

Aus der Klinik
für Zahnärztliche Prothetik

Direktorin: Prof. Dr. R. Mericske-Stern

Arbeit unter der Leitung von PD Dr. Dr. J. Fischer

Untersuchungen zur Verbundfestigkeit eines selbstkonditionierenden Adhäsivs an Dentin

Inaugural-Dissertation zur Erlangung der Doktorwürde der Zahnmedizin
der Medizinischen Fakultät Bern

vorgelegt von

Vanessa Gisler

Aïda Stierli

von

Schattdorf, UR

Aristau, AG

Von der Medizinischen Fakultät
der Universität Bern
auf Antrag der Dissertationskommission als Dissertation genehmigt

Promotionsdatum:

Der Dekan der Medizinischen Fakultät:

INHALTSVERZEICHNIS

1	EINLEITUNG	1
2	LITERATURÜBERSICHT	2
2.1	Dentin und seine Struktur.....	2
2.2	Der adhäsive Verbund von Dentin und Kunststoff.....	2
2.3	Dentinhaftvermittler: Einkomponenten- vs. Mehrkomponentensystem	4
2.4	Einfluss des Smear Layers auf die Haftkraft am Dentin.....	5
2.5	Einfluss der Oberflächenrauigkeit auf die Haftkraft von Dentinadhäsiven	6
2.5.1	Oberflächenrauigkeitsmessungen	6
2.6	Messung des Haftverbundes am Dentin	6
2.6.1	Scherprüfung	7
2.6.2	Bruchverhalten	8
2.6.3	Einfluss der Dicke des Adhäsivauftrags auf die Dentinhaftung	8
3	MATERIAL UND METHODEN	9
3.1	Die untersuchten Kleber.....	9
3.1.1	3M Rely X ARC	9
3.1.2	3M Rely X Unicem	9
3.2	Herstellung und Vorbereitung der Prüfkörper	9
3.3	Vorbehandlung und Kleben der Proben	10
3.4	Abscherversuche	15
3.4.1	Anpresskraft beim Kleben.....	15
3.4.2	Oberflächenrauigkeit.....	17
3.5	Betrachtungen unter dem Rasterelektronenmikroskop.....	18
4	RESULTATE	20
4.1	Oberflächenrauigkeitsmessungen.....	20
4.2	3M Rely X ARC	21
4.2.1	Oberflächenrauigkeiten.....	21
4.2.2	Anpresskräfte.....	22
4.2.3	Verbundzone unter dem Rasterelektronenmikroskop.....	22
4.3	3M Rely X Unicem	23
4.3.1	Oberflächenrauigkeiten.....	23
4.3.2	Anpresskräfte.....	24
4.3.3	Verbundzone unter dem Rasterelektronenmikroskop.....	24
5	DISKUSSION	26
5.1	Zielsetzung	26
5.2	Oberflächenrauigkeitsmessungen.....	26
5.3	Einfluss des Smear Layers auf die Haftkraft am Dentin.....	26
5.4	Einfluss des Klebers auf den Haftverbund	27
5.4.1	Oberflächenrauigkeiten.....	27
5.4.2	Anpresskräfte.....	28
5.5	Betrachtungen der Verbundzone unter dem ESEM	29
5.6	Pulpärer Druck	29

6	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....	30
7	DANKSAGUNG.....	31
8	ANHANG.....	32
8.1	Datentabelle für Oberflächenrauigkeitsmessungen.....	32
8.2	Datentabellen für Abscherversuche	33
8.2.1	Ergebnisse der Abscherversuche für Rely X ARC.....	33
8.2.2	Ergebnisse der Abscherversuche für Rely X Unicem.....	34
9	LITERATURVERZEICHNIS.....	35

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abb. 3.1	Kariesfreier 3. Molar nach Lagerung im Formalin und Wässerung, bereit zum Einbetten mit dem Epoxidharz Specific Resin 20.....	10
Abb. 3.2	Kalteinbettverfahren (Epovac, Struers, CH). Auf der rechten Seite ist ein Becher mit Epoxidharz zu sehen. Über einen Schlauch wird das Harz in die unter der Vakuumblocke erkennbaren Zylinder gefüllt.	10
Abb. 3.3	Accutom-5 Trennmaschine von Struers mit Diamantscheibe und Wasserkühlung.....	11
Abb. 3.4	Tegra Force/Tegra Pol Schleifmaschine von Struers mit drei eingespannten Proben.....	11
Abb. 3.5	Utensilien zum Anmischen des Rely X ARC Kompositzementes. Von unten nach oben: Pinselhalter mit Pinsel, Anmischspatel, Ätzgel, Adhäsiv und Zementdispenser.	12
Abb. 3.6	Rotomix (3M Espe) zum Mischen der Unicem Kapseln nach deren Aktivierung.	12
Abb. 3.7	Utensilien zum Anmischen von Rely X Unicem Applicap. Von links: Applicap, Mischvorrichtung zum Aktivieren der Kapsel, Appliziervorrichtung, Spatel.	13
Abb. 3.8	Eingebetteter Zahn in Schraubzwinde auf einem beweglichen Teller (hier nicht sichtbar) eingespannt.....	13
Abb. 3.9	Klebevorrichtung: Oben links ist ein Gewicht angebracht. Darunter wird ein Plexiglasstäbchen an das in einer Schraubzwinde (Abb. 3.8) eingespannte Dentin gepresst. Mit der Apparatur ist es möglich, immer zwei Proben gleichzeitig zu kleben.	14
Abb. 3.10	Verschiedene Gewichte für die Klebevorrichtung von Abb. 3.9. Von links: 500g, 250g, 100g und 25g.	14
Abb. 3.11	Geklebte Probe, eingespannt in der Universalprüfmaschine (Z 010, Zwick) für die Abscherversuche.	15
Abb. 3.12	Beschreibung der Methodik zur Abhängigkeitsermittlung von appliziertem Druck beim Kleben zur Scherfestigkeit.	16
Abb. 3.13	Beschreibung der Methodik zur Ermittlung der Abhängigkeit von Oberflächenrauigkeiten zur Scherfestigkeit.	17
Abb. 3.14	Perthometer S2 (Mahr) zur Bestimmung der Oberflächenrauigkeit.....	18
Abb. 4.1	Logarithmische Darstellung der Mittelwerte und Standardabweichungen der Mittenrauhwerte R_a für jeweils 20 Proben bei Schleifpapierkörnungen SiC 220 bis 4000 und bei der Präparierung mit einem Finierdiamanten.	20
Abb. 4.2	Mittelwerte und Standardabweichungen der Scherfestigkeit bei verschiedenen Oberflächenrauigkeiten und 5 N Anpresskraft von jeweils 10 Klebproben mit ARC.	21
Abb. 4.3	Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch bei verschiedenen Anpresskräften während des Klebens von jeweils 10 Proben mit ARC.	22
Abb. 4.4	links 1000-fache, rechts 2000-fache Vergrößerung der Verbundzone zwischen ARC und Dentin unter dem ESEM.....	23
Abb. 4.5	Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch bei verschiedenen Oberflächenrauigkeiten (SiC-Papier- und Finierdiamant-Präparation) und 5 N Anpresskraft von jeweils 10 Klebproben mit Unicem.	23
Abb. 4.6	Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch bei verschiedenen Anpresskräften während des Klebens von jeweils 10 Proben mit Unicem.....	24
Abb. 4.7	links 1000-fache, rechts 2000-fache Vergrößerung der Verbundzone zwischen Unicem und Dentin unter dem ESEM.....	25
Abb. 5.1	Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch für verschiedene Rauigkeiten der Klebeoberflächen zwischen Rely X Unicem und ARC.	27
Abb. 5.2	Schematischer Kurvenverlauf der Scherfestigkeit verschiedener Oberflächenrauigkeiten sowohl bei ARC als auch bei Unicem.....	28
Abb. 5.3	Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch für verschiedene Anpresskräfte während des Klebens zwischen Rely X Unicem und ARC.	29

Abb. 8.1 Logarithmisch dargestellte Werteverteilung der Mittenrauhwerte R_a für jeweils 20 Proben bei Schleifpapierkörnungen SiC 220 bis 4000 und bei der Präparierung mit einem Finierdiamanten.

32

TABELLENVERZEICHNIS

Tabelle 2.1	Durchschnittswerte der Oberflächenrauigkeiten bei verschiedener Präparierung für Schmelz und Dentin.	6
Tabelle 8.1	Werte für jeweils 20 verschiedene Versuchsproben inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen für den Mittenrauhwert R_a in μm in Abhängigkeit der verwendeten Körnung des Schleifpapiers. Die letzte Spalte zeigt die gemessenen Werte für die Oberflächenbehandlung mit einem Finierdiamanten.	32
Tabelle 8.2	Druckwerte in MPa für jeweils 10 verschiedene Versuchsproben (inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen) für den Druck beim Bruch bei verschiedenen Rauigkeiten der Kleboberfläche (Angaben für Präparierung mit SiC Schleifpapier oder Finierdiamant) mit ARC.	33
Tabelle 8.3	Druckwerte in MPa für jeweils 10 verschiedene Versuchsproben (inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen) für den Druck beim Bruch bei verschiedenen Anpresskräften während des Klebens mit ARC.	33
Tabelle 8.4	Druckwerte in MPa für jeweils 10 verschiedene Versuchsproben (inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen) für den Druck beim Bruch bei verschiedenen Rauigkeiten (Angaben für Präparierung mit SiC Schleifpapier oder Finierdiamant) der Kleboberfläche mit Unicem.	34
Tabelle 8.5	Druckwerte in MPa für jeweils 10 verschiedene Versuchsproben (inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen) für den Druck beim Bruch bei verschiedenen Anpresskräften während des Klebens mit Unicem.	34

1 EINLEITUNG

Adhäsive für zahnfarbene Restaurationen sind aus der modernen Zahnmedizin nicht mehr wegzudenken. Manchmal gewinnt man den Eindruck moderne Klebtechnologien könnten das Präparieren von Füllungen, In- und Overlays sowie Kronen und die Wiederherstellung von Einzelzähnen extrem vereinfachen und fast alle zahnmedizinischen Probleme lösen. Auch weitere Anwendungen wie Versiegelung des Schmelzes im Bereich von Fissuren, Grübchen, Foramina Caeca und Erosionen, Versiegelung des Dentins bei Zahnhalsüberempfindlichkeit und keilförmige Defekte gehören in den Anwendungsbereich von Adhäsiven. Sie garantieren eine substanzschonende, läsionsgerechte Präparation ohne Makroretentionen und mit kleinerer Ausdehnung.

Den Schmelz- und Dentinadhäsiven, die zunehmend in sogenannte Adhäsivsysteme zusammengefasst werden, kommt eine Schlüsselfunktion zu. Qualität, Lebensdauer und Ästhetik von zahnfarbenen Restaurationen werden massgeblich von der Stärke und der Dauerhaftigkeit des Verbundes mit den Zahnhartsubstanzen bestimmt.

Es gibt allerdings einige wesentliche Schwierigkeiten zu beachten, die im Zusammenhang mit Adhäsivsystemen und modernen Klebtechnologien bestehen.

- Bei minimal invasiven Präparationen ist es oft sehr schwierig zu beurteilen, ob die gesamte kariöse Zahnschicht entfernt wurde.
- Die ganze innere Präparationsoberfläche muss vollständig mit Schmelz- und Dentinadhäsiven benetzt werden.
- Die Zementierung von Kronen kann sich als schwierig erweisen, falls die Präparation im subgingivalen Bereich liegt.
- Komposite sind äusserst feuchtigkeitsempfindlich.
- Überschüsse sind schwierig zu erkennen, da die Materialien zahnfarben sind.
- Heutige Adhäsive sind sehr unterschiedlich, und jedes Produkt hat seine eigenen Appliziervorschriften.
- Mehrkomponentenprodukte sind in der Anwendung schwierig und wegen der verschiedenen Arbeitsschritte ist die Anfälligkeit auf Fehler gross.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Prüfung der Verbundfestigkeit des neuentwickelten Rely X™ Unicem – eines dualhärtenden, selbstadhäsiven, universellen Komposit-Befestigungszementes – am Dentin. Zum Vergleich wird der im Markt etablierte Kleber 3M Rely X ARC benutzt. Es werden Messungen der Adhäsion in Abhängigkeit von Oberflächenrauigkeiten und Befestigungsdruck durchgeführt. Das Hauptaugenmerk dieser Studie liegt dabei auf der Anwendung von Adhäsivsystemen für die Klebung von Titan-Wurzelstiftkappen und ähnlichen Zahnrestaurationen an Dentin. Die Verbundfestigkeit zwischen Titan und Adhäsiv wurde bereits in einer vorangegangenen Studie untersucht [KAMMERMANN und ENGGIST, 2004].

2 LITERATURÜBERSICHT

2.1 Dentin und seine Struktur

Der grösste Teil des menschlichen Zahnes besteht aus Dentin. Dentin wiederum besteht aus verschiedenen Zonen. Die äusserste, etwa 10 – 30 µm dicke Schicht, die parallel zur Schmelz-Dentin-Grenze verläuft, heisst Manteldentin. Die Hauptmasse des Dentinkerns, die sich zwischen Manteldentin und Pulpa-raum ausdehnt, wird als zirkumpulpaes Dentin bezeichnet. Das zirkumpulpale Dentin gliedert sich in kollagenfaserreiches Dentin, das zwischen den Dentinkanälchen liegt, das sogenannte intertubuläre Dentin und dasjenige Dentin, welches die Wand der Dentinkanälchen auskleidet, das peritubuläre Dentin. Das peritubuläre Dentin ist im Vergleich zum intertubulären Dentin hoch mineralisiert und enthält keine kollagenen Fasern. Das peritubuläre Dentin nimmt mit zunehmendem Alter stets an Dicke zu. Diese postnatal-posteruptive Bildung von peritubulärem Dentin stellt sowohl einen physiologischen Alterungsprozess als auch eine der Möglichkeiten dar, mit der sich Pulpa und Dentin gegen pathologische Prozesse (Karies) schützen können. Sie führt in extremis zum vollständigen Verschluss des ursprünglichen Dentinkanals.

Die bezüglich Haftverbund des Dentins zu einem Adhäsiv relevanten Strukturelemente sind das intertubuläre Dentin und die Tubuli [LUTZ et al. 1993].

Die Dentinkanälchen, die den von Dentinliquor umhüllten Odontoblastenfortsatz enthalten, verlaufen im Kronendentin s-förmig von der Pulpa-Dentin-Grenze zur Schmelz-Dentin-Grenze und im Wurzelndentin geradlinig von der Pulpa-Dentin- zur Zement-Dentin-Grenze. Daraus ergeben sich je nach Präparation verschiedene Anschnittrichtungen der Dentintubuli. Eine Studie untersuchte die Verlaufsrichtung der Dentintubuli in Bezug auf den Verbund adhäsiv befestigter Werkstoffe [LANG et al. 2001]. Aus extrahierten Prämolaren und Molaren wurden randomisiert Dentinproben mit jeweils unterschiedlicher Verlaufsrichtung der Dentinkanälchen (paralleler, senkrechter oder schräger Anschnitt) genommen. An den Dentinproben wurden zwei Komposite (Mehrflaschen- vs. Einflaschensystem) beziehungsweise ein Kompositmaterial adhäsiv befestigt und die Zugfestigkeit des Verbundes überprüft. Es wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den Materialien und Anschnittrichtungen des Dentins gefunden, jedoch waren Tendenzen erkennbar: während mit dem Mehrflaschenadhäsiv-Komposit ein Anstieg der Verbundfestigkeit von Proben mit parallelem Verlauf der Dentinkanälchen hin zu Proben mit senkrechtem Verlauf beobachtet wurde, war bei dem untersuchten Kompositmaterial das Gegenteil der Fall. Das Einflaschenadhäsiv-Komposit zeigte die geringsten Verbundfestigkeiten bei parallelem Anschnittwinkel, die höchsten bei den schräg angeschnittenen Proben.

Dies steht in Übereinstimmung mit den Resultaten von Untersuchungen, die sich mit dem Einfluss der Verlaufsrichtung der Dentinkanälchen an der Verbundfläche beschäftigen [PHRUKKANON et al. 1999]. Andererseits ist bekannt, dass die Morphologie der Verbundzone bei verschiedenen Anschnittrichtungen unterschiedlich ausgeprägt ist [PHRUKKANON et al. 1999]. Insbesondere die Ausbildung von Kunststoffzotten (*Tags*) in den Dentinkanälchen ist bei Anschnitten des Dentins parallel zur Verlaufsrichtung der Kanäle deutlich vermindert [SCHÜPBACH et al. 1997].

2.2 Der adhäsive Verbund von Dentin und Kunststoff

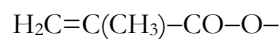
Dentin besteht zu 55 Volumenprozent aus organischer Matrix und Wasser und zu 45 Volumenprozent aus anorganischer Substanz, während Schmelz zu 14 Volumenprozent aus organischer Matrix und Wasser und zu 86 Volumenprozent aus anorganischer Substanz aufgebaut ist. Dadurch gestaltet sich die adhäsive Verbindung von hydrophoben Kunststoffmaterialien und Dentin im Vergleich zum Schmelz erheblich schwieriger. Ein anderes Hindernis für einen guten Verbund zwischen Kunststoff und Dentin ist der

Smear Layer, der aus zertrümmertem Kollagen und Apatitkristallen besteht, die nach der Kavitätenpräparation das Dentin überdecken [HALLER 2000].

