAM Systems hergestellt. Dazu wurde ein Kunststoffträger entsprechender Größe eingescannt (D700, 3 Shape, Kopenhagen, Dänemark) und mit einer entsprechenden Software (Dental Designer) mit einer Verankerungsplattform für das Gewicht versehen. Diese Konstruktion wurde auf einer fünf-achsigen Fräsmaschine (conTEC 550i, imes-icore GmbH, Eiterfeld, Deutschland) aus Titan Grad 2 (Schütz Dental GmbH, Rosbach, Deutschland) gefräst. Diese Prüfnadel wurde nun mit einem Gewicht der Masse $m = (100 \pm 0,5)$ g versehen und in einer Halterung montiert, so dass das Gewicht der Prüfnadel vollständig auf die Materialprobe verlagert werden konnte. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 4 dargestellt.



Abbildung 4: Versuchsaufbau zur Messung der Abbindezeit mit Materialproben und Prüfnadel

Zur Ermittlung der Abbindezeit wurde die Zeitspanne ermittelt, bis die Prüfnadel keinen Abdruck mehr in der Materialprobe hinterließ. Zu diesem Zeitpunkt ist laut DIN-Versuch die Aushärtung abgeschlossen. Die erste Messung wurde für ProRootMTA und MedcemMTA nach einer Stunde vorgenommen, für das Biodentine bereits nach sechs Minuten, da dieses Material wie oben erwähnt, eine deutlich kürzere Aushärtungszeit aufweist. Für ProRootMTA und MedcemMTA wurde die zweite Messung nach 90 Minuten durchgeführt und eine Dritte nach zwei Stunden. Die Biodentine-Materialproben wurden nach 12 Minuten ein zweites Mal gemessen. Diese unterschiedlichen Zeitintervalle wurden aufgrund der sich deutlich unterscheidenden Angaben der Hersteller zur Abbindezeit festgesetzt.

3.1.2 Fließfähigkeit

Die Fließfähigkeit F_L , bezeichnet die Fähigkeit der Materialien unter Druck zu fließen. Dies wurde in folgendem untersucht. Die Materialien wurden wie oben beschrieben nach Vorgaben des Herstellers angemischt und genau 0,05 ml des Materials in Kreisform mittig auf eine Glasplatte der Größe 40x40 mm, einer

Dicke von $d = 5 \text{ mm}$ und einer Masse von $m = 20 \text{ g}$ gegeben. Der Versuchsaufbau vor Applikation der zweiten Glasplatte ist in Abbildung 5 dargestellt.

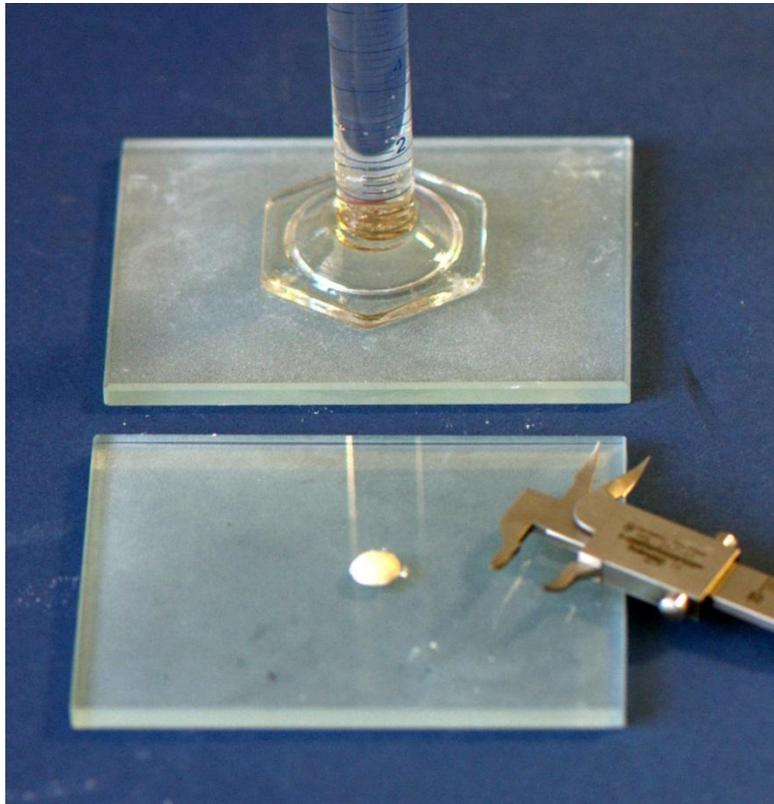


Abbildung 5: Versuchsaufbau zur Messung der Fließfähigkeit mit Materialprobe, Glasplatte, Gewicht und Messlehre

Hundertachtzig Sekunden nach Mischbeginn wurde eine zweite Platte der gleichen Größe und Masse auf die Probe gelegt und ein weiteres Gewicht der Masse $m = 100 \text{ g}$ darauf gestellt. Eine Seitenansicht mit der Materialprobe zwischen den Glasplatten ist in Abbildung 6 zu sehen.

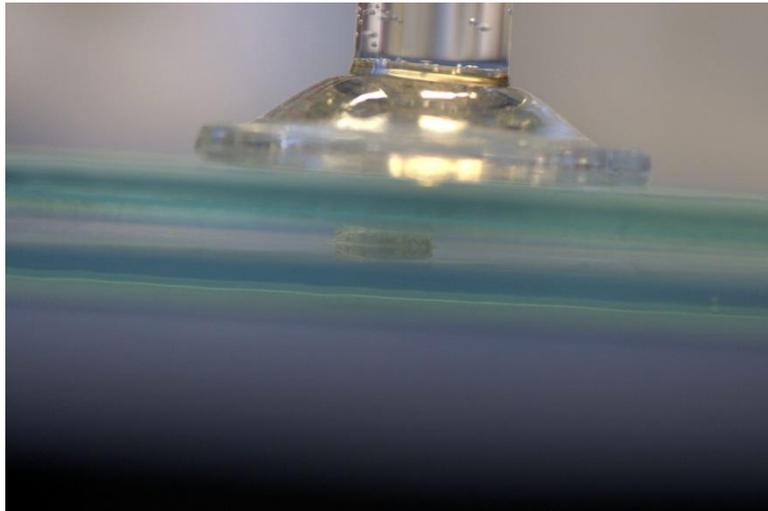


Abbildung 6: Detailansicht des Versuchsaufbaus zur Messung der Fließfähigkeit

Nach zehn Minuten wurde das Gewicht abgenommen und der kleinste (d_{\min}) und größte (d_{\max}) Durchmesser der Materialprobe mit einer Millimeter-Schiebelehre (Dentaurum GmbH & Co. KG, Ispringen, Deutschland) aufgezeichnet. Diese Werte mussten auf 1 mm übereinstimmen, ansonsten musste der Versuch wiederholt werden. Durch dieses Vorgehen kann von einer gleichmäßigen, mittigen Kraftapplikation ausgegangen werden, die zu einem kreisförmigen Ausfließen des Materials führt. Anschließend wurde der Mittelwert aus den beiden Messungen gebildet und jedes Material in drei unabhängigen Versuchen geprüft. Die Fließfähigkeit wurde angegeben als Mittelwert dieser Messungen in ganzen Zahlen auf Millimeter gerundet. Die entsprechende Formel lautete:

$$F_L = \frac{d_{\max} + d_{\min}}{2}$$

Dabei gab d_{\max} den größten gemessenen Durchmesser und d_{\min} den kleinsten gemessenen Durchmesser der Materialprobe an.

3.1.3 Röntgensichtbarkeit

Die Röntgensichtbarkeit beschreibt die Strahlendurchlässigkeit der zu untersuchenden Materialien für Röntgenstrahlen im Vergleich zu einem Aluminiumstufenkeil. Anschließend folgte eine optische Dichtemessung. Zunächst wurden von den zu untersuchenden Materialien in einer kleinen

Ringform in einer Dicke von $d = 1$ mm Proben hergestellt und sowohl von oben als auch von unten mit röntgenstrahlendurchlässiger Kunststoffolie abgedeckt. Um ein vollständiges Aushärten der Probekörper zu erreichen, wurden die Proben für 24 h in einer Klimakammer bei $37\text{ }^{\circ}\text{C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von $> 95\%$, gelagert. Der weitere Versuchsablauf wurde mit einem einphasigen dentalen Röntgengerät (Sirona Heliodont DS, Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Deutschland) mit einer Betriebsspannung von $U = 65$ kV und analogen intraoralen Röntgenfilmen der Empfindlichkeitsklasse D (Kodak, Carestream Health Deutschland GmbH, Stuttgart, Germany) durchgeführt. Dazu wurden drei Probekörper desselben Materials und ein Aluminiumstufenkeil auf den analogen Röntgenfilm nebeneinander gelegt. Der Aluminiumstufenkeil wurde aus Aluminiumplatten mit einer Reinheit von 98% Aluminium und einem maximalen Kupfergehalt von 0,1%, sowie einem maximalen Eisengehalt von 1% gefertigt. Die gleichmäßigen Stufen des Keiles hatten einen Abstand von 0,5 mm und wurden von 1,5-4 mm angelegt. Mit einem Film-Fokus-Abstand von 300-400 mm, wurde der analoge Röntgenfilm belichtet. Abbildung 7 und 8 zeigen den entsprechenden Versuchsaufbau.



Abbildung 7 und 8: Versuchsaufbau zur Ermittlung der Röntgenopazität

In direktem Anschluss an die Belichtung wurden die Filme in einem Röntgenentwicklungsgerät (Dürr XR 24, Dürr Dental AG, Bietigheim-Bissingen, Deutschland, siehe Abbildung 9) in einer Dunkelkammer entwickelt, fixiert und getrocknet.



Abbildung 9: Entwicklungsgerät für analoge Röntgenfilme

Die Auswertung erfolgte nach Digitalisierung des Röntgenbildes mit einer graphischen Analysesoftware (Adobe Photoshop PS4, Adobe Systems, San José, CA, USA). Dabei wurden die Graustufen der Aluminiumstufen und der Probenkörper bestimmt. Nach Erstellung einer Eichgeraden mit den bekannten Dicken der Aluminiumkeile konnten die Aluminium-Äquivalentwerte für die Zementproben errechnet werden. Die Röntgensichtbarkeit der Probekörper wurde anschließend als Äquivalent zur Dichte des Aluminiums in Millimeter-Aluminium angegeben. Die optischen Dichten des Röntgenfilms nahmen dabei mit steigender Röntgensichtbarkeit bzw. Strahlendurchlässigkeit ab. War der numerische Wert der optischen Dichte des Probekörpers kleiner als die optische Dichte der 3-mm-Aluminiumstufe, so war der Werkstoff laut DIN ein Äquivalenzwert für die Strahlendurchlässigkeit von größer als 3 mm.

3.1.4 Löslichkeit

Der Löslichkeitsversuch dient zur Bestimmung der maximalen Masse, die aus den unterschiedlichen Materialien bei einer bestimmten Temperatur in einer bestimmten Menge eines Lösungsmittels in Lösung geht. Zunächst wurden in geschlitzten Ringformen aus Stahl (Lederer GmbH, Ennepetal, Deutschland) mit einem Innendurchmesser von $d = (20 \pm 1)$ mm und einer Höhe $h = (1,5 \pm 0,1)$ mm die Materialproben hergestellt. Für jedes Material wurden je zwei Ringformen auf eine Glasplatte gelegt und im Überschuss mit den jeweiligen Materialien befüllt. Dann wurde eine mit einer wasserundurchlässigen

Kunststoffolie bezogene Glasplatte darauf gedrückt, um eine glatte Oberfläche des Probenkörpers zu erhalten. Anschließend wurde die Glasplatte wieder entfernt, so dass nur noch die Kunststoffolie auf den Probekörpern verblieb. Die Aushärtung erfolgte für die 1,5-fache Zeit der vom Hersteller angegeben in einer Klimakammer bei 37° C und einer relativen Luftfeuchtigkeit von > 95%. Dies bedeutete für ProRootMTA und MedcemMTA jeweils 6 h, für das Biodentine 18 min. Nach Ablauf dieser Zeit wurden die Proben aus den Formen entnommen und mit einer Feinwaage (Nimbus Analysewaage, Adam Equipment CoLtd., Danbury, USA) auf eine Masse von 10 mg genau bestimmt. Jeweils zwei Probekörper aus dem gleichen Material wurden in eine Glasküvette A gegeben, ohne dass sich diese berührten und mit (50 ± 1) ml H₂O-bidest (B.Braun, Melsungen, Deutschland) dazu gegeben. Anschließend wurden die Schalen abgedeckt und für weitere 24 h bei 37° C und einer relativen Feuchte von > 95% in der Klimakammer gelagert. Um die in Lösung gegangene Masse des Materials zu bestimmen, wurde die gesamte Flüssigkeit mit den Probekörpern gefiltert. Dafür wurde in einen Trichter ein Filterpapier (Whatman International Ltd, Maidstone, Vereinigtes Königreich) eingelegt und dieser 20 mm über dem Boden einer Schale B angebracht. Vor dem Filterprozess wurde die Masse der Schale B auf 10 mg genau bestimmt, um später die Differenz aus Schale und Probekörperrückständen bestimmen zu können. Das Wasser aus der Schale A wurde nun zusammen mit den Probekörpern in den Filter gegossen. Anschließend wurde die Schale A drei Mal mit 5 ml Wasser gespült und dieses durch denselben Filter gefiltert. Die Schale B mit dem aufgefangenen Wasser wurde dann in einem Wärmeschrank mit einer Temperatur von $\vartheta = (85 \pm 2)^\circ \text{C}$ gestellt und gewartet bis das Wasser vollständig verdampft war. Dieser Zeitpunkt war erreicht, wenn eine konstante Masse der Schale zu beobachten war. Nun wurde die neue Masse der Schale auf 10 mg genau bestimmt. Die Differenz der Massen der Schale B vor und nach dem Versuch lieferte somit die

Masse des in Lösung gegangenen Anteils der Materialproben. Folgende Formel stellt dies dar:

$$m_{\text{Schale B vorher}} - m_{\text{Schale B nachher}} = m_{\text{gelöste Stoffe}}$$

Dieser Wert wurde anschließend ins Verhältnis mit der Masse des Ausgangskörpers gesetzt nachdem dieser aus der Form entnommen wurde. Die Löslichkeit wurde auf 0,1% der Ausgangsmasse angegeben.

$$\text{Löslichkeit} = \frac{m_{\text{gelöst}}}{m_{\text{vorher}}} \times 100\%$$

3.1.5 Filmdicke

Die Filmdicke D_F der unterschiedlichen Materialien wurde durch die Dickenmessung zwischen zwei Glasplatten unter Kraftapplikation bestimmt. Diese Messgröße steht unter anderem im Zusammenhang mit der Korngröße der einzelnen Materialien.

