

**Medizinische Fakultät der  
Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg**

**Der Einfluss von verschiedenen Spüllösungen auf den Haftverbund  
von Dentinadhäsiven auf humanen Dentinproben  
(eine In-vitro-Studie)**

Dissertation  
zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktor der Zahnmedizin (Dr.med.dent.)

von Franziska Kristin Claudia Hünecke  
geboren am 16.04.1995 in Magdeburg  
Betreuer: apl. Prof. Dr. med. dent. habil. C. R. Gernhardt  
Gutachter: Prof. Dr. Hans-Günter Schaller  
Prof. Dr. Karl-Thomas Wrbas, Freiburg

04.05.2021

04.10.2021

In Dankbarkeit meiner Familie gewidmet

## **Kurzreferat**

**Einführung:** Für die konservierende Zahnmedizin ist der Haftverbund zwischen Füllung, Adhäsiv und Dentin Grundlage, um Füllungsverluste, Hypersensibilitäten und Sekundärkaries vorzubeugen. Die Vorbehandlung mit den Spüllösungen geht dabei der eigentlichen Füllungslegung voraus und könnte den Haftverbund beeinflussen. In der Endodontie sind Spüllösungen fester Bestandteil der chemischen Aufbereitung und Desinfektion des Wurzelkanalsystems. **Zielstellung:** Mit dieser Studie ist der Einfluss von verschiedenen Spüllösungen und Mitteln zur Vorbehandlung (CHX, NaOCl, EDTA, Glycin Pulver) auf den Haftverbund von Dentinadhäsiven (Futurabond U, Solobond M) auf humanen Dentinproben durch Mikrozugfestigkeiten untersucht worden. **Methodik:** 270 extrahierte, kariesfreie Weisheitszähne wurden durch die Präparation angeglichen, um standardisierte Bedingungen für die Dentinperfusion und Applikation der Untersuchungsmaterialien zu gewährleisten. Diese wurden in 18 verschiedene Versuchsreihen mit jeweils 15 Versuchsproben zufällig eingeteilt: Gruppe A: Kontrolle ohne Spüllösung; Gruppe B: NaOCl (5%) für 120 s, Gruppe C: CHX (0,2%) für 30 s, , Gruppe D: EDTA (17%) für 60 s, Gruppe E: 4 x 5 min NaOCl, 5 min EDTA, 5min NaOCl, Gruppe F: Anfrischung der Oberfläche nach der Spülung wie in Gruppe E der Proben mit Glycin-Pulver für 10 s. Anschließend erfolgte die Applikation der Adhäsive und des Komposits (GrandioSO x-tra U) nach Herstellerangaben. 15 min nach der Polymerisation konnten bei allen Versuchsproben mithilfe der Universalprüfmaschine im axialen Mikrozugversuch unter ständiger Dentinperfusion Mikrozugfestigkeiten bestimmt werden. **Ergebnisse:** Der Tukey's Honest Significant Difference Test zeigte, dass Futurabond U beim Vergleich der Kontrollgruppen untereinander sowohl in der Self-Etch (65,59 MPa ± 10,1MPa) als auch als Etch-and-Rinse (62,43 MPa ± 15,24 MPa) signifikant bessere Haftwerte vorweist als Solobond M (28,85 MPa ± 8,18 MPa). Bei Futurabond U in Kombination mit NaOCl in der Self-Etch und Etch-and-Rinse Anwendung ist eine signifikante Reduktion der Mikrozugfestigkeiten deutlich geworden. CHX führt nur bei Solobond M zu einer signifikanten Steigerung (45,65 MPa ± 15,21 MPa) der Haftung. Die Anwendung von EDTA hat keine signifikante Verschlechterung der Messwerte bewirkt. Jedoch führt die Wechselspülung mit EDTA und NaOCl bei Futurabond U zu einer signifikanten Verschlechterung der Haftwerte. Die zusätzliche Anwendung des Glycin-Air-Flow-Pulvers führt nicht zu signifikanten Verbesserungen der Haftung gegenüber der vorher angewandten Wechselspülung. **Schlussfolgerung:** In Auswertung der Ergebnisse der In-vitro-Studie lässt sich schlussfolgern, dass Spüllösungen Einfluss auf den Dentinhaftverbund haben. Eine Anfrischung der Dentinoberfläche mit Glycin-Pulver nach einem Spülprotokoll führt dagegen nicht zu einer signifikanten Verbesserung der Haftwerte.

Hünecke, Franziska: Der Einfluss verschiedener Spüllösungen auf den Haftverbund von Dentinadhäsiven auf humanen Dentinproben (eine In-vitro-Studie), Halle (Saale), Univ., Med. Fak.; Diss., 77 Seiten, 2021

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1</b>	<b>Dentinaufbau</b> .....	<b>2</b>
<b>1.2</b>	<b>Dentinadhäsion</b> .....	<b>3</b>
1.2.1	Voraussetzungen für den Haftverbund .....	4
1.2.2	Haftvermittlerentwicklung und –klassifikation .....	5
1.2.3	Schwierigkeiten in der Adhäsivtechnik .....	8
<b>1.3</b>	<b>Matrixmetalloproteinasen und Adhäsivtechnik</b> .....	<b>10</b>
1.3.1	Kavitätendesinfektion .....	11
1.3.2	MMP-Inhibitoren .....	14
1.3.3	Self-Etch-Adhäsive .....	17
1.3.4	Etch-and-Rinse-Adhäsive .....	18
<b>1.4</b>	<b>Wurzelkanaldesinfektion und Dentinadhäsion</b> .....	<b>20</b>
<b>1.5</b>	<b>Konditionierung der Oberfläche durch Strahlgeräte</b> .....	<b>23</b>
<b>1.6</b>	<b>Komposit</b> .....	<b>25</b>
1.6.1	Aufbau .....	25
1.6.2	Bulk-Fill-Komposite .....	27
<b>2</b>	<b>Zielstellung</b> .....	<b>28</b>
<b>3</b>	<b>Material und Methodik</b> .....	<b>29</b>
<b>3.1</b>	<b>Materialien</b> .....	<b>29</b>
3.1.1	Spüllösungen und Glycin-Pulver .....	29
3.1.2	Dentinadhäsive .....	30
3.1.3	Komposit .....	32
<b>3.2</b>	<b>Methodik</b> .....	<b>33</b>
3.2.1	Dentinprobenherstellung .....	33
3.2.2	Versuchsaufbau .....	34
3.2.3	Versuchsgruppen .....	35
3.2.4	Versuchsablauf .....	36
<b>3.3</b>	<b>Analyse</b> .....	<b>37</b>
<b>3.4</b>	<b>Statistische Auswertung</b> .....	<b>37</b>
<b>4</b>	<b>Ergebnisse</b> .....	<b>39</b>
<b>5</b>	<b>Diskussion</b> .....	<b>43</b>
<b>5.1</b>	<b>Dentinproben und Herstellung</b> .....	<b>43</b>
<b>5.2</b>	<b>Versuchsaufbau und Versuchsablauf</b> .....	<b>44</b>
<b>5.3</b>	<b>Spüllösungen</b> .....	<b>46</b>
<b>5.4</b>	<b>Adhäsive</b> .....	<b>46</b>
<b>5.5</b>	<b>Ergebnisdiskussion</b> .....	<b>47</b>
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b> .....	<b>53</b>
<b>7</b>	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	<b>55</b>
<b>8</b>	<b>Thesen</b> .....	<b>77</b>
<b>9</b>	<b>Selbstständigkeitserklärung</b> .....	
<b>10</b>	<b>Danksagung</b> .....	

## Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildung
BHT	Butyliertes Hydroxy-Toluol
Bis-GMA	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat
Bis-EMA	Ethoxyliertes Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat
bzgl.	bezüglich
bzw.	beziehungsweise
Diss.	Dissertation
ca.	circa
c-Faktor	c = configuration; Konfigurationsfaktor
CHX	Chlorhexidindigluconat
cm	Zentimeter
EDTA	Ethylendiamintetraessigsäure
ER	Etch-and-Rinse
et. al.	et alii - und andere
g	Gramm
Gew. %	Gewichtsprozent
ggf.	gegebenenfalls
HEMA	2-Hydroxyethylmethacrylat
HOCl	Hypochlorige Säure
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Wasserstoffperoxid
ISO	International Organization for Standardization
LPW	Luft-Pulver-Wasserstrahl
M	molare Masse
MDPB	12-Methacryloyloxy-Dodecyl-Pyridinium-Bromid
mg	Milligramm
min	Minute
µm	Mikrometer
ml	Milliliter
mm	Millimeter
mM	Millimolar
mm <sup>2</sup>	Quadratmillimeter
mmHg	Millimeter Quecksilbersäule
MMP	Matrixmetalloproteinase
MPa	Mega Pascal
mW	Milliwatt
mW/cm <sup>2</sup>	Milliwatt pro Quadratmillimeter

NaCl	Natriumchlorid
NaOCl	Natriumhypochlorit
nm	Nanometer
O <sub>3</sub>	Ozon
OCl <sup>-</sup>	Hypochlorit
pH	pondus hydrogenii - Wasserstoffionenkonzentration
PVPA	Polyvinylphosphonsäure
QAM	Quaternäre Ammoniummethacrylat
s	Sekunde
SE	Self-Etch
SB-3CT	spezifischer MMP2/MMP9 Inhibitor
SiO <sub>2</sub>	Siliziumdioxid
Tab.	Tabelle
TEGDMA	Triethylen-Glycol-Dimethacrylat
u.a.	unter anderem
UDMA	Urethandimethacrylat
UVA	Ultraviolettstrahlung
Vol.%	Volumenprozent
%	Prozent

## 1 Einleitung

Neue wissenschaftliche Erkenntnisse und die demografischen Veränderungen haben Einfluss auf die Entwicklung der Zahnmedizin. Vor allem im konservierenden Fachbereich gibt es immer wieder Weiterentwicklungen bei den Adhäsivsystemen, um die Langlebigkeit des Haftverbundes positiv zu beeinflussen, Sekundärkaries zu vermeiden und Hypersensibilitäten vorzubeugen. Das Grundziel liegt im Zahnerhalt, der unter anderem durch adhäsive Restaurationen und Wurzelkanalbehandlungen gewährleistet wird. Die Schwierigkeit besteht in den anatomischen Gegebenheiten zwischen dem hydrophilen Dentin und dem hydrophoben Komposit (Van Meerbeek et al., 2011). Zur Überbrückung dient dabei das Adhäsivsystem, das sehr techniksensitiv ist und entsprechend der Herstellerangaben angewendet werden muss (Cardoso et al., 2011). Komplikationen können dennoch auftreten, wenn der Primer das freigelegte Kollagenetz unvollständig infiltriert (Nanoleakage) und in diesem Bereich befindliche Matrix-Metalloproteinasen (MMPs) das Kollagengeflecht proteolytisch aufspalten (Strobel und Hellwig, 2015). Zur Inhibition können unterschiedliche Spüllösungen eingesetzt werden wie EDTA oder Chlorhexidin, das in der Literatur am meisten beschrieben und erfolgreich eingesetzt wird (Loguercio et al., 2009; Osorio et al., 2011a; Breschi et al., 2020). Es hemmt die enzymatische Aktivität der MMPs (Gendron et al., 1999), verhindert den weiteren Abbau des Kollagens und stabilisiert die Hybridschicht (Carrilho et al., 2007a,b; Breschi et al., 2020). Die bei der chemischen Desinfektion und Aufbereitung des Wurzelkanalsystems verwendeten Spüllösungen haben ebenfalls einen Einfluss auf den Haftverbund (Scelza et al., 2003; Erdemir et al., 2004). Unterschiedliche Auffassungen gibt es in Bezug auf den Einfluss von Strahlgeräten auf die Dentinadhäsion (Abate et al., 2001; Onisor et al., 2007; Chaiyabutr und Kois, 2008). Nur das Glycin-Pulver scheint keine negativen Auswirkungen auf die Adhäsion auszuüben (Frankenberger et al., 2007). Ziel der Arbeit ist es, den Einfluss von verschiedenen Spüllösungen oder therapeutischen Primer (CHX, NaOCl, EDTA) auf die Haftwerte von zwei verschiedenen Adhäsivsystemen (Solobond M, Futurabond U) zu vergleichen. Dabei wurde das Futurabond U in der Self-Etch- und Etch-and-Rinse-Technik angewendet. Zusätzlich soll der Einfluss der Durchführung eines klinischen Spülprotokolls dargestellt werden. In verschiedenen Studien konnte gezeigt werden, dass es meist zu einer Verschlechterung des Dentinhaftverbundes kommt (Yurdagüven et al., 2009; Rocha et al., 2012; Khoroushi et al., 2016).

Als Letztes gilt es zu untersuchen, ob eine Anfrischung der Dentinoberfläche mit einem Glycin-Pulver nach der Anwendung von NaOCl und EDTA zu einer Verbesserung der Adhäsion führt.

## 1.1 Dentinaufbau

Der größte Teil des Zahnes besteht aus dem Dentin (Zahnbein) und bildet den Mantel um die Pulpa. Diese beiden Bestandteile werden in der Literatur als Einheit angesehen, da sie durch die Entwicklung und Funktion in einem engen Zusammenhang stehen (Meyer-Lückel et al., 2012). Der apikale Anteil ist durch das Wurzelzement und der koronale durch den Schmelz geschützt. Der Unterschied zum Schmelz liegt in dem hohen Anteil (18 Gew.%) an organischem Material, was sich hauptsächlich aus Kollagen Typ I sowie Glykosaminoglykanen und Glykoproteinen zusammensetzt (Jones und Leaver, 1974). Die anorganischen Bestandteile wie Phosphat, Kalzium, Karbonate, Magnesium und andere Spurenelemente nehmen ca. 70 Gew.% ein. Den restlichen Anteil bildet Wasser mit 12 Gew.% (Mjör und Fejerskov, 1986). Die Kristalle in Form von Apatit bzw. Kalziumphosphat sind deutlich kleiner und schmaler als im Schmelz (Länge: 18 - 20 nm; Dicke: 3,5 nm) (Hellwig et al., 2013). Im Hydroxylapatit des Dentins können wie im Schmelz Fluorid- oder andere Ionen eingebaut werden. Durch die Struktur und Zusammensetzung aus den einzelnen Bestandteilen ist das Dentin hochelastisch, verformbar, gelblich, porös und weist eine höhere Permeabilität auf (Meyer-Lückel et al., 2012).

Gebildet wird das Zahnbein durch die Odontoblasten, deren Körper sich in der Pulpa befinden. Die Odontoblastenfortsätze, auch Tomes-Fasern genannt, durchziehen das Dentin. Diese 5 - 8 nm großen Filamente liegen in den Dentintubuli und gewährleisten den physiologischen Austausch auch nach der Beendigung der Odontogenese. Durch die 0,35 - 0,6 µm großen Mikrovilli, die die Seitenarme bilden, stehen die Odontoblastenfortsätze in Kontakt zueinander (Hellwig et al., 2013). Anzahl und Dichte der Dentinkanälchen nehmen zur Pulpa hin zu und weisen einen S-förmigen Verlauf koronal auf und weiter apikal einen geraden. Der Durchmesser und das Volumen sind u.a. abhängig vom Alter und variieren stark. Die Dichte wird pulpanah mit 45.000 - 64.000 Stück/mm<sup>2</sup> und pulpafern mit 7000-20000 Stück/mm<sup>2</sup> angegeben, wobei die Dentinoberfläche pulpanah zu ca. 22 - 27 Vol.% und peripher zu 1 - 10 Vol.% aus Dentinkanälchen bestehen soll (Garberoglio und Brännström, 1976; Marshall, 1993). Der periodontoblastische Raum beinhaltet Flüssigkeit sowie organische Strukturelemente. Das intertubuläre Dentin besteht zu über der Hälfte aus Kollagen, während das peritubuläre Dentin homogen, dicht und mineralisiert ist und die Kanälchen umgibt. Dabei beträgt der physiologische nach außen gerichtete Druck im Tubulus ca. 28 mmHg (Beveridge und Brown, 1965). Das Dentin sklerosiert mit dem Alter häufig, um die Pulpa vor externen Noxen zu schützen (Schroeder, 2000)

Das Dentin lässt sich in verschiedene Schichten aufteilen, wobei sich das Prädentin mit einzelnen Nervenfasern zur Pulpa hin befindet und wenig mineralisiert ist. Die Zone der



Mineralisation wird als Zwischendentin bezeichnet und das zirkumpulpare Dentin bildet die Hauptmasse (Goldberg et al., 2011). Das wenig mineralisierte Manteldentin weist viele Verästelungen der Odontoblastenfortsätze auf, die im desmosomalen Kontakt zueinander stehen und grenzt die anderen Bestandteile zum Schmelz hin ab. Es unterscheidet sich durch seine dicken Kollagen-Alpha-Fibrillen vom zirkumpulpalen Dentin (Beveridge und Brown, 1965).

Ein weiterer wichtiger Unterschied zum Schmelz ist, dass das Dentin im Laufe des Lebens weitergebildet wird und eine lebendige Struktur ist, die auf externe Reize reagieren kann. Das Primärdentin wird bis zur vollständigen Entwicklung der Wurzel gebildet. Die Anteile, die danach entstehen, werden als Sekundärdentin bezeichnet. Durch u.a. Attritionen, Erosionen oder Karies wird Tertiär-, Reiz- oder Reparaturdentin gebildet (Linde und Goldberg, 1993).

## 1.2 Dentinadhäsion

Der Ursprung der Adhäsivtechnik liegt in dem Bestreben, kariöse und frakturierte Zähne oder erosive bzw. abrasive Zervikaldefekte zu versorgen. Weiterhin ermöglicht sie mit Hilfe von Kompositen und keramischen Restaurationen das ästhetische Erscheinungsbild zu verbessern. In der Prophylaxe kommen die Haftvermittler bei Dentinhypersensibilitäten und Fissurenversiegelungen zum Einsatz. Weitere Anwendungsbereiche sind die Reparatur von Amalgam-, Kunststoff- und Keramikrestaurationen, das Eingliedern von keramischen und metallischen Restaurationen, das Kleben kieferorthopädischer Brackets und parodontaler oder kieferorthopädischer Schienen (Van Meerbeek et al., 1998).

Das Wort Adhäsion leitet sich vom lateinischen Verb adhaerere ab und wird übersetzt mit „hängen“ oder „kleben an“ (Menge, 2006). Wie die Kohäsion gehört die Adhäsion zu den Bindungskräften und ist die Anhangskraft bei molekularen Wechselwirkungen zwischen zwei verschiedenen Phasen, die in einem engen Kontakt zueinander stehen. Möglichst große, retentive und benetzbare Flächen und eine geringe Viskosität sind die Grundlage für eine starke Adhäsion (Blunck und Haller, 1999; Kappert und Eichner, 2008). Das Adhäsiv sollte eine geringe Oberflächenspannung, eine hohe innere Festigkeit und eine geringe Polymerisationsschrumpfung vorweisen (Müller, 2009). Durch die Konditionierung mit Hilfe von Säuren wird im Schmelz und Dentin ein Mikrostrukturelief geschaffen, in die die Kunststoffmatrix eindringen kann und den Haftverbund sicherstellt (Gomolka, 2003). Dentinadhäsive vereinen die beschriebenen Eigenschaften. Sie sind niedrig viskos und dienen als Haftvermittler zwischen Zahnhartsubstanz und dem Restaurationsmaterial. Konditionierer, Primer und Adhäsiv bzw. Bonding bilden die drei Komponenten des

Adhäsivsysteme (Friedl, 2010; Hellwig et al., 2013). Die Haftung erfolgt einerseits durch die Mikroretention im Dentin oder Schmelz und andererseits durch die chemische Bindung (Müller, 2009). Mineralien werden dabei herausgelöst und die Kunststoffmonomere infiltrieren das Zahnhartgewebe. Durch die darauffolgende Polymerisation erfolgt eine mikromechanische Verzahnung (Van Meerbeek et al., 2003a). Der stabile und langanhaltende Haftverbund ist die Grundlage, um Spaltbildungen zu vermeiden, die zu Microleakage, Sekundärkaries, Füllungsverlust und Hypersensibilitäten führen (Gängler et al., 2004; Opdam et al., 2004; Fechner et al., 2008). Die Adhäsion wirkt der Polymerisationsschrumpfung des Komposits entgegen, um einen dauerhaften Haftverbund zu gewährleisten (Frankenberger und Blunck, 2013).

### 1.2.1 Voraussetzungen für den Haftverbund

Am Schmelz ist es im Gegensatz zum Dentin leichter, einen adhäsiven Verbund für restaurative Versorgung zu erzielen. Die Ursache liegt in den unterschiedlichen chemischen und physikalischen Eigenschaften der Zahnhartsubstanzen (Reis et al., 2009). Voraussetzungen für einen stabilen, dauerhaften Haftverbund sind, dass die Zahnhartsubstanz gut benetzt wird, die Polymerisationsschrumpfung gering ist, es zu keiner Wasseraufnahme oder Quellung kommt und keine Hydrolyse der geknüpften Bindungen abläuft. Das Dentinadhäsiv sollte keine orale Toxizität, Zytotoxizität oder allergisches Potential vorweisen und schnell und einfach in der Anwendung sein. Unter Belastung muss die Haftung initial und dauerhaft sein (Charlton, 1996; Moszner et al., 2005). Die mikromechanische Verankerung stellt den überwiegenden Verbundmechanismus im Dentin dar. Die 0,5-5 µm dicke Schmierschicht, auch Smear layer genannt, entsteht bei der Präparation mit rotierenden Instrumenten (Dippel et al., 1984). Sie setzt sich aus Bakterien, Speichelproteinen, denaturiertem Kollagen, Zellresten, Hydroxylapatitkristallen, Blutbestandteilen und Dentinliquor zusammen (Pashley et al., 1988).