Die Mechanismen, auf denen ein reproduzierbarer dauerhafter Verbund zwischen Kompositen und dem Schmelz besteht, sind seit langem bekannt [BUONACORE 1955]. Hingegen ist bezüglich des Verbundes von Kompositen am Dentin noch immer nicht vollständig geklärt, in wie weit die einzelnen morphologisch unterscheidbaren Strukturen am Verbund beteiligt sind [GWINNETT et al. 1996, LA TORRE et al. 1999, PASHLEY et al. 1995].

Dentin lässt sich in der Praxis aus rein physikalischen Gründen nicht absolut trocknen; Komponenten eines Dentinhaftmittels müssen deshalb hydrophil sein. Bei Zug- und Scherspannungen grösser als 14 bis 15 MPa ist mit kohäsiven Abrissen zu rechnen [PRATI et al. 1990].

Zu Kompositen und Kompositzementen ist zu bemerken, dass sie im unpolymerisierten Zustand gefüllte Gemische von Monomeren sind, die als Diacrylate nach der Formel M-R-M aufgebaut sind, wobei R für das Molekülskelett und M für die reaktive Methacrylgruppe



steht. Kompositen sind im Verhältnis zum Dentin hydrophob, zeigen eine Polymerisationsschrumpfung von 2 bis 3 Vol.% und können im Rahmen der Aushärtung Zugspannungen zwischen 2.8 und 7.3 MPa, im Maximum bis zu 30 MPa entwickeln [DAVIDSON et al. 1984]. Die genannten drei Eigenschaften stehen der Etablierung einer Dentinhaftung entgegen. Der Gegensatz hydrophilen Dentins zu hydrophobem Diacrylat ist durch das Adhäsivsystem zu überbrücken [LUTZ et al. 1993].

Die angestrebte Dentinhaftung kann laut LUTZ et al. [1993] auf folgenden sechs Mechanismen beruhen:

- *Zottenbildung:* Zotten (*Tags*) tragen trotz einer Länge von bis zu 50 µm mit maximal 1 bis 6 MPa nur wenig zur Dentinhaftung bei [PRATI et al. 1990, PASHLEY et al. 1992]. Die Gründe für die niedrige Verbundfestigkeit sind die wegen der Polymerisationsschrumpfung fehlende Wandständigkeit, die inkomplette Polymerisation der Zotten, bedingt durch die Gegenwart der Liquorflüssigkeit und ihre inhomogene, wabige Struktur als Folge der Durchmischung von Monomeren und Liquorflüssigkeit [NAKABAYASHI 1985, PRATI et al. 1990, MÜLLER et al. 1990, PASHLEY et al. 1991, HARNIRATTISAI et al. 1992].
- *Verzahnung:* [PASHLEY et al. 1992] stellte fest, dass durch Einschluss oder Ausgiessen von Mikroretentionen durch das Adhäsiv eine Verzahnung resultiert.
- *Verklettung:* Säuren und Chelatoren sowie Monomere führen zu einer Umsetzung des Smear Layers und einer unterschiedlich starken Freilegung des Kollagenetzes im intertubulären Bereich. Durch Primer und Adhäsiv kommt es zu einer Durchflechtung des Kollagenetzes und eines Einschlusses der nicht weggelösten Hydroxylapatitkristalle. Daraus resultiert eine klinisch relevante, biostabile Haftung.
- *Pfropfpolymerisation:* Durch Tributylboran lassen sich C-Atome in der Molekülstruktur des Kollagens mit freien Radikalen versehen, die dann ihrerseits eine Pfropfpolymerisation erlauben.
- *Sekundäre chemische Kräfte:* Darunter sind die Anziehungskräfte zwischen Dipolen gemeint, die intermolekulare van der Waalschen Kräfte und Wasserstoffbrückenbindungen. Sie dürften für die Benetzung der Dentinstrukturen und im Umfeld der aktivierten H⁺-Atome sowie der Ca²⁺- und PO₄³⁻-Ionen und weiteren ins Dentin eingebrachten polaren Haftvalenzen relevant sein.
- *Primäre chemische Kräfte:* Hiermit sind ionische, polar und apolar kovalente und metallische Bindungen gemeint. Sie sind in der Dentinhaftung nicht sehr relevant, weil kaum ein Element

des Adhäsivsystems in den erforderlich engen Kontakt zur Dentinstruktur gebracht werden kann.

Es ist zwar bekannt, dass der Verbund auf einem Zusammenspiel der Hybridschicht, der Tags in den eröffneten Dentinkanälchen und der Adhäsion des Werkstoffs am Dentin beruht [PASHLEY et al. 1997 und 1995], jedoch sind keine sicheren morphologischen Kriterien für die Qualität des Verbundes vorhanden. So liefert z.B. weder die Ausdehnung der Hybridschicht noch die Eindringtiefe der Tags Hinweise über die in der Verbundzone wirksamen Haftkräfte [CHERSONI et al. 1997, Malferrari et al. 1995]. Ein mögliches Kriterium stellt eher die vollständige Penetration und Durchdringung des Kollagenetzwerkes mit Monomeren dar [PHIRUKKANON et al. 2000].

Eine wesentliche Rolle spielt auch das Substrat, d.h. das Dentin, denn der Verbund wird massgeblich durch inhärente Faktoren bestimmt, z.B. die Lokalisation des Dentinareals [TOM et al. 1997], der Grad der Sklerosierung [MARSHALL et al. 2000], Veränderung der Zusammensetzung durch Karies oder chemische Agenzien [NAKAJIMA et al. 1999, NIKAIDO et al. 1999].

Während die Eigenschaften der Haftvermittler durch ihre Zusammensetzung beeinflusst werden können, ist eine Einflussnahme auf das Dentin nur auf Variationen der Vorbehandlung beschränkt.

In einer Studie von NAKAJIMA et al. [1995] wurde die Zug-Verbundfestigkeit (*tensile bond strength*) von kariösem Dentin mit Dentinadhäsiven untersucht. Die Hypothese dieser Studie war, dass der Verbund an kariösem Dentin schlechter als an gesundem Dentin ist und dass die Qualität der Hybridschicht ein wichtiger Faktor zur guten Adhäsion ist. Drei gebräuchliche Adhäsivsysteme (All-Bond 2, Scotchbond Multi-Purpose und Clearfil Liner Bond II) wurden in einem Test der Mikro-Zug-Verbundfestigkeit (*micro-tensile bond strength*) sowohl an kariesgeschädigtem als auch an gesundem Dentin untersucht. Zusätzlich wurde mit dem Raster-Elektronenmikroskop (REM) noch die Hybridschicht untersucht.

Aus der Auswertung geht hervor, dass die Adhäsionskräfte am Dentin sowohl vom gebrauchten Adhäsivsystem als auch von der Art des Dentins abhängt. Bemerkenswerterweise trägt die Qualität der Hybridschicht nicht signifikant zur Zug-Verbundfestigkeit bei.

2.3 Dentinhaftvermittler: Einkomponenten- vs. Mehrkomponentensystem

Der Mechanismus der meisten aktuellen Dentinhaftvermittler beruht auf der Penetration von Monomeren in die durch Säureätzung (Konditionierung) eröffneten Dentintubuli und in das oberflächlich demineralisierte intertubuläre Dentin [NAKABAJASHI et al. 1982, VAN MEERBEEK et al. 1992]. Um ein Kollabieren der freigelegten Kollagenfasern zu verhindern, wird empfohlen, das Dentin nach dem Absprayen des Ätzgels nicht wie früher üblich gründlich zu trocknen, sondern lediglich mit wenigen kurzen Luftstößen oder durch Abtupfen mit einem Wattepellet den Wasserüberstand zu entfernen [GWINNETT 1992]. Durch diese als Feucht-Verbinden (*Moist Bonding*) bezeichnete Vorgehensweise sollen die interfibrillären Hohlräume des Kollagenflechts offengehalten werden, um die Penetration der Monomere zu fördern [PASHLEY et al. 1993]. Bei herkömmlichen Mehrkomponenten-Haftvermittlern wird das Dentin zunächst mit einem hydrophilen Primer vorbehandelt, um dadurch die Benetzung und Penetration des im Anschluss daran applizierten hydrophoben Adhäsives zu unterstützen. Eine Vereinfachung und Verkürzung der Verarbeitung wird mit sogenannten Einkomponenten-Haftvermittlern angestrebt, die verstärkt auf dem Markt präsent sind [HALLER et al. 1997]. Es handelt sich um „selbstprimende“ Adhäsive oder Primer-Adhäsive, bei denen durch die Kombination von hydrophilen und hydrophoben Bestandteilen die Funktionen von Primer und Adhäsiv in einem Fläschchen vereint sind. Neuerdings sind auch Primer-Adhäsive erhältlich, die aufgrund der Azidität der Monomere selbstkonditionierende Eigenschaften besitzen (Kondi-Primer-Adhäsive), so dass auf die Schmelz- und Dentinätzung als separaten Arbeitsschritt verzichtet werden kann.

[WILDER et al. 1998] untersuchten die Haftkraft von konventionellen (Mehrkomponenten-) und vereinfachten (Zwei-Komponenten-) Bonding-Systemen an Rinderdentin. Als Kontrollgruppe verwendeten sie ein Schmelz-Bonding. Die Resultate zeigen, dass sich die durchschnittliche Scher-Verbundfestigkeit (*shear bond strength*) von den konventionellen zu den vereinfachten Bonding-Systemen nicht signifikant unterscheiden und auch zur Kontrollgruppe (Schmelz-Bonding) gibt es keinen signifikanten Unterschied.

2.4 Einfluss des Smear Layers auf die Haftkraft am Dentin

Bei der Behandlung der Schmierschicht (*Smear Layer*) gehen die Meinungen auseinander: Während einige adhäsive Systeme den Smear Layer als Bonding Substrat gebrauchen, beinhalten andere die sogenannte *total-etch* Technik, welche die oberflächliche Auflösung des Substrats nach der Säureätzung verlangt. Smear Layer und Smear Plugs können als effektive, natürliche Kavitäten-Liner dienen, welche die Dentintubuli versiegeln und die Permeabilität vermindern [DOUGLAS 1989, PASHLEY et al. 1981 und 1997].

Die Schmierschicht ist inhomogen, in sich wenig kohärent, häufig mit Speichel kontaminiert und mit Mikroorganismen infiziert. Die Verbindung zum strukturierten, intakten Dentin ist strukturbedingt schwach, die Benetzung durch Adhäsive wegen der geringen Oberflächenenergie von 42 dyn/cm schwierig. Die Schmierschicht ist deshalb als Partner für einen adhäsiven Verbund ungeeignet [LUTZ et al. 1979, PASHLEY 1991, ERICKSON 1992].

Selbsttänzende Systeme beinhalten saure Monomere, die über den Smear Layer hinaus ins mineralisierte Dentin penetrieren und Smear Plugs auflösen, um sie innerhalb der Dentintubuli zu behalten [TAY et al. 2000]. Deshalb sind selbsttänzende Primer weniger sensitiv in Bezug auf regionale Unterschiede als konventionelle Adhäsive, welche einen separaten Säureätzschritt einsetzen [GIANNINI et al. 2001, PEREIRA et al. 1999]. Ausserdem ist es möglich, dass das generelle Fehlen der Säureätzung und Instandhaltung des Mineralinhalts in einer grösseren Dentinverbund-Haltbarkeit resultiert, da dadurch keine ungeschützten Kollagenfasern existieren [BURROW et al. 1993, HASHIMOTO et al. 2000, KATO et al. 1998].

Das Ziel der Arbeit von CHAVEZ et al. [2002] war die Evaluation der Zug-Verbundfestigkeit von zwei selbsttänzenden Adhäsivsystemen und eines Einflaschensystems angewandt auf Dentinoberflächen nach verschiedenen Smear Layer Behandlungsmethoden. Drei unterschiedliche Bondingsysteme (Prime & Bond NT (Einflaschensystem), Clearfil Mega Bond (CMB) und Etch & Prime 3.0 (EP)) wurden auf vier verschieden behandelte Dentinoberflächen (direkte Applikation über den Smear Layer, Sandstrahlen mit 50µm Al₂O₃ für 10 Sekunden, ätzen mit 37-prozentiger Phosphorsäure für 15 Sekunden, Konditionieren mit 0.5 M EDTA für 2 Minuten) aufgetragen, und dann wurde jedes Stück in einem Zugversuch mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 0.5mm/min untersucht.

Die Resultate zeigen, dass die micro-tensile bond strength für Prime & Bond (One Bottle System) signifikant grösser war als für selbsttänzende Systeme. Dabei konnten allerdings keine bedeutenden Unterschiede zwischen verschiedenen Smear Layer Behandlungsmethoden für das jeweilige Dentin Adhäsiv festgestellt werden.

Wie erwähnt löst die Säureätzung den Smear Layer und die Smear Plugs auf, öffnet die Dentintubuli und demineralisiert das peri- und intertubuläre Dentin, während es die Dentinpermeabilität erhöht [PASHLEY et al. 1981]. Die Dekalzifikationstiefe reicht dabei von 2 bis 4µm und hängt vom pH-Wert, Typ, Konzentration, Viskosität und Anwendungszeit des Ätzmittels ab [PERDIGÃO et al. 1996]. Der Bonding Mechanismus von konventionellen Adhäsiven basiert auf mikromechanischem Ineinandergreifen von Kunststoff Monomer mit den freigelegten Kollagenfasern von nassem und demineralisiertem Dentin [NAKABAYASHI et al. 1982].

Ungeachtet der grossen Veränderungen, welche die Säureätzung in der chemischen Zusammensetzung und den physikalischen Eigenschaften der Dentin-Matrix verursacht, ist Phosphorsäure als Ätzsäure für Schmelz und Dentin in der restaurativen Zahnheilkunde sehr verbreitet [BERTOLOTTI 1991].

Eine ultrastrukturelle Studie des Effekts von selbstätzendem Primer und Smear Layer Dicke auf das Bonding zeigt auf, dass ein minimaler pH-Wert von 2.8 für selbstätzende Primer nötig ist, um über den Smear Layer hinaus zu penetrieren, intaktes Dentin bis zu einer ausreichenden Tiefe zu ätzen und eine authentische Hybridschicht im darunterliegenden Dentin zu formen [TAY et al. 2000].

Zusammengefasst kann gesagt werden, dass die Anwesenheit eines Smear Layers die Zug-Verbundfestigkeit für keines der aufgeführten Adhäsivsysteme beeinflusst, so dass sich zusätzliche Schritte in den klinischen Bonding-Prozeduren erübrigen.

2.5 Einfluss der Oberflächenrauigkeit auf die Haftkraft von Dentinadhäsiven

In der Untersuchung von MOWERY et al. [1987] wird darauf hingewiesen, dass die Art der mechanischen Behandlung einer Dentinoberfläche vor dem Kunststoff-Bonding mit Scotchbond einen signifikanten Einfluss auf die Haftkraft ausübt. TAO et al. [1988] konnten diese Resultate nicht bestätigen. Sie fanden keine statistischen Hinweise auf einen Einfluss von Oberflächenrauigkeiten auf die Dentinhaftkraft. Die verschiedenen Rauigkeiten wurden dabei mit unterschiedlich grob gekörnten SiC (Silicium-Carbid) Schleifpapieren erreicht.

Eine weitere Studie von FINGER et al. [1989] stimmte mit den Resultaten von TAO et al. [1988] darin überein, dass die Oberflächenrauigkeit des Dentins keinen bedeutenden Einfluss auf die kurzfristige Haftkraft von Dentinadhäsiven hat. Dabei waren Unterschiede in der Zug-Verbundfestigkeit statistisch nicht signifikant. Von einem klinischen Standpunkt aus schloss die Studie, dass eine Kavitätenpräparation mit einem Finier-Diamanten die gleiche Hafteffizienz eines Adhäsivs am Dentin garantiert wie diejenige mit einem grobkörnigen Diamanten.

2.5.1 Oberflächenrauigkeitsmessungen

Zur genauen Bestimmung von Oberflächenrauigkeiten existiert die Norm ISO 4287. Sie definiert zwei Mittenrauhwerte R_a und R_q . R_a ist der arithmetische Mittelwert der Beträge aller Profilwerte des Rauheitsprofils und R_q der quadratische Mittelwert aller Profilwerte des Rauheitsprofils.

AL-OMARI et al. [2001] haben die Oberflächenrauigkeit von Schmelz und Dentin gemessen, welche mit unterschiedlichen Schleifkörpern, nämlich Wolfram-Karbid, Diamant und Finierer präpariert worden waren, ohne dass dabei genauere Angaben über deren Oberflächenstrukturen gemacht wurden. Die Unterschiede in den R_a -Werten zwischen den verschiedenen präparierten Oberflächen war signifikant. Jedoch zeigte die Untersuchung, dass Schmelz und Dentin bei gleicher Präparation nicht-signifikante Oberflächenrauigkeitsunterschiede aufweisen. Die durchschnittlich gemessenen Rauigkeiten sind in Tabelle 2.1 aufgelistet.