Für den Versuch wurden jeweils zwei optisch flache Glasplatten mit einer Dicke von $d > 5$ mm verwendet. Die Kontaktfläche der beiden Glasplatten sollte $A = (200 \pm 25) \text{ mm}^2$ betragen, was bei quadratischen Glasplatten in etwa 14×14 mm entsprach. Diese Glasplatten wurden von einer Glaserei speziell für diesen Versuch angefertigt. Als Erstes wurde jeweils die Dicke von zwei aufeinander liegenden Glasplatten ($D_{\text{Glasplatten}}$) mit einer Mikrometerschraube (Wabeco, Remscheid, Deutschland) auf $1 \mu\text{m}$ genau gemessen und notiert. Anschließend wurden die einzelnen Materialien, wiederum nach Herstellerangaben, angemischt und in einer Menge, die den Raum zwischen den beiden Glasplatten bei Kraftapplikation sicher ausfüllt, mittig auf die erste Glasplatte gegeben. Danach wurde die zweite Glasplatte darauf gelegt und (180 ± 10) s nach Mischbeginn eine Kraft von $F = (150 \pm 3)$ N appliziert. Zehn Minuten nach Mischbeginn wurde die Dicke der beiden Platten inklusive der entsprechenden Materialsicht, die sich in dem dazwischen liegenden Kapillarspalt vollständig

ausgebreitet hatte, gemessen. Der Versuchsaufbau mit der Mikrometerschraube ist Abbildung 10 und 11 zu entnehmen.

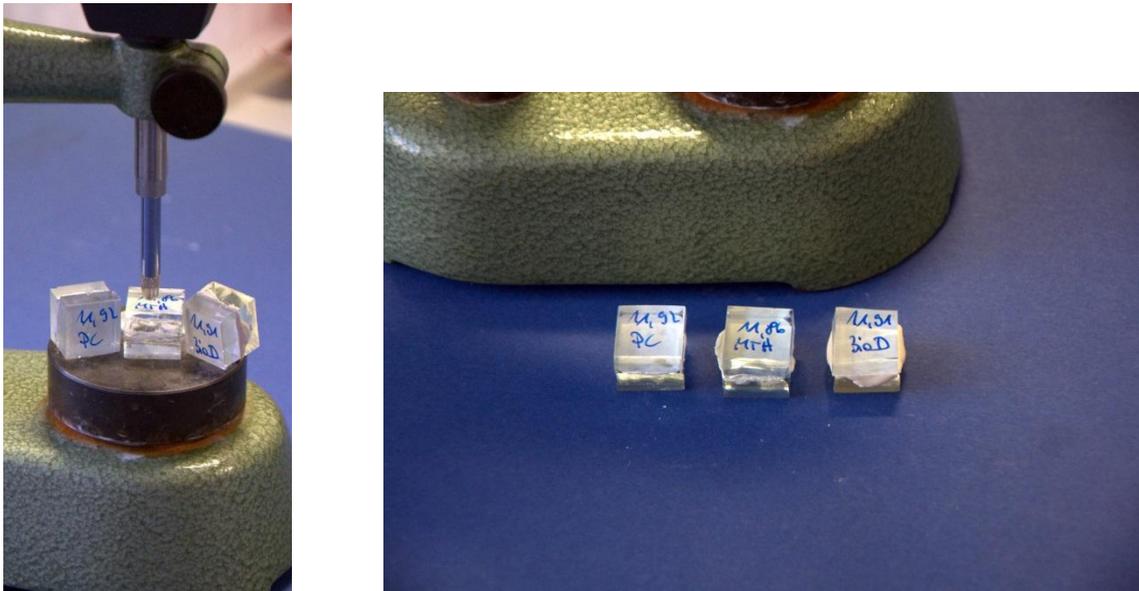


Abbildung 10 und 11: Versuchsaufbau zur Messung der Filmdicke mit Mikrometerschraube und Glasplatten mit Materialproben

Die Messwerte wurden wiederum mit der Mikrometerschraube auf 1 µm genau ermittelt. Die Filmdicke wurde berechnet als Differenz der Dicken der Glasplatten mit und ohne Zementschicht.

$$D_F = D_{\text{Glasplatte+ Zement}} - D_{\text{Glasplatte}}$$

Es wurde für jedes Material der Mittelwert aus drei unabhängigen Versuchen angegeben.

3.2 Dichtigkeitsprüfung

Für die Dichtigkeitsprüfung wurden die beschriebenen Materialien hinsichtlich ihrer Dichtigkeit bei ihrem Einsatz als retrogrades Wurzelfüllmaterial untersucht. Dazu wurde ein Versuchsaufbau, der auf der Penetration von Glucose durch die Wurzelfüllung beruht, gewählt.

3.2.1 Sammlung und Auswahl der Versuchszähne

Im Rahmen dieser Arbeit wurden rund 60 menschliche Front- und Eckzähne aus Oberkiefer (OK) und Unterkiefer (UK) gesammelt. Es wurden bei mehreren

niedergelassenen Zahnarztpraxen in München und Köln Gefäße mit Ringerlösung (B. Braun) mit Natriumazid 2% (NaN_3) (Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland) verteilt. Natriumazid hatte dabei eine antibakterielle Wirkung und verhinderte das Wachstum von Mikroorganismen. Somit wurde Keimfreiheit über den gesamten Versuchszeitraum gewährleistet. Nach ausgewählten Kriterien wurde eine Auswahl von 60 Versuchszähnen bestimmt. Diese Kriterien bestanden daraus, dass die Versuchszähne sowohl klinisch als auch röntgenologisch kariesfrei, einwurzelig und ohne vorherige Wurzelkanalbehandlung sein sollten.

3.2.2 Vorbereitung der Zähne

Nachdem die Auswahl der Versuchszähne getroffen worden war, wurde der koronale Anteile der Zähne mit einer Diamanttrennscheibe (Horico Dental, Berlin, Deutschland) auf eine einheitliche Länge von 15 mm gekürzt und zwischenzeitlich in nummerierten 15-ml-Falcon-Gefäßen (Greiner Bio-one GmbH, Frickenhausen, Deutschland) in der gleichen Flüssigkeit wie zuvor erwähnt, gelagert.

3.2.3 Reaktion Zement / Glucose

Um eine mögliche Reaktion der untersuchten Materialien mit der Testsubstanz Glucose und damit eine Verfälschung des Ergebnisses auszuschließen, wurde ein Vorversuch durchgeführt. Dazu wurden Probekörper aus dem jeweiligen Material hergestellt und für 14 Tage in einer Glucoselösung mit der Konzentration 1 mg/ml gelagert. Dabei wurden in einer 6-well-Platte jeweils 3 ml Glucose-Lösung pro Probe verwendet. An 6 verschiedenen Tagen wurden jeweils 100 µl der Flüssigkeit entnommen und mittels eines enzymatischen Assays die Glucose-Konzentration gemessen (siehe unten).

3.2.4 Orthograde endodontische Behandlung

Für die endodontische Behandlung wurden jeweils acht gekürzte Zähne in einem Kerr-Model (A-RD, Frasco, Tett nang, Deutschland) befestigt, um so eine möglichst patientenadäquate Behandlung durchführen zu können. Zunächst wurden die Versuchszähne mit einem Diamantbohrer (Gebr. Brasseler, Lemgo, Deutschland) und einem rotem Winkelstück (W&H Dentalwerk Bürmoos GmbH, Bürmoos, Österreich) trepaniert und der Wurzelkanal mit Handfeilen ISO 08-15 (VDW GmbH, München, Deutschland) dargestellt und erweitert. Die weitere Aufbereitung der Wurzelkanäle erfolgte maschinell mit einem Endo-Motor (VDW Reciproc Silver) und dem MTwo-Feilensystem (VDW GmbH, München, Deutschland), mit einer Feilensequenz von ISO 15 (Taper 5%) über ISO 20 (Taper 6%), ISO 25 (Taper 6%), ISO 30 (Taper 5%) und ISO 35 (Taper 4%) bis auf die ISO-Größe 40 (Taper 4%). Nach jeder Feilengröße wurden die Kanäle mit 2 ml 3%-iger Natriumhypochloritlösung (Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland) (NaOCl) gespült. Als Schlussspülung wurde der Kanal mit jeweils 5 ml 19%-iger Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA) (Eigenherstellung der Apotheke des Klinikums der Universität München Innenstadt) gespült, um die Schmierschicht zu entfernen. Als letztes wurde der Wurzelkanal mit Papierspitzen der ISO-Größe 35 (Coltène/Whaledent GmbH + Co. KG, Langenau, Deutschland) getrocknet.

Zum Abfüllen der Wurzelkanäle wurde die Technik der lateralen Kompaktion angewandt, die in Deutschland die am weitesten verbreitete Fülltechnik ist und weltweit als „Goldstandard“ angesehen wird. Dazu wurden genormte Guttaperchastifte der ISO-Größe 40 mit 4% Taper (Dentsply International, York, PA, Vereinigte Staaten) genutzt, die als Mastercone eine Klemmspannung („Tug back“) am apikalen Endpunkt der Aufbereitung aufweisen mussten, damit es später nicht zu einer Überpressung des Wurzelfüllmaterials über den Apex hinaus kommen konnte. Nach Überprüfung des „Tug back“ wurden die Guttaperchastifte mit einem epoxidharzbasiertem Sealer (AH-Plus, Dentsply

International, York, PA, USA) benetzt. Um eine gute Verteilung des Sealers zu gewährleisten, wurde der Guttaperchastift von koronal nach apikal mit kreisenden Bewegungen in den Wurzelkanal eingebracht. Mit einem Spreader (VDW GmbH) der ISO- Größe 20 wurde die Guttapercha dann verdichtet und der geschaffene Raum weiter mit Guttaperchapoints der ISO-Größe 20 (Dentsply International) befüllt. Dieses Vorgehen wurde mehrfach wiederholt, so dass der Wurzelkanal homogen abgefüllt war.

Abschließend wurde eine Kontrollröntgenaufnahme (65 kV und 0,62 mAs; Sirona, Bensheim, Deutschland) zur Überprüfung der durchgeführten Wurzelkanalbehandlung angefertigt. Es wurden nur Versuchszähne, deren Wurzelfüllungen eine korrekte Länge von 1 mm über dem röntgenologischen Apex und eine akzeptable Homogenität aufwiesen, für den weiteren Verlauf der Studie verwendet. Gelagert wurden die nun wurzelkanalbehandelten Versuchszähne zwischenzeitlich immer wieder in den nummerierten Gefäßen in Ringeracetat (mit 2% NaN₃).

3.2.5 Wurzelspitzenresektion und retrograde Wurzelkanalfüllung

Im nächsten Schritt wurde an den orthograd endodontisch behandelten Zähnen eine Wurzelspitzenresektion durchgeführt, indem die Wurzelspitzen mit einem Diamantschleifkörper (Gebr. Brasseler) um 3 mm gekürzt und anschließend mit einem Piezo-chirurgischen Gerät (Piezosurgery 3, Metron GmbH, Köln, Deutschland) um 3 mm retrograd aufbereitet. Die Instrumente zur retrograden Aufbereitung sowie Bilder der retrograden Präparation sind den Abbildungen 12 bis 16 zu entnehmen.

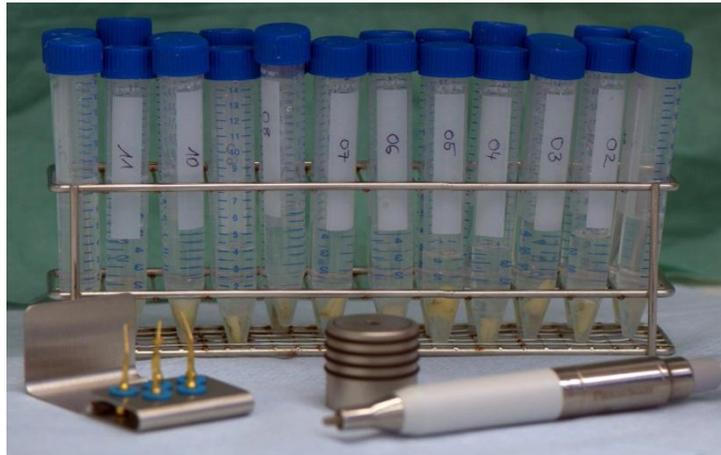
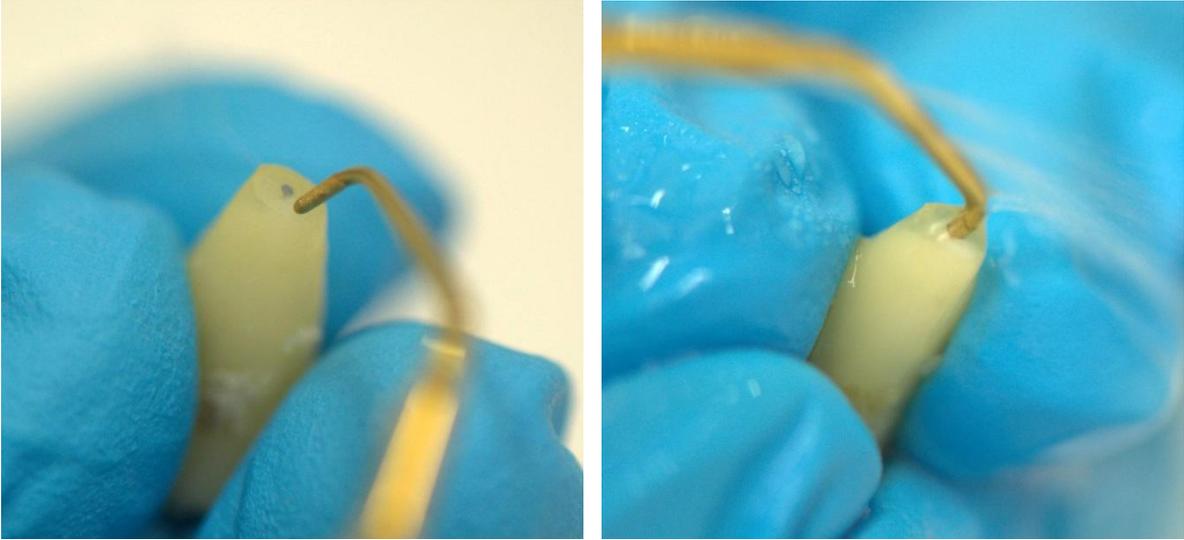


Abbildung 12: Arbeitsplatz zur Durchführung der retrograden Aufbereitung mit Versuchszähnen und piezo-chirurgischem Instrumentarium



Abbildung 13: Piezo-chirurgisches Gerät zur apikalen, retrograden Aufbereitung



Abbildungen 14 und 15: Detailansicht der retrograden Aufbereitung



Abbildung 16: Detailansicht der diamantierten, piezo-chirurgischen Spitze

Es erfolgte nun die randomisierte Verteilung der Versuchszähne auf drei Gruppen aus je 20 Zähnen, welche je einem der Testmaterialien zugewiesen wurden. Die Verarbeitung der Materialien erfolgte nach Herstellerangaben. Dabei wurde das fertig angemischte Material mit einem Spatel in den zuvor retrograd aufbereiteten Wurzelkanal eingebracht. Zur regelrechten Aushärtung der retrograden Füllung wurden die Zähne vor Beginn des eigentlichen Versuchs für 20 h in einer Klimakammer (Jouan Industries SAS, Chateau Gontier, Frankreich) bei 37°C und 100% Luftfeuchtigkeit gegeben.