Die Funktion der unterschiedlichen Adhäsivsysteme beruht auf einem gleichen Muster. Die Schmierschicht wird zunächst durch den Konditionierer aufgelöst, modifiziert und das Oberflächendentin demineralisiert. Ob die Schmierschicht aufgelöst oder präzipitiert wird, hängt von der angewandten Technik ab. Die Schmierschicht wird bei der Präzipitation erhalten und von Kunststoff penetriert (Van Meerbeek et al., 1992, 1998). Bei der Ätzung des Dentins mit Phosphorsäure werden die Schmierschicht und die in den Tubuli vorhandenen Smear-Plugs vollständig entfernt (Sattabanasuk et al., 2006). Die hydrophilen Monomere benetzen das demineralisierte Dentin und das freigelegte Kollagen. Durch die in die Dentintubuli eingedrungenen Monomere bilden sich nach der Aushärtung

Kunststoffzapfen (Tags) (Lutz et al., 1993; Eick et al., 1997). Die Festigkeit verbessert sich, da die Kunststoffzapfen sich mit dem demineralisierten peritubulären Dentin verbinden. Die Länge der Zapfen beträgt bis zu 50 µm, jedoch sind die Haftwerte mit 1 bis 6 MPa als gering zu bewerten, sodass sie nur einen kleinen Teil zum stabilen Verbund beitragen (Prati et al., 1990; Pashley et al., 1992). Durch eine Säureätzung werden nicht nur die Dentintubuli eröffnet, sondern wird zusätzlich das Kollagengeflecht freigelegt, in das die Adhäsive eindringen können (Baier, 1992). Die aktivierte Oberfläche wird von hydrophoben Monomeren infiltriert und anschließend mit den Kollagenfasern zu synthetischen Netzwerken polymerisiert (Schaller, 1999). Die gebildete Schicht, die zum Teil im geätzten Dentin und zum anderen Teil auf der Dentinoberfläche liegt, wird Hybridschicht genannt (Nakabayashi et al., 1991). Sie enthält die in Lösung gegangene Schmierschicht, beim Ätzen gelöste und repräzipitierte Mineralbestandteile, Kollagenfasern sowie Primer und Bonding. Diese mit Kunststoff durchsetzte Dentinschicht trägt den größeren Anteil zur Dentinhaftung bei als die Kunststoffzapfen in den Dentintubuli (Van Meerbeek et al., 1993).

#### 1.2.2 Haftvermittlerentwicklung und -klassifikation

Die ersten Einteilungen der Adhäsive erfolgten chronologisch in Form der sich entwickelnden Generationen (Van Meerbeek et al., 1994). Heutzutage werden die Haftvermittler anhand der Applikationsschritte, Konditionierung und des Haftmechanismus eingeteilt (Van Meerbeek et al., 2003b).

Dabei gibt es unterschiedliche Vorgehensweisen was die Konditionierung der Zahnhartsubstanz betrifft. Es wird zwischen der Self-Etch-, Selektive-Etch- und der Etch-and-Rinse-Anwendung unterschieden (Frankenberger et al., 2020).

Die Ätzung mit 30 - 40%iger Phosphorsäure wird beim Selektive-Etch nur im Bereich des Zahnschmelzes durchgeführt, während beim Total-Etch keine Differenzierung zwischen Dentin und Schmelz erfolgt. Die Schmierschicht wird dabei vollständig durch die Phosphorsäureätzung entfernt. Damit treten die Probleme des Überätzens, Übertrocknens und des kollabierenden Kollagengeflechtes im Bereich des Dentins auf, wodurch das Kollagenetzwerk auf Zweidrittel des Anfangsvolumen zusammenfällt (Carvalho et al., 1996). Vor allem bei kleinen Kavitäten scheint es klinisch unmöglich, die Selektive-Etch Technik umzusetzen (Frankenberger et al., 2004).

Je nach Hersteller variiert die Primeranzahl und -anwendung sowie -zusammensetzung, wodurch sich unterschiedlich viele Applikationsschritte ableiten lassen (Frankenberger et al., 2020). Der Primer enthält hydrophile Mono- und Dimethacrylate wie HEMA

(Hydroxyethylmethacrylat), HPMA (Hydroxypropylmethacrylat), BPDM (Bisphenyl-dimethacrylat), PEGDMA (Polyethylen-glycol-dimethacrylat), Säuremonomere, Lösungsmittel wie Wasser, Aceton oder Alkohol und phosphonierte Mono-, Di- und Polymethacrylate. Nach der Einwirkzeit wird der Primer verblasen, um die Lösungsmittel verdampfen zu lassen. Die Grundlage für die Hybridschicht bildet die Imprägnierung des Kollagenflechtes mit Hilfe des Primers.

Das geringvisköse Adhäsiv, bestehend aus amphiphilen Mono- und Dimethacrylaten wie 4-META (4-Methacryloyloxyethyl-trimelliatat-anhydrit), PMMA (Polymethylmethacrylat), NPGGMA (N-Phenyl-glycin-glycidyl-methacrylat), ermöglicht den Verbund zwischen Primer und Komposit. BisGMA (Bisphenol-A-diglycidyl-methacrylat), TEGDMA (Triethylenglycol-dimethacrylat) und UDMA (Urethan-dimethacrylat) sind weitere Bestandteile des Adhäsivs sowie die Lösungsmittel Wasser, Alkohol und Aceton. Die anschließende Polymerisation sichert die Hybridschicht (Hellwig et al., 2013).

Um Fehler zu vermeiden und Zeit zu sparen, wurde das Adhäsivsystem weiter vereinfacht, indem Primer und Adhäsiv zusammengefasst wurden (Frankenberger et al., 2004). Die Zwei-Schritt-Total-Etch-Systeme zeigten dabei geringere Haftwerte und stärkere Schwankungen, die auch zu einem schlechteren Randschlussverhalten führten (Inoue et al., 2001; Frankenberger, 2002).

Die Self-Etch-Adhäsive nutzen saure Monomere wie Maleinsäure oder methacrylierte Phosphorsäureester zur Penetration der Smear Layer und Demineralisation des Dentins in 0,5 - 1 µm Tiefe (Moll et al., 2004). Zu beachten ist, dass der Primer ausreichend lang einwirken muss und wenn Lösungsmittel wie Aceton oder Ethanol enthalten sind, eine leichte Lufttrocknung erfolgen muss. Im Unterschied zur Phosphorsäureätzung wird der selbstätzende Primer nicht abgespült und oftmals empfiehlt es sich, ihn ein zweites Mal zu applizieren (Brandt, 2011).

Beim Zwei-Schritt-Self-Etch-System wird ein selbstätzender Primer verwendet und anschließend wird das Adhäsiv separat aufgetragen (Söderholm, 2007). Mit diesem Verfahren kann das Überätzen vermieden werden, da das Kollagenflecht durch das Absprühen und Trocknen wie bei dem Etch-and-Rinse-Verfahren nicht zusammenfällt. Das darauffolgende Monomer kann bis in die Tiefe infiltrieren (Kappert und Eichner, 2008). Es wurde in einer Studie von Bekes et al. deutlich, dass es keine signifikanten Qualitätseinbußen gegenüber 2-Schritt-Adhäsiven der Total-Etch-Technik gibt (Bekes et al., 2007).

Weitere anwenderfreundliche Entwicklungen fassen Ätzen, Primern und Bonden in den Ein-

Schritt-Self-Etch- bzw. One-Bottle-Systemen zusammen. Das hydrophile Monomer infiltriert die Zahnhartsubstanz und durch das hydrophobe Monomer wird über die Methacrylatgruppen die Verbindung zum hydrophoben Komposit geschaffen (Söderholm, 2007; Fischer et al., 2009). Die Abstimmung der einzelnen Bestandteile birgt viele Schwierigkeiten (Haller und Blunck, 2003) und teilweise wird bei diesen Systemen die Schmierschicht nicht vollständig aufgelöst (Mine et al., 2014).

Die Universaladhäsive stellen die neuste Errungenschaft in der Adhäsivtechnik dar. Sie können dabei sowohl als Ein-Schritt-Self-Etch- oder Zwei-Schritt-Etch-and-Rinse-System verwendet werden und zeichnen sich durch ihre Toleranz gegenüber feuchtem und trockenem Dentin aus (Ernst, 2015). Für den Anwender sind sie einfach und effektiv zu applizieren und reduzieren gleichzeitig Anwendungsfehler vor allem bei der sensitiven Dentinhaftung. Der Indikationsbereich schließt die direkten als auch die indirekten Restaurationen mit ein. Sie stellen eine ernstzunehmende Alternative zu den Mehrflaschen-Systemen dar und zeigen nur geringe Unterschiede in der Haftleistung (Frankenberger et al., 2020).

Tab.: 1 Klassifikation der Adhäsivsysteme von Frankenberger 2020, ZM 110(1-2) S.46

<b>Klassifikation der Adhäsivsysteme</b>			
<b>1. Vier-Schritt-Selective-Etching:</b>			
Phosphorsäure	Primer 1	Primer 2	Bonding Agent
Nur Schmelz	Schmelz/Dentin	Schmelz/Dentin	Schmelz/Dentin
Beispiel: Syntac (Etchant, Primer, Adhäsive (2. Primer), Helibond) / Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein.			
<b>2. Drei-Schritt-Selective-Etching:</b>			
Phosphorsäure	Primer 1	Primer 2	Bonding Agent
Nur Schmelz	Mischen und applizieren: Schmelz/Dentin		Schmelz/Dentin
Beispiel: A.R.T.Bond (Etchant, Primer A+B, Bond) / Coltene, Altstätten, Schweiz.			
<b>3. Vier-Schritt-Etch-and-Rinse:</b>			
Phosphorsäure	Primer 1	Primer 2	Bonding Agent
Schmelz/Dentin	Schmelz/Dentin	Schmelz/Dentin	Schmelz/Dentin
Beispiel: Syntac (Etchant, Primer, Adhäsive (2. Primer), Helibond) / Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein.			
<b>4. Drei-Schritt-Etch-and-Rinse:</b>			
Phosphorsäure	Primer 1	Primer 2	Bonding Agent

Schmelz/Dentin	Mischen und applizieren: Schmelz/Dentin	Schmelz/Dentin
Beispiel: A.R.T.Bond (Etchant, Primer A+B, Bond)/ Coltene, Altstätten, Schweiz.		
<b>5. Zwei-Schritt-Etch-and-Rinse</b>		
Phosphorsäure	Primer + Bond	
Schmelz/Dentin	Schmelz/Dentin	
Beispiel: Prime&Bond XP, Prime&Bond NT / beide Densply Sirona, Konstanz, OptiBond Solo Plus / Kerr, Orange, CA, USA, Solobond M / Voco, Cuxhaven.		
<b>6. Zwei-Schritt-Self-Etch:</b>		
Phosphorsäure	Primer	Bonding Agent
---	Schmelz/Dentin	Schmelz/Dentin
Beispiel: Clearfil SE Bond 2 / Kuraray, Tokio, Japan, OptiBond XTR, Kerr, Orange, CA, USA.		
<b>7. Ein-Schritt-Self-Etch:</b>		
Phosphorsäure	Etchant + Primer + Bond	
---	Schmelz/Dentin	
Beispiel: iBond SE 7 Kulzer Dental, Wehrheim, G-Bond / GC, Tokio, Japan, Clearfil S3 Bond +/- Kuraray, Tokio, Japan, One Coat 7.0 / Coltene, Altstätten, Schweiz, Bond Force / Tokuyama, Tokio, Japan, AdheSE One F / Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein (teilweise abgelöst von Universaladhäsiven).		
<b>8. Ein-Schritt-Self-Etch oder Zwei-Schritt-Etch-and-Rinse = Universal:</b>		
Phosphorsäure	Etchant + Primer + Bond	
---	Schmelz/Dentin	
Beispiel: Scotchbond Universal / 3M Epse, Seefeld, Prime&Bond active / Densply Sirona, Konstanz, iBond Universal / Kulzer Dental, Wehrheim, AdheSE Universal / Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein, Futurabond U / Voco, Cuxhaven, Clearfil Universalbond Quick / Kuraray, Tokio, Japan, Tokuyama Universal Bond / Tokoyama, Tokio, Japan (selbsthärtend)		

### 1.2.3 Schwierigkeiten in der Adhäsivtechnik

In der konservierenden Zahnmedizin werden die Dentinhaftvermittlersysteme täglich für u.a. Kompositrestaurationen genutzt (Inoue et al., 2009). Die Ursachen, die zur Sekundärkaries, zur Randspaltbildung und damit zum Austausch oder Reparatur der Restauration führen, sind multifaktoriell bedingt. Auf lange Sicht wird durch diese Prozesse die Zahnhartsubstanz weiter geschwächt (Yoshihara et al., 2010). Um dies zu vermeiden ist es zwingend notwendig, die dentalen Haftvermittler korrekt anzuwenden, um eine ausreichende mechanische Retention zu gewährleisten und Microleakage an den Restaurationsrändern zu verhindern sowie die Kräfte, die durch die Polymerisationsschrumpfung wirken,

auszugleichen (Van Landuyt et al., 2011). Auch die Qualität des Dentins hat einen Einfluss auf die Dentinadhäsion. Dabei spielen sowohl das Alter des Patienten (Lambrechts et al., 1987) als auch der Mineralgehalt des Dentins eine entscheidende Rolle (Cardoso et al., 2011). Wie schon erwähnt erschwert die Smear layer die Adaption von Haftvermittlern um bis zu 86 %. Ihre Entfernung gelingt nur durch chemische und nicht durch die mechanische Konditionierung (Berry et al., 1987). Weiterhin muss das Übertrocknen des Dentins vermieden werden, um einen Kollagenkollaps zu verhindern, da ansonsten die Penetration des Haftvermittlers und die Bildung der stabilen Hybridschicht signifikant verschlechtert wird (Ferrari und Tay, 2003; Strobel und Hellwig, 2015). Beim Überätzen kommt es zu einer tiefen Dentindemineralisation und mehr Kollagen wird freigelegt. Nanometergroße Porositäten entstehen innerhalb der Hybridschicht, da der applizierte Haftvermittler die tiefe, basale Kollagenschicht nicht infiltrieren kann. Diese Porositäten bilden sich im Anteil der Hybridschicht, die im Kontakt zum Dentin steht (Sano et al., 1995; Sano, 2006). Die Adhäsivsysteme ermöglichen, dass der Verbund zwischen dem hydrophoben Kompositmaterial und dem hydrophilen offenen Dentintubuli mit den angeschnittenen Odontoblastenfortsätzen zustande kommt. Die angewandten Haftvermittler sind sehr techniksensitiv und verursachen einen erhöhten Zeitaufwand (Hellwig, 2013). Eine zu feuchte Oberfläche führt zu Fehlstellen in der Adhäsiv-Dentin-Grenzfläche (Pashley et al., 1993; Tay et al., 1996). Der Dentinliquor aus den Tubuli hat Einfluss auf die Primerinfiltration (Hashimoto et al., 2004). Die wasserbasierten Adhäsivsysteme sind weniger feuchtigkeitssensibel und besitzen die Möglichkeit ggf. zu rehydrieren (Van Meerbeek et al., 1998). Der Wasseranteil in Mehr-Flaschen-Etch-and-Rinse-Adhäsiven reicht in der Regel aus, sodass ein Re-Wetting nicht unbedingt notwendig ist (Perdigão und Frankenberger, 2001; Frankenberger und Blunck, 2013). Dentinadhäsive, die stark hydrophil sind, lassen wie eine semipermeable Membran Dentinliquor in die Verbundschicht zwischen Haftvermittler und Komposit (Tay et al., 2002). Das Lösungsmittel Wasser muss nach dem applizieren und einmassieren des hydrophilen Monomers verblasen werden, um dessen Einschluss nach der Polymerisation zu verhindern (Van Landuyt et al., 2005; Cardoso et al., 2011; Pashley et al., 2011; Blunck und Frankenberger, 2013). Die Hybridschicht, die sehr wichtig für den dauerhaften Verbund ist, unterliegt einem Alterungs- und Zerfallsprozess durch chemische und physikalische Faktoren (Breschi et al., 2008). Zu den chemischen Faktoren zählen säurehaltige Nahrungsmittel und zusätzlich durch Bakterienstoffwechsel produzierte Säuren. Weiterhin führt der Abbau nicht penetrierter Kollagenfibrillen (Hashimoto et al., 2000), das Auswaschen der Monomere (Cadenaro et al., 2005) und der Zerfall von Kompositbestandteilen (Santerre et al., 2001) zu Haftwertverlusten. Die Kaubelastung sowie Expansion und Kontraktion des Komposits bei Temperaturschwankungen sind physikalische Kräfte, die zusätzlich einwirken (Gale und

Darvell, 1999; De Munck et al., 2005). Der Zerfallsprozess wird durch den Wassereintritt aufgrund des Microleakage begünstigt, was zur Hydrolyse des Adhäsivs und zur Freilegung der Kollagenfibrillen beiträgt. Diese können nun ungeschützt enzymatisch aufgespalten werden (Sano, 2006). Dabei spielen endogene Kollagenasen die Hauptrolle bei der Desorganisation und Degradation der Kollagenfibrillen (Pashley et al., 2004). Schwankungen, die zwischen der Demineralisationstiefe durch die Säureätzung und der Penetration des Monomers auftreten, führen zu Nanoleakage, was sich ebenfalls negativ auswirkt (Sano et al., 1995). Um die Hybridschicht zu stärken, hat sich die Anwendung eines hydrophoben Adhäsivs bewährt, da die Wasserpermeabilität verringert wird und der Polymerisationsgrad steigt (Cadenaro et al., 2005; Breschi et al., 2008). Das mehrmalige Auftragen des Adhäsivs (King et al., 2005), die ausreichend lange Dauer des Verblasens des Lösungsmittels (Van Landuyt et al., 2005), eine längere Polymerisationszeit (Cadenaro et al., 2005) und Kollagenaseinhibitoren (Pashley et al., 2004; De Munck et al., 2009) unterstützen die Hybridschicht und dadurch den Dentinhaftverbund wesentlich.

### 1.3 Matrixmetalloproteinasen und Adhäsivtechnik

Aufgrund der Hydrolyse des Kollagengeflechtes der Hybridschicht verlieren Adhäsive an Haftung unabhängig vom verwendeten Haftvermittler. Deshalb ist als Hauptziel die Kollagenmatrixintegrität sicher zu stellen, um die Verbundfestigkeit zum Dentin gewährleisten zu können (Wennberg, 2015). Verschiedene Studien haben gezeigt, dass exogene Kollagenasen wie Speicheldrüsenesterasen (Armstrong et al., 2006; Toledano et al., 2007) die Haftfestigkeit nicht beeinflussen. Folglich müssen endogene Enzyme am Abbauprozess beteiligt sein, da die Enzyme der Speicheldrüsen zu groß sind, um in die Hybridschicht zu gelangen (Carrilho et al., 2007b). Gross und Lapière beschrieben 1962 (Gross und Lapière, 1962) als erstes die Matrixmetalloproteinasen (MMPs), die zu den Endopeptidasen gehören (Mazzoni et al., 2012; Thompson et al., 2012). Im Dentin befinden sich neben den MMPs andere kollagenolytische Enzyme wie Cysteincathepsine, die zum hydrolytischen Abbau der Kollagenmatrix an der Verbundgrenzfläche führen (Tjäderhane et al., 2013). 1998 erbrachte Tjäderhane et al. den ersten Nachweis des Zusammenhanges von wirtseigenen MMPs und der Progression von dentaler Karies bei humanen Zähnen. Die Aktivierung der latenten Enzyme bei pH 4,5 gefolgt von der Neutralisation bewies eine starke Erhöhung der MMP-Aktivität bei einer kariösen Läsion (Tjäderhane et al., 1998). MMPs wirken als Hydrolasen, bei denen ein nukleophiler Angriff auf eine Peptidbindung durch ein Wassermolekül vermittelt wird (Barrett et al., 1998). Sie sind wichtige Akteure in vielen biologischen und pathologischen Gewebsumbauprozessen (Birkedal-Hansen et al.,



1993; Mazzoni et al., 2009) und für ihre Funktionalität benötigen sie Calcium- und Zinkmetallionen (Hannas et al., 2007; Tezvergil-Mutluay et al., 2010a). Die MMPs verbleiben nach der Odontogenese im mineralisierten Dentin, wo sie durch ein saures Milieu wieder aktiviert werden können (Tjäderhane et al., 1998). 2004 konnten Pashley et al. in ihrer Studie beweisen, dass die Hydrolyse der Kollagenmatrix, die nicht von Monomeren infiltriert wurde, unter Ausschluss von Bakterien abläuft und durch die enzymatische Aktivität der MMPs bedingt ist (Pashley et al., 2004). Im Laufe der Jahre sind insgesamt 28 verschiedene MMPs im humanen Dentin-Pulpa-Komplex identifiziert worden (Zorzin, 2011) u.a. MMP-2 (Gelatinase A), MMP-3 (Stromelysin-1) (Boukpepsi et al., 2008), die Gelatinasen MMP 9 (Tjäderhane et al., 1998), die Kollagenasen MMP-1 (Van Strijp et al., 2003), MMP-8 (Palosaari et al., 2000) und MMP-13 (Sulkala et al., 2004), MMP-14, ein zellmembrangebundenes Enzym, das andere Pro-MMPs aktiviert (Palosaari et al., 2002) sowie MMP-20 (Enamelysin) (Sulkala et al., 2002; Mazzoni et al., 2012). MMPs können nur für wenige Stunden stabil und aktiv sein und werden vor allem durch das Benutzen von Etch-and-Rinse-Adhäsiven in Gang gesetzt (De Munck et al., 2009; 2010; Mazzoni et al., 2013). Das Ätzen mit Phosphorsäure erhöht die Aktivität der endogenen Enzyme. Sobald der pH-Wert unter 4,5 liegt wird das Proenzym in seine aktive Form durch Abspaltung des Propeptids umgewandelt (Moon et al., 2010; Kato et al., 2011). Kommt die Phosphorsäure jedoch direkt in Kontakt mit den MMPs, denaturiert die Säure das Enzym sofort. Eine mögliche Erklärung dieses scheinbaren Widerspruchs besteht darin, dass die Säurebehandlung des Dentins die Freisetzung der MMPs ermöglicht, ohne in direktem Kontakt mit den Enzymen zu treten (De Munck et al., 2009). Aber auch die in den Haftvermittlern enthaltenen sauren Monomere mit einem pH-Wert zwischen 2 - 2,8 aktivieren die MMPs im nicht vom Haftvermittler infiltrierten Kollagen (Breschi et al., 2008; Pashley et al., 2011; Mazzoni et al., 2012). Einen direkten Nachweis der aktiven MMP erbrachten Mazzoni et al. mit Hilfe von histologischen Schnitten und der In-situ-Zymographie, wo die Fluoreszenz im Bereich des demineralisierten und nicht infiltrierten Dentins als Zeichen des Abbaus deutlich wurde (Mazzoni et al., 2012).