Bohrer	R_a Schmelz [μm]	R_a Dentin [μm]
Wolfram-Karbid	8.16 ± 0.61	8.29 ± 0.51
Diamant	6.67 ± 0.72	6.83 ± 0.51
Finierer	2.13 ± 0.13	1.95 ± 0.23

Tabelle 2.1 Durchschnittswerte der Oberflächenrauigkeiten bei verschiedener Präparierung für Schmelz und Dentin.

2.6 Messung des Haftverbundes am Dentin

Messungen des Haftverbundes sind abhängig von vielen Variablen. Die Methoden variieren von Labor zu Labor, und beim Vergleich von Resultaten verschiedener Labors und Testsysteme ist grosse Vorsicht

geboden. Das Kleben am Dentin ist bedeutend schwieriger als am Schmelz, da Dentin ein sehr heterogenes Gewebe ist und, je nach Zahntyp und Region [ABOUSH et al. 1984], Distanz von der Schmelz-Dentin Grenze [CAUSTON 1984], der Art der Behandlung vor der Extraktion [MJÖR 1983] und der Zeitspanne zwischen Extraktion und Versuchen [CAUSTON et al. 1979] stark variiert.

Die Labortechniken, welche beim Kleben und Messen der Bruchkräfte gebraucht werden, beeinflussen die Haftkraft. Zu den Unterschieden in den Techniken kann z.B. eine unterschiedliche Kraftapplikation bei den Proben, deren ungleich lange Wasserlagerung oder *Thermo-Cycling* gemäss ISO/TR 11405:1994 gezählt werden [MCINNES et al. 1990, NIKAIDO et al. 2002]. Die Auswirkungen von *Thermo-Cycling* und intrapulparem Druck werden auch in PAUL et al. [1994] diskutiert. Offensichtlich spielt pulpärer Druck allerdings nur bei vitalen Zähnen eine Rolle. Bereits erwähnt wurden die verschiedenen Arten der (Mikro-)Zug-, Biege- und Scher-Verbundfestigkeit zwischen Adhäsiv und Dentin. Deshalb unterscheidet man zwischen drei Arten der Messung der Adhäsionskräfte:

- (Mikro-) Zugprüfung,
- Biegeprüfung und
- Scherprüfung.

Bei der Scherprüfung werden die grössten Kraftmesswerte erreicht. SANO et al. [1994a] führten die Mikro-Zugprüfung ein, bei der die Kleboberfläche von extrem schmaler Dimension ist, und die viel grössere Kraftmesswerte liefert als die konventionelle Zugprüfung. Da in dieser Arbeit mit der Scherprüfung gearbeitet wurde, werden im Folgenden ihre Vor- und Nachteile genauer besprochen.

2.6.1 Scherprüfung

Die Scherprüfung oder *shear bond strength testing* ist die meistgebrauchte Messmethode zur Bestimmung von Adhäsionskräften [LIN et al. 1998, BERGERON et al. 1998, WATANABE et al. 1998]. DELLA BONA et al. [1995] hegen jedoch einige Zweifel an der Methode und bevorzugen die Zugprüfung wegen gewisser statistischer Unsicherheiten der Scherprüfung. Die Zugprüfung auf der anderen Seite ist äusserst sensitiv auf geringste Veränderungen während der Zugapplikation, was ein grosser Nachteil sein kann [VAN NOORT et al. 1991, SANO et al. 1994b]. So können zum Beispiel durch Abweichung von der Achsenrichtung Spannungsrisse induziert werden

Die Hauptgründe, die für die Scherprüfung sprechen, und welche in den meisten Untersuchungen verwendet wird, sind die folgenden:

- Werte von Scherfestigkeitsmessungen sind grösser als diejenigen bei Biege- und Zugprüfungen. Das ergibt eine grössere Bandbreite an Werten und Unterschiede werden deutlicher.
- Scherkräfte sind in der klinischen Situation die am wahrscheinlichsten auftretenden Kräfte und deshalb auch am wichtigsten bei Tests und Untersuchungen.

DELLA BONA et al. [1995] untersuchten mit *Finite Element* Methoden die Kraftverteilung in unterschiedlichen Anordnungen einer Komposit/Keramik Probe für Scherkrafttests. Ihre Resultate zeigen, dass die Kraftverteilung einen grossen Einfluss auf die Haftung und den eventuellen Bruch bei einer Probe hat. Dadurch, dass der Bruch bei den meisten ihrer Proben innerhalb des Klebers geschah (kohäsiver Bruch), folgerten sie, dass die Scherprüfung am geeignetsten für Messungen der Kraft innerhalb des Adhäsivs ist (siehe auch das folgende Kapitel 2.6.2).

Die Scherprüfung ist wohl die beste Methode zur Messung des Haftverbundes. Dabei müssen aber auch hier die Probendimensionen und Versuchsabläufe genau definiert sein. Die Mikro-Zugprüfung erweist

sich als interessante Alternative mit neuen Möglichkeiten der Versuchsanordnung. Ihre Versuche sind allerdings komplizierter zu reproduzieren [CARDOSO et al. 1998].

2.6.2 Bruchverhalten

Wie bereits kurz erwähnt, muss der Ort eines Bruches bei Untersuchungen des Haftverbundes von Dentin zu Kunststoff mit einem Adhäsiv genau definiert werden. Man unterscheidet zwischen

- adhäsiven Brüchen zwischen Dentin und Adhäsiv,
- kohäsiven Brüchen innerhalb der Klebeschicht,
- Kombinationen von adhäsiven und kohäsiven Brüchen und
- kohäsiven Brüchen in der Zahnstruktur (Dentin).

Ausführliche Untersuchungen zu verschiedenen Adhäsivsystemen wurden in [FINGER et al. 1989] und [KITASAKO et al. 1995] durchgeführt.

2.6.3 Einfluss der Dicke des Adhäsivauftrags auf die Dentinhaftung

RETIEF et al. [1989] bestimmten den Einfluss der Schichtdicke von Scotchbond 2 Light Cure Dental Adhesive auf die Scherhaftkraft jenes Klebers am Dentin. Schichtdicken von 50 μm , 100 μm , 250 μm , 500 μm und 1000 μm wurden untersucht. Die geringste Haftkraft wurde bei Proben mit einer Schichtdicke von 1000 μm erhalten, während bei den restlichen Dicken des Adhäsivs (50 – 500 μm) keine statistisch signifikanten Unterschiede festzustellen waren.

Die gleichen Autoren stellten weitere Untersuchungen über das Bruchverhalten und die genaue Lokalisierung des Bruches an. Keine einzige ihrer 15 Proben, welche mit einer Adhäsivdicke von 1000 μm geklebt wurden, brach am Dentin. Gleichzeitig konnte der höchste Prozentsatz an Brüchen zwischen Kleber und restaurativem System bei Adhäsivdicken von 500 μm und von 1000 μm festgestellt werden. Es waren dies 16%. Bei diesen Proben mit grosser Schichtdicke zeichnete sich klar die Tendenz eines Bruches innerhalb des Adhäsivs ab.

3 MATERIAL UND METHODEN

3.1 Die untersuchten Kleber

3.1.1 3M Rely X ARC

3M Rely X Adhesive Resin Cement (ARC) (3M Espe, Seefeld, D) ist ein permanenter, dual-härtender *paste-paste* Befestigungszement, der mit dem 3M Single Bond Dental Adhesive System gebraucht werden muss. Dabei wird zuerst das Single Bond Dental Adhesive appliziert und lichtgehärtet. Diese Schicht hat eine sehr geringe Filmdicke von ungefähr 10µm. Zusammen mit ARC ergibt sich ein Adhäsivsystem, das sich für die Befestigung von Keramik, Kompositen und Legierungen eignet. Zusätzlich lässt es sich auch für Wurzelkanalstifte und Amalgam anwenden [3M Dental Products Laboratory 1998].

3.1.2 3M Rely X Unicem

3M Rely X Unicem (3M Espe, Seefeld, D) ist ein dualhärtender, selbstadhäsiver, universeller Komposit-Befestigungszement in einer Kapsel, hergestellt für adhäsives Befestigen von keramischen, metallischen oder indirekten Kompositrestaurationen. Bonding und Konditionierung der Zahnstruktur sind unnötig, weil Unicem ohne Vorbehandlung einen Verbund zwischen der Restauration und der Zahnstruktur erreicht, welche vergleichbar ist zu Mehrkomponenten-Adhäsivtechnologien. Seine mechanischen Eigenschaften sind denen von Zinkphosphat- und Glasionomorzementen überlegen. Es hebt sich auch darin von anderen Zementen ab, dass es feuchtigkeitsunempfindlich ist und Fluoridionen freisetzt [3M Dental Products 2002].

Chemie: Phosphorulierte (Meth)Acrylate sind dazu in der Lage, Selbstadhäsion zu schaffen. Die saure Natur der phosphorulierten Acrylate erlaubt eine Demineralisierung der Zahnoberfläche und Penetration des Zements in dieselbe (chemische Bindung am Dentin). Nach der Polymerisation wird eine mikromechanische Retention zwischen Zement und Zahn erreicht. Rely X Unicem Monomere enthalten mindestens zwei saure Phosphorgruppen und zwei Kohlenstoffdoppelbindungen (C=C) pro Molekül. Dies garantiert eine höhere Vernetzung und schliesslich einen hohen Grad an Netzwerkbindungen, welche wiederum sehr gute mechanische Eigenschaften besitzen, um adhäsive Verbindungen ohne Vorbehandlung zu erzeugen. Die Stabilität des Systems auf lange Sicht wird dadurch verbessert [3M Dental Products 2002].

3.2 Herstellung und Vorbereitung der Prüfkörper

60 kariesfreie und frisch extrahierte dritte obere und untere Molaren wurden für ein Maximum von drei Monaten in vierprozentigem Formalin gelagert. 24 Stunden vor dem Einbetten wurden die Zähne in deionisiertem Wasser gewaschen und gelagert. Die Einbettung der Zähne geschah in zylindrischen Behältern mit einem Durchmesser von drei Zentimetern, wobei jeder Zahn mit der Approximallfläche zum Zylinderboden mittels Specific Resin 20 (Struers, CH) fixiert wurde (Abb. 3.1). Specific Resin 20 ist ein Zweikomponenten Epoxidharz, der in einem Kalteinbettverfahren unter Vakuum (zwischen 100 und 200 Millibar) verwendet wird. Dazu wurde die Epovac (Struers) benutzt (Abb. 3.2). 14 Gramm Harz und 2 Milliliter Härter, drei Minuten gründlich gemischt, ergaben genau die gewünschte Menge Epoxidharz, um einen Zylinder bis zum oberen Rand zu füllen. Die Vorteile dieses Kalteinbettverfahrens sind, dass die Zähne chemisch nicht verändert werden und dass sie durch das Vakuum ohne Luftblasen eingebettet werden können.



Abb. 3.1 Kariesfreier 3. Molar nach Lagerung im Formalin und Wässerung, bereit zum Einbetten mit dem Epoxidharz Specific Resin 20.



Abb. 3.2 Kalteinbettverfahren (Epovac, Struers, CH). Auf der rechten Seite ist ein Becher mit Epoxidharz zu sehen. Über einen Schlauch wird das Harz in die unter der Vakuumblocke erkennbaren Zylinder gefüllt.

3.3 Vorbehandlung und Kleben der Proben

Bedingt durch die Abbindekontraktion resultierte auf der oberen Kunststoffseite der Zylinder eine Konkavität. Für die folgenden Experimente war es jedoch nötig, dass Ober- und Unterseite möglichst plan und parallel zueinander liegen. Dazu wurden die Proben geschnitten (Accutom-5, Struers, Abb. 3.3) und geschliffen (Tegra Force / Tegra Pol, Struers, CH, Abb. 3.4). Die Tegra Force / Tegra Pol erlaubt es, sowohl den Druck auf die Proben genau zu bestimmen als auch drei Proben gleichzeitig abzuschleifen. Dieses Planschleifen stellt sicher, dass sich alle Probenoberflächen gleichen, ungeachtet des ursprünglichen Zahnzustandes. Es wurden SiC Papiere mit unterschiedlicher Körnung von 220, 500, 1000, 2400 und 4000 verwendet. Bei einer konstanten Kraft von 10 N und einer Papierkörnung von 220 dauerte die Freilegung des Dentins zwischen drei und zehn Minuten, je nach Zahnanatomie und -position. Sobald das Dentin freilag, wurden die erwähnten verschiedenen feineren Körnungen verwendet, um unterschiedliche Oberflächenrauigkeiten zu erhalten.



Abb. 3.3 Accutom-5 Trennmaschine von Struers mit Diamantscheibe und Wasserkühlung.

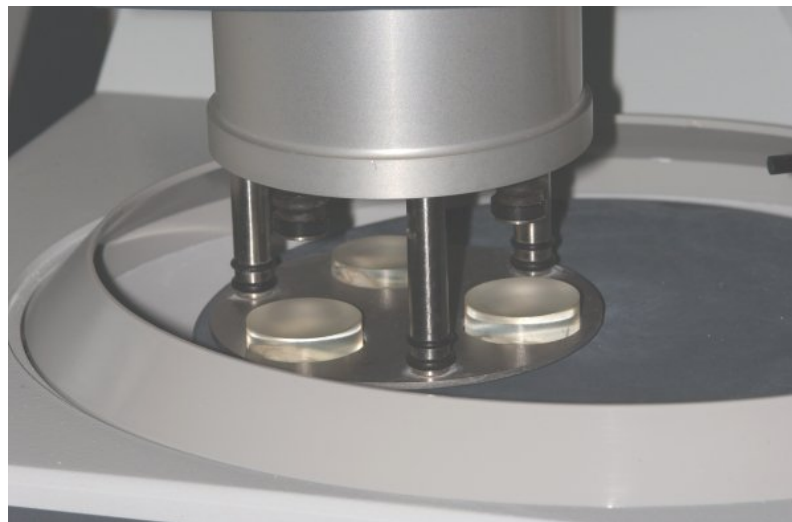


Abb. 3.4 Tegra Force/Tegra Pol Schleifmaschine von Struers mit drei eingespannten Proben.

Um einen Bezug zur Praxis herzustellen, wurden ausserdem Proben mit einem Finierdiamanten der Körnung 15 μm bearbeitet. Diese wurden später im Vergleich zwischen maschineller und manueller Oberflächenrauigkeiten benutzt.

Die Proben wurden zwischen den verschiedenen Arbeitsgängen in einem luftdicht abgeschlossenen Behälter mit feuchter Atmosphäre aufbewahrt, welcher ein Austrocknen der Dentinoberfläche verhindern sollte.

Das Kleben erfolgte mit zwei verschiedenen Produkten, nämlich Rely X ARC und Rely X Unicem Applicap. Rely X ARC beinhaltet zusätzlich ein Ätzel, das während 15 Sekunden auf die Dentinoberfläche einwirken muss und dann während 10 Sekunden mit ölfreiem Wasser gründlich abgespült wird und ein Adhäsiv, das fünf Sekunden mit einem Pinsel auf die angeätzte Fläche aufgetragen, leicht verblasen und während zehn Sekunden lichtgehärtet wird.

Das Anmischen der Klebstoffe erfolgte gemäss Herstellerangaben. Für die Klebung einer Probe mit Rely X ARC wurde dem Dispenser eine Portion Klebstoff entnommen und dieser auf einem Anmischblock mittels beiliegendem Spatel während 10 Sekunden angemischt und anschliessend mit Hilfe des Spatels im Überschuss aufs Dentin aufgetragen. Die vom Hersteller angegebene Verarbeitungszeit von 2 Minuten bis zum definitiven Kleben konnte ohne Probleme eingehalten werden (Abb. 3.5).



Abb. 3.5 Utensilien zum Anmischen des Rely X ARC Kompositzementes. Von unten nach oben: Pinselhalter mit Pinsel, Anmischspatel, Ätzgel, Adhäsiv und Zementdispenser.

Für das Anmischen von Rely X Unicem Applicap in der Kapsel war ein Hochfrequenzmischgerät erforderlich. Nach dem Aktivieren der Kapsel (während zwei Sekunden) wurde diese im Rotomix Mischgerät (3M Espe) (Abb. 3.6) während zehn Sekunden angemischt, in die Appliziervorrichtung eingespannt und damit das Dentin im Überschuss beschickt (Abb. 3.7).

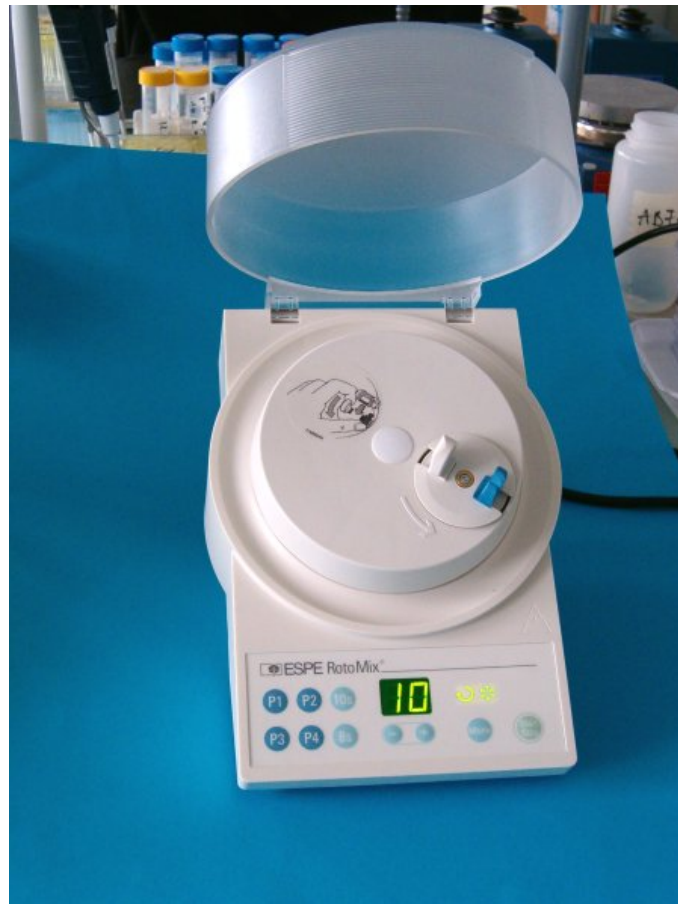


Abb. 3.6 Rotomix (3M Espe) zum Mischen der Unicem Kapseln nach deren Aktivierung.