3.2.6 Versuchsaufbau

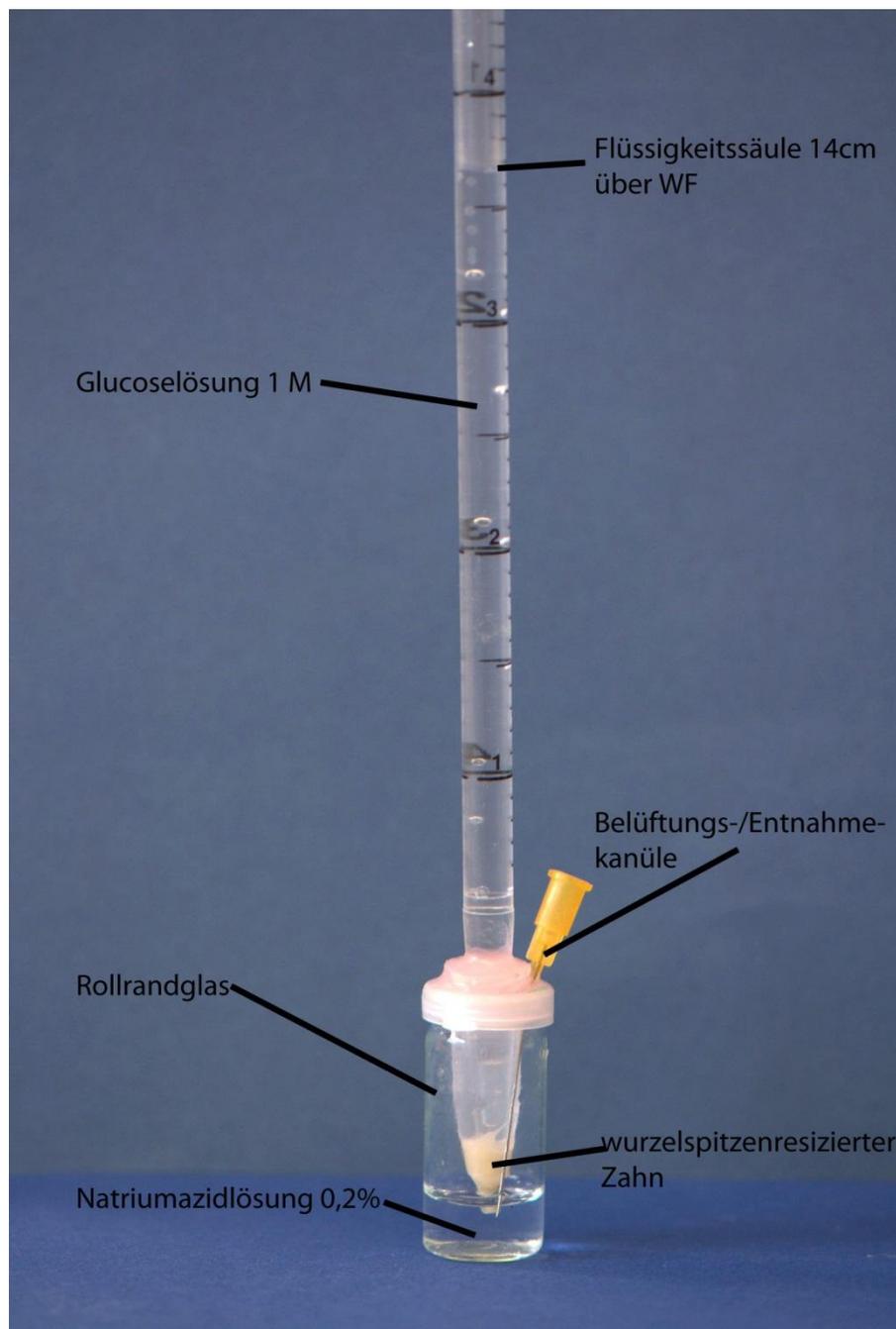


Abbildung 17: Übersicht des Versuchsaufbaus

Ein Bild des fertigen Versuchsaufbaus ist in Abbildung 17 dargestellt. In eine entsprechende Anzahl von Eppendorf-Reaktionsgefäßen (Sarstedt AG & Co., Nümbrecht, Deutschland) der Größe 1,5 ml wurde mit einer Fräse (Horico Dental) eine Öffnung in den Deckel von etwa 8 mm Durchmesser gefräßt und die konische Spitze der Gefäße um 7 mm mit einer Trennscheibe (Horico Dental) (an einem Laborhandstück) abgetrennt. Der nächste Schritt war das

Einbringen und Abdichten der Versuchszähne in die vorpräparierten Eppendorf-Reaktionsgefäße. Dafür wurden die Versuchszähne mit etwas Kraft in das elastische Gefäß gedrückt, so dass die resizierte Wurzelspitze unten aus dem zuvor gekürzten Eppendorf-Reaktionsgefäß hinausragte. Fixiert und abgedichtet wurde der Versuchszahn in dem Eppendorf-Reaktionsgefäß mit einem Bis-Acrylat basierten provisorischen Kronenmaterial (Luxatemp Automix plus; DMG Chemisch-Pharmazeutische Fabrik GmbH, Hamburg, Deutschland), welches sich durch seine leichte Dosierbarkeit und Konsistenz gut eignete. In die gefräste Öffnung des Deckels wurde eine serologische 5-ml-Pipette (Sarstedt AG & Co.) platziert. Dies ermöglichte später den Aufbau eines hydrostatischen Drucks auf die Wurzelfüllung. Diese Apparatur aus Versuchszahn, präpariertem Eppendorf-Reaktionsgefäß und serologischer Pipette wurde dann durch den PE-Schnappdeckel eines sterilen 5 ml Rollrandglases (Mercateo AG, Köthen, Deutschland) gesteckt, in den zuvor eine Öffnung von etwa 11 mm gefräst worden war. Das Ganze wurde dann mit flüssigem, heißen Aufstellwachs (M+W Dental GmbH, Bündingen, Deutschland) für Prothesenzähne fixiert und abgedichtet. Eine Dichtigkeitskontrolle wurde durchgeführt, indem für kurze Zeit Druckluft durch die serologische Pipette appliziert wurde. Desweiteren wurde durch den PE-Schnappdeckel des Rollrandglases eine Kanüle der Größe 0,50x40 mm BL/LB (B. Braun) gestochen, die zur späteren Belüftung und hauptsächlich zum Befüllen und Abnehmen der Proben aus dem unteren Flüssigkeitskompartiment diente. Die serologischen Pipetten wurden mit circa 6 ml Glucose- Lösung, mit einer Konzentration von $c = 1 \frac{\text{mol}}{\text{l}}$ gefüllt. Dabei wurde etwa eine Höhe von $h = 14 \text{ cm}$ über der orthograden Wurzelfüllung erreicht, wodurch ein hydrostatischer Druck (p_h) von 1,5 kilo Pascal (kPa) auf der Wurzelfüllung zustande kam. Der hydrostatische Druck (p_h) berechnete sich aus der Höhe der Flüssigkeitsstäbe (h), der Dichte der Flüssigkeit (ρ) und der Erdbeschleunigung (g) nach folgender Formel:

$$p_h = \rho \cdot g \cdot h$$

Der hydrostatische Druck von 1,5 kPa wurde mit ρ ($C_6H_{12}O_6$) = Dichte einer 1 M Glucose Lösung, der Erdbeschleunigung von $g = 9,81 \text{ m} \cdot \text{s}^{-2}$ und einer Höhe von $h = 14 \text{ cm}$ erreicht.

Die Rollrandgläser wurden über die Kanüle mit jeweils 3,5 ml 2%-iger NaN_3 -Ringeracetat-Lösung befüllt, so dass die Versuchszähne mit ihrer resezierten Spitze möglichst in Kontakt mit der Flüssigkeit standen. Glucosemoleküle, die durch die Wurzelfüllung hindurch diffundierten, konnten so in der Flüssigkeit des unteren Rollrandglases gesammelt werden, um später deren Konzentration zu bestimmen. Der fertige Versuchsaufbau der 60 Versuchszähne zur Dichtigkeitsprüfung wurde in einer Klimakammer (Jouan Industries SAS, Chateau Gontier, Frankreich) bei 37° C und 100% relativer Luftfeuchtigkeit gelagert (siehe Abbildung 18).

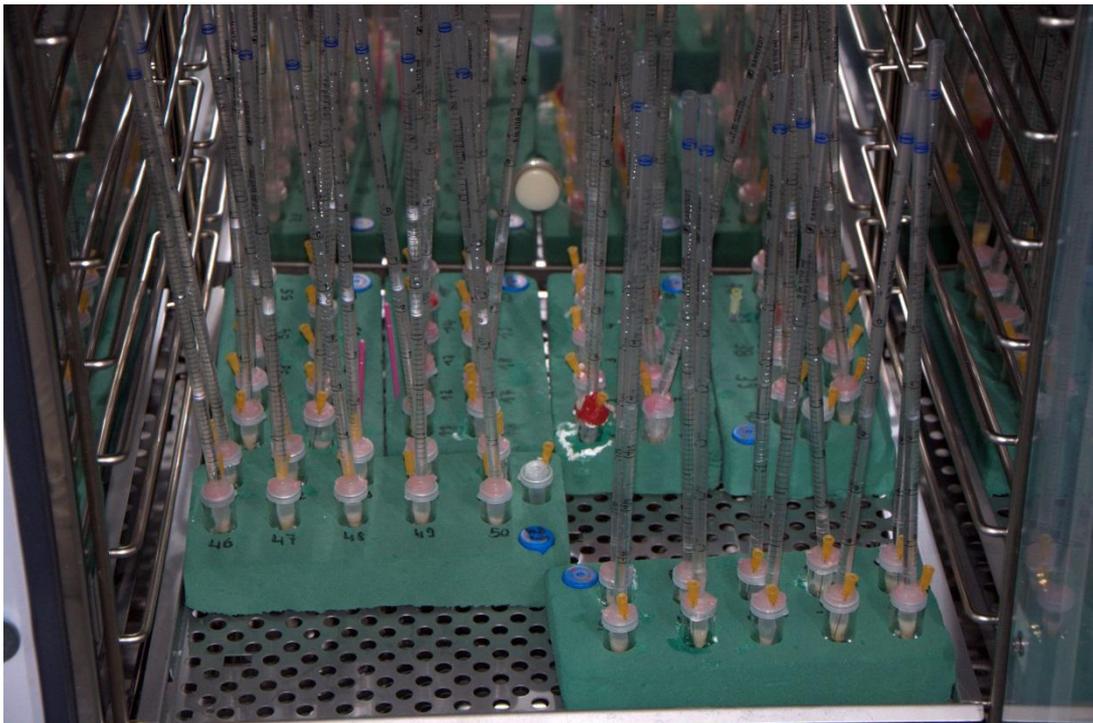


Abbildung 18: Brutschrank mit Versuchsaufbauten zur Inkubation

3.2.7 Auswertungstechnik und Bestimmung der Glucosekonzentration

Nach 1, 3, 5, 7, 10, 15, 20 und 30 Tagen wurden bei jedem Versuchsaufbau über die Kanüle jeweils 0,5 ml 2%-ige NaN_3 -Lösung mit einem 2-ml-Spritzenkörper

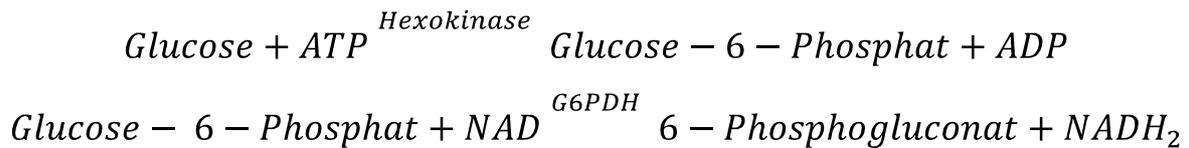
(Becton, Dickinson and Company, Heidelberg, Deutschland) in das untere Rollrandglas gegeben. Um eine ausreichende Durchmischung zu erreichen, wurden die Gefäße geschwenkt und dann die gleiche Menge 0,5 ml über die Kanüle mit dem Spritzenkörper wieder abgezogen und in nummerierte Eppendorf Reaktionsgefäße gegeben, was in Abbildung 19 zu sehen ist.



Abbildung 19: Probenentnahme aus dem Versuchsaufbau

Zur Konzentrationsbestimmung der Glucose aus der entnommenen NaN_3 -Lösung, wurde ein enzymbasiertes Glucose-Assay (GAHK-20, Sigma-Aldrich) verwendet. Zunächst wurde eine die Enzyme und Cofaktoren enthaltende Reagenzlösung hergestellt, in dem die Reagenzflasche mit 20 ml destilliertem H_2O aufgefüllt und gekippt wurde, um eine vollständige Lösung der Reagenzien zu erzielen. Die Reagenzlösung hatte eine Haltbarkeit von > 4 Wochen bei $2-8^\circ\text{C}$ und sollte daher möglichst dunkel und im Kühlschrank gelagert werden, vor allem auf Grund der Empfindlichkeit der enthaltenen Enzyme gegenüber UV-Licht. Das Assay wurde in eine 96-well Mikrotiterplatte ohne Deckel (Greiner Bio-one GmbH) pipettiert. Dazu wurden jeweils zu $100\ \mu\text{l}$ der Glucose-Assay-Reagenz $10\ \mu\text{l}$ der jeweiligen Probe pipettiert. Dabei wurde auf eine gute

Durchmischung der Lösung geachtet. Der Standard wurde mit dem Glucose (HK) Assay Kit mitgeliefert und mit 50 µl destilliertem H₂O in einer Verdünnungsreihe jeweils 1:2, bis zu einer Konzentration von 0,0625 $\frac{g}{l}$, verdünnt. Anschließend wurde die fertig pipettierte 96-well-Mikrotiterplatte für 15 min bei Raumtemperatur inkubiert, damit folgende Reaktion ablaufen konnte:



Die Konzentration der Glucose war dementsprechend identisch mit der des NADH + H⁺ welches durch die Extinktion bei 340 nm im ELISA- Reader (Thermo Electron Corporation, Waltham, MA, Vereinigte Staaten) gemessen werden konnte. Berechnet wurde die Glucose-Konzentration anhand einer Eichkurve mit NIST-Standard (amerikanischer Eichstandard) von 0,0625 $\frac{mg}{ml}$ bis 1,0000 $\frac{mg}{ml}$. Waren Proben außerhalb dieses Bereichs, waren weitere Verdünnungen nötig, da die Messwerte mit größeren Konzentrationen immer unpräziser wurden.