### 1.3.1 Kavitätendesinfektion

Mitverursacher von Karies sind u.a. Bakterien, weshalb neben der Wasserspülung und der Druckluft eine Reinigung bzw. Desinfektion der präparierten Kavität sinnvoll erscheint (El-Housseiny und Jamjoum, 2000). Nicht entfernte Bakterien wie Mutans-Streptokokken und Laktobazillen und deren gebildete Toxine haben die Möglichkeit in die Pulpa zu diffundieren und dort durch Reize Entzündungen auszulösen (Johnsson und Brännström,

1976; Gurgan et al. 1999; Say et al., 2004). Gwinnett konnte in seiner Studie 1992 zeigen, dass ein direkter Zusammenhang zwischen der bakteriellen Infektion und postoperativen, pathologischen Reizungen in der Pulpa vorliegt (Gwinnett, 1992b). Weitere Gründe, die für eine Kavitätendesinfektion sprechen, sind die Umstände, dass verbliebene Bakterien zu Sekundär- oder Residualkaries führen (Meiers und Shook, 1996; Ernst et al., 1999; Pappas et al., 2005; Ercan et al., 2009) und die Reinigung zu einer besseren Assimilation zwischen der präparierten Fläche und der Kompositrestauration führt (Johnsson und Brännström, 1976). Sekundär- oder Residualkaries sind die Hauptursache für frühzeitige Verluste und Misserfolge der Restaurationen (Cunningham und Meiers, 1997; Magni et al., 2008). Weitere Studien zeigen, dass nur eine geringe Anzahl von Zähnen nach der Präparation steril ist (Gurgan et al., 1999; Pappas et al., 2005). Die Bakterien sind in der Lage, länger als ein Jahr in der Kavität zu überleben und ihre Anzahl kann sich bereits innerhalb eines Monats nach der Restauration verdoppeln (Meiers und Kresin, 1996). Die beschriebenen Argumente führen zu der Schlussfolgerung, dass die Desinfektion oder Reinigung der Kavität nach der Präparation der Kavität und vor dem Legen der Restauration als sehr sinnvoll einzuschätzen ist (El-Housseiny und Jamjoum, 2000; Çelik et al., 2010). Die Mehrheit der deutschen Zahnärzte nutzt die Möglichkeit der Kavitätenhygiene in der täglichen Praxis (Van Dijk, 2005; Liebaug et al., 2013). Dabei werden am häufigsten antibakterielle Lösungen oder Desinfektionsmittel verwendet, die mit einem Wattebausch oder Brush aufgetragen und anschließend leicht verblasen oder abgespült werden (Gängler, 1987). Die Kavitätendesinfektionsmittel sollten Speichel, Blut und Präparationsablagerungen entfernen, ohne dabei Dentintubuli zu eröffnen und zusätzlich bakterizid sein (Johnsson und Brännström, 1976). Chlorhexidin (CHX) oder Lösungen, die es enthalten, werden am häufigsten verwendet, u.a. weil es das bedeutendste, in vielen Studien beschriebene Kavitätendesinfektionsmittel in der Zahnmedizin ist (Çelik et al., 2010; Liebaug et al., 2013; Strobel und Hellwig, 2015). Ein weiterer Vorteil von CHX ist der Rewetting-Effekt, der der Stabilität der Kollagenmatrix zu Gute kommt (El-Housseiny und Jamjoum, 2000). Wasserstoffperoxid ( $H_2O_2$ ) in 3 %iger Konzentration (Kullmann, 1990; Ernst et al., 1999) Natriumhypochlorit ( $NaOCl$ ) in 1 %iger Konzentration (Ernst et al., 1999), Ethanol (Johnsson und Brännström, 1976, Van Dijk, 2005), Ethylendiamintetraessigsäure (EDTA) (Pappas et al., 2005; Ercan et al., 2009), Äther-Azeton-Präparate (Johnsson und Brännström, 1976), Flouride (Van Dijk, 2005) und Jodid (Ercan et al., 2009) sind weitere Mittel, die in der Literatur zur Kavitätendesinfektion beschrieben werden.

Wasserstoffsuperoxid ( $H_2O_2$ ) ist ähnlich wie CHX ein verbreitetes Mittel. Die Verwendung von Wasserstoffsuperoxid wirkt sich jedoch negativ auf den Haftverbund aus, da durch die schnelle Umsetzung des sehr reaktiven Wasserstoffsuperoxides Sauerstoff frei wird, der sich in der Klebefläche anreichert. Das hat zur Folge, dass sich eine Sauerstoffinhibitionsschicht

bildet, die die Polymerisation des Adhäsivs beeinträchtigt. Nur eine stabile Hybridschicht mit einem gut polymerisierten Adhäsiv kann den Schrumpfkraften des Komposits entgegenwirken und eine Desintegration verhindern. Ernst et al. beschrieben 1999 eine Reduktion des Haftverbundes um 20 %, trotz der anschließend 15-sekündigen Spülung mit Wasser (Ernst et al., 1999). Die Anwendung von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> als Desinfektionsmittel, aber auch zur Blutstillung ist folglich kontraindiziert, da eine Kontamination der Kavität nicht komplett vermieden werden kann. Besonders problematisch ist dies in den schwer kontrollierbaren Approximalräumen, in denen eine aufgrund einer reduzierten Haftung entstandene Desintegration des Komposit-Zahnhartsubstanzverbundes schnell unentdeckt eine Sekundärkaries entstehen lassen kann (Ernst, 2010). Einigen Studien führen an, dass Phosphorsäure auch einen antimikrobiellen Effekt haben soll (El-Housseiny und Jamjoum, 2000; Van Dijk, 2005; Krejci, 2006).

Natriumhypochlorit (NaOCl) wird aufgrund seiner desinfizierenden Wirkung in der Endodontologie im Rahmen der Wurzelkanalbehandlung für die chemische Aufbereitung genutzt. Daraus resultierte die Vermutung, dass es für die Kavitätendesinfektion positive Auswirkungen haben könnte (Ernst, 2010). In der Anwendung zeigten Studien wie beispielweise bei Ernst et al., dass die Haftung deutlicher reduziert wurde als bei H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Um 30 % bei Prime&Bond 2.1 (DENTSPLY), um 40 % bei Solid Bond (Heraeus Kulzer) und bis nahezu 50 % bei Syntac (Ivoclar) wurde der Haftverbund reduziert (Ernst et al., 1999). Als Grund für die verminderte Dentinadhäsion wird der Effekt der Zerstörung der Kollagenmatrix beschrieben. Ernst empfiehlt deswegen, nach der NaOCl-Spülung im Rahmen der Wurzelkanalaufbereitung die Kavität anzufrischen, um die entkollagenisierten Bereiche zu entfernen bzw. NaOCl für die Kavitätendesinfektion zu vermeiden. Auf das Ausmaß der reduzierten Haftwerte hat auch das angewendete Adhäsiv einen Einfluss. In der Studie von Ercan et al. wurde bei Clearfil SE Bond (Kuraray) eine Reduktion der Haftwerte nach Natriumhypochlorit- bzw. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Desinfektion festgestellt (Ercan et al., 2009), aber nicht bei Prime&Bond NT (DENTSPLY). Eine weitere Studie von Fawzi et al. zeigte bei der Anwendung von 5,25%-ige NaOCl eine Reduktion der Haftwerte bei Scotchbond 1XT (3M ESPE) um 50 %, aber eine nicht signifikante Reduktion der Haftwerte bei Clearfil S3 Bond (Kuraray) um 10 % (Fawzi et al., 2010).

Die Anwendung von dem antimikrobiellen Ozon-Gas (O<sub>3</sub>) (Magni et al., 2008) und der Einsatz eines Lasers zur Kavitätendesinfektion gehören zu den neueren Methoden. Der Laser soll den Vorteil haben, dass die Haftwerte vom Bonding sogar verbessert werden (Çelik et al., 2010). In Primern und Adhäsiven finden sich zum Teil Inhaltsstoffe, die den Effekt der Kavitätendesinfektion integrieren. Aber auch den Adhäsiven selbst wird eine antimikrobielle Wirkung zugeschrieben, wenn das antimikrobiell wirkende Glutaraldehyd als zusätzlicher Inhaltsstoff hinzugefügt wird (Meiers und Miller, 1996; Kappert und Eichner, 2008) oder

einige Primer enthalten zusätzlich 0,2 % Chlorhexidin (Emilson und Bergenholtz, 1993). Neuere Monomere wie 12-Methacryloyloxy-Dodecyl-Pyridinium-Bromid (MDPB) besitzen die Fähigkeit nach der Präparation in der Kavität persistierende Bakterien zu eliminieren (Kappert und Eichner, 2008). Das positiv geladenen Pyridinium-Ion des MDPBs ermöglicht, dass es auch nach der Polymerisation lokal aktiv bleibt, indem es sich in die Hybridschicht einlagert und so langfristig vor Sekundärkaries schützt (Van Dijk, 2005; Liebaug et al., 2013). Die antibakteriellen Adhäsive sollen Bakterien sogar effektiver eliminieren als klassische Kavitätendesinfektionspräparate. Trotz der vielen Möglichkeiten ist eine absolut keimfreie Kavität nicht möglich (Liebaug et al., 2013).

### 1.3.2 MMP-Inhibitoren

2004 belegten Pashley et al. erstmalig mit ihrer Studie einen Weg zur Inhibition der MMPs, um die Hybridschicht auf lange Sicht zu stabilisieren. Das Ätzen mit 37%iger Phosphorsäure hemmte die Wirkung der Kollagenasen um 65% und vor allem der Einsatz von 0,2%iger Chlorhexidindigluconatlösung bei Anwendung für 60 Sekunden um annähernd 100% (Pashley et al., 2004). Daraufhin folgten viele weitere Studien zur MMP-Hemmung (Wennberg, 2015).

Kathepsine, MMP 2, MMP 3, MMP 8, MMP 9 und MMP 20, die zu den Endoproteasen gehören, finden sich im demineralisierten Dentin. Nach der Aktivierung mit Phosphorsäure erfolgt die Hydrolyse der unvollständig imprägnierten Kollagenfibrillen, was zur Schwächung der Hybridschicht führt (Pashley et al., 2004; Zhang und Kern, 2009; Tersariol et al., 2010). Die Überätzung hat zur Folge, dass die Monomere nicht die tieferen Demineralisationsschichten erreichen, wodurch die Kollagenmatrix ungehindert zersetzt werden kann (Frankenberger und Blunck, 2013). Da die isolierte Entfernung der endogen gebundenen MMPs nicht umsetzbar ist, müssen die MMPs durch Inhibitoren deaktiviert werden (De Munck et al., 2009). Um die MMPs in ihrer Aktivität zu hemmen, werden verschiedene spezifische und unspezifische Mittel eingesetzt.

Beispielsweise enthält der Gluma Desensitizer 5-10% Glutaraldehyd und kann durch Cross-Linking der Kollagenfibrillen die enzymatische Wirkung der MMPs im säuregeätzten Dentin inhibieren (Cheung et al., 1990). Eine aktuelle Studie von Davallo et al. zeigte, dass Gluma und die Kombination von Gluma und CHX besser auf die Festigkeit und die Integrität der Adhäsivbindung wirkt als CHX allein (Davallo et al., 2020). Pashley et al. beschrieb 2011 ebenfalls, dass das Lösungsmittel Ethanol in Primern MMPs denaturieren kann (Pashley et al., 2011). CHX ist in der Literatur am besten beschrieben und zeigt eine effektive Wirkung (Carrilho et al., 2007b; De Munck et al., 2009; Zhang und Kern, 2009; Tersariol et al., 2010;

Osorio et al., 2011a; Zalikowski, 2015). Als weitere MMP-Inhibitoren wurden EDTA (Tay et al., 2006), Galardin (Breschi et al., 2010a), SB-3CT (De Munck et al., 2009), Polyvinylphosphonsäure (Tezvergil-Mutluay et al., 2010b), quaternäre Ammoniummethacrylate (Tezvergil-Mutluay et al., 2011a), Riboflavin in Kombination mit UVA (Cova et al., 2011) und Doxycyclin (Osorio et al., 2011b) untersucht (Wennberg, 2015). Thompson et al. bewiesen 2012 in ihrer Studie, dass bei 17 %igem EDTA und einer Applikationszeit von ein bis zwei Minuten die MMP-Wirkung gehemmt werden konnte. Dieser positive Effekt reduziert beispielsweise den Abbau der Hybridschicht nach Bondingverfahren im Wurzelkanal. EDTA ist zwar ein ausgezeichneter MMP-Inhibitor, aber die Säure ist so hydrophil, dass sie leicht abgespült werden kann (Thompson et al., 2012). Im Vergleich dazu bindet CHX signifikant besser an demineralisiertem als an mineralisiertem Dentin (Kim et al., 2010). Zusätzlich wird davon ausgegangen, dass die MMP-Hemmung länger als bei EDTA anhält. Da EDTA und CHX nicht antagonistisch wirken, können sie kombiniert eingesetzt werden (Thompson et al., 2012).

CHX führt durch eine primäre Schädigung der Zellwand der Erreger zu einer erhöhten Durchlässigkeit, wodurch die Zytoplasmamembran zu Schaden kommt. Es ist durch sein breites Wirkungsspektrum sowohl gegen grampositive als auch gegen gramnegative Bakterien einsetzbar (De Castro et al., 2003). Sogar beim Kariesprotagonisten *Streptokokkus mutans* hat es hinsichtlich der Keimanzahl eine reduzierende Wirkung (Meiers und Shook, 1996) und in der Parodontologie wird CHX seit vielen Jahren zur MMP-Inhibition eingesetzt (Gendron et al., 1999).

In vielen Studien wurde untersucht, ob eine Beimengung von CHX in Konditionierungsmittel bzw. dem Primer oder eine separate CHX-Spülung das Zusammenspiel zwischen Kollagen und dem Monomer durch die MMP-Inhibition langfristig positiv beeinflussen kann (Breschi et al., 2008, 2009; De Munck et al., 2009; Stanislawczuk et al., 2009; Breschi et al., 2010b). Unter anderem wurde CHX als desinfizierender Primer nach der Phosphorsäureätzung und vor dem Haftvermittlersystem aufgetragen. Es wird nach der Anwendung nicht abgespült und verbleibt in der Kavität. CHX verändert die dreidimensionale Struktur der MMPs und entzieht die für ihre Aktivität notwendigen Metallionen (Moon et al., 2010; Osorio et al., 2011a). Die Effektivität beruht auf seiner hohen Substantivität (Carrilho et al., 2010). Durch die kationische Ladung hat Chlorhexidin eine starke Affinität zur anionischen Zahnoberfläche und kann so über die Applikationszeit hinaus seine antimikrobielle Eigenschaften und Wirkung entfalten (Perdigao et al., 1994; Çelik, 2009). Verschiedene Konzentrationen werden als reine wässrige Lösungen angewendet, so sind in der Literatur beschrieben und empfohlen: 0,1 % (Gängler, 1987; Ernst et al., 1999), 0,2 % (Emilson und Bergenholtz 1993), 2 % (Gurgan et al., 1999; El-Housseiny und Jamjoum, 2000) und 4 % (Gwinnett, 1992a). CHX ist leicht mit

beispielsweise einem Schaumstoffpellet anzuwenden und wird nach der Einwirkzeit verblasen, aber nicht abgespült. Die Inhaltsstoffe des Adhäsivsystems wie Alkohol oder HEMA haben keinen Einfluss auf die Wirkung von CHX (Kim et al., 2010). Die Anwendung von CHX als desinfizierender Primer zur Stabilisierung der Kollagenmatrix hat sich wegen seiner breiten Verfügbarkeit als Mundspüllösung und Kavitätendesinfektionsmittel als äußerst praktikabel erwiesen (Wennberg, 2015). Trotzdem wird vermutet, dass andere spezifische MMP-Inhibitoren mit niedrigeren Konzentrationen genauso oder noch wirksamere hemmende Eigenschaften ausüben als CHX (Breschi et al., 2010b).

Eine Integration von den synthetischen Inhibitoren Batimastat und Galardin in den Primern führte zu geringeren oder ähnlichen Haftwerten wie bei vergleichbaren Primern (Almahdy et al., 2012)

Breschi et al. (2010a) untersuchten in ihrer Studie die Wirkung von Galardin als weitere Möglichkeit zur MMP Hemmung. Galardin ist ein synthetischer Inhibitor und zeigt eine vollständige Hemmung von MMP-2 und MMP-9. Dabei hat der Einsatz von Galardin die Haftfestigkeit unmittelbar nach der Anwendung wenig beeinflusst, jedoch wurde nach einem Jahr deutlich, dass der Verlust der Haftfestigkeit im Gegensatz zur Kontrollgruppe verringert war. Es verlangsamt den Abbau des Kollagengeflechtes, kann ihn aber nicht vollständig vermeiden. Die Analogie der Hemmung von 0,2 mM Galardin gegenüber höheren Konzentrationen von 2,2 mM (0,2%) bzw. von 22 mM (2%) CHX in der zymographischen Analyse begründet die Vermutung, dass spezifische Inhibitoren bei niedrigeren Konzentrationen den gleichen hemmenden Effekt ausüben wie CHX. Dabei kann die Konzentration von Galardin 10-100 fach niedriger sein, um die Proteolyse genauso gut zu bremsen wie CHX (Breschi et al., 2010a; Tezvergil-Mutluay et al., 2013).

Als weiteren wirksamen Inhibitor untersuchten Tezvergil-Mutluay et al. 2010 die Polyvinylphosphonsäure (PVPA) und 2011 die inhibitorische Wirkung von quaternären Ammoniummethacrylaten (QAMs) wie beispielsweise MDPB. Die Wirkung der QAMs beruht auf einer Blockierung von angrenzenden Kollagenpeptiden, was in der Behinderung der Wirkung der MMPs resultiert. Jedoch waren höhere Konzentrationen nötig, um ähnliche Effekte wie bei CHX zu erzielen (Tezvergil-Mutluay et al., 2010b; 2011a).

Die Anwendung von Zink im Übermaß über drei Wochen führt zur signifikanten Inhibition des Abbaus des Kollagengeflechtes und Doxycyclin führt annähernd zur gesamten Verhinderung der Hydrolyse (Osorio et al., 2011b). Die kombinierte Anwendung von Riboflavin als Bestandteil des Primers und UVA im Bereich von 315-380 nm induziert eine Kollagenvernetzung. Die positiven Effekte sind eine erhöhte initiale Haftung, die Stabilisierung der Hybridschicht und die Inhibition der MMPs (Wollensak et al., 2003; Cova et al., 2011; Wennberg, 2015).

### 1.3.3 Self-Etch-Adhäsive

In den beiden folgenden Abschnitten soll der Zusammenhang der MMP-Hemmung bei unterschiedlichen Adhäsiven sowie zusätzlich die inhibierende Wirksamkeit von CHX und EDTA genauer betrachtet werden. Nicht nur im koronalen sondern auch im radikulären Anteil des Dentins sind MMPs vorzufinden. Die Self-Etch-Systeme sind weniger techniksensibel, zeitsparend und einfacher in der Anwendung gegenüber den Etch-and-Rinse-Systemen, jedoch sind sie oft im Bezug auf den Haftverbund, Randqualität und Langzeitstabilität nicht gleichwertig (Inoue et al., 2001; Van Meerbeek et al., 2003a). Durch das simultane Ätzen und Infiltrieren des Monomers soll der Anteil an freiem Kollagen am Boden der Hybridschicht geringer sein. Trotzdem kommt es auch bei verschiedenen selbstkonditionierenden Systemen zum Nanoleakage (Carvalho et al., 2005). Zusätzlich sind in den Self-Etch-Systemen mehr hydrophile Monomere enthalten, wodurch die Hybridschicht permeabler für Wasser ist und die Monomere vermehrt ausgewaschen werden können (Breschi et al., 2008; Liu et al., 2011). Ob selbstkonditionierende Systeme die MMP-Aktivität sogar steigern können, wird in der Literatur nicht eindeutig beantwortet (Nishitani et al., 2006; De Munck et al., 2009; Lehmann et al., 2009; De Munck et al., 2010; Liu et al., 2011; Zhou et al., 2011).

In der Studie von Tay et al. 2006 wurden die MMPs durch zwei milde Self-Etch-Adhäsive bei der Konditionierung in ihre aktive Form umgewandelt, was einen negativen Einfluss auf die Dauerhaftigkeit von adhäsiven Wurzelfüllungen und Stiftsystemen haben könnte. Der Abbau der Kollagenmatrix konnte durch die Anwendung von 2 %igem CHX und 17 %igem EDTA signifikant gehemmt werden, wobei sich allerdings CHX bzgl. der Hemmung als wirksamer erwies als EDTA (Tay et al., 2006).

Um zu untersuchen, ob das Einfügen von Chlorhexidin in einem Two-Step-Self-Etch-Adhäsiv die Dentinhaftung stabil halten könnte, wurde von Zhou et al. (2009) eine In-vitro-Studie durchgeführt. Die Autoren untersuchten in ihrer Studie die Möglichkeit CHX in ein Two-Step-Self-Etch-Adhäsiv zu integrieren, was die Stabilität der Dentinadhäsion positiv beeinflussen sollte. Dabei wurde 20%ige Chlorhexidingluconatlösung in verschiedenen Mengenanteilen zum Primer des Clearfil SE Bond dazugegeben. In der Auswertung zeigte sich, dass die initialen Haftwerte nach 24 Stunden durch CHX nicht beeinträchtigt wurden, jedoch nach zwölf Monaten blieben die Haftwerte bei den CHX-Konzentrationen 0,1%, 0,5% und 1,0% konstant und die Kontrollgruppen zeigten eine signifikante Reduktion. Die Proben mit der Anwendung von 0,05%igen CHX wiesen analoge Haftwerte wie die Kontrollgruppe auf (Zhou et al., 2009). Als kritisch zu betrachten ist, dass nur ein Adhäsivsystem untersucht wurde und dadurch nicht eindeutig abzuleiten ist, ob die Kombination mit anderen Two-Step-Self-Etch-Adhäsiven, die unterschiedliche Inhaltsstoffe

vereinen, genauso effektiv ist. Der Vorteil der Integration von CHX in das Adhäsivsystem liegt in der Zeitersparnis, der Vereinfachung der Handhabung und einer geringeren Techniksensitivität (Wennberg, 2015). Trotzdem müssen einige Vorbehalte erwähnt werden. Der MMP-Inhibitor könnte entweder die Haftung des Adhäsivs beeinträchtigen, die polymerisierte Hybridschicht entkräften oder die freien Calcium-Ionen, die durch die milden Säuren freigesetzt werden, wirken sich negativ auf die MMP-Hemmung aus (Zhou et al., 2009). Studien zeigen, dass Säuremonomere die Fähigkeit besitzen, Calciumsalze zu bilden (Ikemura et al., 2003; Bayle et al., 2007), wodurch die Anzahl von ionisiertem freien Calcium in der Hybridschicht von SE Bond Primer Adhäsiven reduziert wird (Zhou et al., 2009). Bei der Anwendung des Self-Etch-Adhäsivs Clearfil Tri S Bond wurde nach Zugabe von 2% CHX nach sechs Monaten die Abnahme der Mikrozugfestigkeit zur jeweiligen Kontrollgruppe am deutlichsten reduziert, wobei eine Konzentration von 0,2% nicht zu einem Verlust bei den Mikrozugfestigkeiten führte (Campos et al., 2009). In einer Untersuchung von De Munck et al. 2009 über 12 Monate wurde 0,05% CHX in einen selbststützenden Primer integriert und das Ergebnis zeigte, dass die Abnahme des Haftverbundes nicht verhindert werden konnte (De Munck et al., 2009). Liu et al. wiesen nach, dass die Integration die Eigenschaften des Haftvermittlers beeinflussen und die Haftwerte sogar verschlechtern kann (Liu et al., 2011). Folglich ist hier keine eindeutige Aussage anhand der Studien möglich, ob CHX sich positiv auf die Haftung bei Self-Etch-Adhäsiven auswirkt.