Abb. 3.7 Utensilien zum Anmischen von Rely X Unicem Applicap. Von links: Applicap, Mischvorrichtung zum Aktivieren der Kapsel, Appliziervorrichtung, Spatel.

Gegen das Dentin wurden Plexiglasstäbchen von drei Millimeter Durchmesser und einem Zentimeter Länge geklebt. Um die Haftung der Kleber am Plexiglas zu verbessern, wurden die Stäbchen an der Klebeseite mit einem Druck von 2 bar, einem Abstand von 1 - 4 mm rechtwinklig zur Zylinderoberfläche sandgestrahlt. Dieser Vorgang fand rein manuell ohne jegliche Hilfseinrichtung statt.

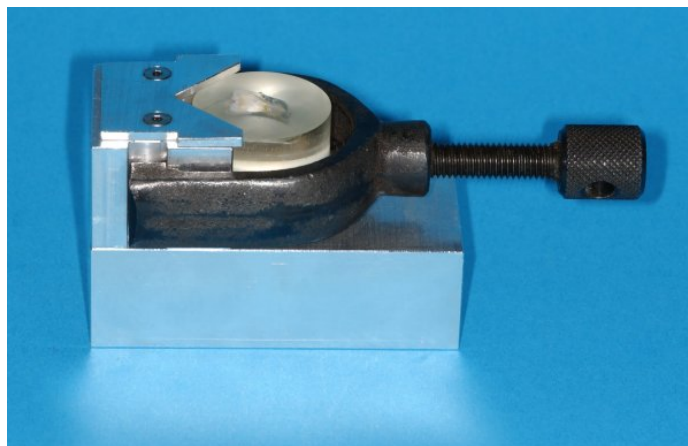


Abb. 3.8 Eingebetteter Zahn in Schraubzwinde auf einem beweglichen Teller (hier nicht sichtbar) eingespannt.

Damit die Plexiglasstäbchen senkrecht zur Dentinoberfläche geklebt werden konnten, wurde eine Klebvorrichtung konstruiert. Die Zylinder wurden dazu mit einer Schraubzwinde auf einen Untersatz eingespannt, welcher tellerartig und beweglich ist, um eine optimal parallele Zylinderoberseite zu erreichen (Abb. 3.8). Die Stäbchen wurden durch die in Abb. 3.9 gezeigte Apparatur mit Hilfe einer Stellschraube befestigt, um sie dann ans Dentin zu kleben. Die Apparatur war so ausgelegt, dass Klebstoff-Überschüsse, welche durch das Anpressen der zu klebenden Stäbchen ans Dentin entstanden, leicht zugänglich entfernt werden konnten. Zudem erlaubte die Vorrichtung, die Plexiglasstäbchen durch die Montage unterschiedlicher Gewichte mit unterschiedlichem Druck ans Dentin zu pressen (Abb. 3.10).

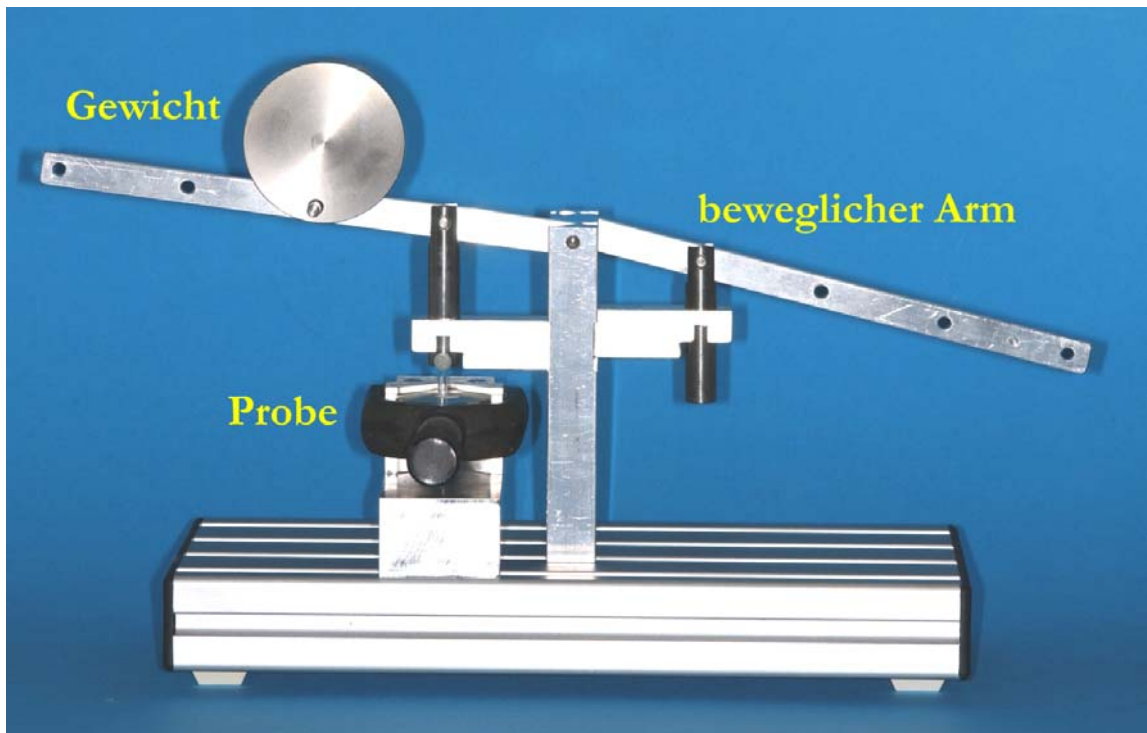


Abb. 3.9 Klebevorrichtung: Oben links ist ein Gewicht angebracht. Darunter wird ein Plexiglasstäbchen an das in einer Schraubzwinde (Abb. 3.8) eingespannte Dentin gepresst. Mit der Apparatur ist es möglich, immer zwei Proben gleichzeitig zu kleben.

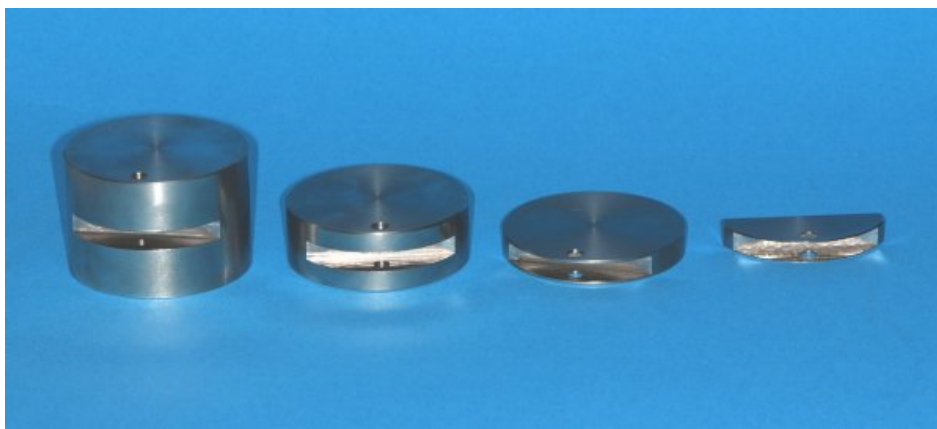


Abb. 3.10 Verschiedene Gewichte für die Klebevorrichtung von Abb. 3.9. Von links: 500g, 250g, 100g und 25g.

Die Überschüsse wurden bei Unicem nach zwei Sekunden Lichthärten (Translux CL von Kulzer, D) mit einem Skalpell entfernt und anschliessend der Kleber für 40 Sekunden definitiv polymerisiert. Bei den Proben, die mit ARC geklebt wurden, wurden die Überschüsse vier Minuten nach Mischbeginn entfernt, und es wurde ebenfalls für 40 Sekunden polymerisiert. Die so geklebten Proben wurden bis zum Ende dieser Polymerisation zur besseren Handhabung in der Klebevorrichtung belassen. Schliesslich wurde die Stellschraube, die das Plexiglasstäbchen in der Halterung hielt, gelöst und die Proben vorsichtig entfernt, um sie in einem Wasserbad (destilliertes Wasser bei einer Temperatur von 37° C) während 24 Stunden stehend zu lagern. Das Wasserbad seinerseits befand sich in einem Wärmeschrank (UM 200 Memmert, Schwabach, D).

3.4 Abscherversuche

Nach erfolgter Wasserlagerung wurde die Probe mit angeklebtem Plexiglasstäbchen auf der Seite des Epoxidharzes in eine Haltevorrichtung eingespannt, so dass das Stäbchen jeweils frei lag (Abb. 3.11). Der Punkt der Kraftapplikation befand sich in einem Millimeter Abstand von der Kante des eingespannten Epoxidzylinders am frei hängenden Plexiglasstäbchen. Unter diesen Voraussetzungen wurde die Probe in die Universalprüfmaschine (Z 010, Zwick, Ulm, D) eingespannt und mit einer konstanten Vorschubgeschwindigkeit von 2.5mm/min abgeschert. Festgehalten wurde dabei die maximale Kraft bei Bruch. Die Prüfanordnung ist in Abb. 3.11 gezeigt.

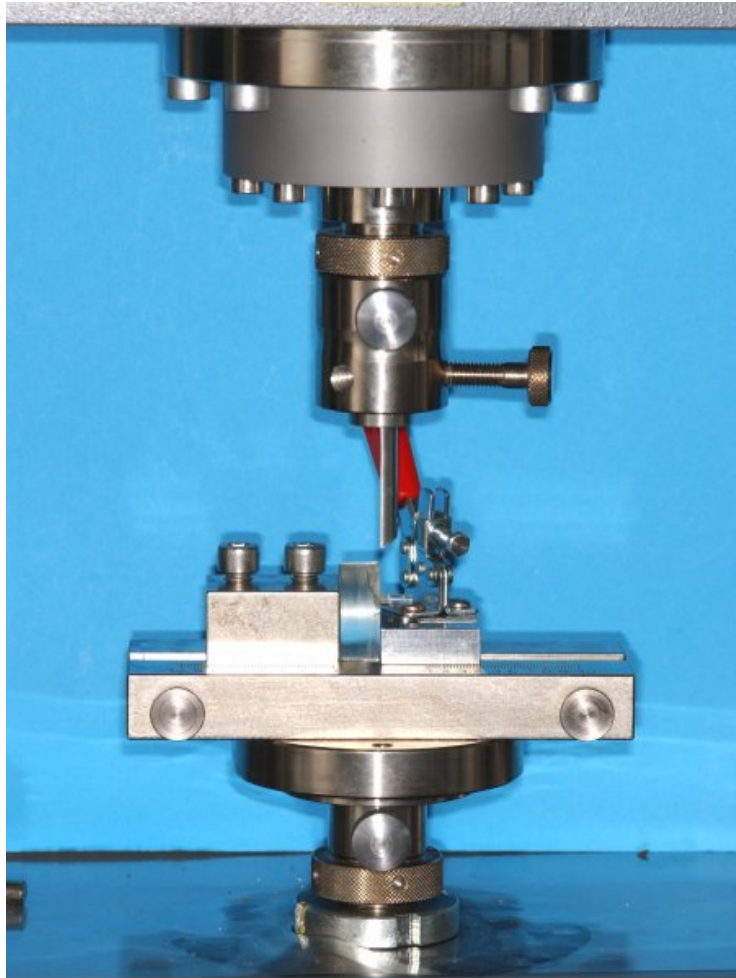


Abb. 3.11 Geklebte Probe, eingespannt in der Universalprüfmaschine (Z 010, Zwick) für die Abscherversuche.

3.4.1 Anpresskraft beim Kleben

Für die Versuche mit verschiedenen Anpresskräften während des Klebens, wurde ein „Pool“ von 60 präparierten Zähnen gebildet. Alle waren in Epoxidharz eingebettet und flach abgeschliffen worden, um das gesunde Dentin freizulegen. Zuerst wurde mit einer Rauigkeit von SiC 220 ein Grobschliff zur Dentinfreilegung gemacht, um dann in weiteren Durchgängen von jeweils 15 Sekunden und einer Kraft von 10 N mit SiC 500 und dann SiC 1000 Papier eine feinere Rauigkeit zu erhalten.

Schliesslich wurden aus dem Probenpool zufällig Zahnproben den verschiedenen Anpresskräften (0.5 N, 2.5 N, 5 N, 7.5 N und 10 N) zugeordnet. Für Rely X ARC und Rely X Unicem waren dies jeweils 10 Zähne pro Kraft.

Der genaue Ablauf der Abscherversuche mit unterschiedlichen Anpresskräften während des Klebens ist in Abb. 3.12 nochmals schematisch dargestellt.

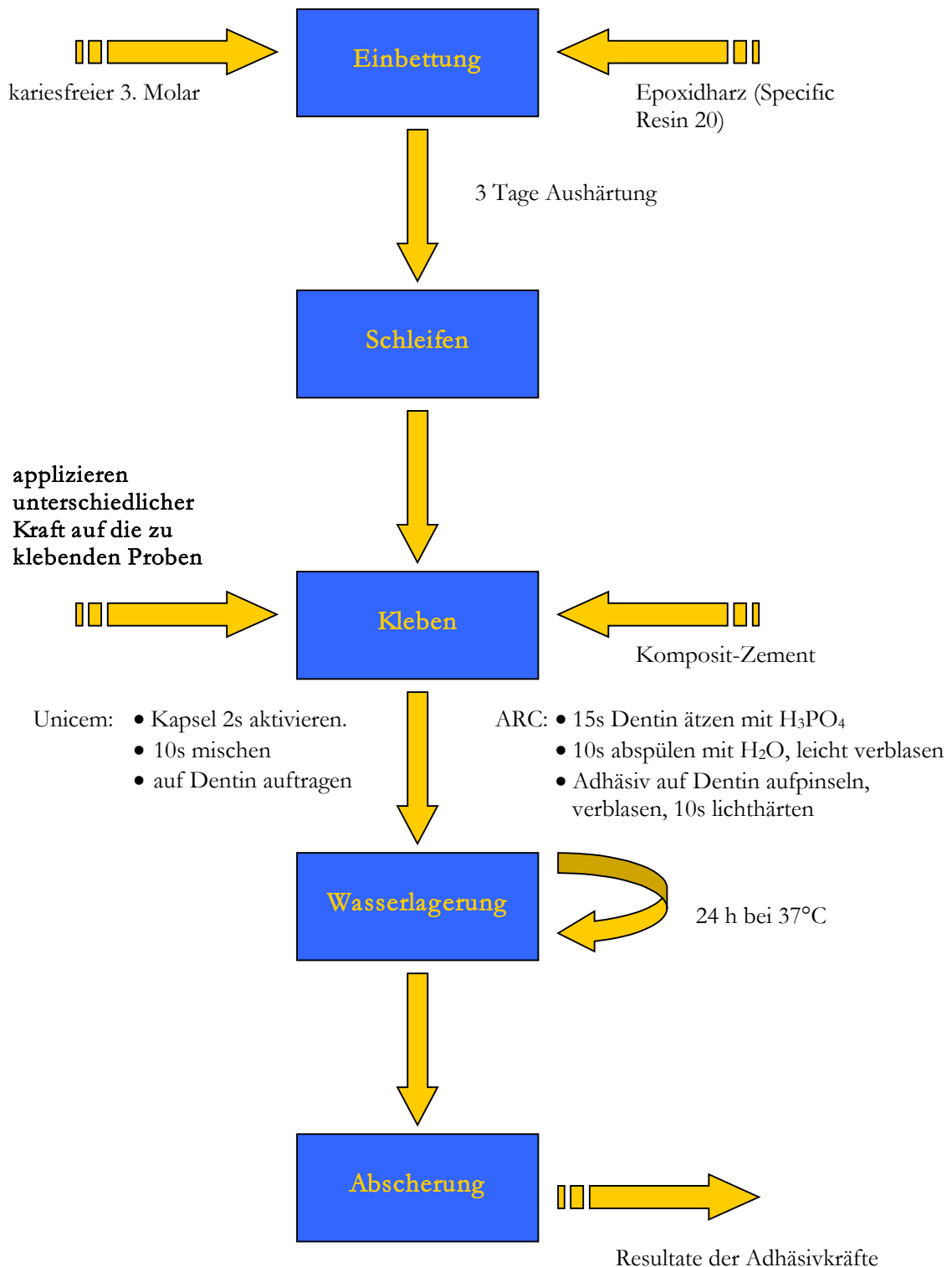


Abb. 3.12 Beschreibung der Methodik zur Abhängigkeitsermittlung von appliziertem Druck beim Kleben zur Scherfestigkeit.