3.3 Statistische Auswertung

Die Darstellung der physikalischen Untersuchungen erfolgt nach den Vorgaben der DIN Norm EN ISO 6876. Dabei werden von den jeweiligen Versuchen Mittelwerte und Standardabweichungen gebildet und jeweils auf die erste Nachkommastelle gerundet. Die Ergebnisse wurden, soweit sinnvoll, graphisch dargestellt.

Die Messwerte der Glucosekonzentrationen an den Entnahmetagen wurden photometrisch bestimmt und ebenfalls für jede Gruppe der Mittelwert und die Standardabweichung gebildet. Aufgrund der kleinen Stichprobe, einer nur annähernden Normalverteilung (Kolmogorov-Smirnov-Test) und einer Ablehnung des Levene-Tests auf Varianzhomogenität wurde die Auswertung

mittels des nicht-parametrischen Kruskal-Wallis-Tests durchgeführt. Dabei wurde das Signifikanzniveau auf $p = 0,05$ festgelegt. Für einen Vergleich zwischen den einzelnen Gruppen wurde jeweils ein Mann-Whitney-U-Test durchgeführt, wobei das α -Level für 3 abhängige Tests nach Bonferroni korrigiert wurde (Abdi, 2007). Sämtliche statistischen Auswertungen wurden mit dem Statistik-Programm SPSS durchgeführt (Version 22.0, SPSS Inc., Chicago, IL, USA). Die Graphiken wurden mit Microsoft Excel erstellt (Microsoft, Redmond, WA, USA).

4 Ergebnisse

4.1 Physikalische Eigenschaften

Für die drei Materialien wurden jeweils die Abbindezeit, Löslichkeit, Röntgensichtbarkeit, Fließfähigkeit und Filmdicke nach DIN EN ISO 6876 (10/2012) bestimmt. Eine Übersicht über die Ergebnisse ist in Tabelle 1 dargestellt.

Material	Abbindezeit [min]	Fließfähigkeit [mm] MW \pm SD	Röntgensichtbarkeit [mm Al] MW \pm SD	Löslichkeit [m/m %]	Filmdicke [mm] MW \pm SD
ProRootMTA	< 90	7,7 \pm 0,1	7,58 \pm 0,1	0,5	0,53 \pm 0,01
MedcemMTA	< 120	9,5 \pm 0,02	3,73 \pm 0,1	< 0,1	0,27 \pm 0,01
Biodentine	< 12	8,4 \pm 0,1	1,86 \pm 0,1	9,4	0,11 \pm 0,01

Tabelle 1: Ergebnisse der physikalisch-chemischen Versuche

4.1.1 Abbindezeit

ProRootMTA hat laut Herstellerangaben eine Abbindezeit von vier Stunden. Daher erfolgte die erste Messung 60 Minuten nach Mischbeginn. Dabei waren visuell leichte Impressionen der Prüfnadel im Probenkörper zu erkennen. Bei einer zweiten Messung nach 90 Minuten waren keine Impressionen mehr zu sehen, genauso bei weiteren Messungen im Abstand von einer halben Stunde bis zur angegebenen Abbindezeit von 4 Stunden.

MedcemMTA, was ebenfalls laut Herstellerangaben eine Abbindezeit von vier Stunden aufweist, wies nach der ersten Messung nach einer Stunde, deutlich sichtbare Impressionen auf, die im Vergleich etwas stärker waren als die bei ProRootMTA. Die zweite Messung nach 90 Minuten ergab nur noch minimalste Impressionen, welche kaum mehr visuell zu erkennen waren. Bei allen weiteren Messungen bis 4 Stunden nach Mischbeginn waren keinerlei Impressionen der Prüfnadel zu beobachten.

Laut Packungsbeilage besaß Biodentine die kürzeste Abbindezeit von nur 12 Minuten. Nach der ersten Messung, die hier bereits nach 6 Minuten

durchgeführt wurde, ließen sich noch deutliche Impressionen in der Probe erkennen. Die zweite Messung nach 12 Minuten wies bereits keine erkennbaren Impressionen mehr auf, genauso wie bei den weiteren Messungen bis zu einer Stunde nach Mischbeginn.

4.1.2 Fließfähigkeit

Die Fließfähigkeit wurde aus dem Mittelwert von 3 unabhängigen Versuchen errechnet. Der Wert ergab sich aus dem Mittelwert des kleinsten (d_{\min}) und des größten (d_{\max}) gemessenen Durchmessers der Materialprobe. Abbildung 20 zeigt die Ergebnisse zur Fließfähigkeit der untersuchten Materialien. Eine hohe Fließfähigkeit ist hierbei mit positiven klinischen Eigenschaften assoziiert. Die untersuchten Materialien sind auf der x-Achse aufgeführt, auf der y-Achse lassen sich die gemessenen Werte in Millimeter ablesen.

Der durchschnittlich gemessene Durchmesser der Materialprobe betrug 7,7 mm bei ProRootMTA, 9,5 mm bei MedcemMTA und 8,4 mm bei Biodentine.

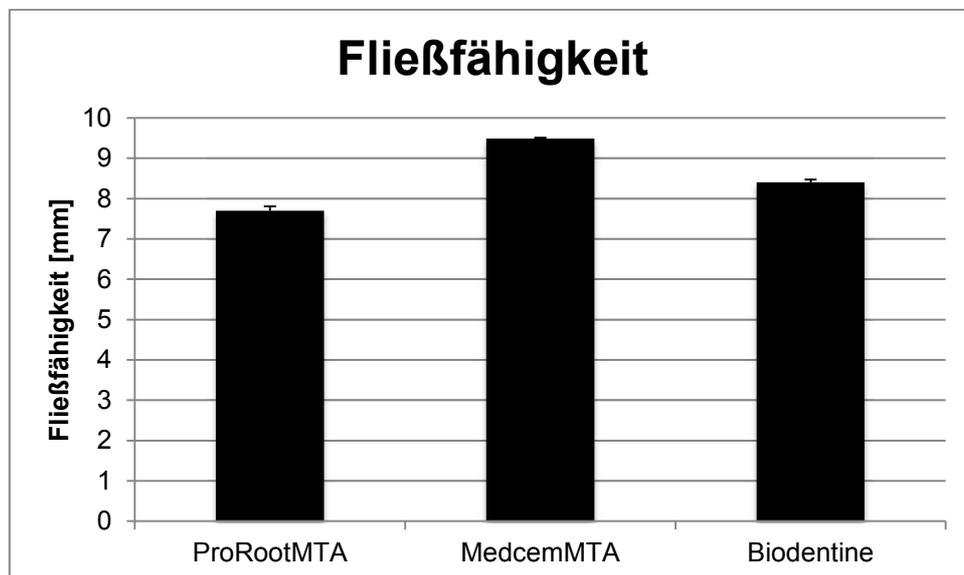


Abbildung 20: Graphische Darstellung der Fließfähigkeit der getesteten Materialien

4.1.3 Röntgensichtbarkeit

Die Röntgensichtbarkeit wurde als Äquivalenzwert zu einem Aluminiumstufenkeil ermittelt und als Wert [mm Al] angegeben. Dazu wurde

eine hochauflösende digitale Fotografie des Röntgenbildes erstellt und die verschiedenen Graustufen mit Hilfe einer Software bestimmt. Die Röntgensichtbarkeit der getesteten Materialien lag für ProRootMTA bei 7,58 mm-Aluminium und somit laut der DIN-Vorgabe bei > 3 mm-Al. Dies trifft ebenfalls für die Röntgenopazität von MedcemMTA zu, wo ein Wert von 3,73 mm-Al ermittelt wurde. Biodentine hingegen zeigte im Vergleich eine geringere Röntgenopazität von 1,86 mm-Aluminium. ProRootMTA erwies sich somit am röntgendichtesten, gefolgt von MedcemMTA und Biodentine. Die Ergebnisse sind in Abbildung 21 graphisch dargestellt.

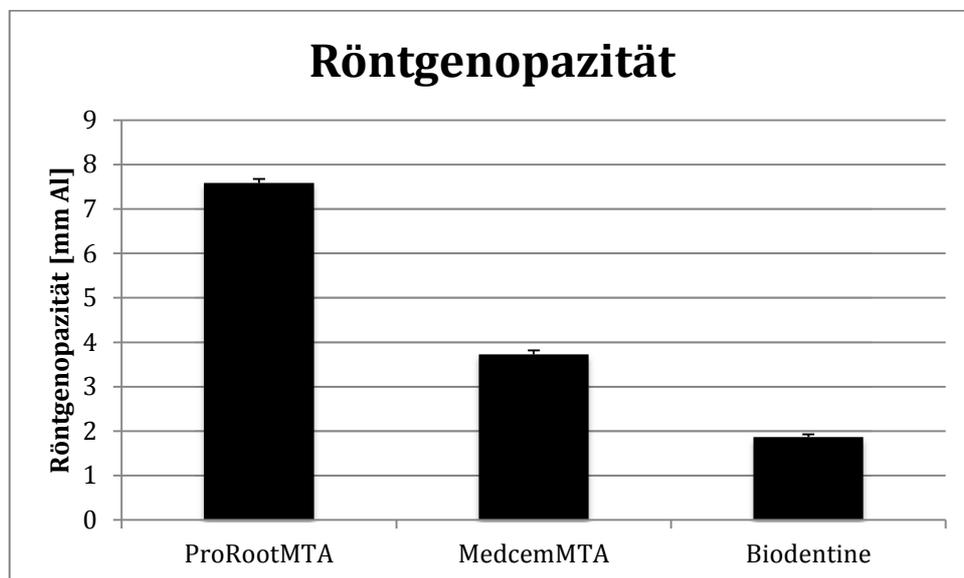


Abbildung 21: Graphische Darstellung der Ergebnisse der Messung der Röntgenopazität

4.1.4 Löslichkeit

Der gelöste Stoff ist die Masse, die sich aus den zu untersuchenden Materialien bei einer bestimmten Temperatur und einer definierten Menge an Lösungsmittel herauslöst. Die Massen der Probekörper von ProRootMTA, MedcemMTA und Biodentine lassen sich aus der Differenz der Messwerte der Schale A und Schale A mit Probekörper bestimmen. Dabei betrug die Masse der Probekörper von ProRootMTA 1,99 mg, von MedcemMTA 1,74 mg und von Biodentine 2,03 mg. Die Differenz der Schale B vor und nach Destillation des Lösungsmittels liefert die Masse des gelösten Stoffes. Bei MedcemMTA ließ sich keine

Differenz (gelöster Stoff MedcemMTA = 0,0 mg) vor und nach dem Vorgang der Destillation erkennen so. Bei ProRootMTA war die Masse der in Lösung gegangenen Anteile 0,01 mg. Die Masse des gelösten Stoffes bei Biodentine betrug 0,19 mg.

4.1.5 Filmdicke

Die Filmdicke ergab sich aus dem Mittelwert der drei unabhängigen Versuche. Dabei wurde die Dicke zwischen zwei Glassplatten unter Kraftapplikation in mm angegeben. In Abbildung 22 sind die drei zu untersuchenden Materialien auf der X-Achse und die Filmdicke in Millimeter auf der y-Achse aufgetragen. ProRootMTA zeigte eine Filmdicke von 0,52 mm, MedcemMTA von 0,27 mm und Biodentine von 0,11 mm.

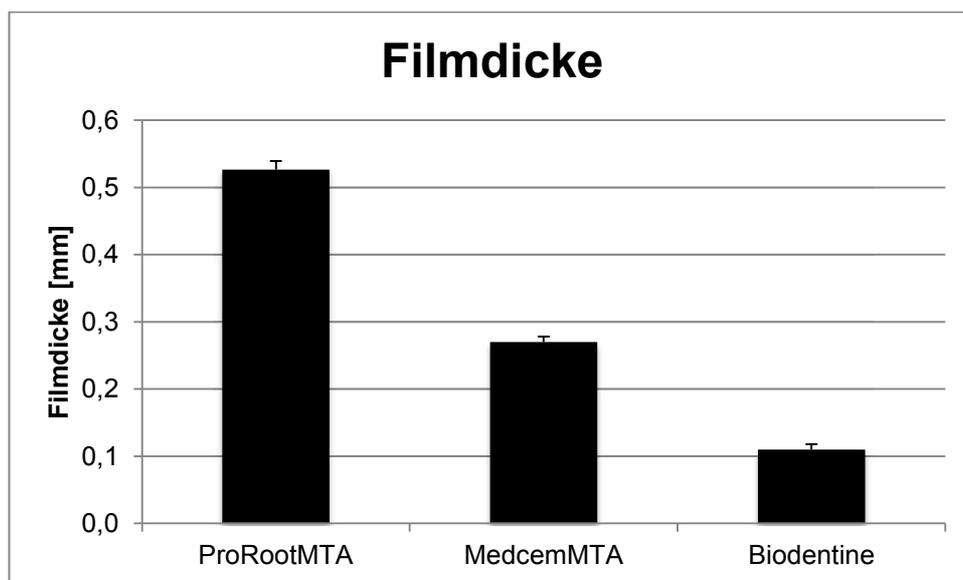


Abbildung 22: Graphische Darstellung der Ergebnisse der Messung der Filmdicke

4.2 Dichtigkeitsprüfung

Als Vorversuch zur Ermittlung einer möglichen Reaktivität zwischen den Materialien und der Testsubstanz Glucose konnte keine Veränderung der Glucose-Konzentration im gesamten Verlauf des Versuchs festgestellt werden. Der zeitliche Verlauf der Glucose-Konzentration ist aus Abbildung 23 zu entnehmen.