#### 1.3.4 Etch-and-Rinse-Adhäsive

Beim Säure-Ätz-System wird das Kollagengeflecht durch die Demineralisation freigelegt und der darauffolgende Haftvermittler sollte dann möglichst dieses Geflecht komplett infiltrieren (Breschi et al., 2008; Tersariol et al., 2010). Das dort enthaltende Wasser und der Diffusionsgradient führen dazu, dass es nie zu dem idealen Zustand der kompletten Infiltration mit dem Adhäsivsystem kommt. Damit ist das freie Kollagen am Boden der Hybridschicht der Angriffsort für den Abbau der endogenen MMPs (Strobel und Hellwig, 2015). Während es viele In-Vitro-Studien zu CHX als MMP-Inhibitor gibt, untersuchten Carrilho et al. 2007 12 Personen mit jeweils zwei nicht kariösen, kontralateralen dritten Molaren, die zur Extraktion vorgesehen waren. Ein Weisheitszahn wurde für 15 Sekunden mit 35 %iger Phosphorsäure geätzt und danach wurde Single Bond ein Two-Step-Etch-and-Rinse-Adhäsiv sowie der Clearfil Protect Liner appliziert. Der kontralaterale Molar wurde im Vergleich zur Kontrollgruppe zusätzlich mit 2%igem CHX für 60 Sekunden behandelt. Anschließend wurden bei drei Probanden die dritten Molaren sofort extrahiert und bei den



übrigen 14 Monate später. Die folgenden Messungen ergaben, dass die Haftung bei den direkt extrahierten Zähnen durch CHX im Vergleich zur Kontrollgruppe nicht verbessert wurde. Jedoch blieben die Haftwerte, der CHX behandelten Zähne nach 14 Monaten konstant, während die Kontrollgruppe signifikante Verluste verzeichnete. Die folgende Betrachtung mit dem Transmissionselektronenmikroskop zeigte, dass in den 14 Monaten die Hybridschicht in der Kontrollgruppe abgebaut wurde, nicht jedoch bei den unmittelbar extrahierten Molaren und bei der mit CHX behandelten Gruppe. Das war der erste Beleg dafür, dass die Hybridschicht über einen Zeitraum von 14 Monaten bei Etch-and-Rinse-Adhäsiven durch CHX stabilisiert werden kann (Carrilho et al., 2007b).

Auch andere In-Vivo Studien belegten, dass über Monate hinweg der Haftverbund bei Total-Etch-Adhäsiven durch CHX stabilisiert wurde (Hebling et al., 2005; Brackett et al., 2007).

Die In-Vitro-Studie von Erhardt et al. 2008 bezog kariöses und gesundes Dentin für die Untersuchung von CHX und EDTA auf die Mikrozugfestigkeiten bei Etch-and-Rinse-Adhäsiven mit ein. Dabei wurden die Proben mit 35%iger Phosphorsäure, 0,1 M EDTA oder 35%iger Phosphorsäure und anschließender 5%iger CHX-Lösung vorbehandelt. Die Ergebnisse der Mikrozugfestigkeiten unterschieden sich nach 24 Stunden bei den drei verschiedenen Applikationsverfahren kaum. Als Schlussfolgerung empfahlen die Autoren bei kariösem Dentin EDTA oder Phosphorsäure und CHX zusammen zum Konditionieren als Alternativmöglichkeit zur isolierten Phosphorsäureätzung, da es durch die MMP-Inhibitoren zu keiner Beeinträchtigung der Mikrozugfestigkeiten kommt (Erhardt et al. 2008).

Die Studie, in der die inhibitorische Wirkung von CHX über die längste Zeitspanne beobachtet wurde, ist von Breschi et al. (2010b) durchgeführt worden. Dabei wurde nach der Applikation eines Two-Step-Etch-and-Rinse-Adhäsivs eine erhöhte Aktivität von der Gelatinase A (MMP-2) festgestellt. Bei den mit CHX zusätzlich behandelten Proben war keine kollagenolytische Wirkung von MMP 2 zu verzeichnen. Die Analyse nach zwei Jahren zeigte signifikant höhere Haftfestigkeiten und einen besseren Zustand der Hybridschicht mit kaum auftretendem Nanoleakage im Vergleich zur Kontrollgruppe. Dabei ist zu beachten, dass CHX als separate Lösung verwendet und nicht in den Primer integriert wurde und eine hohe Konzentration von 2% zum Einsatz kam (Breschi et al., 2010b).

Im Ergebnis vieler Studien bleibt festzuhalten, dass CHX sich auf die Langzeitstabilität der Integrität der Hybridschicht positiv auswirkt, während nach 24 Stunden oftmals noch kein Effekt auf die Mikrozugfestigkeiten im Vergleich zur Kontrollgruppe deutlich wird (Pilo et al., 2001; Say et al. 2004; Carrilho et al., 2007a; Campos et al., 2009).

Um sich einen zusätzlichen Applikationsschritt zu ersparen und die Anwendung zu vereinfachen, integrierten die Untersucher verschiedener Studien CHX in die Phosphorsäure oder den Haftvermittler (Stanislawczuk et al., 2009; Moon et al., 2010; Zhou et al., 2011).

Stanislawczuk et al. mischten 2009 in ihrer Studie 37% Phosphorsäure mit 2% CHX. Die Ergebnisse dieser In-vitro-Untersuchung ähneln denen, bei denen CHX als zusätzlicher Applikationsschritt angewendet wurde. Die Langzeitbetrachtung zeigte, dass nach sechs Monaten die Hybridschicht im Gegensatz zur Kontrollgruppe ohne CHX-Anwendung stabil blieb (Stanislawczuk et al., 2009). Die praktische Anwendung findet sich auf dem amerikanischen Markt, wo Phosphorsäure mit dem synthetischen MMP-Inhibitor Benzalkoniumchlorid angeboten wird (Tezvergil-Mutluay et al., 2011b; Strobel und Hellwig, 2015).

Der Unterschied von Self-Etch und Etch-and-Rinse-Adhäsiven bzgl. der Aktivierung von MMPs wird in unterschiedlichen Studien deutlich. In einer In-vitro-Studie wurde in den Primer von Optibond FL (Three-Step-Etch-and-Rinse) und Clearfil SE Bond (Two-Step-Self-Etch), die als „Goldstandard“ ihrer entsprechenden Kategorie gelten, jeweils CHX als unspezifischer Inhibitor und SB-3-CT als spezifischer MMP2/MMP9-Inhibitor integriert (De Munck et al., 2009). Nach der Applikation des Three-Step-Etch-and-Rinse-Systems Optibond FL wurde die Gelatinase A aktiviert bei dem Two-Step-Self-Etch-System Clearfil SE Bond jedoch nicht. Als Ursache vermuteten die Autoren die mildere Konditionierung durch das Self-Etch-System mit einer geringeren Demineralisierung und schlussfolgerten, dass die endogenen MMPs nur bei Etch-and-Rinse-Systemen zur Kollagenolyse führen (De Munck et al., 2009). Allerdings widerspricht die Studie von Mazzoni et al. 2013 dieser Auffassung, indem gezeigt wurde, dass bei Etch-and-Rinse- und Self-Etch-Adhäsiven eine MMP-Aktivität zu verzeichnen war. Generell wurde allerdings eine höhere Aktivität bei den Etch-and-Rinse-Adhäsiven beobachtet (Mazzoni et al., 2013).

#### 1.4 Wurzelkanaldesinfektion und Dentinadhäsion

Während die mechanische Aufbereitung des Wurzelkanalsystems für die Erweiterung und Formgebung wichtig ist, führt die zusätzliche chemische Reinigung mit antibakteriellen und gewebeauflösenden Spüllösungen zur Auflösung von organischen und anorganischen Kanalinhalt, zu einer Desinfektion sowie zum Ausschwemmen bzw. Abtransport von organischen Debris. Gleichzeitig wird die Gleitfähigkeit der Wurzelkanalinstrumente erhöht (Schilder, 1974; Baratto-Filho et al., 2004; Haapasalo et al., 2005). Bei der Instrumentierung entsteht auch in Wurzelkanälen eine aus Bakterien, Wasser, Dentinabrieb und pulpalen Geweberesten bestehende Schmierschicht (Sen et al., 1995; Hickel, 2001). Diese zähe dickflüssige Schicht wurde 1975 von McComb erstmals erwähnt (McComb und Smith, 1975) und führt zu einem Verschluss der Dentintubuli, wodurch medikamentöse Einlagen

nicht in der Tiefe wirken können. Auch der Sealer und das Füllmaterial können in der Folge zu den Tubuli keinen stabilen Verbund eingehen. Mit Hilfe der chemischen Spülung und Anwendung unterschiedlicher Lösungen soll deshalb die Smear Layer gelöst werden (Karagöz-Küçükay und Bayirli, 1994; Takeda et al., 1999; Di Lenarda et al., 2000; Khademi und Feizianfard, 2004). Als Voraussetzung für eine erfolgreiche bis in die Tiefe gehende Wurzelkanalspülung gilt eine Aufbereitungsgröße von mindestens ISO 35 bis 40. Nur so kann die Spülkanüle weit in das Kanalsystem eingeführt werden und die Lösung auch im apikalen Anteil effektiv wirken. Hoher Druck und das Festklemmen der Spülkanüle sollten bei der Anwendung vermieden werden, um die periapikale Region vor dem Überpressen und einer folgenden Gewebedestruktion zu schützen. Zusätzlich positiv auf die Effektivität der Aufbereitung wirken sich der Einsatz von Ultraschallaktivierung sowie eine längere Spülzeit aus (Cunningham et al., 1982; Spratt et al., 2001). Die ultraschallaktivierte Spülung erwärmt die Spülflüssigkeit, beschleunigt den Flüssigkeitsaustausch und transportiert das Spülmittel wirkungsvoll bis zum Apex. Die gewebsauflösende Wirkung von NaOCl wird erhöht und die Reinigungswirkung der Spülflüssigkeiten an den Wurzelkanalwänden verstärkt sich. Zudem ist eine signifikante Steigerung des antibakteriellen Effektes im Vergleich zur manuellen Spülung mittels Spritze oder Kanüle zu verzeichnen (Spoleti et al., 2003; Weber et al., 2003).

In der Literatur wird die kombinierte Anwendung verschiedener Spüllösungen im Wechsel empfohlen. Diese sollten zusätzlich zu den schon beschriebenen Eigenschaften Endotoxine deaktivieren, ein geringes allergenes Potential und eine gute Biokompatibilität gegenüber dem vitalen Gewebe besitzen. Organische Spülflüssigkeiten wie NaOCl als auch anorganische wie EDTA haben gleichermaßen ihre Bedeutung zur erfolgreichen chemo-mechanischen Aufbereitung. Dabei gilt es zwischen denen zu unterscheiden, die die Smear layer entfernen und denen, die sie nur zersetzen (McComb und Smith, 1975; Baumgartner et al., 1984; Karagöz-Küçükay und Bayirli, 1994; Şen et al., 1995).

Natriumhypochlorit (NaOCl) gilt als Standardmedium, da es viele der aufgeführten Anforderungen erfüllt. Jedoch wird eine zweite Spülflüssigkeit wie EDTA benötigt, um die fehlenden Eigenschaften auszugleichen (Schlichting, 2019). Im Folgenden sollen diese beiden Spüllösungen etwas genauer betrachtet werden.

Das bleichende und desinfizierend wirkende Natriumhypochlorit ist weltweit die am meisten verbreitete und angewendete Spüllösung. In Konzentrationsbereichen von 1 bis 5,25% ist es schon seit Jahren das Mittel der Wahl zur Desinfektion des Wurzelkanals (Clegg et al., 2006; Caron et al., 2010; Yuan und Yang, 2018). Natriumhypochlorit ist das Natriumsalz der hypochlorigen Säure (HOCl) und liegt im pH-Bereich zwischen 12 bis 13. In Wasser dissoziiert NaOCl zu hypochloriger Säure (HOCl) und Hypochloritionen ( $\text{OCl}^-$ ). Die Wirkung beruht auf der Chlorierung funktioneller Gruppen und Oxidation von

Sulfhydrylgruppen bei Proteinen. Die Chloraminbildung führt zum Proteinzerfall und die Bakterienhülle wird durch die Peroxidation der Membranlipide durch die Hypochloritionen zerstört. Natriumhypochlorit erweist sich als effizient in der Auflösung des nekrotischen und vitalen Gewebes und ist in der Lage, die organischen Anteile der Smear Layer aufzulösen (Buttler und Crawford, 1982; Yamada et al., 1983; Andersen et al., 1992; Haapasalo et al., 2005). Ein hochvolumiger Einsatz von mindestens 10 ml pro Wurzelkanal wird empfohlen. Mit zunehmender Konzentration steigt jedoch die Gewebstoxizität, die Gefahr der Auflösung von gesundem Dentin und der Schädigung von periradikulärem Gewebe. Angaben für eine genaue Einwirkzeit werden bis heute unterschiedlich diskutiert. Weitere Nachteile sind, dass es korrosiv auf endodontische Instrumente wirkt und als Abschlusspüllösung kann es die Haftung von Sealern an der Wurzelkanalwand negativ beeinflussen (Schlichting, 2019).

Trotz der zentralen Stellung von NaOCl in der endodontischen Therapie kann es die Schmierschichtbildung während der Aufbereitung nicht verhindern, da es anorganische Bestandteile nicht auflösen kann (Lester und Boyde, 1977).

Stärkere Kalzifikationen des Dentins erschweren immer wieder die vollständige Instrumentierung des Wurzelkanalsystems. Deshalb werden demineralisierende Agenzien wie Ethylendiamin-Tetraacetat (EDTA) zusätzlich eingesetzt (Nygaard Östby, 1957). Ethylendiamin-Tetraessigsäure ist ein großmolekularer Komplexbildner und Chelat. Chelatoren binden Calciumionen selektiv aus der anorganischen Komponente des Dentins, reduzieren somit die Härte des Dentins und lösen die Schmierschicht auf (Haapasalo et al., 2005). Das Spülen mit einer 17%igen Lösung für eine Minute löst bereits die Smear Layer effektiv auf und reduziert u.a. die Gefahr der Instrumentenfraktur (Gambarini und Laszkiewicz, 2002; Mayer et al., 2002). Daneben sind diese Eigenschaften besonders hilfreich, um antimikrobielle Agenzien wie NaOCl tief in den Dentintubuli wirken zu lassen. Eine zu lange Wirkungszeit kann sich jedoch durch intratubuläre Erosionen des Dentins wiederum negativ auswirken (Calt und Serper, 1999). Weiterhin spielt EDTA eine wichtige Rolle bei der Elimination des Biofilms (Gulabivala et al., 2005) und wirkt gegen Fungi wie *Candida albicans* (Tartari et al., 2013). Die Kombination mit NaOCl steigert die Effizienz der Spülungen bei der chemo-mechanischen Aufbereitung der Wurzelkanäle (Haapasalo et al., 2005). Jedoch besteht eine starke Wechselwirkung zwischen NaOCl und EDTA mit der Inaktivierung von NaOCl, sodass eine Zwischenspülung empfohlen wird (Baumgartner und Ibay, 1987). Die Wechselfpülung sollte dabei mit der NaOCl-Lösung enden (Hülsmann et al., 2003).

Für den adhäsiven Haftverbund liegen im Wurzelkanal grundsätzlich ungünstigere Voraussetzungen vor. Dazu zählen: eine erschwerte Sicht- und Feuchtigkeitskontrolle,

Zement- und Dentinablagerungen, Rückstände der Smear Layer sowie eine erschwerte Applikation der entsprechen Materialien (Mjör et al., 2001; Serafino et al., 2004). Die Anwendung ist sehr techniksensitiv und allein die Applikation der Dentinadhäsive über spezielle Microbrushes gestaltet sich als äußerst schwierig (Kaiser et al., 2017). Die Kunststoffzapfen, auch „resin tags“ genannt, sind im apikalen Drittel kürzer und unregelmäßiger als im mittleren und zervikalen Drittel des Wurzelkanaldentins (Ferrari et al., 2002; Vichi et al., 2002). Studien zeigten, dass die Haftung von den koronalen zu den apikalen Anteilen abnahm, weil u.a. die Dentintubuli im Wurzelkollagen weniger dicht sind als im Kronenteil. Dadurch können sich weniger Kunststoffzapfen bilden, die die Adhäsion unterstützen (Mjör et al., 2001; Bouillaguet et al., 2003; Wang et al., 2008). Die Bildung und Stabilität der Hybridschicht, ist aus diesen Gründen im apikalen Wurzelbereich umso wichtiger (Ferrari und Mannocci, 2000). Zusätzlich treten Adhäsionsverluste aufgrund des hohen „Configuration factor“ (C-Faktor) auf. Dieser Faktor spiegelt das Verhältnis von gebundener zu ungebundener Materialfläche wieder und beschreibt die Schrumpfung des Materials bei der Polymerisation. Der C-Faktor im Wurzelkanal ist deutlich höher als bei einer konservativen Füllungstherapie aufgrund des hohen Anteils an gebundener Oberfläche. Die Schrumpfkraft haben Adhäsionsverluste und Randspaltbildungen zur Folge (Bouillaguet et al., 2003; Tay et al., 2005; Kaiser et al., 2017). Das Sekundärdentin und die Gewebeablagerungen schränken in den dentintubulialen Abschnitten im apikalen Wurzelbereich im Vergleich zum koronalen Dentin die Penetrationsfähigkeit von Dentinadhäsiven ein, was die Haftung zusätzlich negativ beeinflussen kann (Mjör et al., 2001). Andere Untersuchungen sehen allerdings keinen signifikanten Zusammenhang zwischen der Lokalisation innerhalb des Wurzelkanals und den Haftwerten (Goracci et al., 2004; Foxton et al., 2005; Zicari et al., 2008; Rother, 2016). In einer In vitro-Untersuchung von Mannocci et al. im Jahr 2001 wurden sogar Haftwerte im Wurzelkollagen ermittelt, die nur geringfügig unter denen des koronalen Dentins lagen (Mannocci et al., 2001; Schwartz, 2006). Dieser Hypothese widersprechen die Ergebnisse verschiedener anderer Studien zu diesem Themengebiet und zeigen, dass die gemessenen Haftwerte für das Wurzelkollagen grundsätzlich niedriger sind als im koronalen Dentin (Goracci et al., 2004; Zicari et al., 2008).

### 1.5 Konditionierung der Oberfläche durch Strahlgeräte

Strahlgeräte werden in den verschiedenen Fachbereichen der Zahnmedizin eingesetzt. So kommen sie bei minimalinvasiven Präparationen, zur Kavitätenreinigung und bei Reparaturen zum Einsatz. Aber auch in der Prophylaxe und Parodontitistherapie haben sie ihren Stellenwert (Ernst, 2010). Vor über 60 Jahren wurden die Luft-Pulver-Wasser-

Strahlgeräte (LPW) erstmals zur Kavitätenpräparation mit sehr abrasiven Korund- und Siliziumkristallen eingesetzt (Staehe, 2014). Zur Reparatur von Amalgam- und Kunststoff-Füllungen ist heute Aluminiumoxid (Prep Start, KCP) zur Vorbereitung der Oberfläche das Mittel der Wahl (Foitzik und Attin, 2004; Ernst, 2010). Die Studienlage ist nicht eindeutig, was die Auswirkungen von Aluminiumoxid auf den Haftverbund angeht. Einige stellen einen positiven Effekt auf den Haftverbund dar (Ahid et al., 2004; Chaiyabutr und Kois, 2008) oder zeigen, dass es zumindest keine negativen Auswirkungen gibt (Chaves et al., 2002; Onisor et al., 2007). Andere wiederum zeigen einen negativen Effekt (Abate et al., 2001) oder keinen negativen Effekt, wenn anschließend mit Phosphorsäure konditioniert wird (Burnett et al., 2001; Van Meerbeek et al., 2003b; Geitel et al., 2004). Deswegen wird empfohlen, die Vor- und Nachteile vor dem Einsatz des Aluminiumoxid-Strahlgerätes entsprechend der Indikation abzuwägen (Ernst, 2010).

Siliziumoxid (CoJet) wird bei Komposit-, Metall- und Keramikreparaturen eingesetzt (Foitzik und Attin, 2004). Jedoch ist bei der Anwendung darauf zu achten, dass das Dentin geschützt wird, da es sonst zur Reduktion der Haftung der angewandten Adhäsivsysteme kommt (Onisor et al., 2007). Für die Gesamtkavität kann Aluminiumoxid als Alternativlösung verwendet werden, um das Dentin zu schonen und die Haftkraft nicht negativ zu beeinflussen (Ernst, 2010).