3.4.2 Oberflächenrauigkeit

Eine zweite Variable bei Versuchen mit der Verbundfestigkeit ist die Rauigkeit der zu klebenden Oberflächen. Analog zu den Anpresskraftversuchen wurden zufällig von 60 Zähnen jeweils 10 für ARC und Unicem ausgewählt, um sie mit einer bestimmten Oberflächenrauigkeit zu versehen.

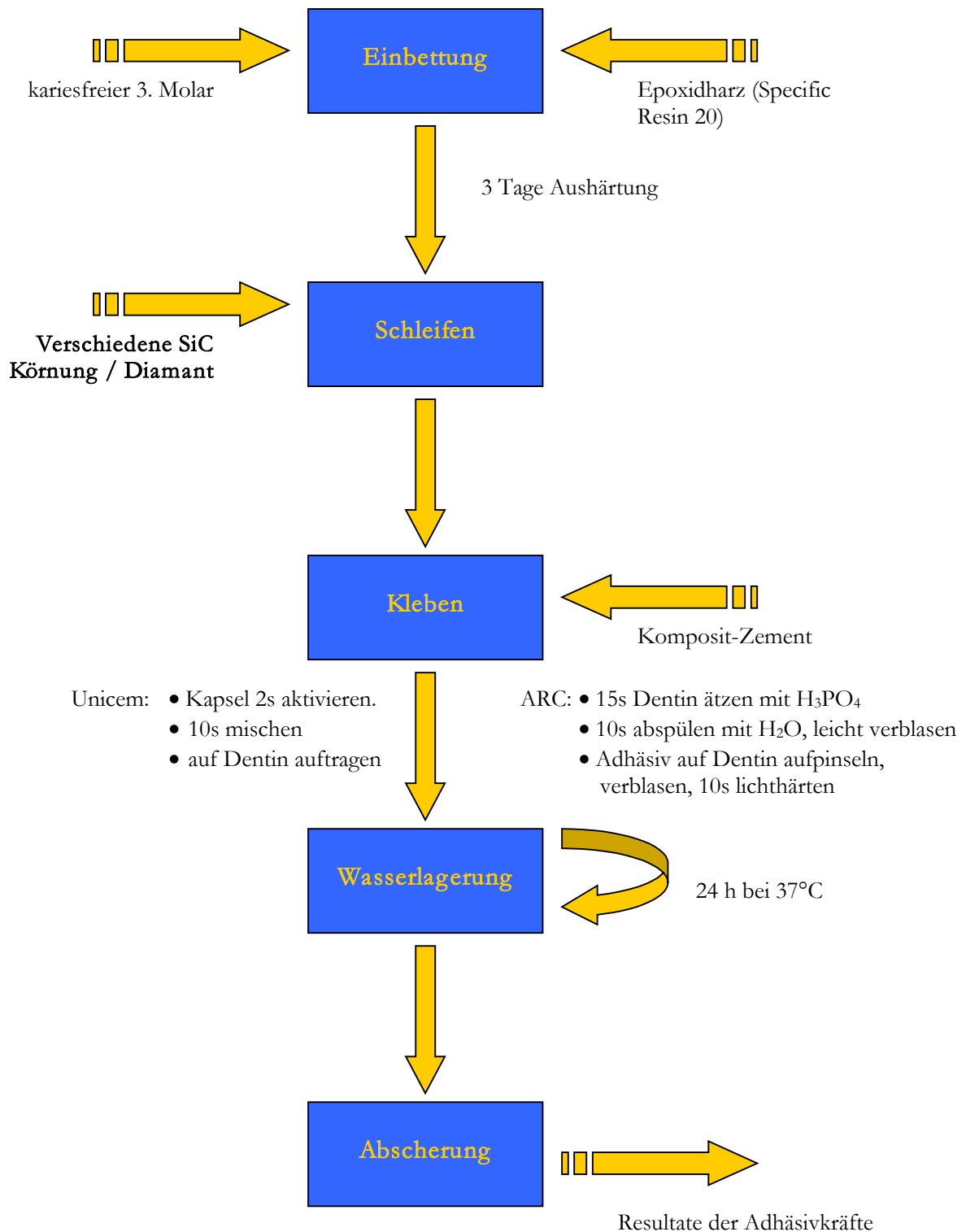


Abb. 3.13 Beschreibung der Methodik zur Ermittlung der Abhängigkeit von Oberflächenrauigkeiten zur Scherfestigkeit.

Nach dem Freilegen des Dentins wurde schrittweise die Dentinoberfläche bis zu Schleifpapierfeinheiten von SiC 220, 500, 1000, 2400 oder 4000 bei einer Kraft von 10 N während 15 Sekunden bearbeitet. Ebenfalls wurden jeweils 10 zufällig ausgewählte Zähne mit dem Finierdiamanten mit Körnung 15 µm bearbeitet. Beim Kleben wurde dann für alle Proben eine Anpresskraft von 5 N gewählt.

Der genaue Ablauf der Abscherversuche mit unterschiedlichen Anpresskräften während des Klebens ist in Abb. 3.13 nochmals schematisch dargestellt.

Zur Bestimmung der Oberflächenrauigkeiten, welche mit den erwähnten SiC Papieren und dem Finierdiamanten erreicht werden konnten, stand ein Perthometer S2 (Mahr, Göttingen, D), wie in Abb. 3.14 gezeigt, zur Verfügung. Damit wurde der Mittenrauhwert R_a bestimmt, welcher mathematisch definiert ist als

$$R_a = \frac{1}{N} \int_0^N |Z(x)| dx$$

wobei $Z(x)$ die Profilwerte des Rauheitsprofils sind und N deren Anzahl.

Alle Proben wurden nach dem Abscheren lichtmikroskopisch analysiert und nur diejenigen Proben ausgewertet, bei denen die Klebeschicht zu mehr als 50% auf dem Plexiglasstäbchen verblieben war.



Abb. 3.14 Perthometer S2 (Mahr) zur Bestimmung der Oberflächenrauigkeit.

3.5 Betrachtungen unter dem Rasterelektronenmikroskop

Mikroskopische Betrachtungen der Verbundzone zwischen Dentin und Adhäsiv erlauben eine visuelle Kontrolle der in dieser Arbeit gemachten Versuche. Hierzu eignet sich eine spezielle Variante eines Elektronenrastermikroskops, das ESEM (Environmental Scanning Electron Microscope), welches für die elektronenmikroskopische Untersuchung von biologischen (Zellen, Insekten...), beziehungsweise wasserhalti-

gen Proben in ihrem natürlichen Zustand entwickelt wurde. Das ESEM erlaubt Arbeiten in einer Probenkammer welche kein Hochvakuum sondern eine Wasserdampfatosphäre von ca. 9 hPa enthält. Dadurch ist keine aufwendige Probenpräparation (kritische Punkttrocknung) nötig und ein Austrocknen der Proben wird trotzdem verhindert.

Alle elektronenmikroskopischen Aufnahmen erfolgten am Freiburger Materialforschungszentrum (FMF, Freiburg, Deutschland) mittels eines ESEM des Typs 2020 der Firma Electroscan (Wilmington, USA).

Die Bilder wurden unter einer Wasserdampfatosphäre von ca. 8 Torr bei einer Beschleunigungsspannung von 23 – 25 kV mit einer LaB₆-Kathode aufgenommen. Die Probe wurde auf 5° C gekühlt und unter Wasserdampfgleichgewicht gemessen. Die Detektierung der Sekundärelektronen erfolgte mittels eines GSED (Gaseous Secondary Electron Detector).

4 RESULTATE

Alle Messergebnisse der Abscherversuche, wie sie in Kapitel 3.4 beschrieben wurden, sind im folgenden für die zwei Kleber 3M Rely X ARC und 3M Rely X Unicem getrennt dargestellt. Die einzelnen Messwerte sowie die Mittelwerte und Standardabweichungen sind im Anhang 8.1 und 8.2 aufgelistet. Die Resultate wurden mit dem Student's t-Test und dem Wilcoxon Test auf Signifikanz (Signifikanzniveau $p < 0.05$) geprüft. Dazu wurde die Prozedur Univariate des Programms SAS® (SAS Institute Inc., Cary NC, USA) verwendet.

Die Signifikanztests prüften jeweils zwei Probenpools gegeneinander. Dabei ging es in einem ersten Schritt darum, für jeweils einen Kleber die verschiedenen, dieser Untersuchung zugrundeliegenden Fragestellungen der Auswirkungen von Oberflächenrauigkeiten und Anpresskräften gegeneinander zu untersuchen und zu vergleichen. Erst zu einem späteren Zeitpunkt werden Vergleiche zwischen den beiden Klebern besprochen.

Zu bemerken ist, dass der t-Test unter der Annahme von gleicher Varianz jeweils beider Probenpools ausgeführt wurde. Wilcoxon und t-Test ergaben die gleichen Resultate.

4.1 Oberflächenrauigkeitsmessungen

In Abb. 4.1 sind die Mittelwerte der Mittenrauhwerte R_a sowie die dazugehörigen Standardabweichungen der gemessenen Oberflächenrauigkeiten aufgeführt, wie sie mit den in den Versuchen verwendeten SiC Schleifpapieren erhaltenen wurden.

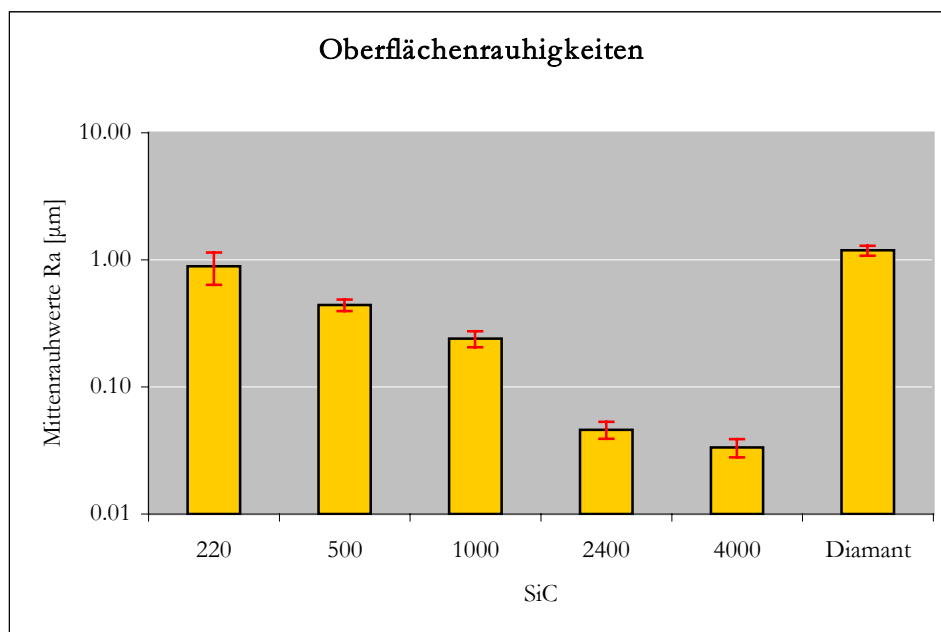


Abb. 4.1 Logarithmische Darstellung der Mittelwerte und Standardabweichungen der Mittenrauhwerte R_a für jeweils 20 Proben bei Schleifpapierkörnungen SiC 220 bis 4000 und bei der Präparierung mit einem Finierdiamanten.

4.2 3M Rely X ARC

4.2.1 Oberflächenrauigkeiten

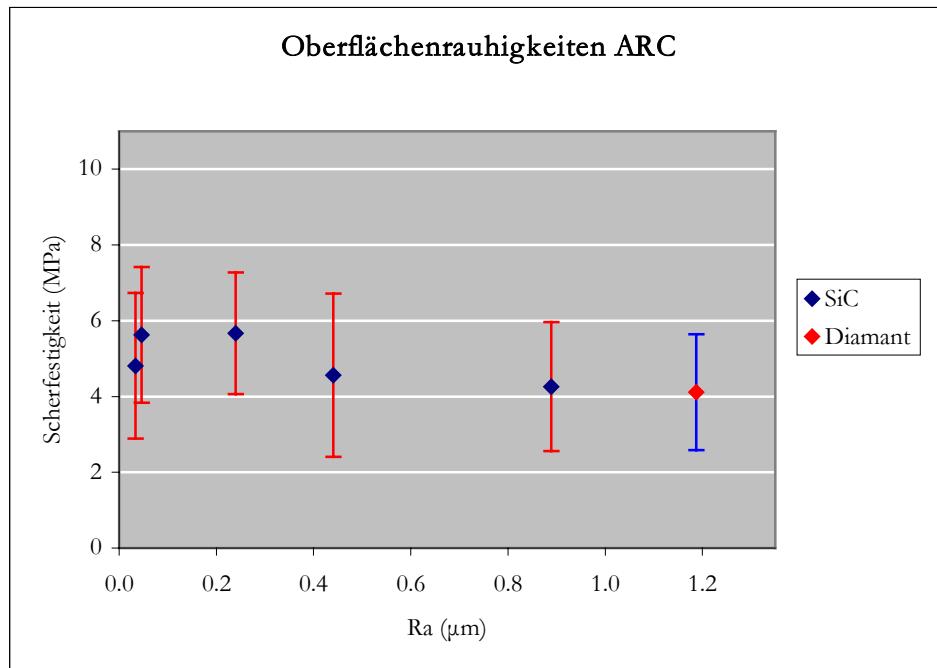


Abb. 4.2 Mittelwerte und Standardabweichungen der Scherfestigkeit bei verschiedenen Oberflächenrauigkeiten und 5 N Anpresskraft von jeweils 10 Klebproben mit ARC.

Die Mittelwerte der Scherkräfte für verschiedene Oberflächenrauigkeiten bei ARC fallen in den Bereich zwischen 4.26 MPa für eine Rauigkeit von 0.90 μm und 5.67 MPa für 0.24 μm. Der tiefste gemessene Wert war dabei 2.08 MPa bei 0.44 μm, der höchste 9.20 MPa bei 0.03 μm. Die Standardabweichungen liegen durchschnittlich bei 37% der Mittelwerte. Die Mittelwerte aller fünf Rauigkeiten ergaben auf das Signifikanzniveau $p < 0.05$ mit t- und Wilcoxon-Test keine signifikanten Unterschiede.

4.2.2 Anpresskräfte

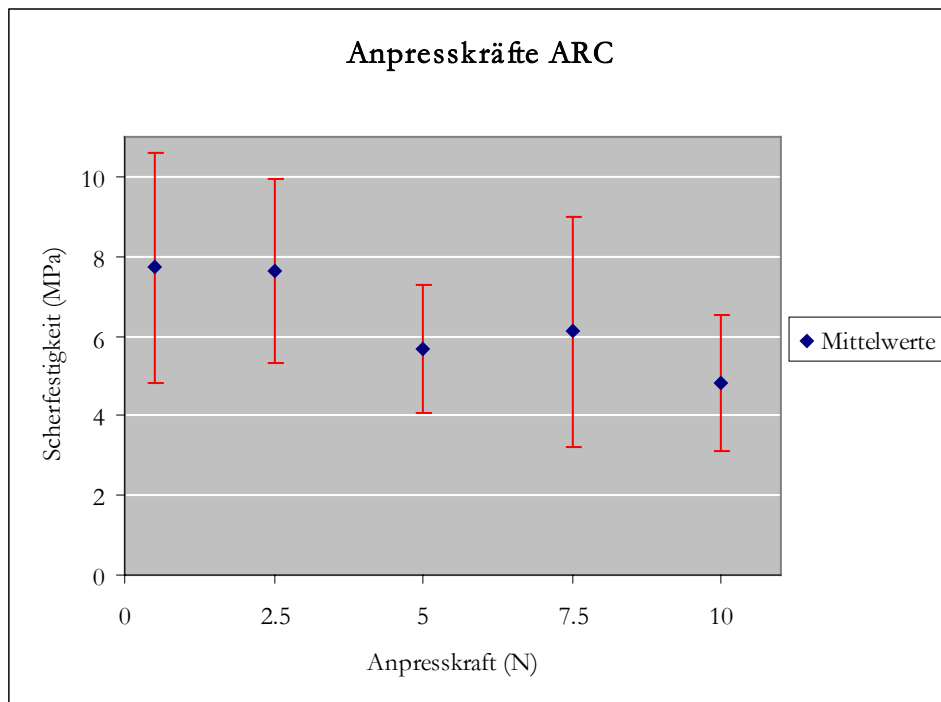


Abb. 4.3 Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch bei verschiedenen Anpresskräften während des Klebens von jeweils 10 Proben mit ARC.

Die Mittelwerte der Scherkräfte für verschiedene Anpresskräfte bei ARC fallen in den Bereich zwischen 4.82 MPa für eine applizierte Kraft von 10 N und 7.71 MPa für 0.5 N. Der tiefste gemessene Wert war 2.24 MPa bei 7.5 N, der höchste 13.56 MPa bei 0.5 N. Wiederum zeigen sich grosse Standardabweichungen von durchschnittlich 35%. Die Mittelwerte aller fünf Probenpools ergaben auf das Signifikanzniveau $p < 0.05$ mit t- und Wilcoxon-Test Signifikanzen zwischen 0.5 N und 10.0 N, zwischen 2.5 N und 5.0 N und zwischen 2.5 N und 10.0 N. Die anderen Mittelwerte zeigten keine signifikanten Unterschiede untereinander.