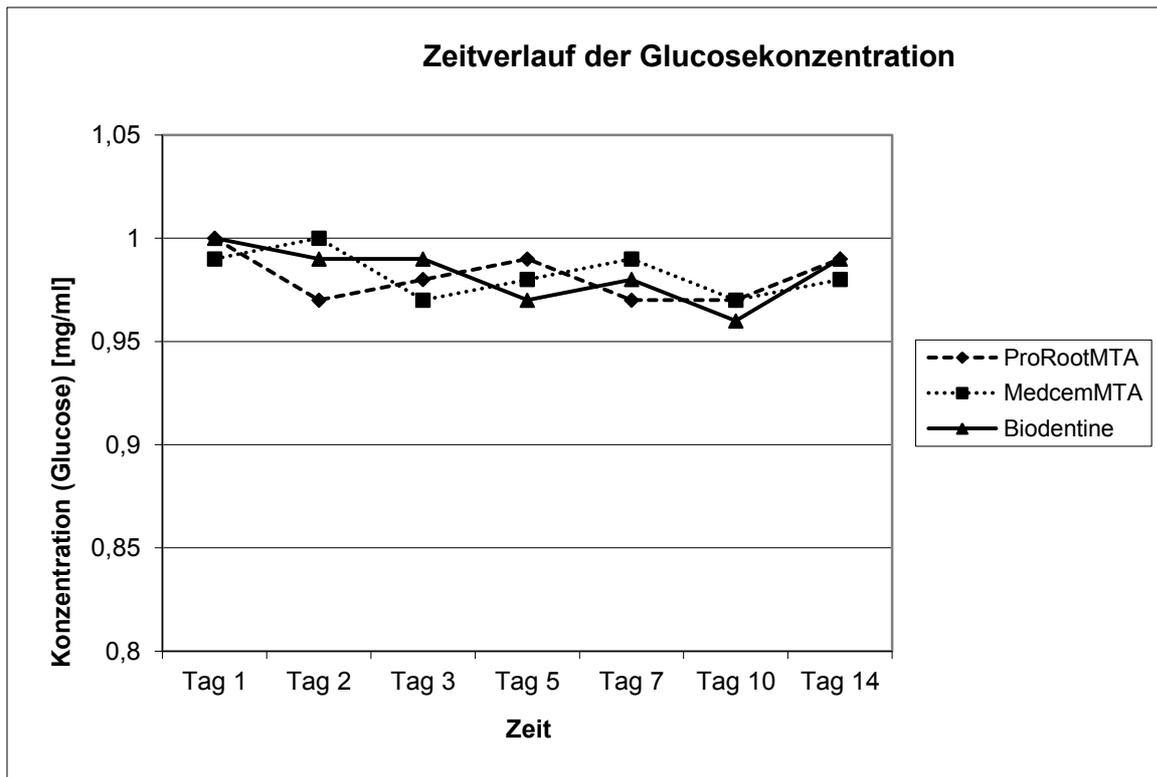


Abbildung 23: Zeitverlauf der Glucosekonzentration bei Inkubation mit den Testmaterialien

Die in vitro Dichtigkeitsprüfung wurde durch die Messung der Glucose-Konzentrationen zu unterschiedlichen Zeitpunkten durchgeführt. Für jeden Zeitpunkt wurde für die jeweilige Gruppe der Mittelwert der Glucose-Konzentration mit der entsprechenden Standardabweichung berechnet. Eine Übersicht dieser Werte ist Tabelle 2 zu entnehmen.

Material	Tag 1	Tag 3	Tag 5	Tag 7	Tag 10	Tag 20	Tag 30
ProRootMTA	0,042 ± 0,061	0,669 ± 0,650	0,797 ± 0,699	0,753 ± 0,729	0,980 ± 0,821	1,106 ± 0,647	1,589 ± 1,055
MedcemMTA	0,000 ± 0,000	0,255 ± 0,561	0,215 ± 0,482	0,283 ± 0,581	0,426 ± 0,766	0,553 ± 0,684	0,871 ± 0,967
Biodentine	0,000 ± 0,000	0,266 ± 0,563	0,342 ± 0,710	0,327 ± 0,594	0,390 ± 0,656	0,499 ± 0,541	1,092 ± 0,909
Gesamt	0,014 ± 0,041	0,403 ± 0,627	0,459 ± 0,690	0,463 ± 0,676	0,574 ± 0,785	0,705 ± 0,683	1,167 ± 1,025

Tabelle 2: Glucose-Konzentrationen zu verschiedenen Zeitpunkten des Versuchs (MW ± SD, [mg/ml])

Die folgende Abbildung 24 zeigt die Entwicklung der Glucose-Konzentration für die verschiedenen getesteten Materialien im Zeitverlauf des Versuchs. Der

Mittelwert der gemessenen Glucose-Konzentration lässt sich auf der y-Achse ablesen, die Zeit auf der x-Achse.

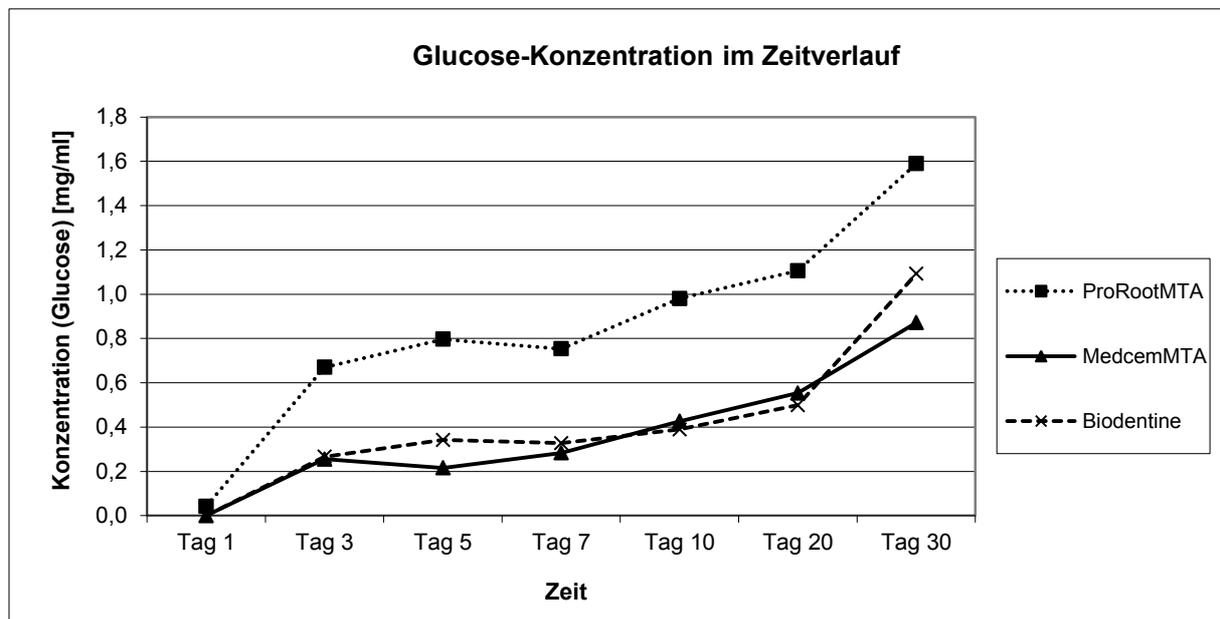


Abbildung 24: Zeitlicher Verlauf der Glucose-Penetration für alle getesteten Materialien

Um einen möglichen Unterschied in der Glucose-Konzentration zwischen den Gruppen und damit zwischen der Dichtigkeit der verschiedenen Materialien zu testen, wurde für die Messwerte von Tag 30 ein Kruskal-Wallis-Test durchgeführt. Der Kolmogorov-Smirnov-Test lieferte als Ergebnis nur eine annähernde Normalverteilung im Hinblick auf die kleine Stichprobe. Ebenso zeigte der Levene-Test auf Varianzhomogenität nur eine unzureichende Homogenität der Varianzen innerhalb der Gruppen. Deswegen wurde auf eine Auswertung mittels univariater Varianzanalyse (ANOVA) verzichtet.

Der rangskalierte Kruskal-Wallis-Test lieferte einen signifikanten Unterschied zwischen den getesteten Materialien ($p = 0,021$). Um genauer zwischen den Gruppen zu differenzieren, wurde ein paarweiser Gruppenvergleich mit dem Mann-Whitney-U-Test durchgeführt mit einem angepassten α -Level von 0,0166 für 3 multiple Vergleiche. Für den Vergleich zwischen ProRootMTA und MedcemMTA ergab sich eine signifikant geringere Glucose-Konzentration für die MedcemMTA-Gruppe ($p = 0,011$), was einer besseren Dichtigkeit dieses

Materials entspricht. Betrachtet man den Vergleich zwischen ProRootMTA und Biodentine lässt sich ein schwacher signifikanter Unterschied ($p = 0,031$) feststellen und somit eine leichte Überlegenheit von ProRootMTA feststellen. Vergleicht man die Glucose-Konzentration zwischen MedcemMTA und Biodentine ergibt sich kein signifikanter Unterschied.

5 Diskussion

Das Ziel dieser Studie war die Untersuchung der Dichtigkeit und der physikalisch-chemischen Eigenschaften von endodontischen Reparaturzementen. Diese Parameter sind für den Erfolg einer retrograden Wurzelfüllung von großer Bedeutung, da es das Ziel dieser Behandlungsstrategie ist, einen möglichst bakteriendichten Verschluss mit einem biokompatiblen Material zu schaffen. Die ständigen Weiterentwicklungen von bekannten Materialien oder auch die Einführung von neuen Werkstoffen von Seiten der Dentalindustrie haben zu einer für den praktisch tätigen Zahnarzt schwierig zu überblickenden Fülle an Möglichkeiten geführt. Trotzdem kann derzeit von ProRootMTA als Goldstandard gesprochen werden. Diese Einschätzung beruht hauptsächlich auf der derzeitigen Studienlage, welche für dieses Material am umfangreichsten ist sowie auf die seit langen Jahren bestehende positive klinische Erfahrung vieler Zahnärzte. Zu den neuen Materialien liegen zum Zeitpunkt der Markteinführung oft noch keine vergleichenden Studien vor, so dass wir aus diesem Zusammenhang auf die Problemstellung dieser Arbeit gestoßen sind: Die Untersuchung einer neuen Portlandzement-Formulierung hinsichtlich seiner chemischen-physikalischen Eigenschaften und seiner Dichtigkeit als retrogrades Wurzelfüllmaterial im Vergleich zu etablierten Werkstoffen. Dabei wurde als Vergleich sowohl ProRootMTA als bereits lang etabliertes Material als auch Biodentine aus der Gruppe der schnell-abbindenden Zemente mit Calciumchlorid als Abbindebeschleuniger gewählt. Insbesondere Biodentine stellt vor allem im Bereich der Abbindereaktion einen alternativen Ansatz dar, sodass Vergleiche zwischen diesen Materialien hinsichtlich der oben genannten Parameter von großem wissenschaftlichem und klinischem Interesse sind.

Studien auf diesem Gebiet sind generell sehr schwer zu vergleichen, obwohl eine große Anzahl von Untersuchungen publiziert wurde. Dies liegt

insbesondere an den extrem variablen Versuchsaufbauten und unterschiedlichen Untersuchungsmethoden und Auswertungen. Somit sind die Ergebnisse vieler Untersuchungen nur schwer miteinander vergleichbar, was sich auch dadurch äußert, dass nur wenige Meta-Analysen zu diesem Themenkomplex erstellt worden sind. Ein möglicher Ansatzpunkt zur Lösung dieser Problematik wäre die flächendeckende Anwendung von genormten Versuchsaufbauten, zumindest für die Untersuchung chemisch-physikalischer Eigenschaften, wie dies in den naturwissenschaftlichen und technischen Fachgebieten bereits üblich ist. Aus diesem Grund wurde in dieser Arbeit eine Vorlage des Deutschen Instituts für Normung für die Untersuchung zur physikalisch-chemischen Untersuchung von Wurzelkanalfüllwerkstoffen verwendet (Deutsche Fassung der EU-Norm EN ISO 6876:2012).

Als erster Parameter wurde in dieser Untersuchung die Dauer der **Abbindezeit** genauer betrachtet. Dabei zeigten sich die bekannten Phänomene, dass die MTA-basierten Materialien ProRootMTA und MedcemMTA eine im Verhältnis zu Biodentine relativ lange Abbindezeit benötigten. Diese lag sowohl bei ProRootMTA als auch MedcemMTA bei deutlich über einer Stunde, was dazu führt, dass klinisch ein vollständiges Abbinden dieser Materialien nicht abgewartet werden kann (Torabinejad *et al.*, 1994). Bei der retrograden Füllung nach Wurzelspitzenresektion besteht somit die Gefahr, dass sich die Position der eingebrachten Füllung nach Verschluss des OP-Situs noch verändert, oder eine erhöhte Löslichkeit in diesem Zeitraum besteht. Biodentine zeigte bereits nach weniger als 12 Minuten eine nach dem DIN-Versuch vollständige Aushärtung. Dies ist klinisch von Vorteil, weil der Behandler noch während der Behandlungssitzung die vollständige Abbindung des Materials abwarten kann. Allerdings untersucht der von uns durchgeführte DIN-Versuch lediglich den Zeitpunkt, ab dem eine gewisse Härte des Materials erreicht ist. Ob zu diesem Zeitpunkt aber schon eine vollständige Aushärtung des Materials im Sinne einer vollständigen Abbindereaktion erreicht ist, steht zur Diskussion. So ist zum

Beispiel bei Glasionomerkementen eine zweiphasige Abbindereaktion beschrieben worden, die erst nach über 24 Stunden vollständig abgelaufen ist, obwohl bereits nach 5-10 Minuten eine fast maximale Härte des Materials zu beobachten ist (Frankenberger und Krämer, 2005). Abweichend von unseren Ergebnissen berichteten Grech und Mitarbeiter im Jahr 2013 von einer Abbindezeit von 45 Minuten für Biodentine. Allerdings wurde dort ein Testprüfkörper der Masse 400 g verwendet, was der vierfachen Masse unseres Versuchs entspricht. Somit lässt sich auch die in dieser Untersuchung ermittelte längere Abbindezeit erklären (Grech *et al.*, 2013b). Hinsichtlich der Abbindezeit lässt sich somit sagen, dass MedcemMTA als neues Material aus der Gruppe der MTA-basierten Materialien keine deutlichen Verbesserungen zu den bereits etablierten Materialien bietet.

Im Hinblick auf die **Fließfähigkeit** ergaben sich bei unserer Studie die größten Werte für das Material MedcemMTA, gefolgt von Biodentine und ProRootMTA, wobei die Werte alle in derselben Größenordnung von 7-10 mm lagen. Für eine andere Portland-Zement-Formulierung wurde im Jahr 2011 von den unseren sehr ähnlichen Werten von 7,8 mm für den getesteten Portland-Zement berichtet (Wongkornchaowalit und Lertchirakarn, 2011). Dabei wurde der gleiche DIN-Versuchsaufbau verwendet, sodass diese Zahlen gut miteinander vergleichbar sind. Für die Fließfähigkeit von ProRootMTA liegen insgesamt nur wenige Daten vor, die sich auch von den in dieser Studie ermittelten Zahlen unterscheiden. So lieferte ein alternativer Versuchsaufbau im Jahre 2012 eine Fließfähigkeit von 26,87 mm für ein nicht näher bezeichnetes MTA-Produkt (Duarte *et al.*, 2012). Insgesamt wäre die bessere Fließfähigkeit von MedcemMTA möglicherweise als Folge einer kleineren Korngröße zu erklären, was auch zu einer besseren Benetzung von Oberflächen mit diesem Material beitragen kann. Dies führt in der Folge zu einer verbesserten Dichtigkeit des Verschlusses, da auch dünne Strukturen des

Wurzelkanalsystems gut verschlossen werden können, welche stets eine Schwachstelle bei dieser Therapie darstellen.