Zur Entfernung des Biofilms, von Verfärbungen, Zementresten sowie zur Kavitätenreinigung werden die Luft-Pulver-Wasser-Strahlgeräte (LPW), auch Prophy-Strahler genannt, seit den 80iger Jahren eingesetzt. Anfängliche Studien beschrieben die Wirkung von Natriumbicarbonat bei der prophylaktischen Reinigung der Zahnoberfläche mit einer Korngröße von 250 µm (Atkinson et al., 1984; Berkstein et al., 1987; Staehe, 2013). Durch seine basische Wirkung reduziert es aber die Haftwerte bis auf die Hälfte. Zusätzlich wird die Adhäsion der Haftvermittler aufgrund der Zunahme der Dicke der Schmierschicht erschwert (Nishimura et al., 2005). 2003 wurde durch die weniger abrasive Alpha-Aminosäure Glycin mit einer Korngröße von ca. 60 µm der Anwendungsbereich der Luft-Pulver-Wasser-Strahlgeräte auf den subgingivalen Bereich und das Dentin ausgedehnt (Petersilka et al., 2003). Als nicht essentielle Aminosäure kann Glycin vom Körper synthetisiert werden und ist Baustein vieler am Stoffwechsel beteiligter Proteine. Es ist in vielen Lebensmitteln enthalten und kann vom Körper selbst abgebaut werden. Somit gilt das Glycin-Strahlmittel als nicht allergen und toxikologisch unbedenklich. Verschiedene Studien zeigten, dass Glycin-Pulver effektiv und gleichzeitig substanzschonend bei der Biofilmentfernung ist (Flemmig et al., 2012; Staehe, 2014). Die Bearbeitung der Zahnoberfläche mit Natriumbicarbonat-Pulver führt zu einer erhöhten Rauigkeit im Vergleich zum Glycin-Pulver. Eine Studie von Tada et al. verdeutlicht sogar, dass durch die Anwendung von Natriumbicarbonat-Pulver sich signifikant mehr Mutans-Streptokokken an

die Oberfläche anlagern als bei anderen Mitteln. Die reduzierte Anlagerung der Bakterien bei einer mit Glycin-Pulver gereinigten Oberfläche wird mit der niedrigeren freien Oberflächenenergie begründet (Tada et al., 2014). Eine aktuelle Untersuchung kam zu dem Ergebnis, dass signifikant niedrigere Scherhaftfestigkeiten bei der Anwendung von Glycin und Natriumbicarbonat-Pulver auftraten. Gleichzeitig reduzierten sich die oberflächenfreien Energien. Glycin hatte dabei einen geringeren Einfluss auf die Oberflächenparameter als Natriumbicarbonat (Tamura et al., 2017). Die Studie von Frankenberger et al. zeigte, dass das wasserlösliche, farb- und geruchlose Glycin die Haftung von Adhäsivsystemen nicht negativ beeinträchtigt (Frankenberger et al., 2007). Diese Aussage wird ebenfalls von einer Untersuchung untermauert, die verschiedene Reinigungsvorbehandlungsmaßnahmen mit u.a. AIR-FLOW PERIO- und AIR-FLOW Plus -Pulver verglich. Dabei wurde kein signifikanter Zusammenhang bezüglich der Dentinhaftwerte und der Vorbehandlungsmaßnahmen festgestellt (Flury et al., 2017).

## 1.6 Komposit

Der Begriff Komposit leitet sich von dem lateinischen Verb „componere“ ab, was mit „zusammensetzen“ oder „zusammenfügen“ übersetzt wird (Menge, 2006). In der Zahnheilkunde beschreibt er einen zahnfarbenen, plastischen Verbundwerkstoff, der chemisch oder durch Energiezufuhr über eine Polymerisationsreaktion aushärtet (Hellwig et al., 2013). Komposite werden universell für direkte oder indirekte Restaurationen, zum Stumpfaufbau, als Verblendmaterial, Befestigungswerkstoff, zur Fissurenversiegelung oder als provisorische Versorgung in der Prothetik eingesetzt (Liebaug, 2012).

In den 1945iger Jahren wurden bereits lichthärtende Kunststoffe auf PMMA-Basis als Füllungswerkstoff für ästhetische Zahnrestaurationen eingesetzt. Durch die starken Polymerisationsschrumpfungen waren sie nur ungenügend abrasionsbeständig und langfristig stabil (O'Brien, 1997). Daraus resultierte, dass in den 1950iger Jahren zusätzlich Glas, Talkum und unlösliche Salze zur Stärkung dem PMMA zugesetzt wurden (Söderholm, 1993).

### 1.6.1 Aufbau

Komposite bestehen aus einer organischen Matrix, anorganischen Füllkörpern und einer Verbundphase, welche die Beiden miteinander vereint. Zusätzlich sind Initiatoren, Stabilisatoren, Akzeleratoren und Farbstoffe als weitere Bestandteile integriert (Hellwig et al., 2013). Heutzutage sind in der organischen hydrophoben Matrix der verwendeten

Kompositmaterialien Ester der Methacrylsäure mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen enthalten. 1962 beschrieb Richard Bowen die chemische Struktur der organischen Matrix. Er führte das aromatische Monomer Bis-GMA (Bisphenol-A-Diglycidyl-Methacrylat) mit Methacryl-Endgruppen, auch als Bowen-Harz bezeichnet, ein. Es sollte die Matrix für die Füllkörper bilden, um die Schrumpfkraften zu verringern (Schwickerath, 1977). Bis-GMA besitzt eine hohe Viskosität aufgrund seiner beiden Hydroxylgruppen in den Seitenketten, die Wasserstoffbrückenbindungen der einzelnen Monomere untereinander ermöglichen. Zur Verbesserung der Materialeigenschaften werden Verdüner eingesetzt. Niedrig visköse Comonomere wie zum Beispiel das aliphatische Dimethacrylat TEGDMA (Triethylenglycoldimethacrylat) dienen als Verdüner, um die Materialeigenschaften positiv zu beeinflussen (Frankenberger und Blunck, 2013). Zusätzlich ermöglicht die Integration eines Verdünners die Erhöhung des Füllstoffgehaltes im Komposit, was eine Verbesserung der Materialeigenschaften erzielt (Schwickerath, 1977). Ein weiterer Vertreter, der als Basis-Monomer neben Bis-GMA dient, ist das wenig verwendete UDMA (Urethandimethacrylat). Bei UDMA muss nicht zusätzlich ein Verdüner hinzugefügt werden, jedoch ist hier die Polymerisationsschrumpfung erhöht. Die Zugabe von anorganischen Füllstoffen hat einen entscheidenden Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften moderner Kompositmaterialien (Kappert und Eichner, 2008). Dabei können die Nachteile der Monomere wie die Polymerisationsschrumpfung, ein hoher Wärmeausdehnungskoeffizient oder die Quellung durch Wasseraufnahme durch die anorganische Füllstoffe reduziert werden (Rose et al., 1955). Daneben verbessern sich auch die mechanischen Eigenschaften wie die Haftkraft oder die Oberflächenintegrität (Kappert und Eichner, 2008). Der Füllstoffanteil und den Füllertyp prägen am deutlichsten die klinischen Eigenschaften von den Kompositen (Ruyter, 1988). Als Füller kommen unter anderem Quarz, Aluminiumoxid, Boroxid, Zirkoniumoxid und unterschiedliche Silikatgläser zum Einsatz. Glasfüllkörper mit Schwermetallen wirken röntgenopak. Weithin wird Siliciumdioxid (pyogenes SiO<sub>2</sub>) als Füllstoff mit Partikelgrößen zwischen 0,04 und 0,1 µm eingesetzt (Hellwig et al., 2013). Entsprechend der Füllkörpergrößen werden die Komposite in unterschiedliche Gruppen eingeteilt. Dabei differenziert man zwischen Megafüllern (> 100 µm), Makrofüllern (10 – 100 µm), Midifüllern (1 – 10 µm), Minifüllern (0,1 – 1 µm), Mikrofüllern (0,01 – 0,1 µm) und Nanofüllern (0,005 – 0,01 µm) (Kappert und Eichner, 2008). Zudem werden die Hybridkomposite entsprechend der unterschiedlichen Füllkörpergrößen klassifiziert. So gibt es Feinpartikelhybridkomposite, Feinstpartikelhybridkomposite und Submikrometerhybridkomposite. Mit dem Beginn der Einführung der Kompomere und Ormocere fließt auch das Monomersystem zusätzlich bei der Untergliederung mit ein. Eine weitere Einteilung von Kompositen basiert auf der Grundlage der für die Aushärtereaktion wesentlichen funktionellen Gruppe. Hier werden reine Methacrylate, säuremodifizierte Methacrylate und



ringöffnende Epoxide unterschieden (Hickel et al., 2001). Eine glatte und gut zu polierende Füllungs Oberfläche lässt sich am besten mit sehr fein gefüllten Kompositen erzielen (Hervás-García et al., 2006). Um einen Verbund zwischen organischer Matrix und anorganischen Füllstoffen zu erreichen, wird ein Silanisierungsmittel wie 3-Methacryloxypropyltrimethoxysilan eingesetzt. Die Silanisierung ermöglicht die Hydrophobierung des Füllstoffes, was zu einer Erleichterung der Integration der Füllstoffe in die Matrix führt und gleichzeitig verbessert ein höherer Füllstoffanteil die mechanischen Widerstandsfähigkeit (Matinlinna et al., 2004). Durch saure Hydrolyse kann diese Verbindung zerfallen, sodass Füllkörper verloren gehen, was weiterhin ein Problem darstellt.

### 1.6.2 Bulk-Fill-Komposite

Mit Hilfe der Bulk-Fill-Komposite sollte eine Zeitersparnis und Arbeitserleichterung erzielt werden, da die Kavität in einem Block gefüllt wird und das übliche Schichten der Inkremente entfällt. Das Schichten vieler, einzelner Inkremente hält den C-Faktor möglichst gering, was die gebundenen Oberflächen minimiert und den Polymerisationsstress reduziert (Nikolaenko et al., 2004). Eine Schichtdicke der Inkremente von ca. 2 mm soll bei konventionellen Kompositen nicht überschritten werden. Bei Bulk-Fill-Kompositen ist es möglich, aufgrund der hohen Transluzenz bis zu 4 mm dicke Schichten zu polymerisieren und die Polymerisationsschrumpfung gleichzeitig gering zu halten. Der chemische Aufbau ist vergleichbar mit den Mikro- und Nanohybridkompositen (Ilie und Stawarczyk, 2014). Jedoch ist das Farbspektrum reduziert, da vor allem hellere Farben zum Einsatz kommen (Manhart und Hickel, 2014). Auch Bulk-Fill-Komposite werden in niedrig- und hochviskös unterschieden (Hickel, 2012) und entsprechend ihrer Eigenschaften und der Indikation angewandt. Fließfähige Bulk-Fill-Komposite eignen sich sehr gut als Unterfüllungsmaterial und hochviskose können alternativ zu den konventionellen Kompositen verwendet werden. Niedrigvisköse Bulk-Fill-Komposite müssen zusätzlich mit einer 2 mm dicken Deckschicht eines konventionellen Komposits überschichtet werden, da sie weniger abrasionsfest sind und eine geringere mechanische Stabilität vorweisen. Insbesondere bei schwer zugänglichen Mikrokavitäten eignen sie sich besonders (Tauböck und Attin, 2016). Die Aushärtezeit für eine 4 bis 5 mm dicke Schicht sollte 20 bis 30 Sekunden in Kombination mit leistungsstarken Polymerisationslampen mit einer Lichtintensität von ca. 1200 mW/cm<sup>2</sup> betragen (Tarle et al., 2015). Zusätzlich sind die Herstellerangaben in den Gebrauchsinformationen zu beachten, da es je nach Produkt farb- und flächenbezogene Angaben zu den Polymerisationszeiten gibt (Manhart und Hickel, 2014).

## 2 Zielstellung

Ziel der vorliegenden In-Vitro-Untersuchung war es, den Einfluss verschiedener Spüllösungen (CHX, NaOCl, EDTA) auf die Mikrozugfestigkeiten bei Anwendung zwei verschiedener Adhäsivsysteme (Solobond M, Futurabond U VOCO GmbH) in Kombination mit einem Bulk-Fill-Komposit (GrandioSO x-tra Universal VOCO GmbH) zu differenzieren. Zusätzlich sollte der Einfluss der Konditionierung der Dentinoberfläche durch ein Air-Flow-handly 2 Pulversprayhandstück mit einem glycinbasierten Pulver (AIR-FLOW PERIO) nach Ablauf eines Spülprotokolls (NaOCl, EDTA) beurteilt werden.

Grundlage der Studie waren folgende Fragestellungen:

1. Welchen Einfluss haben die unterschiedlichen Spüllösungen auf die Haftwerte und welche haben dabei das Potential als Primer vor dem Adhäsiv angewandt zu werden?
2. Wie unterscheiden sich dabei die Mikrozugfestigkeiten bei der Anwendung von Self-Etch und Etch-and-Rinse-Adhäsiven?
3. Wie wirkt sich ein Endo-Spülprotokoll auf die Dentinhaftung aus?
4. Kann eine Konditionierung der Dentinoberfläche mit einem glycinbasierten Pulver nach Ablauf des Spülprotokolls die Haftung positiv beeinflussen?

Dem gegenüber standen die vier Arbeitshypothesen:

1. Bei CHX ist am ehesten eine Verbesserung der Mikrozugfestigkeiten im Vergleich zu EDTA und NaOCl zu erwarten.
2. Die Anwendung der Spüllösungen hat einen größeren Einfluss auf die Haftwerte der Etch-and-Rinse-Adhäsive als auf die der Self-Etch-Adhäsive.
3. NaOCl sowie das Endo-Spülprotokoll führen zu einer signifikanten Verschlechterung der Mikrozugfestigkeiten.
4. Das glycinbasierte Air-Flow-Pulver führt zu keiner Verbesserung der Haftwerte nach dem Spülprotokoll.

### 3 Material und Methodik

#### 3.1 Materialien

##### 3.1.1 Spüllösungen und Glycin-Pulver

Zur Desinfektion und MMP-Inhibition wurden verschiedene Spüllösungen als therapeutischer Primer ggf. nach dem Ätzen mit 35%iger Phosphorsäure (Vococid Voco GmbH) und vor der Anwendung des Adhäsivs genutzt (Strobel und Hellwig, 2015). Für die Studie wurden 5%iges Natriumhypochlorit, 0,2%iges Chlorhexidindigluconat und 17%iges Ethylendiamintetraacetat verwendet. Zusätzlich fand eine Wechselfpülung mit NaOCl und EDTA statt.

##### Physiologische Kochsalzlösung

Natriumchloridlösung (0,9% B. Braun Melsungen AG, Melsungen, D) wurde einerseits für die Lagerung der extrahierten Weisheitszähne genutzt und andererseits, um den physiologischen intrapulpalen Druck an der Prüfmaschine nachzuempfinden.

Inhaltsstoffe bezogen auf 1000 ml Infusionslösung: - 9,0g Natriumchlorid  
- Wasser

##### Natriumhypochlorit (NaOCl)

Das desinfizierende Natriumhypochlorit wird in Konzentrationen zwischen 1% und 5,25% als Goldstandard in der Endodontie verwendet (Schlichting, 2019). Die Lagerung erfolgte entsprechend der Herstellerangaben kühl und lichtgeschützt, da es sonst seine Wirksamkeit aufgrund des Zerfallsprozesses verliert. Bei der Untersuchung wurde NaOCl (HISTOLITH, lege artis Pharma GmbH & Co. KG) in eine Konzentration von 5% für 120 s angewandt.

Inhaltsstoffe bezogen auf 1ml Lösung: - 52,5 mg (5,25% m/V) Natriumhypochlorit  
entsprechend 50 mg (5,0% m/V) aktives Chlor

- Natriumchlorid
- Natriumhydroxid
- gereinigtes Wasser

### Chlorhexidindigluconat (CHX)

Das antimikrobiell wirkende CHX wurde entsprechend der Empfehlung in einer Konzentration von 0,2% für 30 s appliziert und verblasen (Strobel und Hellwig, 2015).

Inhaltsstoffe bezogen auf 1 ml Lösung: - 2 mg Chlorhexidindigluconat  
- gereinigtes Wasser

### Ethylendiamintetraacetat (EDTA)

Der Chelator EDTA (CALASEPT) wurde mit einer Konzentration von 17% für 60 s angewandt (Tay et al., 2006).

Inhaltsstoffe: - 17% EDTA  
- gereinigtes Wasser

### Wechselspülung mit NaOCl und EDTA

Ein Teil der Dentinproben wurde jeweils 4 x 5 min in NaOCl (5%) und 5 min in EDTA (17%) eingelegt. Anschließend folgte nochmals für 5 min eine Lagerung in NaOCl. Um die Wechselwirkung zwischen NaOCl und EDTA mit der folgenden Inaktivierung von NaOCl zu verhindern, fand eine Zwischenspülung mit 0,9 % Kochsalzsalzlösung statt.

### Glycin-Pulver

Um die Oberfläche der Proben nach dem oben beschriebenen Spülprotokoll anzufrischen, wurde das Air-Flow-handy 2 Pulversprayhandstück mit dem AIR-FLOW PERIO-Pulver für 10 s mit einem Abstand von ca. 5 mm verwendet (Flury et al., 2017).

Inhaltsstoffe: - Glycin  $\geq 90$  Gew.-%  
- amorphes synthetisches Silicagel  $< 10$  Gew.-%

### 3.1.2 Dentinadhäsive

#### Solobond M (VOCO GmbH)

Solobond M ist ein universell einsetzbares, lichthärtendes Einkomponenten-Dentin- und Schmelzbond. Es ist für direkte Restaurationen mit allen lichthärtenden Füllungsmaterialien für alle Füllungsklassen einsetzbar. Nach der Trockenlegung und Präparation erfolgt die

Ätzung (Vococid) für ca. 20-30 s beim Schmelz und max. 15 s beim Dentin. Anschließend wird es gleichmäßig aufgetragen und benötigt eine Einwirkzeit von 30 s. Zum Schluss wird es leicht verblasen und 20 s mit LED-/ Halogenlampe polymerisiert.

Inhaltsstoffe: Bis-GMA, HEMA, BHT, Aceton, organische Säuren



Abb.1 Solobond M

#### Futurabond U (VOCO GmbH)

Futurabond U ist ein dualhärtendes Universal-Adhäsiv und kann als Self-Etch, Selective-Etch oder Total-Etch eingesetzt werden. Es hat einen großen Indikationsbereich und kann sowohl bei direkten und indirekten Restaurationen mit licht-, selbst- oder dualhärtenden Füllungs-, Stumpfaufbau- und Befestigungskompositen auf Methacrylatbasis als auch als Schutzlack / Versiegelung und zur Befestigung von Wurzelstiften in Kombination mit Befestigungskompositen genutzt werden. Eine absolute Trockenlegung ist erforderlich und das Ätzen erfolgt optional. Unpräparierter Schmelz muss jedoch geätzt werden. Der Single-Dose-Blister wird im markierten Bereich mit Daumen und Zeigefinger aktiviert, sodass sich die beiden Komponenten mischen. Das Bond wird gleichmäßig mit dem Applikator 20 s einmassiert und 5 s verblasen. Daraufhin erfolgt eine Polymerisation von 10 s mit einer LED- / Halogenlampe mit einer Lichtleistung von  $> 500 \text{ mW/cm}^2$ .

Inhaltsstoffe: - Bis-GMA, Hydroxyethylmethacrylat, BHT, organische

Säuren, SiO<sub>2</sub>-Nanopartikel, Photoinitiatoren, Katalysatoren

- Lösungsmittel: Ethanol, Wasser



Abb.2 Futurabond U

### 3.1.3 Komposit

#### GrandioSO x-tra Universal (VOCO GmbH)

GrandioSO x-tra Universal ist ein lichthärtendes, röntgenopakes Nano-Hybrid-Bulk-Füllungsmaterial. Mit einem anorganischen Füllstoffanteil von 86% hat es eine geringe Polymerisationsschrumpfung von 1,4 Vol-%. Es sind Inkrementstärken von 4 mm möglich, da es sich durch eine hohe Durchhärtetiefe bei gleichzeitig reduzierter Schrumpfung auszeichnet. Das Füllungsmaterial eignet sich im Seitenzahnbereich für Klasse I und II und Füllungen der Klasse V. Weiterhin kann es für Unterfüllungen, Verblockungen, Stumpfaufbauten und Restaurationen an Milchzähnen genutzt werden. Nach der Anwendung des Schmelz-Dentinbonds können 4 mm dicke Schichten mit einer LED-/Halogenlampe  $\geq 1000 \text{ mW/cm}^2$  bei der Farbe Universal innerhalb von 10 s gehärtet werden.

Zusammensetzung:	- BIS-GMA	2,5-5%
	- BIS-EMA	$\leq 2,5\%$
	- organisch modifizierte Kieselsäure	$\leq 2,5\%$
	- aliphatisches Dimethacrylat	$\leq 2,5\%$
	- Silikatfüller	86%



Abb.3 GrandioSO x-tra Universal

## 3.2 Methodik

### 3.2.1 Dentinprobenherstellung

In der Studie wurden 270 humane, kariesfreie, extrahierte dritte Molaren mit einem abgeschlossenen Wurzelwachstum verwendet. Die Zähne wiesen auch keine anderen pathologischen Veränderungen in Form von Verfärbungen oder Strukturanomalien auf. Die Lagerung der Zähne in den Zahnarztpraxen erfolgte nach der Extraktion im Kühlschrank bei ca.  $2-8^{\circ}\text{C}$  in 0,9 %iger physiologischer Kochsalzlösung. Während der Herstellung und Versuchsdurchführung wurden die Proben ausschließlich in 0,9%iger physiologischer Kochsalzlösung (B. Braun Melsungen AG, Melsungen, D) bei Raumtemperatur gelagert. Die Präparation der Dentinproben erfolgte mit einem zylindrischen feinen Diamantschleifer (Komet Dental) unter permanenter Wasserkühlung (50 ml/min). Zunächst wurden die Wurzeln 3 mm apikal und die Krone 3 mm koronal der Schmelz-Zement-Grenze abgetragen. Um den physiologischen intrapulpalen Druck nachempfinden zu können, wurde der Pulpakammerboden und restliches Pulpagewebe vollständig entfernt. Um standardisierte Bedingungen zu gewährleisten, wurden die Dentinproben mit der Planschleifmaschine (Struers RotoPol-35, Willich, D; 600 Grit Siliciumcarbid-Schleifpapier) von okklusal und apikal geglättet und eingeebnet, sodass sich im Ergebnis ein Abstand von  $1,5\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$  zwischen Pulpahörnern und Dentinoberfläche und eine Gesamtprobenhöhe von  $3,5\text{ mm} \pm 0,2\text{ mm}$  ergaben. Die Abstände wurden mit einem Tasterzirkel (HS-Tasterzirkel nach Iwanson Spitz, für Metall, Henry Schein, Langen, D) überprüft. Durch die Vorbereitung und Präparation der Dentinscheiben konnte mit der Versuchsanordnung (Schaller et al., 1994) der hydrostatische Druck von 30 mmHg während des Versuchsvorganges die Dentinperfusion simulieren.