4.2.3 Verbundzone unter dem Rasterelektronenmikroskop

Wie in Kapitel 3.5 besprochen, eignen sich mikroskopische Betrachtungen der Verbundzone zwischen Dentin und Adhäsiv unter einem ESEM, um die Struktur und den Verbund von ARC an Dentin zu beobachten. In Abb. 4.4 ist der Verbund in 1000-facher Vergrößerung dargestellt, rechts in 2000-facher. Die Bilder zeigen eine gute Benetzung des Dentins durch das Adhäsiv.

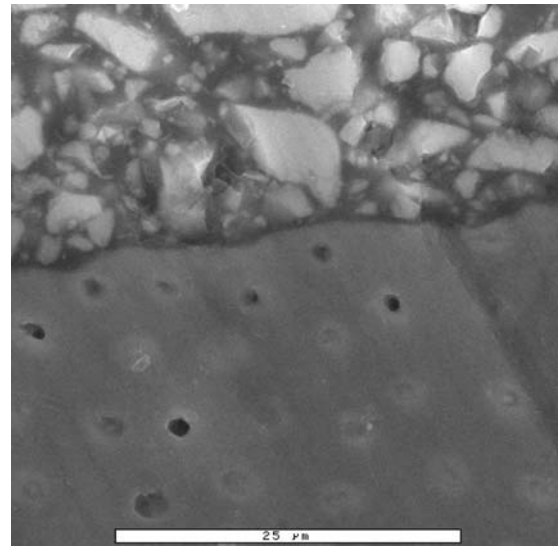
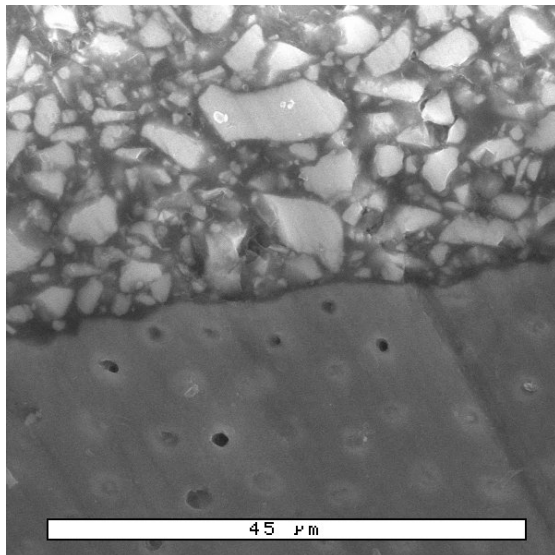


Abb. 4.4 links 1000-fache, rechts 2000-fache Vergrößerung der Verbundzone zwischen ARC und Dentin unter dem ESEM.

4.3 3M Rely X Unicem

4.3.1 Oberflächenrauigkeiten

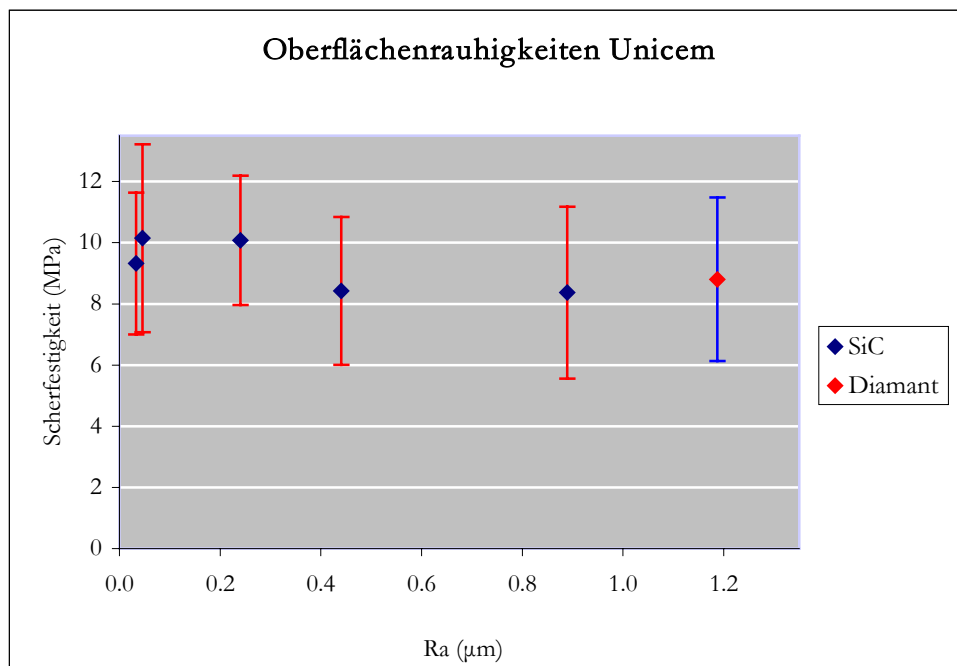


Abb. 4.5 Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch bei verschiedenen Oberflächenrauigkeiten (SiC-Papier- und Finierdiamant-Präparation) und 5 N Anpresskraft von jeweils 10 Klebproben mit Unicem.

Die Mittelwerte der Scherkräfte für verschiedene Oberflächenrauigkeiten bei Unicem fallen in den Bereich zwischen 8.37 MPa für eine Rauigkeit von 0.90 μm und 10.15 MPa für 0.05 μm. Der tiefste gemessene Wert war dabei 5.09 MPa bei 0.03 μm, der höchste 14.28 MPa bei 0.05 μm. Die Standardabweichun-

gen liegen bei 28%. Für alle fünf Rauigkeiten ergaben die Mittelwerte bei einem Signifikanzniveau von $p < 0.05$ mit t- und Wilcoxon-Test keine signifikanten Unterschiede.

4.3.2 Anpresskräfte

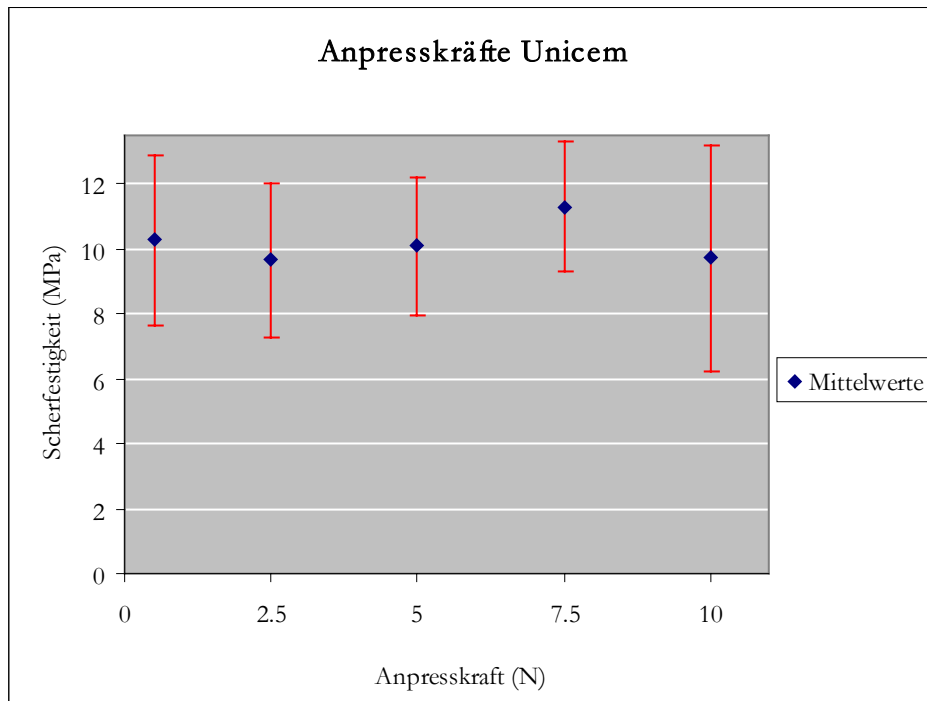


Abb. 4.6 Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch bei verschiedenen Anpresskräften während des Klebens von jeweils 10 Proben mit Unicem.

Die Mittelwerte der Scherkräfte für unterschiedliche Anpresskräfte während des Klebens bei Unicem liegen im Bereich zwischen 9.65 MPa für eine Kraft von 2.5 N und 11.31 MPa für 7.5 N. Der tiefste gemessene Wert war dabei 3.65 MPa bei 10 N, der höchste 14.12 MPa bei 0.5 N. Wiederum fallen die Standardabweichungen mit im Mittel 25% gross aus. Die Mittelwerte aller fünf applizierten Kräfte ergaben auf das Signifikanzniveau $p < 0.05$ mit t- und Wilcoxon-Test keine signifikanten Unterschiede.

4.3.3 Verbundzone unter dem Rasterelektronenmikroskop

Analog zu Kapitel 4.2.3, wo die Verbundzone zwischen ARC und Dentin unter dem Rasterelektronenmikroskop untersucht wurde, zeigen die Bilder in Abb. 4.7 den Verbund zwischen Unicem und Dentin in 1000- und 2000-facher Vergrößerung. Hier ist ebenfalls ein durchgehender und formschlüssiger Verbund sichtbar.

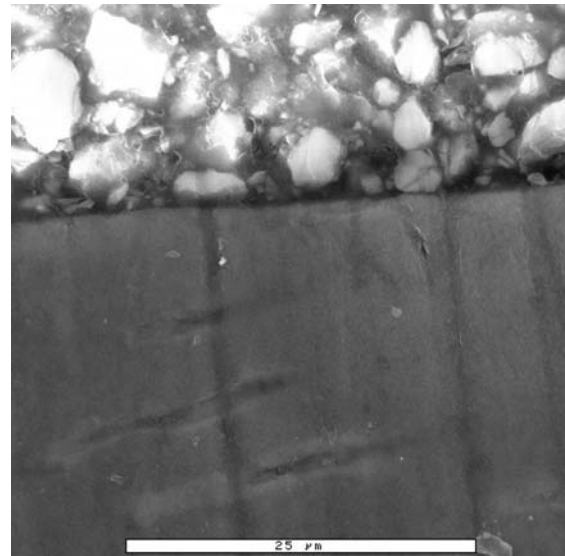
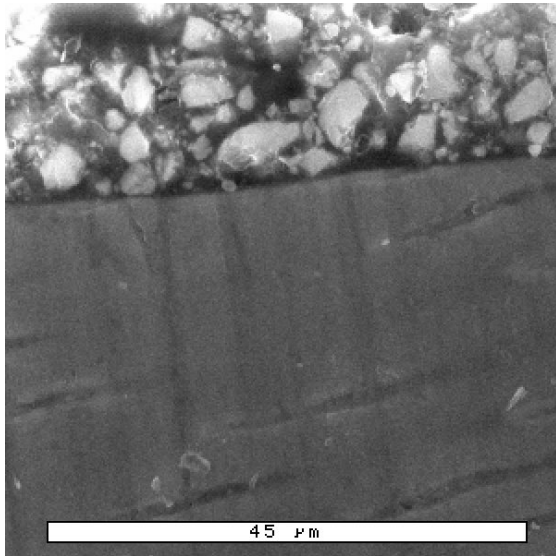


Abb. 4.7 links 1000-fache, rechts 2000-fache Vergrößerung der Verbundzone zwischen Unicem und Dentin unter dem ESEM.

5 DISKUSSION

5.1 Zielsetzung

Die vorgestellten Untersuchungen hatten zum Ziel, herauszufinden wie gross die Verbundfestigkeit des neuentwickelten, dualhärtenden, selbstadhäsiven universellen Komposit-Befestigungszementes Rely X Unicem am Dentin in Abhängigkeit von Oberflächenrauigkeit und Anpresskraft im Vergleich zu einem herkömmlichen, in der Praxis bewährten, Zweikomponenten-Befestigungszement, nämlich Rely X ARC, ist. Dabei standen folgende Punkte im Vordergrund dieser Untersuchungen:

- Unterschiede in der Qualität der Verbundfestigkeit zwischen neuem und altem Kleber.
- Verbundfestigkeit beider Kleber bei verschiedenen Oberflächenrauigkeiten des Dentins.
- Abhängigkeit von der Anpresskraft während des Klebens bei beiden Klebern.

Fast genau so wichtig waren Beobachtungen und Erfahrungen mit dem neuen Produkt in Bezug auf die klinische Handhabung, vor allem in Bezug auf

- die Einfachheit der Anwendung,
- den Verzicht auf eine Vorbehandlung des Dentins,
- die eventuelle Reduktion von Fehlerquellen durch weniger Arbeitsschritte
- das schnellere Arbeiten.

5.2 Oberflächenrauigkeitsmessungen

Der Mittenrauhwert R_a wurde für alle fünf SiC-Papier Rauigkeiten und für die Präparierung mit einem Finierdiamanten bestimmt. Die Werte wurden gebraucht, um Aussagen über den Einfluss der Oberflächenrauigkeit auf die Scherfestigkeit der beiden Kleber ARC und Unicem zu machen.

Eine feinere Oberfläche als mit SiC 4000 Papier lässt sich mit konventionellen Methoden kaum erreichen. Ein Finierdiamant mit Körnung $15\ \mu\text{m}$ hinterlässt eine Oberfläche, welche noch ein bisschen rauer als die durch SiC 220 Papier erzeugte Oberfläche ist.

5.3 Einfluss des Smear Layers auf die Haftkraft am Dentin

Das Zweikomponenten-Adhäsiv ARC beinhalten einen separaten Ätzschritt zur Konditionierung des Dentins mit 37-prozentiger Phosphorsäure (Kapitel 3.3). Dadurch wird der bei der Dentinpräparation entstandene Smear Layer und die Smear Plugs aufgelöst. Ausserdem wird das peri- und intertubuläre Dentin demineralisiert. Beim Abspülen der Phosphorsäure wird der Smear Layer entfernt.

Beim zweiten untersuchten Kleber fällt der Schritt der Säureätzung weg, da Unicem als dualhärtender, universeller Komposit-Befestigungszement phosphorulierte Acrylate enthält, welche die Selbstadhäsion schaffen und die Dentinoberfläche demineralisieren. Wie in Kapitel 2.4 besprochen, penetrieren diese sauren Monomere das Dentin über den Smear Layer hinaus und lösen die Smear Plugs auf, um sie innerhalb der Dentintubuli zu behalten. Im Gegensatz zu ARC ist hier also die Schmierschicht beim Kleben noch vorhanden.

In der Literaturübersicht dieser Arbeit wurde erwähnt, dass unterschiedliche und gegensätzliche Meinungen über die Nützlichkeit einer Schmierschicht und auch deren Auswirkungen auf die Scherfestigkeit existieren. Die dabei erwähnten Studien zeigten allerdings, dass die Anwesenheit eines Smear Layers die Verbundfestigkeit von Adhäsivsystemen nicht beeinflusst.

Die hier gesammelten Daten lassen keine direkten Schlussfolgerungen auf den Einfluss des Smear Layers auf die Verbundfestigkeit zu. Es kann aber gesagt werden, dass Unicem, welches den Smear Layer belässt, eine höhere Verbundfestigkeit erreicht als ARC, bei dem durch die *total-etch* Technik der Smear Layer vollständig entfernt wird.

5.4 Einfluss des Klebers auf den Haftverbund

Rely X Unicem ist ein neuer Kleber, welcher durch seine Bedienerfreundlichkeit auffällt. In der vorliegenden Arbeit wurde Unicem mit Rely X ARC, einem auf dem Markt gut etablierten Kleber, verglichen. Unicem bietet im praktischen Gebrauch Vorteile gegenüber ARC, weil kein Ätzen oder andere Vorbehandlungen des Dentins nötig sind. Anders als ARC, welches ein Zweikomponenten-Adhäsiv ist, kann Unicem durch Mischung in einer Kapsel – ohne das Problem der genauen Abmessung von verschiedenen Komponenten – angewendet werden. Absolutes Trockenlegen des Dentins fällt weg, da Unicem feuchtigkeitsunempfindlich ist.

Die folgenden Vergleiche der erhaltenen Resultate zeigen, dass Unicem dem älteren Kleber in diesem Versuchsaufbau in Bezug auf die Scherfestigkeit überlegen ist.