Die **Filmdicke** kann im Zusammenhang mit der Fließfähigkeit als ein Maß für die Partikelgröße des untersuchten Zements gelten. Hierbei sind natürlicherweise wiederum große Unterschiede insbesondere zwischen verschiedenen Portland-Zement-Formulierungen zu finden. So zeigte zum Beispiel eine Untersuchung aus dem Jahr 2005, dass die dort untersuchten Portland-Zemente eine größere Partikelgröße als ProRootMTA aufwiesen (Damaschke *et al.*, 2005). Unsere Ergebnisse legen nahe, dass MedcemMTA eine geringere Partikelgröße als ProRootMTA hat, da wir sowohl eine geringere Filmdicke für MedcemMTA als auch eine höhere Fließfähigkeit ermitteln konnten. Das Material Biodentine fällt aus dieser Reihe heraus, da eine deutlich niedrigere Filmdicke ermittelt werden konnte, was durch den komplett unterschiedlichen Abbindemechanismus erklärt werden kann.

Ein ganz entscheidender Punkt bei der Auswahl und Beurteilung eines endodontischen Materials ist stets dessen **Radioopazität** und damit seine Sichtbarkeit im Röntgenbild. Insbesondere in den normalerweise nicht einsehbaren Bereichen der Zahnwurzel und des Apex ist eine Kontrolle der korrekten Applikation eines Materials nur über eine radiologische Bildgebung möglich. Der native Portlandzement und damit auch sämtliche MTA-Zubereitungen haben von Natur aus eine relativ geringe Radioopazität, die eine Unterscheidung des Materials von umliegenden Strukturen im Röntgenbild nahezu unmöglich macht (Torabinejad und Pitt Ford, 1996). Daher wurden diesen Materialien stets weitere Füllstoffe mit höherer Radioopazität zugegeben. Im Falle von ProRootMTA wurde Bismutoxid hierfür verwendet. Damit ergaben sich Werte für die Radioopazität von 7,17 mm Aluminiumäquivalent, was ziemlich genau den von uns ermittelten Werten von 7,58 mm Aluminiumäquivalent entspricht (Laghios *et al.*, 2000). Für die Gruppe der Portland-Zemente ergibt sich naturgemäß aufgrund der nicht genormten

Zusammensetzung ein breites Spektrum an Werten für die Radioopazität. So wurden im Jahr 2011 von deutlich schlechteren Werten für 2 Portland-Zemente berichtet verglichen mit ProRootMTA (Borges *et al.*, 2011). In der von uns untersuchten Portland-Zement Zubereitung MedcemMTA wurde Zirkoniumdioxid als Mittel zur Erhöhung des Röntgenkontrastes zugesetzt. Dabei ergab sich bei der Untersuchung der Radioopazität ein Wert von 3,73 mm Aluminiumäquivalent. Dieser Wert ist deutlich geringer als der von ProRootMTA, was allerdings dadurch relativiert wird, dass der DIN-Versuch gar keine Werte über 3 mm Aluminiumäquivalent beschreibt, was bedeutet, dass nach der DIN-Norm alle Werte die über 3 mm liegen als ausreichend gelten können. Allerdings kann gerade auf diesem Gebiet noch eine Verbesserung des MedcemMTA angestrebt werden, damit eine noch deutlichere Unterscheidung zwischen Dentin und Restuarationsmaterial möglich wird. Es ist aber zu bedenken, dass das eingesetzte Zirkoniumdioxid eine wesentlich bessere Biokompatibilität als das bei ProRootMTA verwendete Bismutoxid aufweist und deswegen Abstriche auf dem Gebiet der Radioopazität eventuell tolerierbar sind. Zudem führt Zirkoniumdioxid aufgrund seiner weißen Eigenfarbe zu keiner Verfärbung des Zahnes bei einem Einsatz im sichtbaren Bereich, wie z. B. bei einer direkten Überkappung oder der Apexifikation bei Frontzähnen nach Traumata (Lenherr *et al.*, 2012).

Bei dem Material Biodentine berichtet die Literatur von deutlich geringeren Werten für die Radioopazität, die allerdings immer noch über denen für Dentin liegen. So ergab eine Studie aus dem Jahr 2013 einen Wert für Biodentine von 2,8 mm Aluminiumäquivalent (Tanalp *et al.*, 2013). Dieser Wert ist dem von uns ermitteltem ähnlich (1,86 mm Aluminiumäquivalent). Zudem war auch dieses Material in unserer Untersuchung ebenfalls das mit der geringsten Radioopazität. Es zeigt sich somit, dass nach wie vor ein Bedarf der Weiterentwicklung auf dem Bereich des Röntgenkontrasts für endodontische

Zemente besteht, da doch sehr große Unterschiede zwischen den Materialien beobachtet werden können.

Einen weiteren wichtigen Parameter stellt die **Löslichkeit** eines im Bereich lebender Gewebe eingesetzten Materials dar, da eine erhöhte Löslichkeit zu einer deutlich größeren Gefahr einer Fremdkörperreaktion der umliegenden Gewebe führt. Zudem kann ein Herauslösen von Zementbestandteilen zu einer Verschlechterung dessen mechanische Eigenschaften führen. Für ProRootMTA wurden stets exzellente Werte für die Löslichkeit berichtet, die auch nach mehreren Monaten weniger als 1% des Gesamtgewichts betragen (Poggio *et al.*, 2007). Dieses Ergebnis konnte in unserer Studie bestätigt werden, wobei ein Wert für die Löslichkeit binnen 24 Stunden von 0,5% für ProRootMTA ermittelt wurde. Ähnlich gute Ergebnisse erzielte MedcemMTA mit weniger als 0,1% des Ausgangsgewichts. Dies bestätigt die hervorragende Biokompatibilität dieser Materialien, die in vielen in-vitro-Studien belegt ist (Jung *et al.*, 2014). Besagte Studie belegt ebenfalls eine hervorragende Biokompatibilität für Biodentine. Jedoch wurde in unserer Studie für Biodentine eine sehr viel höhere Löslichkeit von Bestandteilen, insbesondere in den ersten 24 Stunden nach Anmischen festgestellt (9,4%). Eine aktuelle Studie aus dem Jahr 2015 berichtet über eine Löslichkeit von Biodentine im Bereich von 2-3% binnen 24 Stunden (Singh *et al.*, 2015). Allerdings wurde dort auch eine Löslichkeit von ProRootMTA von 2,38% in den ersten 24 Stunden angegeben, was sich deutlich von den bisher berichteten Werten unterscheidet. Der Wert bleibt allerdings für ProRootMTA über einen Zeitraum von 60 Tagen nahezu konstant, wobei die Löslichkeit von Biodentine massiv ansteigt (6,86% nach 60 Tagen). In unserer Studie ergab sich ebenfalls ein recht hoher Wert für die initiale Löslichkeit von Biodentine von 9,4%, was diese Problematik für dieses Material bestätigt. Der von uns ermittelte Wert für die Löslichkeit von MedcemMTA betrug unter 0,1% in den ersten 24 Stunden, was ein exzellentes Ergebnis darstellt, insbesondere da

andere, nicht näher bezeichnete Portland-Zement-Formulierungen deutlich schlechtere Werte für die Löslichkeit gezeigt haben (Danesh *et al.*, 2006).

Einer der wichtigsten Parameter für die Eignung eines Materials für retrograde Wurzelfüllungen, ist dessen Fähigkeit, eine Diffusionsbarriere zwischen dem Wurzelkanalsystem und den apikalen Geweben zu schaffen. Um die **Dichtigkeit** unterschiedlicher retrograder Wurzelfüllmaterialien zu untersuchen, haben wir einen möglichst genau den natürlichen Verhältnissen ähnlichen Versuchsaufbau gewählt. In dieser Studie haben wir uns für ein Penetrationsverfahren mit Glucose als Nachweisstoff entschieden, welches 2005 auch von Xu und Mitarbeitern beschrieben wurde und seitdem regelmäßig Anwendung findet (Xu *et al.*, 2005). Dieses Modell hat sich als sehr sensitiv und einfach in der Anwendung erwiesen. Die Gründe liegen hauptsächlich in der Gestalt und Größe des Moleküls der Glucose. Die Glucose bietet mit ihrem niedrigen Molekulargewicht, ihrer sehr guten Löslichkeit in Wasser und ihrer chemischen Stabilität ideale Eigenschaften für diesen Versuch. Weiterhin ist die Glucose ein wichtiges Substrat für die Ernährung von Mikroorganismen. Somit ist es von größter Wichtigkeit, dass eine Wurzelkanalfüllung eine Diffusionsbarriere gegen diesen Nährstoff darstellt, da eine vollständige Bakterienelimination innerhalb des Wurzelkanalsystems technisch so gut wie unmöglich ist. Grund dafür sind zumeist die anatomischen Verhältnisse, wie zum Beispiel das Netz aus Dentintubuli sowie Verzweigungen des Wurzelkanalsystems, die eine mechanische Aufbereitung technisch unmöglich machen (Marroquin *et al.*, 2004). Eine Möglichkeit in diesen Bereichen trotzdem ein Persistieren der bakteriellen Besiedelung zu erreichen, ist die Bildung einer Diffusionsbarriere für Nährstoffe und damit bei oralpathogenen Bakterien hauptsächlich Glucose. Eine Studie aus dem Jahr 2007 von Shemesh und Mitarbeitern zeigt auch, dass Glucose nicht in das Wurzelkambium penetriert, sondern ausschließlich entlang der Wurzelkanalfüllung und nicht in die Dentintubuli des Wurzelkambiums eindringt (Shemesh *et al.*, 2007). Dies ist ein weiterer wichtiger Punkt in der Eignung der

Glucosepenetration als Indikator für die Dichtigkeit einer Wurzelfüllung. Zudem ist Glucose über eine einfache enzymatische, photometrische Messung nachweisbar und dadurch einerseits quantitativ als auch andererseits für kontinuierliche Messungen über einen längeren Zeitraum geeignet.

Dennoch sind Fehlerquellen im Bereich des Versuchsaufbaus unbedingt zu vermeiden, um sicher zu gehen, dass die Penetration der Flüssigkeit ausschließlich durch den Bereich der Wurzelfüllung stattfindet. Nichtsdestotrotz sind Fehler aus verschiedenen Gründen nicht sicher auszuschließen. In dieser Studie haben wir uns für extrahierte menschliche Zähne entschieden, welche nach bestimmten Kriterien ausgewählt worden sind. Um einen gewissen Vergleichsstandard zu gewährleisten, haben wir ausschließlich einwurzelige Frontzähne gewählt, die auf eine einheitliche Länge gekürzt wurden und mit der gleichen Füllungsmethode abgefüllt worden sind. Die unterschiedliche Anatomie oder auch das Alter und der Extraktionszeitpunkt des Zahnes sind jedoch nicht bekannt gewesen und verhindern dadurch eine vollständige Vereinheitlichung. Im Gegensatz dazu sind Studien bekannt, in denen künstliche Wurzelkanäle verwendet wurden. In diesen Fällen kommt es zwar zur einer vollständigen Standardisierung, allerdings ist der Verbund zwischen Wurzelfüllung und Kanalinnenwand anderes als bei natürlichen Zähnen und Wurzelkanälen (Schäfer *et al.*, 1995). Aus diesem Grund haben wir uns für die Verwendung von natürlichen Zähnen entschieden, auch um eine gewisse anatomische Variabilität mit zu berücksichtigen. Dadurch kommt die Studie der Klinik deutlich näher als bei Verwendung eines genormten Wurzelkanalsystems. Trotz des nahen klinischen Bezugs handelt es sich bei dieser Studie um eine *in vitro* Studie, die natürlicherweise nicht die exakten Verhältnisse in der Mundhöhle widerspiegeln kann. So ist zum Beispiel der hydrostatische Druck der Glucoselösung nach einer bereits publizierten Studie gewählt (Xu *et al.*, 2007) und auch der Beobachtungszeitraum von 30 Tagen ist deutlich kürzer als die Verweildauer einer Wurzelfüllung im Patienten. Die gewählte Zeitspanne

dieser Dichtigkeitsuntersuchung von dreißig Tagen bietet allerdings durchaus ausreichende und aussagekräftige Ergebnisse, jedoch hätte ein durchaus längere Zeitspanne möglicherweise weitere Veränderungen, sowohl mit positiven als auch negativen Eigenschaften der Materialien aufzeigen können. Die Ergebnisse dieser Studie zeigen aber auch, dass die Dichtigkeit keine signifikanten Veränderungen zum Ende der Zeitspanne mehr aufweisen.

Ein eventuell einsetzender Alterungsprozess der Materialien wird somit nur in einem sehr initialen Stadium mit erfasst. Um Fehler im Versuchsaufbau so gut wie möglich zu vermeiden, wurde in dieser Studie mit Hilfe von Druckluft an jedem einzelnen Versuchsaufbau die initiale Dichtigkeit des Aufbaus getestet und bei Undichtigkeiten eine Erneuerung des Aufbaus durchgeführt.

Es sind in der Literatur viele weitere Penetrationsverfahren beschrieben worden, weshalb der Vergleich von Ergebnissen generell schwierig ist, da extrem unterschiedliche Werte berichtet werden. Ein Beispiel für ein häufig verwendetes Verfahren ist die Farbpenetration, welche aber nur eine relativ schlechte Reproduzierbarkeit bietet (Wu und Wesselink, 1993). So untersuchte Aqrabawi im Jahr 2000 die Dichtigkeit von Amalgam und SuperEBA im Vergleich zu ProRootMTA mit einer Methylenblau-Färbung. Dabei zeigte sich ProRootMTA als signifikant dichteres Material im Vergleich zu den beiden anderen Gruppen (Chi-Quadrat-Test, $p < 0,01$) (Aqrabawi, 2000). Eine im Versuchsaufbau ähnliche Studie aus dem Jahr 2004 zeigte die geringste Farbstoffpenetration mit Methylenblau für die Wurzelfüllungen mit ProRootMTA im Vergleich zu SuperEBA, Vitremer und Amalgam (Pereira *et al.*, 2004). Allerdings wurde bei beiden Studien lediglich ein Beobachtungszeitraum von 72 Stunden gewählt, was doch insgesamt einen recht kurzen Zeitraum darstellt.