Abb.4 Dentinproben

### 3.2.2 Versuchsaufbau

Die Messungen der Mikrozugfestigkeiten erfolgte mit einer 1991 speziell angefertigten von Prof. Schaller und seinen Mitarbeitern entwickelten Versuchsapparatur. Die vorliegende Studie bezieht sich dabei auf die etablierte Beschreibung der Versuchsanordnung und -durchführung in vorhergehenden Promotionen (Brandt, 2011; Zalikowski, 2015; Rother, 2016). Der Anteil, der die Dentinprobe fixiert, setzt sich aus einem Hohlzylinder, einem Silikondichtungsring, einer Kontermutter und einer Applikationshülse zusammen. Im zylinderförmigen Unterbau befindet sich eine Perfusionskammer. Durch einen seitlichen, unteren Zulauf kann mit Hilfe von physiologischer Kochsalzlösung (B. Braun Melsungen AG, Melsungen, D) die pulpanahe Dentinperfusion mit einem physiologischen hydrostatischen Druck von 30 cm H<sub>2</sub>O während der Versuchsdurchführung simuliert werden. Zum Aufbau des Druckes wird der Infusionsbeutel 30 cm über dem Pulpakammerdach platziert. Durch die Rollenklemme des Infusionsschlauches lässt sich die Flüssigkeitszufuhr unterbrechen. Der Kontakt zur Dentinprobe besteht über die obere kreisrunde Öffnung der Perfusionskammer und es ist darauf zu achten, dass die Probe so auf dem Silikondichtungsring positioniert wird, dass das Perfusionsmedium frei ins Pulpencavum gelangt. Der Unterbau der Apparatur ist durch ein Außengewinde fest am Boden der Universalzugmaschine (Zwick Z005, Fa. Roell, Ulm, D) montiert. Die Kontermutter wird auf das obere Außengewinde des Hohlzylinders geschraubt und fixiert einerseits die Dentinprobe und andererseits wird mit Hilfe des Silikondichtungsringes der intrapulpale Druck aufgebaut. Die obere kreisrunde Öffnung der Kontermutter mit einem Durchmesser von 7 mm ermöglicht eine ungehinderte Applikation der Materialien auf die Dentinoberfläche. Auf die Kontermutter wird die passgenaue Applikationshülse reibungsfrei gesetzt, die zum Einbringen des Komposits genutzt wird. Das untere Ende der Applikationshülse weist eine kreisrunde, mit einem Durchmesser von 1mm große Bohrung auf, die sich in Kontakt zur Dentinprobe befindet. Dadurch wurde eine standardisierte Klebefläche von 0,79 mm<sup>2</sup> gewährleistet. Die Hülse hat zwei seitliche Bohrungen, in die ein Metallstift eingeführt wird, der die Verbindung zum Stahlschäkel herstellt. Diese gelenkige Verbindung ermöglicht, ungewollte Bewegungen auf die Applikationshülse auszugleichen. Über eine Metallkette ist der Stahlschäkel mit dem Kraftsensor der Prüfmaschine verbunden.



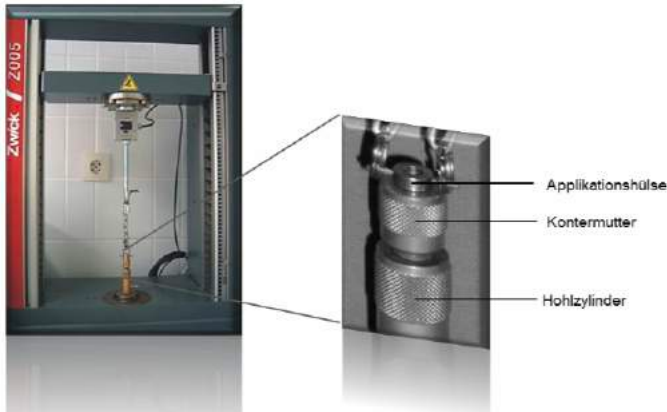


Abb.5 Aufbau der Universalprüfmachiene von Rother 2016, Diss. S.32

### 3.2.3 Versuchsgruppen

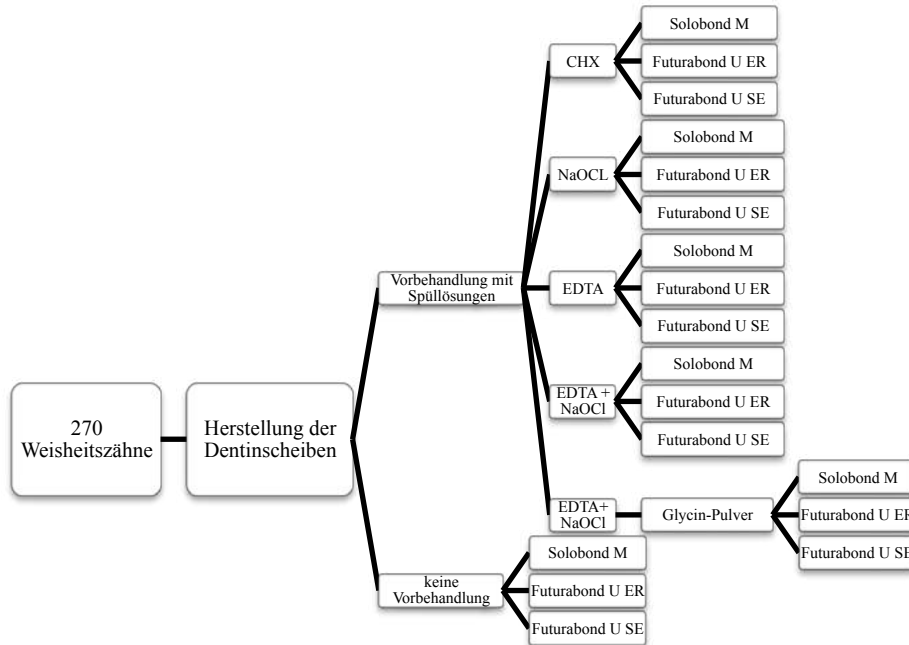


Abb. 6 Schematische Darstellung der Versuchsgruppen

Vor dem Versuchsbeginn wurden die Dentinproben aus der physiologischen Kochsalzlösung entnommen und mit Hilfe eines ölfreien Luftbläusers mäßig getrocknet. Die Proben wurden randomisiert auf 18 Versuchsgruppen zu je 15 Proben aufgeteilt. Daraus ergab sich die folgende Einteilung:

Tab. 2: Versuchsgruppeneinteilung

Gruppe	Art der Vorbehandlung	Adhäsivsystem
A1	keine	Solobond M ER
A2	keine	Futurabond U ER
A3	keine	Futurabond U SE

B1	NaOCl 5% 120 s	Solobond M ER
B2	NaOCl 5% 120 s	Futurabond U ER
B3	NaOCl 5% 120 s	Futurabond U SE
C1	0,2% CHX 30 s	Solobond M ER
C2	0,2% CHX 30 s	Futurabond U ER
C3	0,2% CHX 30 s	Futurabond U SE
D1	EDTA 17% 60 s	Solobond M ER
D2	EDTA 17% 60 s	Futurabond U ER
D3	EDTA 17% 60 s	Futurabond U SE
E1	4x5min NaOCl 5% + 5min EDTA 17 % + 5min NaOCl 5%	Solobond M ER
E2	4x5min NaOCl 5% + 5min EDTA 17 % + 5min NaOCl 5%	Futurabond U ER
E3	4x5min NaOCl 5% + 5min EDTA 17 % + 5min NaOCl 5%	Futurabond U SE
F1	4x5 min NaOCl 5% + 5min EDTA 17 % + 5min NaOCl 5% + Glycin-Pulver 10 s	Solobond M ER
F2	4x5 min NaOCl 5% + 5min EDTA 17 % + 5min NaOCl 5% + Glycin-Pulver 10 s	Futurabond U ER
F3	4x5 min NaOCl 5% + 5min EDTA 17 % + 5min NaOCl 5% + Glycin-Pulver 10 s	Futurabond U SE

ER= Etch-and-Rinse; SE=Self-Etch

### 3.2.4 Versuchsablauf

Vor der Messung wurde die Dentinprobe zentriert mit der Pulpakammer zur Silikongummidichtung zeigend platziert. Anschließend wurde die Kontermutter leicht angezogen und die Probe fixiert. Die Klemme am Perfusionsbeutel der isotonischen Kochsalzlösung wurde gelöst, bis die 0,9%ige NaCl-Lösung das Niveau der Dentinprobe erreicht hatte. Nun wurde der Zufluss durch die Klemme wieder unterbrochen und die Kontermutter festangezogen. Der Überschuss an Kochsalzlösung wurde leicht verblasen.

Die Gruppen A1-3 bilden die Kontrollgruppen. Bei den übrigen Gruppen wurden die Vorbehandlungsmittel, wie unter Gliederungspunkt 3.1. Materialien beschrieben, angewandt. Die verwendeten Adhäsivsysteme (Solobond M, Futurabond U, VOCO GmbH) wurden exakt nach Herstellerangaben verarbeitet (siehe 3.1.2). Die Lichtpolymerisation erfolgte mit der LED-Lampe BA OPTIMA 10 LED (B.A. International) mit einer Leistung von 1.200 mW/cm<sup>2</sup>. Nach der Aushärtung des Dentinadhäsivs wurde die Applikationshülse auf den Unterbau geschoben. Das Komposit (GrandioSO x-tra Universal, VOCO GmbH) wurde mit einer Stärke 3 mm durch die Öffnung in der Metallhülse auf die definierte kreisrunde Fläche von 1 mm Durchmesser eingebracht und mit Hilfe eines Wurzelkanalstopfers (RCP10-1/2A,

0,9 mm, Hu-Friedy) blasenfrei verdichtet. Die eingebrachte Schicht wurde 20 s mit der LED-Polymerisationslampe ausgehärtet. Mittels Stahlschäkel und Metallgliederkette wurde die Verbindung zwischen der Applikationshülse und dem Kraftsensor im oberen Querhaupt der Zugmaschine sichergestellt. Die Zugfestigkeiten wurden 15 min nach Polymerisation mit der Zwick-Universalprüfmaschine, Typ Z005 (Fa. Roell, Ulm, D) in Kombination mit der Software „testXpert 7.0“ gemessen. Dieses Programm stellt einerseits die Ergebnisse graphisch in einem Kraft-Zeit-Diagramm dar und andererseits berechnet es für jede Messung die Standardabweichung, den Variationskoeffizient und Mittelwert. Die Versuchsapparatur wurde so konstruiert, dass ausschließlich eine senkrechte Zugrichtung abläuft. Mit Hilfe der integrierten Handsteuerung wurde die Zugmaschine vor dem Versuchsbeginn vorgespannt. Nach den Vorbereitungen wird der Zugversuch über einen mit der Prüfmaschine verbundenen Computer manuell gestartet. Sobald sich die Adhäsivverbindung von der Dentinprobe gelöst hatte, galt der Vorgang als beendet.

### 3.3 Analyse

Folgende Parameter galten als Grundlage der Messung: Einzelzyklus, keine Vorkraft, Testgeschwindigkeit von 1 mm/min, oberer Kraftskalenwert von 1000 N.

Die Software „testXpert 7.0“ berechnete die maximal gehaltene Kraft in Newton und stellte anschließend die Messwerte nach dem Versuchsende sowie die Mittelwerte und Standardabweichungen gruppenweise dar. Die Zugfestigkeit wurde aus der maximal gehaltenen Kraft und der bekannten, zur Haftung zur Verfügung stehenden Fläche berechnet:

$$Z = F/A$$

(Z-Zugfestigkeit in MPa, F- maximal gehaltene Kraft in N, A- Fläche in mm<sup>2</sup>)

### 3.4 Statistische Auswertung

Für die Auswertung der gemessenen Daten sowie deren graphische Darstellung und Berechnung wurde das Statistikprogramm SPSS 17.0 (Statistical Package for the Social Sciences, SPSS Science, USA) genutzt und zusätzlich wurde für die Graphiken mit Microsoft Office Excel (Version 2013) gearbeitet.

Weiterhin wurden die 18 Gruppen durch eine deskriptive Statistik der Mittelwerte sowie Minima und Maxima analysiert. Statistische Unterschiede der einzelnen Versuchsgruppen untereinander wurden mit Hilfe der einfaktoriellen Varianzanalyse (ANOVA) ermittelt. Durch die Tukey's Studentized Range Tests mit einem Signifikanzlevel von 5 % (p<0,05)

konnten die Gruppen verglichen werden und nach Bonferroni-Holm erfolgte die korrigierte Statistik für den paarweisen Vergleich. Um die Tendenz der Haftkräfte resistenter gegen Messfehler abbilden zu können, wurde bei der Darstellung der Ergebnisse weiterhin der Medianwert angegeben.

## 4 Ergebnisse

Bei allen Materialkombinationen konnten Mikrozugfestigkeiten gemessen werden. Alle 270 gültigen Messwerte bildeten somit die Grundlage für die Berechnungen und statistischen Auswertungen.

Die höchste Zugfestigkeit mit 117,59 MPa wurde bei Futurabond U als Self-Etch unter Vorbehandlung der Dentinproben mit 0,2 %igen CHX für 30 s ermittelt. Den niedrigsten Wert mit 5,96 MPa zeigte Solobond M als Etch-and-Rinse bei Vorbehandlung mit 5%igem NaOCl und 17%igem EDTA.

Die Messwerte der einzelnen Proben je Versuchsreihe sind in Tabelle 3 dargestellt.

Tab. 3: Ergebnisse der Einzelmessungen in MPa

Gruppe	Probe														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
A1	21,36	21,05	32,06	41,01	19,76	46,84	30,06	33,55	22,75	24,23	32,94	21,32	30,42	34,63	20,82
A2	86,17	50,03	66,54	68,56	44,38	65,78	80,72	72,94	92,06	50,08	50,67	53,76	53,12	57,86	43,77
A3	66,77	55,88	49,41	60,41	81,37	74,25	64,06	59,93	76,15	80,05	59,02	49,08	71,15	66,75	69,64
B1	20,94	17,21	27,33	23,87	18,62	18,55	32,94	17,16	21,13	34,69	25,61	17,65	15,09	17,58	20,66
B2	33,68	21,08	22,45	45,96	35,82	40,19	38,72	37,81	15,54	30,38	33,28	29,7	25,01	24,14	34,61
B3	42,41	44,22	37,43	27,6	49,63	20,92	31,42	38,98	46,69	36,5	45,72	25,63	43,66	54,78	40,22
C1	33,34	52,39	70,44	32,07	45,51	37,03	29,05	54,59	33,1	57,98	26,75	56,53	33,04	47,92	75,02
C2	97,99	98,94	53,49	27,35	41,67	48,32	76,95	62,32	104,14	94,44	90,43	68,87	72,21	39,54	70,7
C3	82,89	72,3	50,71	78,97	117,59	67,84	46,64	56,8	101,55	47,59	94,19	82,79	75,29	85,67	70,51
D1	34,86	24,47	28,94	22,8	26,31	27,39	13,19	17,88	30,75	42,49	30,5	20,34	36,78	16,02	31,16
D2	60,59	71,51	35,42	68,67	55,01	73,3	47,35	86,49	68,42	57,6	67,14	28,78	70,23	67,2	64,17
D3	56,9	54,4	43,37	47,23	33,24	90,18	91,41	76,02	63,92	66,21	76,02	7,89	46,07	81,82	56,96
E1	17,05	11,84	17,97	16,45	5,96	10,85	14,06	13,55	12,63	9,32	14,54	17,28	13,14	18,42	6,89
E2	16,38	32,64	18,86	27,43	15,22	15,34	20,62	13,15	29,37	16,87	25,58	22,38	16,7	13,69	28,08
E3	39,82	31,27	41,45	50,76	21,59	21,06	31,77	23,67	16,6	26,06	23,98	13,3	17,88	31,33	25
F1	16,15	33,25	35,36	12,89	12,03	13,45	16,14	17,99	11,29	9,63	10,72	13,24	11,4	7,88	14,45
F2	25,63	36,04	17,42	21,31	15,64	18,59	13,7	19,55	21,33	15,04	8,74	12,27	16,71	17,41	19,12
F3	25,85	31,81	31,28	18,5	27,94	17,7	36,92	22,99	17,71	40,67	26,98	23,9	12,63	31,63	20,1

Die Tabelle 4 zeigt in einem Überblick die Versuchsgruppen im Vergleich der entsprechenden Mittelwerte, Standardabweichungen, Medianwerte sowie Minima und Maxima in MPa.

Bei allen Materialkombinationen konnten Mikrozugfestigkeiten gemessen werden. In der Versuchsgruppe C3 mit Futurabond U als Self-Etch unter Vorbehandlung der Dentinproben

mit 0,2%igem CHX für 30 s wurde der höchste Mittelwert mit 75,42 MPa erfasst. Der geringste Mittelwert ergab sich in der Versuchsgruppe E1 von 13,33 MPa mit Solobond M als Etch-and-Rinse und der Anwendung von 5 %igem NaOCl und 17%igem EDTA. Damit umfasst der Bereich der mittleren Mikrozugfestigkeiten eine erhebliche Spanne von über 60 MPa zwischen Solobond M mit Anwendung der Wechselfspülung von NaOCl und EDTA und Futurabond U in der Self-Etch-Anwendung in Kombination mit CHX.

Tab. 4: Vergleich der Versuchsgruppen (Ergebnisse in MPa)

Gruppe	Mittelwert	Standardabweichung	Median	Minimum	Maximum
A1	28,85	8,18	30,06	19,76	46,84
A2	62,43	15,24	57,86	43,77	92,06
A3	65,59	10,1	66,75	49,08	81,37
B1	21,93	5,89	20,66	15,09	34,69
B2	31,22	8,27	33,28	15,54	45,96
B3	39,05	9,37	40,22	20,92	54,78
C1	45,65	15,21	45,51	26,75	75,02
C2	69,22	23,54	70,7	27,35	104,14
C3	75,42	20,16	75,29	46,64	117,59
D1	26,92	8,05	27,39	13,19	42,49
D2	61,46	14,93	67,14	28,78	86,49
D3	63,44	17,37	63,92	33,24	91,41
E1	13,33	3,87	13,55	5,96	18,42
E2	20,82	6,33	18,86	13,15	32,64
E3	27,69	10,20	25	13,3	50,76
F1	15,72	8	13,24	7,88	35,36
F2	18,57	6,31	17,42	8,74	36,04
F3	25,77	7,8	25,85	12,63	40,67

Die Signifikanz der Unterschiede der Mittelwerte zwischen den Versuchsgruppen wurde mit der einfaktoriellen Varianzanalyse ANOVA geprüft.

Als Nullhypothese galt: Es gibt keine Unterschiede der Gruppenmittelwerte mit der Mikrozugfestigkeit als Variable.

Der in der Varianzanalyse ermittelte Signifikanzwert lag unter der Grenze von  $p < 0,001$ . Folglich wurde die Nullhypothese widerlegt. Somit gibt es signifikante Unterschiede zwischen den Gruppenmittelwerten und einen signifikanten Einfluss der jeweiligen Vorbehandlungsmaßnahmen auf die Mikrozugfestigkeit. Um genauer zu differenzieren, zwischen welchen Gruppen sich die Messwerte signifikant unterscheiden, wurde ein Post-

Hoc-Mehrfachvergleichstest ( $p < 0,05$ ; Bonferroni-Methode, Tukey-Test) durchgeführt. Dabei wurden die Gruppen jeweils paarweise miteinander verglichen. Die ermittelten signifikanten Unterschiede sind in Tabelle 5 dargestellt.

Tab.5: Signifikante Unterschiede der Mikrozugfestigkeiten im Überblick

Gruppe	A1	A2	A3	B1	B2	B3	C1	C2	C3	D1	D2	D3	E1	E2	E3	F1	F2	F3
A1	-	s	s	n	n	n	s	s	s	n	s	s	n	n	n	n	n	n
A2	s	-	n	s	s	s	s	n	n	s	n	n	s	s	s	s	s	s
A3	s	n	-	s	s	s	s	n	n	s	n	n	s	s	s	s	s	s
B1	n	s	s	-	n	s	s	s	s	n	s	s	n	n	n	n	n	n
B2	n	s	s	n	-	n	n	s	s	n	s	s	s	n	n	n	n	n
B3	n	s	s	s	n	-	n	s	s	n	s	s	s	s	n	s	s	n
C1	s	s	s	s	n	n	-	s	s	s	s	s	s	s	s	s	s	s
C2	s	n	n	s	s	s	s	-	n	s	n	n	s	s	s	s	s	s
C3	s	n	n	s	s	s	s	n	-	s	n	n	s	s	s	s	s	s
D1	n	s	s	n	n	n	s	s	s	-	s	s	n	n	n	n	n	n
D2	s	n	n	s	s	s	s	n	n	s	-	n	s	s	s	s	s	s
D3	s	n	n	s	s	s	s	n	n	s	n	-	s	s	s	s	s	s
E1	n	s	s	n	s	s	s	s	s	n	s	s	-	n	n	n	n	n
E2	n	s	s	n	n	s	s	s	s	n	s	s	n	-	n	n	n	n
E3	n	s	s	n	n	n	s	s	s	n	s	s	n	n	-	n	n	n
F1	n	s	s	n	n	s	s	s	s	n	s	s	n	n	n	-	n	n
F2	n	s	s	n	n	s	s	s	s	n	s	s	n	n	n	n	-	n
F3	n	s	s	n	n	n	s	s	s	n	s	s	n	n	n	n	n	-

s=signifikant; n= nicht signifikant

Der Tukey's Honest Significant Difference (HSD) Test zeigte, dass Futurabond U beim Vergleich der Kontrollgruppen untereinander sowohl in der Self-Etch ( $65,59 \text{ MPa} \pm 10,1 \text{ MPa}$ ) als auch als Etch-and-Rinse ( $62,43 \text{ MPa} \pm 15,24 \text{ MPa}$ ) signifikant bessere Haftwerte vorweist als Solobond M ( $28,85 \text{ MPa} \pm 8,18 \text{ MPa}$ ).

Solobond M in Kombination mit NaOCl ( $21,93 \text{ MPa} \pm 5,89 \text{ MPa}$ ) führt zu keiner signifikanten Verschlechterung der Haftung gegenüber der Kontrollgruppe ( $28,85 \text{ MPa} \pm 8,18 \text{ MPa}$ ). Jedoch ist bei Futurabond U in der Self-Etch und Etch-and-Rinse Anwendung eine signifikante Reduktion der Mikrozugfestigkeiten deutlich geworden.

CHX führt nur bei Solobond M zu einer signifikanten Besserung ( $45,65 \text{ MPa} \pm 15,21 \text{ MPa}$ ) der Haftung.

Die Anwendung von EDTA hat bei allen drei verwendeten Adhäsivsystemen keine signifikante Verschlechterung der Messwerte bewirkt.

Jedoch führt die Wechselspülung mit EDTA und NaOCl bei Futurabond U in beiden Anwendungen zu einer deutlichen signifikanten Reduktion, nicht aber bei Solobond M.

Eine zusätzliche Anwendung des Glycin-Air-Flow-Pulvers führt bei allen Haftvermittlersystemen nicht zur signifikanten Verbesserung der Haftung gegenüber der vorher angewandten Wechselspülung.

Abschließend wurden die ermittelten Ergebnisse mit Hilfe der Bonferroni Holm Korrektur überprüft und bestätigt.

Das nachfolgende Boxplot-Diagramm veranschaulicht alle gemessenen Zugfestigkeitswerte (Abb. 7).