5.4.1 Oberflächenrauigkeiten

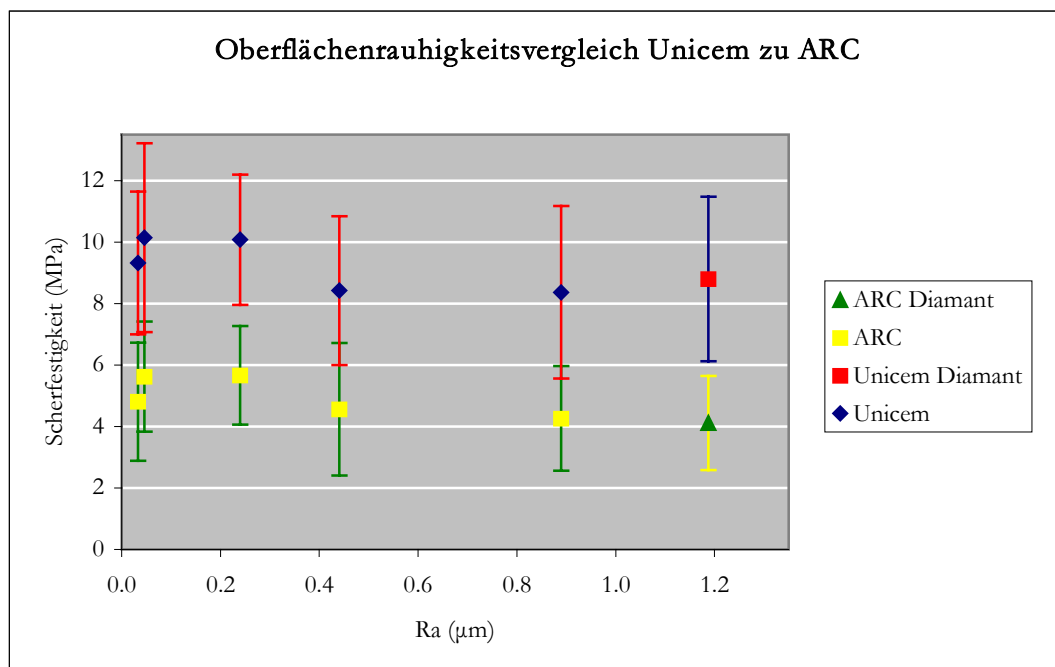


Abb. 5.1 Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch für verschiedene Rauigkeiten der Klebeoberflächen zwischen Rely X Unicem und ARC.

Bei den Oberflächenrauigkeitsmessungen wurden jeweils Proben mit gleicher Oberflächenbehandlung aber unterschiedlichem Adhäsiv gegeneinander verglichen. Wie aus Abb. 5.1 hervorgeht, fällt die Verbundfestigkeit von Unicem gegenüber derjenigen von ARC im Mittel fast doppelt so hoch aus. Beide

Kleber zeigen, dass der Einfluss der Rauigkeit dabei nicht signifikant ist in Bezug auf die Scherfestigkeit (siehe Kapitel 4). Tendenziell hat man mit einer minimalen Rauigkeit von $0.03\ \mu\text{m}$ (SiC 4000) Werte bei ARC von 4.81 MPa und bei Unicem von 9.32 MPa. Mit zunehmender Rauigkeit steigen die Werte zuerst bis auf Maximum von 5.67 MPa respektive 10.15 MPa an, um dann asymptotisch abzufallen.

Zu bemerken ist, dass vom Prinzip her beide Kleber für verschiedene Oberflächenrauigkeiten den gleichen Kurvenverlauf für die Scherfestigkeit zeigen. Dabei nimmt die Scherfestigkeit zuerst zu, bildet bei ungefähr $0.2\ \mu\text{m}$ ein Maximum und nähert sich dann asymptotisch wieder einem niedrigeren Wert. Die erhaltenen Messpunkte deuten auf einen Verlauf hin, der in Abb. 5.2 dargestellt ist.

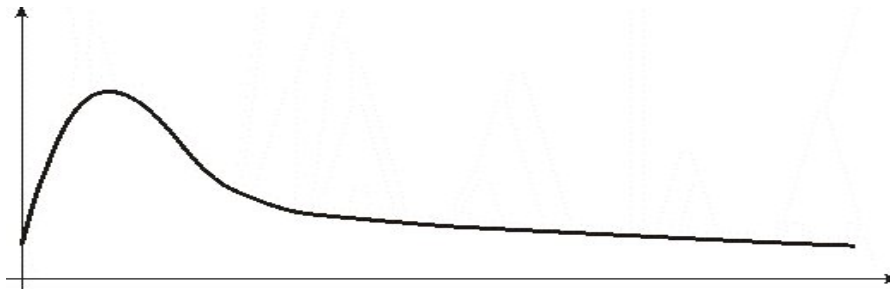


Abb. 5.2 Schematischer Kurvenverlauf der Scherfestigkeit verschiedener Oberflächenrauigkeiten sowohl bei ARC als auch bei Unicem.

Wünschenswert ist die Bestimmung der Scherfestigkeit bei einer Oberflächenrauigkeit von R_a kleiner als den hier erreichten $0.03\ \mu\text{m}$, oder sogar die Bestimmung bei einer perfekt glatten Oberfläche, um die theoretischen Überlegungen zu stützen. Damit könnte man die reine chemische Verbundfestigkeit zwischen Kleber und Dentin ermitteln, ohne die mechanische Komponente der Adhäsion einzuschließen. Deshalb wurden die Oberflächen einiger Proben nach Bearbeitung mit SiC 4000 Schleifpapier mit Polierpaste und Polierruch weiter behandelt. Die Oberflächenrauigkeiten dieser Proben lagen allerdings durchschnittlich nicht unter denjenigen Rauigkeiten von Proben, welche nur mit SiC 4000 Papier bearbeitet wurden ($0.03\ \mu\text{m}$). Dies erlaubt den Schluss, dass wahrscheinlich die maximale Feinheit der Dentinoberfläche durch die Dimensionen der Dentintubuli limitiert ist. Eine Bestimmung der rein chemischen Verbundfestigkeit ist damit nicht möglich.

In dieser Studie wurden die Oberflächen maschinell präpariert. Um eine praxisrelevante Aussage treffen zu können, wurden zusätzlich einige Proben mit dem feinsten in der Praxis gebräuchlichen Finierdiamanten präpariert. Die Resultate sind ebenfalls in Abb. 5.1 dargestellt. Die mit dem Finierdiamanten erreichten Oberflächenrauigkeiten erreichen nicht die Feinheit derjenigen der maschinell bearbeiteten Proben; allerdings fügten sich ihre resultierenden Scherfestigkeiten in den Kurvenverlauf von Abb. 5.2 ein.

5.4.2 Anpresskräfte

Sehr ähnlich sehen die vorliegenden Untersuchungen für die Abhängigkeit der Verbundfestigkeit von der Anpresskraft während des Klebens einer Probe aus. Abb. 5.3 vergleicht die Resultate von Unicem und ARC und zeigt, dass Unicem den älteren Kleber übertrifft. Einzig bei einer Kraft von 2.5 N zeigen t- und Wilcoxon-Test einen Wahrscheinlichkeitswert von $p < 0.05$, was auf einen nicht-signifikanten Unterschied hindeutet. Ganz vorsichtig ausgedrückt könnte man sagen, dass ARC bei schwachen Anpresskräften eher an die Werte von Unicem herankommt. Eine eindeutige Aussage ist aber nicht möglich.

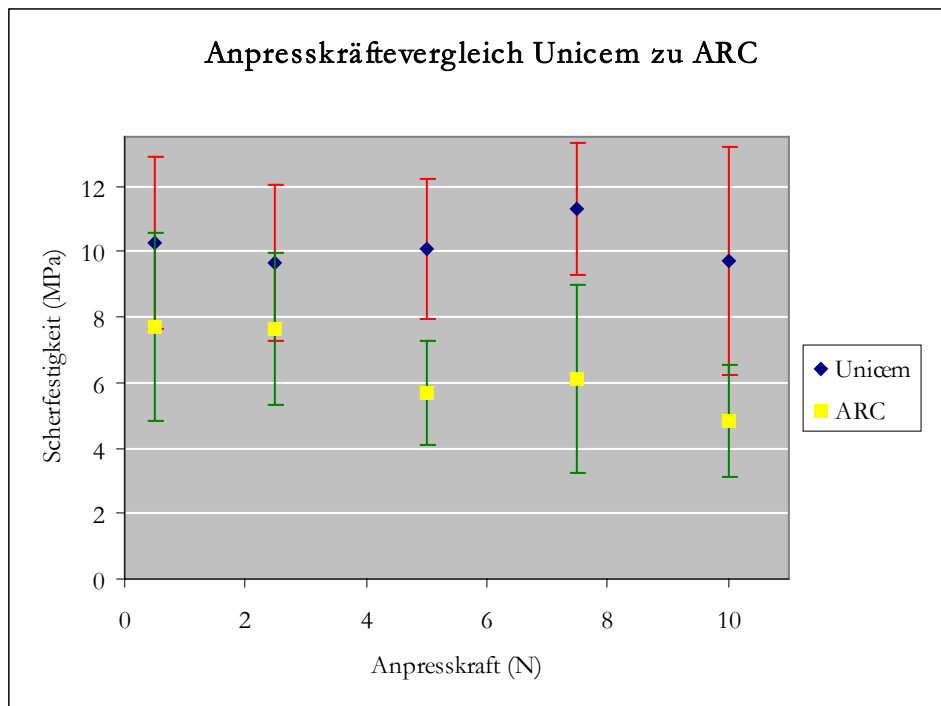


Abb. 5.3 Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen des Druckes beim Bruch für verschiedene Anpresskräfte während des Klebens zwischen Rely X Unicem und ARC.

Wichtig ist, dass Unicem unempfindlicher auf die unterschiedlichen Anpresskräfte reagiert; die Signifikanz der Kraft auf Unicem ist nicht messbar. Bei ARC haben die Resultate gezeigt, dass eine gewisse Signifikanz vorhanden zu sein scheint, was allerdings mit Vorsicht zu verstehen ist, da die hohen Standardabweichungen auf eine grosse Streuung der Werte hinweisen.

5.5 Betrachtungen der Verbundzone unter dem ESEM

Die Rasterelektronenmikroskop-Bilder in Abbildungen 4.4 und 4.7 des vorhergegangenen Kapitel 4 zeigen sowohl für ARC wie auch für Unicem eine exakte und durchgehend gute Verbundzone zwischen Dentin und Adhäsiv, was auf eine gute Benetzung der Dentinoberfläche durch die jeweiligen Adhäsive hindeutet.

5.6 Pulpärer Druck

Genau wie bei *Thermo-Cycling* wird auch dem Einbezug von intrapulpären Druck bei in vitro Studien immer mehr Bedeutung zugesprochen. Im Gegensatz zu *Thermo-Cycling* existiert bei vitalen Zähnen auch immer ein intrapulpärer Druck. Da das Augenmerk dieser Studie bei Titan-Wurzelstiftkappen liegt, die ans Dentin geklebt werden, sind die zu behandelnden Zähne allerdings immer devital und weisen keinen pulpären Druck mehr auf.

6 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

In der vorliegenden Untersuchung wurde die Verbundfestigkeit von zwei verschiedenen Adhäsivsystemen am Dentin, nämlich vom auf dem Markt erhältlichen Befestigungszement 3M Rely X ARC und dem neuen 3M Rely X Unicem, vergleichend geprüft. Dabei wurde sowohl der Einfluss der Dentin-Oberflächenrauigkeit als auch derjenige der Anpresskraft während des Klebverfahrens auf die Scherfestigkeit untersucht.

Das verwendete Verfahren beinhaltete Messungen zu verschiedenen Anpresskräften zwischen 0.5 und 10.0 N und solche zu Oberflächenrauigkeiten, welche durch die Präparation mit SiC Schleifpapieren der Werte 220 bis 4000, sowie einem Finierdiamanten erzeugt wurden. Es wurden Plexiglasstäbchen von 1 cm Länge und 3 mm Durchmesser mit Hilfe einer Klebelehre senkrecht ans Dentin geklebt. Die Zähne wurden zufällig aus einem Probenpool gewählt, welcher aus 60 in Formalin gelagerten 3. Molaren bestand. Zur besseren Handhabung waren sie in Specific Resin 20 eingebettet. Es wurden pro Versuchsanordnung jeweils 10 Proben untersucht. Sowohl bei den Untersuchungen zur Oberflächenrauigkeit als auch zu den Anpresskräften wurden die geklebten Proben nach 24 Stunden Wasserlagerung bei 37°C mit einer Universalprüfmaschine abgeschert. Dabei wurde die bis zum Bruch erreichte Scherfestigkeit gemessen.

Ergänzend zu den Scherfestigkeitsmessungen wurden Oberflächenrauigkeitsmessungen der unterschiedlich vorbehandelten Zähne (SiC-Papiere und Finierdiamant) durchgeführt.

Die Messergebnisse zwischen ARC und Unicem, aber auch innerhalb eines Klebers wurden paarweise mit dem Student's t-Test und dem Wilcoxon Test statistisch auf Signifikanzniveau $p < 0.05$ untersucht, sowie graphisch ausgewertet.

Der Bereich der Scherkräfte bewegte sich bei ARC zwischen 2.08 MPa und 13.56 MPa und bei Unicem zwischen 3.65 MPa und 14.28 MPa. Durchschnittlich zeigten die Resultate der Scherfestigkeit bei gleicher Vorbehandlung für Unicem doppelt so hohe Werte wie bei ARC. Beide Kleber zeigten aber grosse Streuungen bei den gemessenen Werten, was zu hohen Standardabweichungen führte.

Unicem zeichnet sich durch eine grössere Benutzerfreundlichkeit aus und es bietet generell eine bessere Scherfestigkeit am Dentin als ARC.

7 DANKSAGUNG

Bei nachstehenden Personen bedanken wir uns herzlich für ihre Unterstützung:

- Herrn PD Dr. Dr. J. Fischer, Universität Bern, für die Betreuung und Leitung der Arbeit.
- Herrn Rohrer und Mitarbeiter der mechanischen Werkstatt vom Institut für Biomechanik des M. E. Müller Instituts Bern für die Herstellung der Klebevorrichtung.
- Der Firma 3M Espe, Schweiz, und hier insbesondere Herrn P. Goering für das zur Verfügung stellen der Materialien.
- Herrn W. Bürgin, Universität Bern, für die statistische Auswertung.
- Herrn Dipl. El. Ing. ETH M. Rüegg, Universität Zürich, für die Unterstützung bei der Auswertung der Untersuchungsergebnisse.
- Herrn Dr. sc. nat. D. Bosshardt, Universität Bern, für Informationen zur Histologie des Dentins.
- Frau C. Solioz, Universität Bern, für die Unterstützung im Labor.
- und Herrn Dr. phil. I R. Bossard für die Durchsicht des Manuskriptes.

8 ANHANG

8.1 Datentabelle für Oberflächenrauheitsmessungen

R _a [µm]	SiC 220	SiC 500	SiC 1000	SiC 2400	SiC 4000	Diamant
Proben	0.959	0.428	0.211	0.057	0.030	1.265
	0.561	0.396	0.220	0.052	0.032	1.063
	1.141	0.457	0.172	0.038	0.032	1.339
	1.017	0.517	0.247	0.038	0.031	1.235
	1.126	0.421	0.220	0.058	0.029	1.248
	0.509	0.462	0.273	0.052	0.033	1.248
	0.893	0.390	0.263	0.048	0.040	1.205
	0.907	0.407	0.291	0.043	0.037	1.148
	0.650	0.410	0.244	0.042	0.040	1.155
	0.590	0.523	0.302	0.048	0.049	1.315
	1.017	0.346	0.275	0.051	0.029	1.265
	0.457	0.440	0.267	0.036	0.031	1.063
	1.474	0.430	0.248	0.046	0.035	1.339
	0.831	0.424	0.228	0.049	0.037	1.235
	0.830	0.418	0.278	0.053	0.025	1.248
	0.803	0.501	0.206	0.034	0.029	1.248
	1.103	0.404	0.201	0.041	0.035	1.205
	0.904	0.495	0.225	0.039	0.034	1.148
	1.132	0.476	0.202	0.046	0.028	1.155
	0.883	0.463	0.227	0.050	0.031	1.315
Mittelwert	0.889	0.440	0.240	0.046	0.033	1.187
Standardabw	0.251	0.0459	0.0344	0.00693	0.00539	0.106

Tabelle 8.1 Werte für jeweils 20 verschiedene Versuchsproben inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen für den Mittenrauhwert R_a in µm in Abhängigkeit der verwendeten Körnung des Schleifpapiers. Die letzte Spalte zeigt die gemessenen Werte für die Oberflächenbehandlung mit einem Finierdiamanten.

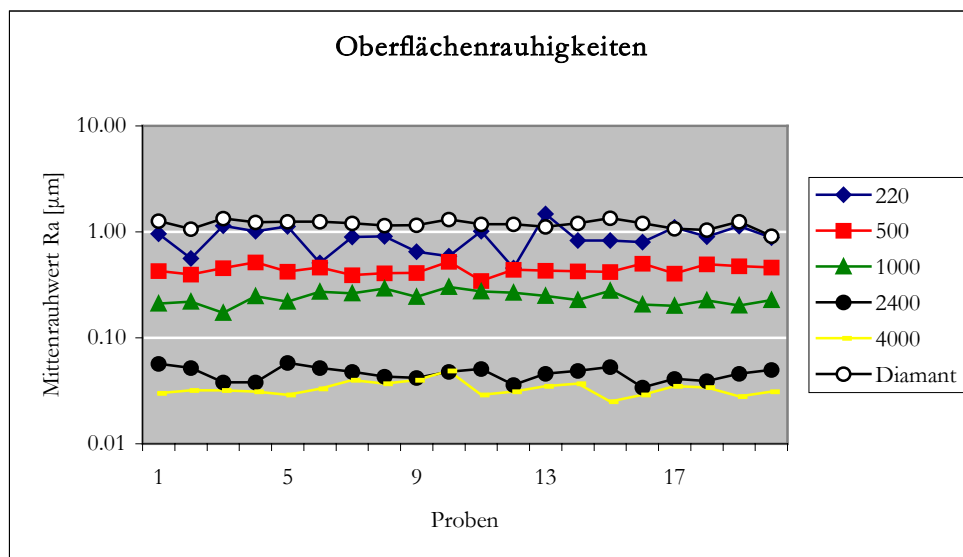


Abb. 8.1 Logarithmisch dargestellte Werteverteilung der Mittenrauhwerte R_a für jeweils 20 Proben bei Schleifpapierkörnungen SiC 220 bis 4000 und bei der Präparierung mit einem Finierdiamanten.