Ein weiteres Verfahren ist die Bakterienpenetration die in einigen Studien angewandt worden ist. Die klinische Relevanz dieser Tests ist durchaus kritisch zu betrachten, da Bakterien mit einer Größe von in etwa $1 \mu\text{m}$ im Verhältnis zu

Glucose oder Farbstoffen sehr große Objekte darstellen und damit ein deutlich anderes Verhalten aufweisen müssen. Dies kann ein Grund für die abweichenden Ergebnisse aus dem Jahr 2001 darstellen, wo von der Gruppe um Scheerer keine signifikanten Unterschiede in der Bakterienpenetration zwischen SuperEBA und ProRootMTA gefunden werden konnten (Scheerer *et al.*, 2001). Hier wurde als Testmaterial eine Lösung von *Prevotella nigrescens* verwendet, allerdings stellt die Kultur und Arbeit mit Anaerobiern die mikrobiologische Arbeit stets vor größere Herausforderungen. Ähnlich inhomogene Ergebnisse liefert eine aktuellere Studie aus dem Jahr 2011, die ebenfalls von sehr ähnlichen Werten für Portland-Zement und MTA bei der Untersuchung der Bakterienpenetration aus einer Mischung verschiedener pathogener Keime berichtet (Estrela *et al.*, 2011). Ähnliche Ergebnisse wurden von Amoroso-Silva und Mitarbeitern berichtet (Amoroso-Silva *et al.*, 2014). Insbesondere für Biodentine besteht derzeit eine sehr schlechte Studienlage in der Indikation als retrograde Wurzelfüllung, lediglich die Gruppe um Mandava berichtete 2015 von einer geringeren Dichtigkeit von retrograden Wurzelfüllungen aus Biodentine verglichen mit ProRootMTA (Mandava *et al.* 2015). Allerdings wurde in dieser Studie ein Farbstoffpenetrationsmodell mit dem Fluoreszenzfarbstoff Rhodamin B verwendet, welches die schon beschriebenen Nachteile aufweist. Diese Ergebnisse unterscheiden sich von unseren, da bei uns Biodentine ähnliche Werte wie ProRootMTA, allerdings schlechtere Werte als MedcemMTA aufwies. Auffällig ist bei unserer Untersuchung zudem, dass ProRootMTA signifikant schlechtere Penetrationswerte aufwies als MedcemMTA. Damit kann auf eine sehr gute Eignung von MedcemMTA als retrogrades Wurzelfüllmaterial geschlossen werden.

Im Hinblick auf die Arbeitshypothese kann diese vollumfänglich angenommen werden, da MedcemMTA sich in einigen Bereichen sogar als ProRootMTA überlegen erwiesen hat.

6 Zusammenfassung

Die chemisch-physikalischen Eigenschaften von Materialien zur retrograden Wurzelfüllung sind von großem Interesse. Sie bestimmen die Verarbeitungsparameter und die Dichtigkeit der Füllung und sind somit ausschlaggebend für einen langfristigen klinischen Erfolg.

Die Materialien ProRootMTA und Biodentine wurden in dieser Studie mit dem neuen Portlandzement-Derivat MedcemMTA verglichen. Es wurden die Parameter der Abbindezeit, der Fließfähigkeit, der Filmdicke, der Löslichkeit und der Radioopazität nach den Kriterien der DIN-Norm EN ISO 6876:2012-10 untersucht. Zudem wurde mit Hilfe eines quantitativen Glucose-Penetrations-Assays die Dichtigkeit der drei Materialien als retrograder Verschluss nach Wurzelspitzenresektion *in vitro* untersucht.

Die Ergebnisse dieser Studie lieferten Hinweise auf ein durchaus unterschiedliches Abschneiden der untersuchten Materialien hinsichtlich ihrer physikalisch-chemischen Eigenschaften. Die Untersuchung der Abbindezeit ergab große Unterschiede zwischen den Portland-Zementderivaten ProRootMTA (< 90 min) und MedcemMTA (< 120 min) und dem Material Biodentine (< 12 min). Weiterhin zeigten sich vor allem für MedcemMTA Hinweise auf eine geringere Partikelgröße des Materials, da hier im Vergleich zu ProRootMTA höhere Werte für die Fließfähigkeit [$9,5 \pm 0,02$ mm] und geringere [$0,27 \pm 0,01$ mm] für die Filmdicke ermittelt wurden. Dies kann ein Hinweis auf möglicherweise bessere Benetzungseigenschaften dieses Materials sein. Bei der Untersuchung der Löslichkeit wurden exzellent niedrige Werte für ProRootMTA (0,5%) und MedcemMTA (< 0,1%) ermittelt. Lediglich Biodentine wies binnen 24 h eine Löslichkeit von 9,4% auf. Im Bereich der Röntgenopazität zeigen sich ebenfalls größere Unterschiede zwischen den Materialien, wobei ProRootMTA den höchsten Wert aufwies [$7,58 \pm 0,1$ mm Aluminium-Äquivalent]. MedcemMTA liegt bei den Röntgenopazitäts-

Versuchen mit $(3,73 \pm 0,1)$ mm zwischen ProRootMTA und Biodentine [$(1,86 \pm 0,1)$ mm].

Die Untersuchung der Dichtigkeit bei einem Einsatz als retrogrades Wurzelfüllmaterial ergab im Vergleich zu anderen Studien, wo ProRootMTA oftmals das beste Ergebnis lieferte, bei uns eine signifikante Überlegenheit des neuen Materials MedcemMTA ($p = 0,011$). Biodentine zeigt eine minimale Überlegenheit gegenüber ProRootMTA ($p = 0,031$).

Somit kann MedcemMTA als mindestens gleichwertige Alternative zu ProRootMTA in der Indikation als retrogrades Wurzelfüllmaterial gesehen werden. Auch Biodentine hat einige erfolversprechende Eigenschaften, jedoch bleibt aufgrund der hohen Löslichkeit ein Vorbehalt hinsichtlich der Biokompatibilität bestehen.

Ein weiterer wichtiger Aspekt ist die Wirtschaftlichkeit, da massive Unterschiede in den Kosten für die Materialien bestehen. Der günstigere Preis von MedcemMTA bei mindestens ebenbürtigen Eigenschaften ist dies vor allem für den niedergelassenen Zahnarzt und damit für die Breite der Anwendung von größter Wichtigkeit, da das Gesundheitssystem auch unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten arbeiten muss.

Weitere Studien in der Zukunft müssen zeigen, inwieweit MedcemMTA sowohl *in vitro* Effekte auf Zellen der oralen Systeme zeigt, als auch durch klinisch ähnliche Erfolgsraten als die bereits seit langem etablierten Materialien überzeugen kann.

7 **Literaturverzeichnis**

Abdi H. Bonferroni and Sidak corrections for multiple comparisons. In: Salkind NJ (Hrsg). In: Encyclopedia of Measurement and Statistics, 2007, Sage, Thousand Oaks.

Amoroso-Silva PA, Marciano MA, Guimarães BM, Duarte MA, Sanson AF, de Moraes IG. Apical adaptation, sealing ability and push-out bond strength of five root-end filling materials (2014). *Braz Oral Res* **28**: pii: S1806-83242014000100252.

Aqrabawi J. Sealing ability of amalgam, super EBA cement, and MTA when used as retrograde filling materials (2000). *Br Dent J* **188**: 266-268.

Ashraf H, Faramarzi F, Paymanpour P. Sealing Ability of Resilon and MTA as Root-end Filling Materials: A Bacterial and Dye Leakage Study (2013). *Iran Endod J* **8**: 177-181.

Borges AH, Pedro FL, Semanoff-Segundo A, Miranda CE, Pécora JD, Cruz Filho AM. Radiopacity evaluation of Portland and MTA-based cements by digital radiographic system (2011). *J Appl Oral Sci* **19**: 228-232.

Bystrom A, Happonen RP, Sjogren U, Sundqvist G. Healing of periapical lesions of pulpless teeth after endodontic treatment with controlled asepsis. *Endod Dent Traumatol* **1987**: 58-63.

Camilleri J, Pitt Ford TR. Mineral trioxide aggregate: a review of the constituents and biological properties of the material (2006). *Int Endod J* **39**: 747-754.

Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate (2007). *Int Endod J* **40**: 462-470.

Camilleri J. Investigation of Biodentine as dentine replacement material (2013). *J Dent* **41**: 600-610.

- Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus (2013). *Dent Mater* **29**: 580-593.
- Cardoso-Silva C, Barbería E, Maroto M, García-Godoy F. Clinical study of Mineral Trioxide Aggregate in primary molars. Comparison between Grey and White MTA--a long term follow-up (84 months) (2011). *J Dent* **39**: 187-193.
- Chittoni SB, Martini T, Wagner MH, Da Rosa RA, Cavenago BC, Duarte MA, Klein CA Jr, Só MV. Back-scattered electron imaging for leakage analysis of four retrofilling materials (2012). *Microsc Res Tech* **75**: 796-800.
- Chong BS, Pitt Ford TR. Postoperative pain after root-end resection and filling (2005). *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* **100**: 762-766.
- Coomaraswamy KS, Lumley PJ, Hofmann MP. Effect of bismuth oxide radioopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement-based (MTA-like) system (2007). *J Endod* **33**: 295-298.
- Dammaschke T, Gerth HU, Züchner H, Schäfer E. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. *Dent Mater* **21**: 731-738.
- Danesh G, Dammaschke T, Gerth HU, Zandbiglari T, Schäfer E. A comparative study of selected properties of ProRoot mineral trioxide aggregate and two Portland cements (2006). *Int Endod J* **39**: 213-219.
- De Bruyne MA, De Moor RJ. Long-term sealing ability of Resilon apical root-end fillings (2009). *Int Endod J* **42**: 884-892.
- De Deus G, Ximenes R, Gurgel-Filho ED, Plotkowski MC, Coutinho-Filho T. Cytotoxicity of MTA and Portland cement on human ECV 304 endothelial cells (2005). *Int Endod J* **38**: 604-609.

Duarte MA, Demarchi AC, Yamashita JC, Kuga MC, Fraga Sde C. pH and calcium ion release of 2 root-end filling materials (2003). *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* **95**: 345-347.

Duarte MA, Alves de Aguiar K, Zeferino MA, Vivian RR, Ordinola-Zapata R, Tanomaru-Filho M, Weckwerth PH, Kuga MC. Evaluation of the propylene glycol association on some physical and chemical properties of mineral trioxide aggregate (2012). *Int Endod J* **45**: 565-570.

Eckelt U. Chirurgische Zahnerhaltung. In: Schwenger N, Ehrenfeld M (Hrsg). Zahnärztliche Chirurgie, 2009, 4. Auflage, Thieme Verlag, Stuttgart.

Escobar C, Michanowicz AE, Czonstkowsky M, Miklos FL. A comparative study between injectable low-temperature (70 degrees C) gutta-percha and silver amalgam as a retroseal (1986). *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* **61**: 504-507.

Estrela C, Estrada-Bernabé PF, de Almeida-Decurcio D, Almeida-Silva J, Rodrigues-Araújo-Estrela C, Poli-Figueiredo JA. Microbial leakage of MTA, Portland cement, Sealapex and zinc oxide-eugenol as root-end filling materials (2011). *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* **16**: e418-424.

Estrela C, Holland R, Estrela CR, Alencar AH, Sousa-Neto MD, Pécora JD. Characterization of successful root canal treatment (2014). *Braz Dent J* **25**: 3-11.

Fabricius L, Dahlén G, Holm SE, Möller AJ. Influence of combinations of oral bacteria on periapical tissues of monkeys (1982). *Scand J Dent Res* **90**: 200-206.

Fabricius L, Dahlén G, Sundqvist G, Happonen RP, Möller AJ. Influence of residual bacteria on periapical tissue healing after chemomechanical treatment and root filling of experimentally infected monkey teeth (2006). *Eur J Oral Sci* **114**: 278-285.

Fernández-Yáñez Sánchez A, Leco-Berrocal MI, Martínez-González JM. Metaanalysis of filler materials in periapical surgery (2008). *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* **13**: E180-185.

- Fischer EJ, Arens DE, Miller CH. Bacterial leakage of mineral trioxide aggregate as compared with zinc-free amalgam, intermediate restorative material, and Super-EBA as a root-end filling material (1998). *J Endod* **24**: 176-179.
- Foreman PC, Barnes IE. Review of calcium hydroxide (1990). *Int Endod J* **23**: 283-297.
- Frankenberger R, Krämer N. Glasionomerzemente. In: Boer WM (Hrsg): Metallfreie Restaurationen, Band 1, Teil 4, 2005, Spitta Verlag, Balingen.
- Fridland M, Rosado R. MTA solubility: a long term study (2005). *J Endod* **31**: 376-379.
- Funteas UR, Wallace JA, Fochtman EW. A comparative analysis of Mineral Trioxide Aggregate and Portland cement (2003). *Aust Endod J* **29**: 43-44.
- Gandolfi MG, Siboni F, Botero T, Bossù M, Riccitiello F, Prati C. Calcium silicate and calcium hydroxide materials for pulp capping: biointeractivity, porosity, solubility and bioactivity of current formulations (2014). *J Appl Biomater Funct Mater* **4**: doi: 10.5301.
- Gilheany PA, Figdor D, Tyas MJ. Apical dentin permeability and microleakage associated with root end resection and retrograde filling (1994). *J Endod* **20**: 22-26.
- Gorduysus M, Avcu N, Gorduysus O, Pekel A, Baran Y, Avcu F, Ural AU. Cytotoxic effects of four different endodontic materials in human periodontal ligament fibroblasts (2007). *J Endod* **33**: 1450-1454.
- Grech L, Mallia B, Camilleri J. Characterization of set Intermediate Restorative Material, Biodentine, Bioaggregate and a prototype calcium silicate cement for use as root-end filling materials (2013). *Int Endod J* **46**: 632-641.

Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials (2013). *Dent Mater* **29**: e20-28.

Higa RK, Torabinejad M, McKendry DJ, McMillan PJ. The effect of storage time on the degree of dye leakage of root-end filling materials (1994). *Int Endod J* **27**: 252-256.

Hülsmann M. Methods for removing metal obstructions from the root canal (1993). *Endod Dent Traumatol* **9**: 223-237.

Hülsmann M, Weiger R. Die Revision von Wurzelkanalbehandlungen. II: Techniken und Probleme der Revision (1994). *Endodontie* **3**: 115-129.

Huth KC, Quirling M, Maier S, Kamereck K, Alkhayer M, Paschos E, Welsch U, Miethke T, Brand K, Hickel R. Effectiveness of ozone against endodontopathogenic microorganisms in a root canal biofilm model (2009). *Int Endod J* **42**: 3-13.

Jung S, Mielert J, Kleinheinz J, Dammaschke T. Human oral cells response to different endodontic restorative materials: an in vitro study (2014). *Head Face Med* **10**: 55.

Karabucak B, Setzer F. Criteria for the ideal treatment option for failed endodontics: surgical or nonsurgical? (2007). *Compend Contin Educ Dent* **28**: 391-397.

Kim S, Kratchman S. Modern endodontic surgery concepts and practice: a review (2006). *J Endod* **32**: 601-623.

Laghios CD, Benson BW, Gutmann JL, Cutler CW. Comparative radiopacity of tetracalcium phosphate and other root-end filling materials (2000). *Int Endod J* **33**: 311-315.

Leal F, De-Deus G, Brandão C, Luna AS, Fidel SR, Souza EM. Comparison of the root-end seal provided by bioceramic repair cements and White MTA (2011). *Int Endod J* **44**: 662-668.