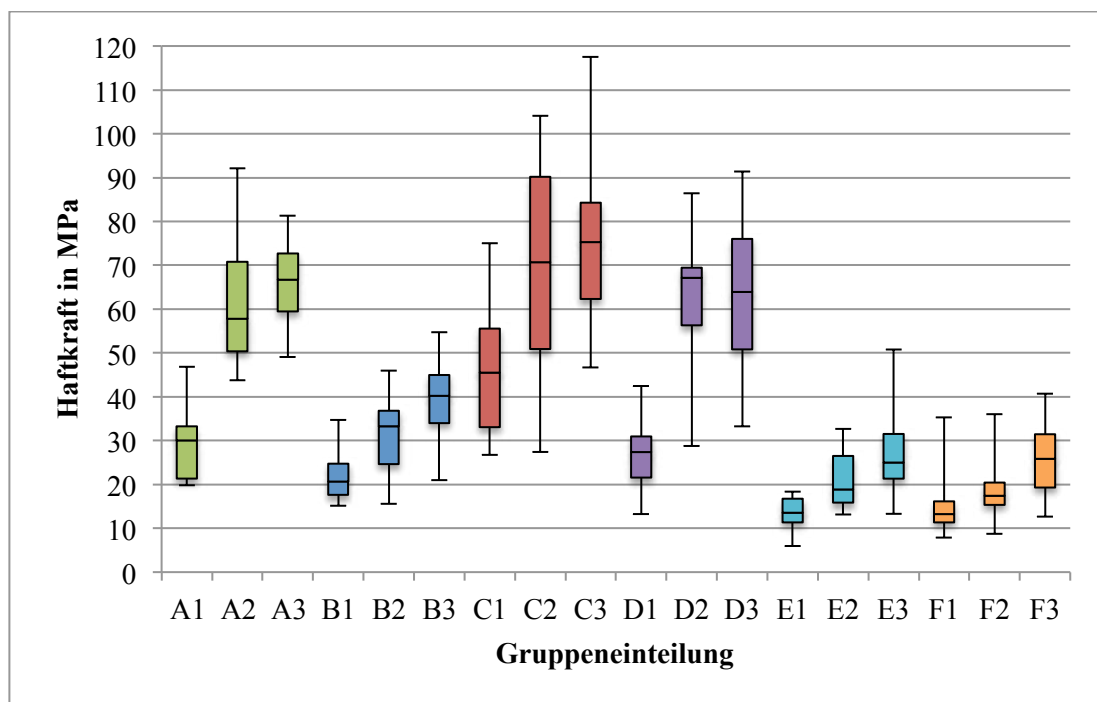


Abb.7.: Boxplot-Diagramm der Messergebnisse in MPa



## 5 Diskussion

### 5.1 Dentinproben und Herstellung

270 humane, kariesfreie Weisheitszähne mit abgeschlossenem Wurzelwachstum bildeten die Grundlage für die vorliegende In-vitro-Studie. Optimale Bedingungen für den Haftverbund zwischen Adhäsivsystem und Zahn bildet nicht pathologisch verändertes Dentin (Cardoso et al., 2011). Folglich wurden dritte Molaren mit jeglichen pathologischen Anomalien wie kariösen Läsionen ausgeschlossen. Die Nutzung von humanen Dentinproben diene der möglichst genauen Wiedergabe der physiologischen, anatomischen Gegebenheiten in vivo und ermöglichte bessere Vergleichbarkeiten und Aussagen für die Klinik. Aufgrund der Ausschlusskriterien wurden meist retinierte Weisheitszähne für die Dentinproben genutzt, die nicht durch exogene Faktoren in ihrer Struktur verändert waren. Die Versuchszähne mussten aufgrund der nicht Erhaltungswürdigkeit innerhalb der kieferorthopädischen oder parodontalen Behandlung extrahiert werden.

Durch die individuelle, humane Diversität lassen sich trotz der beschriebenen Auswahlkriterien Unterschiede bei den Proben nicht vermeiden. Unter anderem lässt sich das Alter der extrahierten Zähne nicht genau zurückverfolgen. Dadurch treten unterschiedlich starke Sklerosierungen auf und zusätzlich differieren die Anzahl und Ausprägung der Dentintubuli (Camargo et al., 2007; Hellwig et al., 2013). So wird vermutet, dass dadurch Abweichungen der Messwerte innerhalb der Versuchsgruppe entstehen können (Yoshiyama et al., 2002). Eine andere Studie zeigt, dass das Zahnalter den Adhäsionsverbund zum Dentin oder Schmelz nicht wesentlich beeinträchtigt (Ozer et al., 2005). Um potentielle Veränderungen des Probenmaterials und Auswirkungen auf die Messwerte durch die Lagerung zu verhindern, wurde physiologische Kochsalzlösung genutzt, da sie als Lagerungsmedium die Haftwerte nicht beeinflusst (Haller et al., 1993; Lee et al., 2007; Doderer, 2010). Die Proben wurden maximal vier Wochen vor der Versuchsdurchführung in isotoner Kochsalzlösung gelagert, weil diese Lagerung bis zu einem Monat die Haftwerte nicht signifikant verändert (Blunck et al., 1990).

Die Zähne wurden entsprechend nach der von Schaller et al. (1991) beschriebenen Methodik präpariert und vorbereitet, um die physiologische Dentinperfusion nachzuempfinden (Schaller et al., 1991). So wurden die Weisheitszähne zunächst mit Hilfe eines zylindrischen Diamantschleifer mit einer Körnung von 70 µm grob präpariert und anschließend mit einer Planschleifmaschine (600 Grit Siliziumcarbid-Schleifpapier) eingeebnet und geglättet. Die

Präparation fand unter permanenter Wasserkühlung (50 ml/min) statt, um die Überhitzung und Schmierschichtbildung zu reduzieren. Sowohl das Instrument zur Präparation als auch die Anwendung der Wasserkühlung haben Auswirkungen auf die Beschaffenheit der Schmierschicht (Zalikowski, 2015). Es wurde in Studien gezeigt, dass die Haftfestigkeit des Adhäsivs von der Art und Dicke der sich gebildeten Schmierschicht beeinflusst wird (Koibuchi et al., 2001; Serafino et al., 2004). Ein feinkörniger Diamant führt zu einer Reduzierung der Schmierschicht und zu höheren Haftwerten als eine grobe Körnung (Ogata et al., 2002; Boer, 2006; Rother, 2016). Eine ausgeprägte, zähe Schmierschicht bildet sich beim Arbeiten mit grobkörnigen Präparationsinstrumenten ohne zusätzliche Wasserkühlung (Tagami et al., 1991). Das hat zur Folge, dass es zur Pufferung der sauren Monomere bei Self-Etch-Adhäsiven durch die dicke Schmierschicht kommen kann (Cardoso et al., 2011). Dabei spielen der Säuregrad der selbstätzenden Adhäsive und die Beschaffenheit der Schmierschicht eine entscheidende Rolle für die Demineralisation und Schmierschichtauflösung (Van Meerbeek et al., 2003b; Belli et al., 2011; Van Meerbeek et al., 2011). Die Anwendung von 600 Grit Schleifpapier führt zu einer dünneren und homogenen Schmierschicht, die sich positiv auf die Haftung von selbstkonditionierenden Adhäsiven auswirkt (Koibuchi et al., 2001). Das mehrmalige Auftragen eines der Self-Etch Adhäsive führte zu keiner signifikanten Steigerung der Haftwerte und bot keinen zusätzlichen Vorteil für den intakten Haftverbund (Belli et al., 2011). Abhängig von der Schnittebene unterscheiden sich Dichte und Durchmesser der Dentintubuli deutlich (Garberoglio und Brännström, 1976). Mit zunehmender Dichte und zunehmendem Durchmesser der Kanälchen wird der Adhäsionsverbund von koronal zum pulpanahen Dentin hin komplizierter. Zusätzlich spielt die Anordnung der Dentintubuli eine Rolle bei der Adhäsion (Inoue et al., 2003; Pegado et al., 2010; Perdigão, 2010). Die Dentinproben wurden von der Okklusalfäche zum Pulpencavum plan präpariert und zusätzlich wurde ein einheitlicher Abstand zwischen den Pulpahörnern und der Dentinoberfläche von  $1,5 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$  festgelegt. Da die Dicke der Dentinproben einen Einfluss auf die Haftkraft hat und in der Literatur mindestens 3 mm empfohlen werden (Takemori et al., 1993; Molla et al., 2002; Grégoire et al., 2005), wurde die Dicke der Dentinscheiben mit  $3,5 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$  vorgegeben, um auch eine genügende Eigenfestigkeit für die Weiterverarbeitung mit der Zugmaschine zu gewährleisten (Zalikowski, 2015).

## 5.2 Versuchsaufbau und Versuchsablauf

Die beschriebenen Materialien wurden exakt nach Herstellerangaben angewandt, um bestmögliche Haftwerte zu erreichen (Gleixner et al., 2006). Die Spüllösungen wurden direkt

nach der Glättung und Einebnung mit der Planschleifmaschine angewandt, um eine optimale Durchdringung des Dentins mit den Lösungen zu erzielen. Für Futurabond U gibt der Hersteller eine Einarbeitungszeit von 20 s an und 10 s für die Lichtpolymerisation. Bei Solobond M beträgt die Verarbeitungszeit 30 s mit zusätzlich 20 s Lichtpolymerisation. Der Versuchsaufbau mit der Metallhülse entsprach einer tiefen Kavität im Dentinbereich mit einem nachempfundenen intrapulpalen Druck von 30 cm H<sub>2</sub>O. Der physiologische intrapulale Druck beträgt im Durchschnitt 28 mmHg (Beveridge und Brown, 1965). Um möglichst gültige Schlussfolgerungen für den klinischen Alltag abzuleiten, wurde auch in vorangegangenen, unterschiedlichen Studien die Perfusion der Dentintubuli simuliert (Prati et al., 1991; Tao et al., 1991; Hosaka et al., 2007; Sauro et al., 2007; Roberts und Pashley, 2012). Dabei beeinflusst die Perfusion signifikant die Verbundfestigkeit und Haftwerte der verwendeten Materialien (Sauro et al., 2007; Feitosa et al., 2012). Meist wurde für die Simulation physiologische Kochsalzlösung verwendet, jedoch konnten mit serumproteinhaltigen Lösungen höhere Haftwerte gemessen werden (Nikaido et al., 1995; Gernhardt et al., 2006). Dabei entsprechen diese Lösungen mehr dem physiologischen, proteinhaltigen Dentinliquor (Zalikowski, 2015). Die Inkrementdicke des Komposits betrug maximal 3 mm, um eine vollständige Polymerisation trotz der Metallhülse sicher zu stellen. Die Inkrementtechnik reduziert den C-Faktor und damit die Polymerisationsspannung. Da die Polymerisationszeit und -leistung einen entscheidenden Einfluss auf die Haftung besitzen, wurden die Schichten konstant mit einer Leistung von 1.200 mW/cm<sup>2</sup> für 20 s gehärtet (Miyazaki et al., 1995; Yamamoto, 2006). Bei allen Messungen wurde das Komposit GrandioSO x-tra Universal (VOCO GmbH) verwendet, um gleiche Bedingungen sowie eine bessere Vergleichbarkeit zu gewährleisten. Durch die unterschiedlichen Bestandteile und Transluzenzen verschiedener Komposite könnten die Polymerisationszeiten und folglich auch die Haftwerte variieren (Ilie et al., 2006; Benetti et al., 2007). Ebenso variiert die Polymerisationsschrumpfung während der Härtung, die zu Mikrofrakturen, die entscheidende Auswirkungen auf die Haftwerte besitzen, führt (Ilie et al., 2006).

Die Zugmaschine wurde 15 min nach der Verarbeitung des Komposits für die Messung aktiviert, da im klinischen Alltag die unmittelbare Haftung von Bedeutung ist. Um einen zu schnellen und unkontrollierten Abriss oder Frakturen durch Überbelastung zu umgehen, wurde eine konstante Abzugsgeschwindigkeit von 1mm/min (Yoshida et al., 1996; Sung et al., 2002; Ozer et al., 2005) für die Zugmaschine festgelegt, die zu einem kontinuierlichen Anstieg der Zugkraft auf den Haftverbund zwischen Komposit und Dentin führt (Inoue et al., 2001; Brandt, 2011).

Die Mikrozugfestigkeiten wurden unmittelbar gemessen, da einerseits die Polymerisationsschrumpfung den Haftverbund beeinflusst (Bouillaguet et al., 2003) und andererseits es keinen Unterschied zwischen den sofortigen und nach 24 Stunden gemessenen

Messwerten gibt (Sadek et al., 2008). Um einheitliche Bedingungen zu schaffen, wurden alle Versuche von der selben Prüfperson durchgeführt und die Zugmaschine 15 min nach der Polymerisation gestartet. Die Versuchskonstruktion mit axialen Prüfverfahren hat sich in verschiedenen Untersuchungen als geeignet erwiesen, um die Adhäsion verschiedener Haftverbundsysteme zu messen und zu vergleichen (Marx et al.1992; Brandt, 2011; Zalikowski, 2015).

Da die physiologischen Verhältnisse nur vereinfacht bei In-vitro-Untersuchungen nachempfunden werden können, lassen sich nur bedingt Schlussfolgerungen für den klinischen Alltag ableiten.

So wirken beispielsweise auf den Zahn neben axialen auch horizontale, vertikale und extraaxiale Kräfte (Rother, 2016).

### 5.3 Spüllösungen

In der Literatur und in den Studien finden sich zahlreiche unterschiedliche Meinungen und Ergebnisse über die Beeinflussung der Spüllösungen auf die Haftkraft und Adhäsion zwischen Haftvermittler und Dentin (Rother, 2016). Um den Einfluss und die Auswirkungen differenzieren zu können, wurden in dieser Untersuchung verschiedene Spüllösungen in Kombination mit verschiedenen Adhäsivsystemen kombiniert und deren Haftwerte gemessen. Bei der vorliegenden Studie wurde eine Gruppe mit Chlorhexidindigluconat (0,2%), eine mit EDTA(17%), eine mit NaOCl (5%) sowie eine Wechselfspülung mit NaOCl und EDTA und Zwischenspülung mit physiologischer Kochsalzlösung (0,9%) durchgeführt, um eine Inaktivierung des NaOCl zu verhindern (Schlichting, 2019). Die Spüllösungen wurden jeweils für 5 min angewendet (Ernst, 2010). Zusätzlich wurde in einer Gruppe untersucht, ob die Anwendung von Glycin-Pulver mit einem Pulversprayhandstück die Haftkraft nach der Wechselfspülung möglicherweise positiv beeinflusst.

### 5.4 Adhäsive

In der vorliegenden Untersuchung wurden Solobond M und Futurabond U als Haftvermittlersysteme verwendet. Solobond M ist ein 2-Schritt-Etch-and-Rinse-Adhäsiv und Futurabond U kann sowohl als 1-Schritt-Self-Etch als auch als 2-Schritt-Etch-and-Rinse-Haftvermittlersystem angewendet werden. Beide Adhäsive werden in Studien und in der Praxis seit einigen Jahren genutzt. Die Vorteile vor allem bei der 1-Schritt-Technik von Futurabond U sind die Einfachheit der Anwendung, die Zeiteffizienz sowie weniger Verarbeitungsfehler. In einer klinischen Langzeitstudie über 10 Jahre konnte gezeigt werden,

dass Solobond M zufriedenstellende Ergebnisse beim Einsatz in der Versorgung von Klasse-II-Kavitäten liefert (Krämer et. al., 2015). Jedoch zeigen auf Ethanol basierende Systeme eine signifikant höhere Haftfestigkeit an Dentin als die auf Aceton basierenden Haftvermittler wie Solobond M (Lopes et al., 2006). Im klinischen Vergleich über einen Zeitraum von drei Jahren sind das 4-Schritt-Etch-Rinse-System Syntac classic und das 1-Schritt-Self-Etch-System Futurabond M erfolgreicher in der Anwendung als das Zwei-Schritt-Etch-and-Rinse-System Solobond M (Häfer et al., 2015). Die Anwendung in Kombination mit Phosphorsäure ermöglicht die Schmierschicht vollständig aufzulösen und zu entfernen. Bei der Self-Etch-Technik wird die Schmierschicht nur angelöst und anschließend infiltriert und nicht vollständig entfernt. Eine Studie der Haftkraftmessung zeigte niedrigere Werte gegenüber der Total-Etch-Technik (Yeşilyurt und Bulucu, 2006). In einer anderen Untersuchung mit Futurabond U wurden keine signifikanten Veränderungen der Mikrozugfestigkeiten mit und ohne Säurevorbehandlung des Dentins gemessen (Torres et. al., 2017).

## 5.5 Ergebnisdiskussion

Immer wieder wird in Studien untersucht, wie und was den adhäsiven Verbund verschiedener Haftvermittlersysteme unterstützen kann. Dabei wurden schon verschiedene therapeutische Primer oder Spüllösungen getestet (Strobel und Hellwig, 2015) und teilweise werden Lösungen wie Chlorhexidindigluconat bei praktizierenden Zahnärzten zum „Rewetting“ des Dentins vor der direkten adhäsiven Restauration angewandt.

In der vorliegenden In-vitro-Studie sollte der Einfluss verschiedener Spüllösungen und des Glycin-Pulvers auf den Haftverbund der zwei genannten Adhäsivsysteme in der jeweiligen Anwendung bei humanen Dentinproben untersucht werden. Der folgende Abschnitt setzt sich mit den Endergebnissen der Messungen kritisch auseinander und beleuchtet mögliche Gründe und Auslöser, die zu Verbesserungen oder aber auch zur Reduktion der Mikrozugfestigkeiten führen.

Die Mittelwerte der Mikrozugfestigkeiten von Futurabond U in der Self-Etch- (65,59 MPa  $\pm$ 10,1 MPa) als auch in der Etch-and-Rinse-Anwendung (62,43 MPa  $\pm$ 15,24 MPa) liegen teilweise höhere als in vergleichbaren Studien (Wagner et al., 2014). Bezüglich des Solobond M-Adhäsivsystems gibt es kaum vergleichbare Studien und Referenzwerte. Die vorliegende Untersuchung hat gezeigt, dass Solobond M (28,85 MPa  $\pm$ 8,18 MPa) jedoch signifikant schlechtere Haftwerte aufweist im Gegensatz zu Futurabond U in der Self-Etch- und in der Etch-and-Rinse-Anwendung.

Als mögliche Ursachen für unterschiedliche Haftwerte in den verschiedenen Studien sind zu nennen, dass das Studiendesign mit dem Versuchsaufbau, dem Probendurchmesser, der simulierten Dentinkavität und Perfusion teilweise stark differieren kann (Burke et al., 2008; Zalikowski, 2015). Daher kann man nur eingeschränkt die unterschiedlichen Studien im Vergleich miteinander beurteilen (Heintze, 2013).

So kann beispielweise eine ausgeprägte Schmierschicht zu signifikant schlechteren Haftwerten bei selbstkonditionierenden Adhäsiven führen (Belli et al., 2011).

Die Dentinperfusion und die Dentinkavitätentiefe haben, wie in einigen Studien beschrieben, nachgewiesenermaßen Einfluss auf die Haftwerte. So nehmen in weiter apikal gelegenen Bereichen die Tubulidichte und der -durchmesser zu, was den adhäsiven Haftverbund zusätzlich erschwert (Garberoglio und Brännström, 1976; Pegado et al., 2010). In dieser Untersuchung wurden die physiologischen Gegebenheiten der Dentinperfusion wie beschrieben nachempfunden (Schaller et al., 1994), denn der intrapulpaire Druck beeinflusst die Permeabilität und die Fähigkeit der Penetration und Versiegelung der verwendeten Haftvermittlersysteme. Ohne die Einbeziehung der Dentinperfusion kommen zu hohe Messwerte zustande (Sauro et al., 2007; Feitosa et al., 2012). Die In-vitro-Studie kann jedoch nicht die Schwankungen des intrapulpaire Druckes in vivo reproduzieren, die u.a. durch die Anwendung von Lokalanästhetika entstehen können (Beveridge und Brown, 1965). Daneben unterscheidet sich die verwendete physiologische Kochsalzlösung vom Dentinliquor und lässt den Schluss zu, dass Lösungen mit Serumproteinen mehr dem physiologischen Liquor entsprechen (Augustin et al., 1998; Gernhardt et al., 2018). Zusätzlich wird diskutiert, dass Self-Etch-Adhäsive aufgrund ihrer Hydrophilie Dentinliquor durch die Hybridschicht penetrieren lassen (Frankenberger und Blunck, 2013).

Spüllösungen wie Natriumhypochlorit, Chlorhexidinguconat und EDTA werden meist bei der Aufbereitung des Wurzelkanalsystems zur Desinfektion, Reduzierung der Bakterien und Unterstützung der mechanischen Aufbereitung genutzt. Durch die Versuche sollte dargestellt werden, wie die sowohl in der Endodontie eingesetzten Spüllösungen als auch CHX als therapeutischer Primer vor der adhäsiven Restauration sich auf den Haftverbund im Vergleich auswirken und ob möglicherweise Glycin-Pulver die Haftwerte nach einer Wechselspülung mit EDTA und NaOCl verbessern kann.

Durch seine vielseitigen chemischen Eigenschaften wird NaOCl hauptsächlich während der chemo-mechanischen Aufbereitung genutzt (Abuhaimed und Neel, 2017). In der Literatur wird beschrieben, dass Natriumhypochlorit mit einer Konzentration von 3% sich negativ auf die Dentinbeschaffenheit auswirkt. Dabei führt die proteolytische Auflösung des organischen Dentinanteils zur Rissbildung, Reduktion der Biegefestigkeit und des Elastizitätsmoduls (Marending et al., 2007). Ab einer Konzentration von 1% wird durch Oxidation und

Hydrolyse vitales und nekrotisches Pulpagewebe gelöst (Zehnder et al., 2003; Hülsmann, 2006). Unterschiedliche Studien beschreiben, dass der Einsatz von NaOCl unabhängig von der Konzentration eindeutig negative Auswirkungen auf die Dentinhaftung von verschiedenen Haftvermittlersystemen hat (Da Cunha et al., 2010; Prasansuttiorn et al., 2011; Dikmen und Tarim, 2018). Zusätzlich kann Natriumhypochlorit die Bildung der Hybridschicht stören (Mannocci et al., 1999).