8.2 Datentabellen für Abscherversuche

8.2.1 Ergebnisse der Abscherversuche für Rely X ARC

Präparierung	SiC 220	SiC 500	SiC 1000	SiC 2400	SiC 4000	Diamant
Probe 1	2.67	5.77	7.81	5.42	2.72	5.06
Probe 2	4.05	2.61	6.02	3.73	4.59	3.05
Probe 3	3.29	3.33	5.12	5.04	2.53	8.00
Probe 4	4.20	2.08	4.52	3.49	3.78	2.82
Probe 5	5.22	6.79	5.12	9.20	8.43	3.28
Probe 6	7.42	3.80	6.61	7.86	7.84	4.61
Probe 7	3.83	4.19	4.79	6.11	4.56	3.82
Probe 8	2.16	6.12	3.79	6.11	4.70	3.32
Probe 9	3.11	2.36	4.22	4.28	4.32	3.68
Probe 10	6.67	8.55	8.71	5.05	4.63	3.52
Mittelwert	4.26	4.56	5.67	5.63	4.81	4.12
Standardabw	1.70	2.16	1.60	1.79	1.92	1.53

Tabelle 8.2 Druckwerte in MPa für jeweils 10 verschiedene Versuchsproben (inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen) für den Druck beim Bruch bei verschiedenen Rauigkeiten der Kleboberfläche (Angaben für Präparierung mit SiC Schleifpapier oder Finierdiamant) mit ARC.

Anpresskraft	0.5 N	2.5 N	5.0 N	7.5 N	10.0 N
Probe 1	13.56	8.82	7.81	8.57	5.88
Probe 2	6.76	10.68	6.02	3.16	6.15
Probe 3	7.19	7.50	5.12	7.03	4.10
Probe 4	4.27	4.11	4.52	11.60	3.40
Probe 5	10.70	5.23	5.12	4.27	5.01
Probe 6	4.90	7.57	6.61	3.34	3.08
Probe 7	7.49	7.01	4.79	2.24	4.24
Probe 8	7.90	9.54	3.79	6.71	6.10
Probe 9	9.34	10.77	4.22	6.57	7.92
Probe 10	5.03	5.28	8.71	7.73	2.30
Mittelwert	7.71	7.65	5.67	6.12	4.82
Standardabweichung	2.87	2.32	1.60	2.89	1.71

Tabelle 8.3 Druckwerte in MPa für jeweils 10 verschiedene Versuchsproben (inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen) für den Druck beim Bruch bei verschiedenen Anpresskräften während des Klebens mit ARC.

8.2.2 Ergebnisse der Abscherversuche für Rely X Unicem

Präparierung	SiC 220	SiC 500	SiC 1000	SiC 2400	SiC4000	Diamant
Probe 1	6.20	11.57	11.85	5.72	9.60	11.32
Probe 2	8.04	6.89	8.26	11.62	7.65	11.42
Probe 3	6.30	6.88	11.48	7.84	8.30	5.56
Probe 4	12.44	11.90	6.96	13.34	7.38	8.15
Probe 5	7.16	9.39	8.98	9.58	9.14	10.87
Probe 6	8.36	6.10	9.94	6.37	10.58	12.41
Probe 7	5.76	5.25	8.11	14.28	12.53	5.31
Probe 8	5.83	11.19	11.37	13.67	10.59	6.32
Probe 9	13.68	8.01	14.00	10.73	5.09	9.77
Probe 10	9.90	7.08	9.85	8.34	12.37	6.90
Mittelwert	8.37	8.43	10.08	10.15	9.32	8.80
Standardabweichung	2.81	2.42	2.12	3.07	2.32	2.67

Tabelle 8.4 Druckwerte in MPa für jeweils 10 verschiedene Versuchsproben (inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen) für den Druck beim Bruch bei verschiedenen Rauigkeiten (Angaben für Präparierung mit SiC Schleifpapier oder Finierdiamant) der Kleboberfläche mit Unicem.

Anpresskraft	0.5 N	2.5 N	5.0 N	7.5 N	10.0 N
Probe 1	10.93	11.99	11.85	12.68	15.62
Probe 2	12.18	8.92	8.26	12.40	9.99
Probe 3	7.69	13.22	11.48	10.76	10.43
Probe 4	10.15	11.97	6.96	13.98	11.86
Probe 5	7.95	8.26	8.98	7.33	6.26
Probe 6	12.36	7.68	9.94	11.10	3.65
Probe 7	8.07	8.42	8.11	12.70	6.88
Probe 8	6.45	11.37	11.37	12.67	13.03
Probe 9	12.74	5.66	14.00	8.95	10.22
Probe 10	14.12	8.99	9.85	10.48	9.22
Mittelwert	10.26	9.65	10.08	11.31	9.72
Standardabweichung	2.60	2.38	2.12	2.01	3.47

Tabelle 8.5 Druckwerte in MPa für jeweils 10 verschiedene Versuchsproben (inklusive Mittelwerte und Standardabweichungen) für den Druck beim Bruch bei verschiedenen Anpresskräften während des Klebens mit Unicem.

9 LITERATURVERZEICHNIS

3M DENTAL PRODUCTS LABORATORY: 3M Rely X™ ARC adhesive resin cement system. technical product profile. St. Paul, MN (1998)

3M DENTAL PRODUCTS: 3M Rely X™ Unicem self-adhesive universal resin cement. technical product profile. St. Paul, MN (2002)

ABOUSH Y E Y, JENKINS C B G : Factors affecting the tensile bond strength of a glass ionomer restorative to dentin. *J Dent Res* 63: 511 (1984)

AL-OMARI W M, MITCHELL C A, CUNNINGHAM J L: Surface roughness and wettability of enamel and dentine surfaces prepared with different dental burs. *J Oral Rehab* 28: 645-650 (2001)

BERGERON C, GUZMAN S, VARGAS M A: Bond strengths of single-bottle adhesives: multiple applications. *J Dent Res* 77: 132 (1998)

BERTOLOTTI R L: Total-etch – the rational dentin bonding protocol. *J Esthet Dent* 3: 1-6 (1991)

BUONACORE M G: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 34: 849-853 (1955)

BURROW M F, TAGAMI J, HOSODA H: The long term durability of bond strengths to dentin. *Buld Tokio Med Dent Univ* 40: 173-191 (1993)

CARDOSO P E C, BRAGA R R, CARRILHO M R O: Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater* 14: 394-398 (1998)

CAUSTON B E: Improved bonding of composite restorative to dentin. A study in vitro of the use of a commercial halogenated phosphate ester. *Br Dent J* 156: 93-95 (1984)

CAUSTON B E, JOHNSON N W: Changes in the dentin of human teeth following extraction and their implications for in vitro studies of adhesion to tooth substance. *Arch Oral Biol* 24: 229-232 (1979)

CHAVEZ P, GIANNINI M, BOVI AMBROSANO G M: Influence of Smear Layer Pretreatments on Bond Strength to Dentin. *J Adhes Dent* 4: 191-196 (2002)

CHERSONI S, LORENZI R, FERRIERI P, PRATI C: Laboratory evaluation of compomers in Class V restorations. *Am J Dent* 10: 147-151 (1997)

DAVIDSON C L, DE GEE A J, FEILZER A: The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerisation contraction stress. *J Dent Res* 63: 1396-1399 (1984)

DELLA BONA A, VAN NOORT R: Shear vs tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res* 74: 1591-1596 (1995)

DOUGLAS W H: Clinical status of dentine bonding agents. *J Dent* 17: 209-215 (1989)

ERICKSON R E: Surface interactions of dentin adhesive materials. *Oper Dent, Supplement* 5: 81-94 (1992)

FINGER W J, MANABE A, ALKER B: Dentin surface roughness vs. bond strength of dentin adhesives. *Dent Mater* 5: 319-323 (1989)

GIANNINI M, CARVALHO R M, MARTINS L R M, DIAS C T S, PASHLEY D H: The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. *J Adhesive Dent* 3: 315-324 (2001)

-
- GWINETT A J, TAY F R, PANG K M, WEI S H: Quantitative contribution of the collagen network in dentin hybridization. *Am J Dent* 9: 140-144 (1996)
- GWINETT A J: Moist versus dry dentin: Its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 5: 127-129 (1992)
- HALLER B: Recent developments in dentin bonding. *Am J Dent* 13: 44-50 (2000)
- HALLER, B, JAKOB, M: Beständigkeit der Dentinhaftung von Komposit und Kompomer. Eine In-vitro-Studie über sechs Monate. *Acta Med Dent Helv* 3: 15-22 (1998)
- HARNIRATTISAI C, INOKOSHI S, SHIMADA Y, HOSODA H: Interfacial morphology of an adhesive composite resin and etched caries-affected dentin. *Oper Dent* 17: 222-228 (1992)
- HASHIMOTO M, OHNO H, KAGA M, ENDO K, SANO H, OGUCHI H: In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 79: 1385-1391 (2000)
- KAMMERMANN A, ENGGIST L: Untersuchung zur adhäsiven Befestigung von Titan und der Titanlegierung Ti6Al7Nb. Zahnmed. Diss. Universität Bern (2004)
- KATO G, NAKABAYASHI N: The durability of adhesion to phosphoric acid etched, wet dentin substrates. *Dent Mater* 14: 347-352 (1998)
- KITASAKO Y, BURROW M F, NIKAIDO T, HARADA N, INOKOSHI S, YAMADA T, TAKATSU T: Shear and tensile bond testing for resin cement evaluation. *Dent Mater* 11: 298-304 (1995)
- LANG H, MÜLLEJANS R, SCHÜLER N, SCHÜPBACH P, NOLDEN R, RAAB W H-M: Verlaufsrichtung der Dentintubuli und der Verbund adhäsiv-befestigter Werkstoffe. *Dtsch Zahnärztl Z* 56: 527-531 (2001)
- LA TORRE G, MARIGO L, BOARI A: Bonding of composite resin to dentin: SEM observation of one-component enamel-dentin bonding systems. *Minerva Stomatol* 48: 297-305 (1999)
- LIN E, HURLEY E, PERRY R: Shear bond strengths of three fifth generation dentin adhesive systems. *J Dent Res* 77: 132 (1998)
- LUTZ F, KREJCI I, SCHÜPBACH P: Adhäsivsysteme für zahnfarbene Restaurationen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 103: 537-549 (1993)
- LUTZ F, PODSZUN W, RÜMANN F: Dentin: Oberflächenreinigung und Haftung, eine Literaturübersicht. KAR PAR PZM Zürich (1979)
- MALFERRARI S, FINGER W J, GARCIA-GODOY F: Resin bonding efficacy of Gluma 2000 to dentine of primary teeth: an in vitro study. *Int J Paediatr Dent* 5: 73-79 (1995)
- MARSHALL G W, CHANG Y J, SAEKI K, GANSKY S A, MARSHALL S J: Citric acid etching of cervical sclerotic dentine lesions: an AFM study. *J Biomed Mater Res* 49: 338-344 (2000)
- MCINNES P M, WENDT S L, RETIEF D H, WEINBERG R: Effect of dentin surface roughness on shear bond strength. *Dent Mater* 6: 204-207 (1990)
- MJÖR I A: Dentin and pulp. In: Reaction patterns in human teeth. CRC Press: 63-156 (1983)
- MOWERY A S, PARKER M, DAVIS E L: Dentin bonding: The effect of surface roughness on shear bond strength. *Oper Dent* 12: 91-94 (1987)
- MÜLLER H, RAAB W H-M: Einfluss der Lokalanästhesie auf die Thermoregulation der Zahnpulpa. *Dtsch Zahnärztl Z* 45: 216-218 (1990)
- NAKABAYASHI N: Bonding of restorative materials to dentine: The present status in Japan. *Int Dent J* 35: 145-154 (1985)

-
- NAKABAYASHI N, KAJIMA K, MASUHARA E: The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 16: 265-273 (1982)
- NAKAJIMA M, OGATA M, OKUDA M, TAGAMI J, SANO H, PASHLEY D H: Bonding to caries-affected dentin using self-etching primers. *Am J Dent* 12: 309 (1999)
- NAKAJIMA M, SANO H, BURROW M F, TAGAMI J, YOSHIYAMA M, EBISU S, CIUCCHI B, RUSSELL C M, PASHLEY D H: Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. *J Dent Res* 74: 1679-1688 (1995)
- NIKAIDO T, KUNZELMANN K H, CHEN H, OGATA M, HARADA N, YAMAGUCHI S, COX C F, HICKEL R, TAGAMI J: Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater* 18: 269-275 (2002)
- NIKAIDO T, TAKANO Y, SASAFUCHI J, BURROW M F, TAGAMI J: Bond strengths to endodontically-treated teeth. *Am J Dent* 12: 177-180 (1999)
- PASHLEY D H, CARVALHO R M: Dentin permeability and dentin adhesion. *J Dent* 25: 355-372 (1997)
- PASHLEY D H, CIUCCHI B, SANO H, CARVALHO R M, RUSSELL C M: Bond strength versus dentin structure: a modeling approach. *Arch Oral Biol* 40: 1109-1118 (1995)
- PASHLEY D H, CIUCCHI B, SANO H, HORNER J A: Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int* 24: 618-631 (1993)
- PASHLEY D H, HORNER J A, BREWER P D: Interaction of conditioners on the dentin surface. *Oper Dent, Supplement* 5: 137-150 (1992)
- PASHLEY D H: Clinical correlations of dentin structure and function. *J Prosthet Dent* 66: 777-781 (1991)
- PASHLEY D H, PASHLEY E L: Dentin permeability and restorative dentistry: A status report for the American Journal of Dentistry. *Am J Dent* 4: 5-9 (1991)
- PASHLEY D H, MICHELICH V, KEHL T: Dentin permeability: effects of smear layer removal. *J Prosthet Dent* 46: 531-537 (1981)
- PAUL S J, SCHÄRER P: Dentinhaftung ausgewählter adhäsiver Zementsysteme. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 104: 151-155 (1994)
- PERDIGÃO J, LAMBRECHTS P, VAN MEERBEEK B, TOMÉ A R, VANHERLE G, LOPES A B: Morphological field emission SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dent Mater* 12: 262-271 (1996)
- PEREIRA P N R, OKUDA M, SANO H, YOSHIKAWA T, BURROW M F, TAGAMI J: Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. *Dent Mater* 15: 46-53 (1999)
- PHRUKKANON S, BURROW M F, HARTLEY P G, TYAS M J: The influence of the modification of etched bovine dentin on bond strengths. *Dent Mater* 16: 255-265 (2000)
- PHRUKKANON S, BURROW M F, TYAS M J: The effect of dentin location and tubule orientation on the bond strengths between resin and dentine. *J Dent* 27: 265-274 (1999)
- PRATI C, BIAGINI G, RIZZOLI C, NUCCI C, ZUCCHINI C, MONTANARI G: Shear bond strength and SEM evaluation of dentinal bonding systems. *Am J Dent* 3: 283-288 (1990)
- RETIEF D H, WENDT S L, BRADLEY E L: The effect of adhesive thickness on the shear bond strength of Scotchbond 2 / Silux to dentin. *Am J Dent* 2: 341-344 (1989)

-
- SANO H, CIUCCHI B, METTHEWS W G, PASHLEY D H: Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res* 73: 1205-1211 (1994a)
- SANO H, SHONO T, SONODA H, TAKATSU T, CIUCCHI B, CARVALHO R, PASHLEY D H: Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 10: 236-240 (1994b).
- SCHÜPBACH P, KREJCI I, LUTZ F: Dentin bonding: effect of tubule orientation on hybrid-layer formation. *Eur J Oral Sci* 105: 344-352 (1997)
- TAO L, PASHLEY D H, BOYD L: Effect of different types of smear layers on dentin and enamel shear bond strengths. *Dent Mater* 4: 208-216 (1988)
- TAY F R, SANO H, CARVALHO R M, PASHLEY D H: An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *J Adhesive Dent* 2: 83-98 (2000)
- TOM L E, YIM D: Effect of dentine depth on the fracture toughness of dentine-composite adhesive interfaces. *J Dent* 25: 339-346 (1997)
- VAN MEERBEEK B, INOKOSHI S, BRAEM M, LAMBRECHTS P, VANHERLE G: Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 71: 1530-1540 (1992)
- VAN NOORT R, CARDEW G E, HOWARD I C, NOROOZI S: The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. *J Dent Res* 70: 889-893 (1991)
- WATANABE L G, MARSHALL G W, BEDFORD D T, MARSHALL S J: Influence of etching on shear bond strength of dentin adhesives. *J Dent Res* 77: 205 (1998)
- WILDER A D JR, SWIFT E J, MAY K N, WADDELL S L: Bond strengths of conventional and simplified bonding systems. *Am J Dent* 11: 114–117 (1998)