Lee DH, Park B, Saxena A, Serene TP. Enhanced surface hardness by boron implantation in Nitinol alloy (1996). *J Endod* **22**: 543-546.

Lee BN, Lee KN, Koh JT, Min KS, Chang HS, Hwang IN, Hwang YC, Oh WM. Effects of 3 endodontic bioactive cements on osteogenic differentiation in mesenchymal stem cells (2014). *J Endod* **40**: 1217-1222.

Lenherr P, Allgayer N, Weiger R, Filippi A, Attin T, Krastl G. Tooth discoloration induced by endodontic materials: a laboratory study (2012). *Int Endod J* **45**: 942-949.

Lin LM, Gaengler P, Langeland K. Periradicular curettage (1996). *Int Endod J* **29**: 220-227.

Lindeboom JA, Frenken JW, Valkenburg P, van den Akker HP. The role of preoperative prophylactic antibiotic administration in periapical endodontic surgery: a randomized, prospective double-blind placebo-controlled study (2005). *Int Endod J* **38**: 877-881.

Löst C. Endochirurgische Therapie. In: Heidemann D (Hrsg). Endodontie. 4. Auflage, 2001: 217-229, Urban&Fischer, München.

Mandava P, Bolla N, Thumu J, Vemuri S, Chukka S. Microleakage evaluation around retrograde filling materials prepared using conventional and ultrasonic techniques (2015). *J Clin Diagn Res* **9**: ZC43-46.

Marroquín BB, El-Sayed MA, Willershausen-Zönnchen B. Morphology of the physiological foramen: I. Maxillary and mandibular molars (2004). *J Endod* **30**: 321-328.

Meryon SD, Browne RM. Evaluation of the cytotoxicity of four dental materials in vitro assessed by cell viability and enzyme cytochemistry. *J Oral Rehabil* **10**: 363-372.

Molander A, Lundquist P, Papapanou PN, Dahlén G, Reit C. A protocol for polymerase chain reaction detection of *Enterococcus faecalis* and *Enterococcus faecium* from the root canal (2002). *Int Endod J* **35**: 1-6.

Molven O, Halse A, Grung B. Observer strategy and the radiographic classification of healing after endodontic surgery (1987). *Int J Oral Maxillofac Surg* **16**: 432-439.

Mori GG, Teixeira LM, de Oliveira DL, Jacomini LM, da Silva SR. Biocompatibility evaluation of biodentine in subcutaneous tissue of rats (2014). *J Endod* **40**: 1485-1488.

Nair PN. On the causes of persistent apical periodontitis: a review (2006). *Int Endod J* **39**: 249-381.

Nair U, Ghattas S, Saber M, Natera M, Walker C, Pileggi R. A comparative evaluation of the sealing ability of 2 root-end filling materials: an in vitro leakage study using *Enterococcus faecalis* (2011). *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* **112**: e74-77.

Ng YL, Mann V, Gulabivala K. Outcome of secondary root canal treatment: a systematic review of the literature (2008). *Int Endod J* **41**: 1026-1046.

Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties (2010). *J Endod* **36**: 16-27.

Peciuliene V, Balciuniene I, Eriksen HM, Haapasalo M. Isolation of *Enterococcus faecalis* in previously root-filled canals in a Lithuanian population (2000). *J Endod* **26**: 593-595.

- Peciuliene V, Reynaud AH, Balciuniene I, Haapasalo M. Isolation of yeasts and enteric bacteria in root-filled teeth with chronic apical periodontitis (2001). *Int Endod J* **34**: 429-434.
- Pereira CL, Cenci MS, Demarco FF. Sealing ability of MTA, Super EBA, Vitremer and amalgam as root-end filling materials (2004). *Braz Oral Res* **18**: 317-321.
- Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial (1999). *Biomaterials* **20**: 1-25.
- Poggio C, Lombardini M, Alessandro C, Simonetta R. Solubility of root-end-filling materials: a comparative study (2007). *J Endod* **33**: 1094-1097.
- Ray HA, Trope M. Periapical status of endodontically treated teeth in relation to the technical quality of the root filling and the coronal restoration (1995). *Int Endod J* **28**: 12-18.
- Roy CO, Jeansonne BG, Gerrets TF. Effect of an acid environment on leakage of root-end filling materials (2001). *J Endod* **27**: 7-8.
- Rubinstein RA, Kim S. Long-term follow-up of cases considered healed one year after apical microsurgery (2002). *J Endod* **28**: 378-383.
- Saidon J, He J, Zhu Q, Safavi K, Spångberg LS. Cell and tissue reactions to mineral trioxide aggregate and Portland cement (2003). *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* **95**: 483-489.
- Schäfer E, Tepel J, Hoppe W. Properties of endodontic hand instruments used in rotary motion. Part 2. Instrumentation of curved canals (1995). *J Endod* **21**: 493-497.
- Scheerer SQ, Steiman HR, Cohen J. A comparative evaluation of three root-end filling materials: an in vitro leakage study using *Prevotella nigrescens* (2001). *J Endod* **27**: 40-42.

Schroeder HE. Pathobiologie oraler Strukturen. 1991, 3. Auflage, S. Karger, Basel. München, Paris, London, New York.

Shahi S, Yavari HR, Rahimi S, Eskandarinezhad M, Shakouei S, Unchi M. Comparison of the sealing ability of mineral trioxide aggregate and Portland cement used as root-end filling materials (2011). *J Oral Sci* **53**: 517-522.

Shemesh H, van den Bos M, Wu MK, Wesselink PR. Glucose penetration and fluid transport through coronal root structure and filled root canals (2007). *Int Endod J* **40**: 866-872.

Singh S, Podar R, Dadu S, Kulkarni G, Purba R. Solubility of a new calcium silicate-based root-end filling material (2015). *J Conserv Dent* **18**: 149-153.

Siren EK, Haapasalo MP, Ranta K, Salmi P, Kerosuo EN. Microbiological findings and clinical treatment procedures in endodontic cases selected for microbiological investigation (1997). *Int Endod J* **30**: 91-95.

Siqueira JF Jr, Rôças IN, Favieri A, Lima KC. Chemomechanical reduction of the bacterial population in the root canal after instrumentation and irrigation with 1%, 2.5%, and 5.25% sodium hypochlorite (2000). *J Endod* **26**: 331-334.

Steffen R, van Waes H. Understanding mineral trioxide aggregate/Portland-cement: a review of literature and background factors (2009). *Eur Arch Paediatr Dent* **10**: 93-97.

Tanalp J, Karapınar-Kazandağ M, Dölekoğlu S, Kayahan MB. Comparison of the radiopacities of different root-end filling and repair materials (2013). *ScientificWorldJournal* 2013, doi: 10.1155/2013/594950.

Tronstad L, Wennberg A. In vitro assessment of the toxicity of filling materials (1980). *Int Endod J* **13**: 131-138.

Torabinejad M, Higa RK, McKendry DJ, Pitt Ford TR. Dye leakage of four root end filling materials: effects of blood contamination (1994). *J Endod* **20**: 159-163.

Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material (1995). *J Endod* **21**: 349-353.

Torabinejad M, Pitt Ford TR. Root end filling materials: a review (1996). *Endod Dent Traumatol* **12**: 161-178.

Torabinejad M, Parioikh M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--part II: leakage and biocompatibility investigations (2010). *J Endod* **36**:190-202.

Valois CR, Costa ED Jr. Influence of the thickness of mineral trioxide aggregate on sealing ability of root-end fillings in vitro (2004) *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* **97**: 108-111.

Vasudev SK, Goel BR, Tyagi S. Root end filling materials - A review (2013). *Endodontology* **15**: 12-18.

Velvart P, Ebner-Zimmermann U, Ebner JP. Comparison of long-term papilla healing following sulcular full thickness flap and papilla base flap in endodontic surgery (2004). *J Endod* **37**: 687-693.

Velvart P, Hecker H, Weiger R. Endochirurgie. In: Baumann MA und Beer R. Farbatlant der Zahnmedizin – Endodontologie. Thieme Verlag, 2007, Stuttgart.

von Arx T, Salvi GE. Incision techniques and flap designs for apical surgery in the anterior maxilla (2008). *Eur J Esthet Dent* **3**: 110-126.

von Arx. Apikale Chirurgie und retrograder Verschluss (2011). *Zahnmedizin up2date* **5**: 19-38.

Walton RE, Ardjmand K. Histological evaluation of the presence of bacteria in induced periapical lesions in monkeys (1992). *J Endod* **18**: 216-227.

Watts JD, Holt DM, Beeson TJ, Kirkpatrick TC, Rutledge RE. Effects of pH and mixing agents on the temporal setting of tooth-colored and gray mineral trioxide aggregate (2007). *J Endod* **33**: 970-973.

Weiger R, Löst C, Hülsmann M. Die Revision von Wurzelkanalbehandlungen. I: Indikationsstellung (1994). *Endodontie* **3**: 27-37.

Wongkornchaowalit N, Lertchirakarn V. Setting time and flowability of accelerated Portland cement mixed with polycarboxylate superplasticizer (2011). *J Endod* **37**: 387-389.

Woo YR, Wassell RW, Foreman PC. Evaluation of sealing properties of 70 degrees C thermoplasticized gutta-percha used as a retrograde root filling (1990). *Int Endod J* **23**: 107-112.

Wu MK, Wesselink PR. Endodontic leakage studies reconsidered. Part I. Methodology, application and relevance (1993). *Int Endod J* **26**: 37-43.

Xu Q, Fan MW, Fan B, Cheung GS, Hu HL. A new quantitative method using glucose for analysis of endodontic leakage (2005). *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* **99**: 107-111.

Yazdi PM, Schou S, Jensen SS, Stoltze K, Kenrad B, Sewerin I. Dentine-bonded resin composite (Retroplast) for root-end filling: a prospective clinical and radiographic study with a mean follow-up period of 8 years (2007). *Int Endod J* **40**: 493-503.

8 **Abbildungs- und Tabellenverzeichnis**

- Abbildung 1 Schnittführung bei der Sulkusinzision (nach von Arx, 2011) [S. 12]
- Abbildung 2 Schnittführung bei der Papillenbasisinzision (nach von Arx, 2011) [S. 13]
- Abbildung 3 Materialien für retrograde Wurzelfüllungen:
ProRootMTA, MedcemMTA und Biodentine [S. 16]
- Abbildung 4 Versuchsaufbau zur Messung der Abbindezeit mit
Materialproben und Prüfnadel [S. 30]
- Abbildung 5 Versuchsaufbau zur Messung der Fließfähigkeit mit
Materialprobe, Glasplatte, Gewicht und Messlehre
[S. 31]
- Abbildung 6 Detailansicht des Versuchsaufbaus zur Messung der
Fließfähigkeit [S. 32]
- Abbildung 7, 8 Versuchsaufbau zur Ermittlung der Röntgenopazität
[S. 33]
- Abbildung 9 Entwicklungsgerät für analoge Röntgenfilme [S. 34]
- Abbildung 10, 11 Versuchsaufbau zur Messung der Filmdicke mit
Mikrometerschraube und Glasplatten mit
Materialproben [S. 37]
- Abbildung 12 Arbeitsplatz zur Durchführung der retrograden
Aufbereitung mit Versuchszähnen und piezo-
chirurgischem Instrumentarium [S. 41]
- Abbildung 13 Piezo-chirurgisches Gerät zur apikalen, retrograden
Aufbereitung [S. 41]
- Abbildungen 14, 15 Detailansicht der retrograden Aufbereitung [S. 42]

Abbildung 16	Detailansicht der diamantierten, piezo-chirurgischen Spitze [S. 42]
Abbildung 17	Übersicht des Versuchsaufbaus [S. 43]
Abbildung 18	Brutschrank mit Versuchsaufbauten zur Inkubation [S. 45]
Abbildung 19	Probenentnahme aus dem Versuchsaufbau [S. 46]
Abbildung 20	Graphische Darstellung der Fließfähigkeit der getesteten Materialien [S. 50]
Abbildung 21	Graphische Darstellung der Ergebnisse der Messung der Röntgenopazität [S. 51]
Abbildung 22	Graphische Darstellung der Ergebnisse der Messung der Filmdicke [S. 52]
Abbildung 23	Zeitverlauf der Glucosekonzentration bei Inkubation mit den Testmaterialien [S. 53]
Abbildung 24	zeitlicher Verlauf der Glucose-Penetration für alle getesteten Materialien [S. 54]
Tabelle 1	Ergebnisse der physikalisch-chemischen Versuche [S. 49]
Tabelle 2	Glucose-Konzentrationen zu verschiedenen Zeitpunkten des Versuchs (MW \pm SD, [mg/ml]) [S.53]

9 Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen herzlich bedanken, die mich bei meiner Dissertation unterstützt haben:

Frau Prof. Dr. Karin Huth, die mir durch das Überlassen des Themas und Ihre exzellente Betreuung die Möglichkeit gab mich in ein wundervolles Team integrieren zu können.

Herrn Prof. Dr. Reinhard Hickel, Direktor der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie und Dekan der Medizinischen Fakultät der Ludwig-Maximilians-Universität München, der mir die Möglichkeit gegeben hat, diese Arbeit an seiner Klink durchzuführen.

Herrn Maximilian Kollmuß, meinem Kollegen und guten Freund gilt ganz besonderer Dank, für seine Betreuung und Engagement und seine wertvollen Anregungen. Herr Kollmuß lehrte mich selbstständig und wissenschaftlich zu arbeiten und das in einer stets sehr angenehme und motivierenden Arbeitsatmosphäre.

Meinen Eltern Karin und Dr. Stefan Preis, meinen Geschwistern Alexander und Theresa Preis sowie meinem langjährigen Freund Fabian Kunkel möchte ich ganz besonders herzlich danken für die uneingeschränkte, liebevolle und vielseitige Unterstützung während meines Studiums, ohne die diese Arbeit so nicht möglich gewesen wäre.

Eidesstattliche Versicherung

Preis, Carolina Elisabeth

Ich erkläre hiermit an Eides statt,

dass ich die vorliegende Dissertation mit dem Thema

„Untersuchungen eines neuen Portlandzements hinsichtlich seiner chemisch-physikalischen Eigenschaften und seiner Dichtigkeit als retrogrades Wurzelfüllmaterial im Vergleich zu etablierten Werkstoffen“

selbständig verfasst, mich außer der angegebenen keiner weiteren Hilfsmittel bedient und alle Erkenntnisse, die aus dem Schrifttum ganz oder annähernd übernommen sind, als solche kenntlich gemacht und nach ihrer Herkunft unter Bezeichnung der Fundstelle einzeln nachgewiesen habe.

Ich erkläre des Weiteren, dass die hier vorgelegte Dissertation nicht in gleicher oder in ähnlicher Form bei einer anderen Stelle zur Erlangung eines akademischen Grades eingereicht wurde.

Köln, 7.10.2015