Bei der vorliegenden Untersuchung konnten die beschriebenen Erkenntnisse zum Teil bestätigt werden. Natriumhypochlorit führte zu einer signifikanten Verschlechterung der Haftwerte von Futurabond U sowohl in der Self-Etch- als auch in der Etch-and-Rinse-Anwendung. Bei Solobond M ließ sich eine leichte Reduktion der Mikrozugfestigkeiten erkennen, die jedoch nicht signifikant ist. Somit konnte die Arbeitshypothese teilweise bestätigt werden. Trotzdem gibt es keinen nennenswerten Unterschied zwischen der Self-Etch- und Etch-and-Rinse-Verwendung bei Futurabond U. Eine Begründung für die Reduktion der Mikrozugfestigkeiten ist vermutlich der Verbleib von Rückständen der NaOCl-Spülung auf dem Dentin, die einen pH-Wert von  $> 11$  besitzt und damit die Möglichkeit der Neutralisation von sauren Monomeren. Das hat zur Folge, dass Self-Etch-Haftvermittler nicht mehr in der Lage sind, das Dentin zu demineralisieren (Guida, 2006). Andere Arbeitsgruppen belegten ebenfalls eine Reduktion der Verbundfestigkeit (Weston et al., 2007; Bärenz et al., 2013; Khoroushi et al. 2014; Rother, 2016). Dabei wurde auch beschrieben, dass ein Zerfall der Lösung in Natriumchlorid und Sauerstoff sich nachteilig auf die Polymerisation und damit einen stabilen Haftverbund auswirkten.

Chlorhexidindigluconat (CHX) zeichnet sich durch eine hohe Substantivität und ein erweitertes Keimspektrum gegen *Enterococcus faecalis* aus. Die antiseptische Wirkung reicht aufgrund des Reservoirs über die Dauer der Anwendung hinweg (Carrilho et al., 2010; Liu et al., 2011). Daneben ist CHX, wie in der Literatur vielfach beschrieben, ein potenter MMP-Inhibitor (Breschi et al., 2010b; Liu et al., 2011; Wennberg, 2015). Für bestmögliche Ergebnisse wird eine Konzentration von 0,2% (Goltz, 2009) für 30 s empfohlen (Strobel und Hellwig, 2015). Es gibt in der Literatur keinen gemeinsamen Konsens, ob CHX zu einer Verbesserung der Haftwerte führt. So zeigen einige Studien einen positiven Einfluss auf die Haftung (Zorzin, 2011; Maravić et al., 2019; Rayar et al., 2019), andere keinen (De Munck et al., 2010; Stanislawczuk et al., 2011) oder einen negativen Einfluss auf die Haftung (Farina et al., 2011; Dikmen und Tarim, 2018). Auch in der vorliegenden Untersuchung kann bezüglich CHX keine eindeutige Aussage zur Einflussnahme auf die Mikrozugfestigkeiten getroffen werden. Nur bei Solobond M führte die vorherige Anwendung mit CHX zu einer signifikanten Verbesserung der Haftwerte ( $45,65 \text{ MPa} \pm 15,21 \text{ MPa}$ ). Bei Futurabond U zeigen sich in der Anwendung als Self-Etch und Etch-and-Rinse leichte Verbesserungen der Haftwerte im Vergleich zu den Kontrollgruppen, die

jedoch nicht signifikant sind. Die Ergebnisse werden dabei von der Studie von Ebrahimi et al. an Milchmolaren unterstützt, wo deutlich wurde, dass CHX bei Single Bond die unmittelbare Haftung begünstigt, aber keinen Einfluss auf die Haftung von Clearfil SE hat (Ebrahimi et al., 2018). Auch 2015 konnten Zheng et al. zeigen, dass bei mit CHX vorbehandelten Proben nach einer Alterung von 9 Monaten die Mikrozugfestigkeit bei dem Etch-and-Rinse Adhäsiv Optibond FL signifikant höher war als bei der Kontrollgruppe und dass es keinen Einfluss auf das Self-Etch Adhäsiv (Clearfil SE) gab (Zheng et al., 2015). Die Arbeit von Nishitani et al. machte deutlich, dass CHX keinen negativen Einfluss auf die Haftung von Etch-and-Rinse Adhäsiven vorweist, jedoch bis zu einer Konzentration von 1 % auch keine Verbesserung oder Verschlechterung bei Self-Etch Adhäsiven ergab (Nishitani et al., 2013).

Das demineralisierende Ethylendiamintetraacetat (EDTA) wird üblicherweise in der Praxis in Konzentrationen von 15-17% zusätzlich zu NaOCl für die Abschlusspülung verwendet, um Kalzifizierungen aufzulösen und die Aufbereitung der Kanäle zu erleichtern (Hülsmann, 2008; Schlichting, 2019). Hinzu kommt, dass EDTA wie CHX ein effektiver MMP-Inhibitor ist und den Abbau der Hybridschicht minimieren kann (Thompson et al., 2012). 2009 beschrieben Santos et al., dass MMPs auch im Wurzelkanaldentin eine Rolle spielen und deswegen nicht bei einem stabilen adhäsiven Haftverbund zu vernachlässigen sind (Santos et al., 2009). Bei den Messungen der vorliegenden Arbeit konnten sowohl bei Futurabond U in beiden Anwendungen als auch bei Solobond M keine signifikanten Verbesserungen oder Verschlechterungen der Messwerte bestimmt werden. Dies bestätigt die angenommene Arbeitshypothese, dass CHX am ehesten zu einer Verbesserung der Haftwerte im Vergleich zu EDTA und NaOCl führt. In der Studie von Thompson et al. konnte dabei gezeigt werden, dass bereits ab einer Expositionszeit von einer Minute die MMP-Aktivität signifikant reduziert werden kann (Thompson et al., 2012). Nicht zu vernachlässigen ist jedoch, dass 15 %iges EDTA zu Demineralisationstiefen von 20 - 30  $\mu\text{m}$  führt (Rother, 2016). Es wurden bei längeren Anwendungsdauern auch Maximalwerte der Demineralisation bis 50  $\mu\text{m}$  beschrieben (Von der Fehr und Östby, 1963). Dabei entsteht eine glatte Dentinoberfläche mit der freien Kollagenmatrix. Die Dekalzifizierung ist aufgrund der Molekülstruktur des Komplexbildners zusätzlich begrenzt (Scelza et al., 2003). So genügt bereits eine Einwirkzeit von drei Minuten, um die Dentinkanälchen zu öffnen (Scelza et al., 2004). Ein Vorteil von EDTA im Gegensatz zu NaOCl ist, dass das Kollagennetz nach der EDTA Spülung besser erhalten ist als nach der NaOCl-Spülung (Osorio et al., 2005). Dies spiegelt sich auch in den gemessenen Haftwerten der vorliegenden Untersuchung wider, die zeigt, dass NaOCl bei Futurabond U als Self-Etch und Etch-and-Rinse zu einer signifikanten Reduzierung führt, nicht aber bei der EDTA-Spülung. Ein Unterschied zwischen der Self-Etch und Etch-and-Rinse-Anwendung ließ sich, wie vermutet, nicht feststellen.



Um anorganische Bestandteile und die Schmierschicht zusätzlich zu reduzieren, ist eine Wechselspülung mit NaOCl und EDTA sinnvoll (Schlichting, 2019). In dieser Studie führte die Wechselspülung mit NaOCl und EDTA zu einer signifikanten Reduktion der Haftung bei Futurabond U sowohl als Self-Etch (27,69 MPa  $\pm$  10,2 MPa) als auch als Etch-and-Rinse (20,82 MPa  $\pm$  6,33 MPa). Bei Solobond M lässt sich nur eine leichte Reduktion der Mikrozugfestigkeiten feststellen (13,33 MPa  $\pm$  3,87 MPa), die nicht signifikant ist. Damit bestätigte sich die Arbeitshypothese nur teilweise. Eine aktuelle Studie, die verschiedene Kollagenvernetzer nach einer Wechselspülung mit NaOCl und EDTA untersuchte, stellte ebenfalls fest, dass sowohl bei Self-Etch- als auch bei Etch-and-Rinse-Adhäsiven die Haftfestigkeiten nach der Spülung mit NaOCl und EDTA signifikant niedriger lagen als bei der Kontrollgruppe (Cecchin et al., 2018). Ein ähnliches Ergebnis zeigte die Untersuchung von Dikmen und Tarim, in der bei allen Adhäsivsystemen die Kombination aus EDTA und NaOCl zu einer Reduzierung der Haftung nach der Spülung führte (Dikmen und Tarim, 2018). Im Gegensatz dazu stellten Cecchin et al. statistisch keinen Unterschied bei der Anwendung der beiden Spüllösungen bei der Messung der Mikrozugfestigkeiten von zwei selbststützenden Adhäsivsystemen fest. Dabei ist zu berücksichtigen, dass eine 1%ige NaOCl Lösung verwendet wurde (Cecchin et al., 2010) und nicht wie in dieser Studie eine 5 %ige Lösung. Natriumhypochlorit soll ab einer 3%igen Konzentration die Dentineigenschaften nachteilig beeinflussen (Marending et al., 2007).

Als vierter Aspekt sollte untersucht werden, ob Glycin-Pulver, das mit dem Strahlgerät auf die Dentinoberfläche aufgetragen wurde, nach der Wechselspülung die Haftung positiv beeinflussen kann. Im Ergebnis der Messungen lässt sich feststellen, dass die zusätzliche Anwendung des Glycin-Air-Flow-Pulvers bei allen Haftvermittlersystemen nicht zur signifikanten Verbesserung der Haftung gegenüber der vorher angewandten Spülung mit NaOCl und EDTA führt. Es bestätigte sich die Vermutung, dass die Konditionierung der Oberfläche nicht ausreichend für eine signifikante Steigerung der Haftwerte ist. Frankenberger et al. untersuchten in ihrer Studie den Einfluss auf die Haftfestigkeiten von Calciumcarbonat- und Glycin-Pulverstrahler in Kombination mit verschiedenen Etch-and-Rinse- und Self-Etch-Adhäsiven. Dabei wurden nur bei Calciumcarbonat signifikant reduzierte Haftwerte gemessen, nicht aber bei der Verwendung des Glycin-Pulvers. Glycin habe keinen Einfluss auf die Haftung und wurde im Gegensatz zu Calciumcarbonat für die Reinigung vor adhäsiven Restaurationen empfohlen (Frankenberger et al., 2007). Eine vergleichbare aktuellere Studie von 2017 zeigte bei Anwendung des AIR-FLOW PERIO Glycin-Pulvers keine signifikanten Veränderungen der Haftfestigkeiten eines Universaladhäsives bei simulierten Pulpendruck zur Kontrollgruppe (Flury et al., 2017). Dem widerspricht scheinbar eine andere Untersuchung aus dem selben Jahr, wo sowohl durch Natriumbicarbonat als auch durch Glycin-Pulver die Scherhaftfestigkeiten und

Oberflächenenergien gesenkt wurden. Allerdings waren die Veränderungen bei Natriumbicarbonat deutlicher (Tamura et al., 2017). Jedoch wurden bovine Dentinproben verwendet, die sich in der Qualität und Quantität der Dentintubuli sowie im Mineralgehalt des peritubulären Dentins von humanem Dentin deutlich unterscheiden. Die Ergebnisse sollten aus diesen Gründen nur sehr bedingt verglichen werden (Lopes et al., 2003).

## 6 Zusammenfassung

In der vorliegenden In-vitro-Studie sollte der Einfluss verschiedener Spüllösungen und Vorbehandlungen auf den Haftverbund von Adhäsiven auf humanen Dentinproben im Mikrozugversuch untersucht werden.

Für die tägliche Praxis ist es von grundlegender Bedeutung, dass der techniksensitive adhäsive Verbund möglichst stark und dauerhaft ist, um eine stabile und langlebige Restauration zu gewährleisten. Proteolytisch aktive Enzyme wie die MMPs gefährden bei ihrer Aktivierung die Hybridschicht des Adhäsivs und damit die Langlebigkeit der adhäsiven Restauration.

Chlorhexidin wird vielfach als therapeutischer Primer vor der direkten adhäsiven Restauration eingesetzt. In der Endodontie sind Spüllösungen mit NaOCl, EDTA und auch CHX fester Bestandteil der chemo-mechanischen Aufbereitung. In der Untersuchung wurden 5 %iges NaOCl für 120 s, 0,2 %iges CHX für 30 s, 17 %iges EDTA für 60 s, eine Wechselfspülung mit 5 %igen NaOCl und 17 %igen EDTA sowie die anschließende Konditionierung mit dem Glycin-Pulver (AIR-FLOW PERIO) für 10 s bei den Adhäsivsystemen Solobond M und Futurabond U getestet. Dabei wurde das Futurabond U sowohl als Self-Etch- als auch als Etch-and-Rinse-Adhäsiv verwendet.

Bei allen 270 standardisierten Dentinproben kariesfreier Weisheitszähne wurden Mikrozugfestigkeiten gemessen. Eine Versuchsgruppe bestand aus jeweils 15 Proben, die mit den zu untersuchenden Lösungen wie oben beschrieben entsprechend vorbehandelt wurden. Die Messung der Haftwerte fand unter ständiger Dentinperfusion mit 0,9%iger physiologischer Kochsalzlösung 15 min nach der Polymerisation des Komposits mit Hilfe der Universalprüfmaschine vom Typ Z005 statt.

Die Arbeitshypothesen bestätigten sich nur teilweise. So führte CHX nur zu einer signifikanten Verbesserung der Haftwerte bei Solobond M ( $45,65 \text{ MPa} \pm 15,21 \text{ MPa}$ ), nicht aber bei Futurabond U.

Dagegen reduzierte NaOCl signifikant die Mikrozugfestigkeiten bei Futurabond U in der Self-Etch- und Etch-and-Rinse- Anwendung.

EDTA hat bei allen drei Versuchsreihen keine signifikanten Auswirkungen auf die Haftwerte der Adhäsivsysteme ergeben. Jedoch führt die Wechselfspülung mit EDTA und NaOCl bei Futurabond zu einer deutlichen signifikanten Reduktion, allerdings nicht bei Solobond M.

Die Konditionierung der Dentinoberfläche mit dem Glycin-Air-Flow-Pulver führt bei keinem der Haftvermittlersysteme zur signifikanten Verbesserung der Haftung gegenüber

der vorher angewandten Wechselspülung. Auch ein signifikanter Unterschied bei der Anwendung der unterschiedlichen Lösungen zwischen dem Self-Etch- und Etch-and-Rinse-Adhäsiven konnte in dieser Untersuchung nicht belegt werden.

Abschließend lässt sich aus dieser Studie schlussfolgern, dass CHX zu einer Verbesserung der Haftung führen kann, während NaOCl diese reduziert. Auch das nachempfundene Spülprotokoll wirkt sich negativ auf die Mikrozugfestigkeiten aus. So ist es für einen adhäsiven Haftverbund entscheidend, dass vor der Konditionierung Reste von NaOCl möglichst vollständig entfernt werden und gegebenenfalls ein Re-Wetting mit CHX erfolgt. Das Glycin-Air-Flow-Pulver kann keine Verbesserung der Haftung leisten. Weiterführende In-vitro- als auch In-vivo-Untersuchungen bezüglich des Einflusses verschiedener Vorbehandlungsmaßnahmen auf den Haftverbund sind zu empfehlen.

## 7 Literaturverzeichnis

- Abate PF, Molina MJ, Macchi RL (2001) Adhesion of composite to air-abraded enamel and dentin. *Acta Odontol Latinoam* 14:14-17
- Abuhaimed TS, Abou Neel EA (2017) Sodium Hypochlorite Irrigation and Its Effect on Bond Strength to Dentin. *Biomed Res Int Epub* 2017 Aug 20
- Ahid F, Andrade MF, Campos EA, Luscino F, Vaz LG (2004) Influence of different dentin etching times and concentrations and air-abrasion technique on dentin microtensile bond strength. *Am Journal of Dentistry* 17:447-450
- Almahdy A, Koller G, Sauro S, Bartsch JW, Sherriff M, Watson TF, Banerjee A (2012) Effects of MMP inhibitors incorporated within dental adhesives. *J Dent Res* 91:605-611
- Andersen M, Lund A, Andreasen JO, Andreasen FM (1992) In vitro solubility of human pulp tissue in calcium hydroxide and sodium hypochlorite. *Endod Dent Traumatol* 8:104-108
- Armstrong SR, Jessop JL, Vargas MA, Zou Y, Qian F, Campbell J, Pashley DH (2006) Effects of exogenous collagenase and cholesterol esterase on the durability of the resin-dentin bond. *J Adhes Dent* 8:151-160
- Atkinson DR, Cobb CM, Killoy WJ (1984) The effect of an air-powder abrasive system on in vitro root surfaces. *J of Periodont* 55:13-18
- Augustin C, Paul SJ, Lüthy H, Schärer P (1998) Perfusing dentine with horse serum or physiologic saline: its effect on adhesion of dentine bonding agents. *J Oral Rehabil* 25:596-602
- Bärenz S, Roggendorf MJ, Braun A, Faber FJ, Roggendorf HC (2013) Einfluss endodontischer Spüllösungen auf den Haftverbund des selbstadhäsiven Befestigungskomposits Bifix SE zum Kanalwanddentin. *Jahrestagung der DGZ und DGET; Poster 22*
- Baier RE (1992) Principles of adhesion. *Oper Dent* 5:1-9
- Baratto-Filho F, de Carvalho JR Jr, Fariniuk LF, Sousa-Neto MD, Pecora JD, da Cruz-Filho AM (2004) Morphometric analysis of the effectiveness of different concentrations of sodium hypochlorite associated with rotary instrumentation for root canal cleaning. *Braz Dent J* 15:36-40
- Barrett AJ, Rawlings ND, Woessner JF (1998) *Handbook of Proteolytic Enzymes*. Academic Press, San Diego, California:989
- Baumgartner JC, Brown CM, Mader CL, Peters DD, Shulman JD (1984) A scanning electron microscopic evaluation of root canal debridement using saline, sodium

- hypochlorite, and citric acid. *J Endod* 10:525-531
- Baumgartner JC, Ibay AC (1987) The chemical reactions of irrigants used for root canal debridement. *J Endod* 13:47-51
- Bayle MA, Grégoire G, Sharrock P (2007) The role of acrylophosphonic acid monomers in the formation of hybrid layers based on self-etch adhesives. *J Dent* 35:302-308
- Bekes K, Boeckler L, Gernhardt CR, Schaller HG (2007) Clinical performance of a self-etching and a total-etch adhesive system- 2-year results. *J Oral Rehabil* 11:855-861
- Belli R, Sartori N, Peruchi LD, Guimarães JC, Vieira LC, Baratieri LN, Monteiro S Jr. (2011) Effect of multiple coats of ultra-mild all-in-one adhesives on bond strength to dentin covered with two different smear layer thicknesses. *J of Ad Dent* 13:507-516
- Benetti AR, Asmussen E, Peutzfeldt A (2007) Influence of curing rate of resin composite on the bond strength to dentin. *Oper Dent* 32:144-148
- Berkstein S, Reiff RL, McKinney JF, Killoy WJ (1987) Supragingival root surface removal during maintenance procedures utilizing an air-powder abrasive system or hand scaling. An in vitro study. *J Periodontol* 58:327-330
- Berry EA, von der Lehr WN, Herrin HK (1987) Dentin surfaces treated for the removal of the smear layer: An SEM study. *J Am Dent Assoc* 115:65-67
- Beveridge EE, Brown AC (1965) The measurement of human dental intrapulpal pressure and its response to clinical variables. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 19:655-668
- Birkedal-Hansen H, Moore WG, Bodden MK, Windsor LJ, Birkedal-Hansen B, DeCarlo A, Engler JA (1993) Matrix metalloproteinases: a review. *Crit Rev Oral Biol Med* 4:197-250
- Blunck U, Haller B (1999) Klassifikation von Bondingsystemen. *Quintessenz* 50:1021-1033
- Blunck U, Pohl M, Dieker A (1990) Extraktionszeitpunkt und Kavitätenlage bei der In-vitro-Prüfung von Dentinhaftmitteln. *Dtsch Zahnärztl Z* 45:639-642
- Boer WM (2006) Interessante neue Indikationen für selbstkonditionierende Adhäsive aus der Sicht eines niedergelassenen Zahnarztes. *Quintessenz* 57: 507-510
- Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH (2003) Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. *Dent Mater* 19:199-205
- Boukpepsi T, Menashi S, Camoin L, Tencate JM, Goldberg M, Chaussain-Miller C (2008) The effect of stromelysin-1 (MMP-3) on non-collagenous extracellular matrix proteins of demineralized dentin and the adhesive properties of restorative resins. *Biomaterials* 29:4367-4373
- Brackett WW, Tay FR, Brackett MG, Dib A, Sword RJ, Pashley DH (2007) The effect of chlorhexidine on dentin hybrid layers in vivo. *Oper Dent* 32:107-111
- Brandt, KV (2011) Der Einfluss externen Bleichens auf die Mikro-Zugfestigkeit verschiedener Adhäsivsysteme auf humanem Dentin (Dissertation). Halle-Wittenberg:

Martin-Luther-Universität

- Breschi L, Cammelli F, Visintini E, Mazzoni A, Vita F, Carrilho M, Cadenaro M, Foulger S, Mazzoti G, Tay FR, Di Lenarda R, Pashley D (2009) Influence of chlorhexidine concentration on the durability of etch-and-rinse dentin bonds: a 12-month in vitro study. *J Adhes Dent* 11:191-198
- Breschi L, Maravic T, Comba A, Cunha SR, Loguercio AD, Reis A, Hass V, Cadenaro M, Mancuso E, Mayer-Santos E, Niu L, Pashley DH, Tay FR, Mazzoni A (2020) Chlorhexidine preserves the hybrid layer in vitro after 10-years aging. *Dent Mater* 36:672-680
- Breschi L, Martin P, Mazzoni A, Nato F, Carrilho M, Tjäderhane L, Visintini E, Cadenaro M, Tay FR, De Stefano Dorigo E, Pashley DH (2010a) Use of a specific MMP-inhibitor (galardin) for preservation of hybrid layer. *Dent Mater* 26:571-578
- Breschi L, Mazzoni A, Nato F, Carrilho M, Visintini E, Tjäderhane L, Ruggeri A Jr, Tay FR, Dorigo Ede S, Pashley DH (2010b) Chlorhexidine stabilizes the adhesive interface: a 2-year in vitro study. *Dent Mater* 26:320-325
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E (2008) Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater* 24:90-101
- Burke FJ, Hussain A, Nolan L, Fleming GJ (2008) Methods used in dentine bonding tests: an analysis of 102 investigations on bond strength. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 16:158-165
- Burnett LH Jr, Conceição EN, Pelinos JE, Eduardo CD (2001) Comparative study of influence on tensile bond strength of a composite to dentin using Er:YAG laser, air abrasion, or air turbine for preparation of cavities. *J Clin Laser Med Surg* 19:199-202
- Buttler TK, Crawford JJ (1982) The detoxifying effect of varying concentrations of sodium hypochlorite on endotoxins. *J Endod* 8:59-66
- Cadenaro M, Antonioli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, Biasotto M, Contardo L, Breschi L (2005) Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci* 113:525-530
- Calt S, Serper A (1999) Dentinal tubule penetration of root canal sealers after root canal dressing with calcium hydroxide. *J Endod* 25:431-433
- Camargo CH, Siviero M, Camargo SE, de Oliveira SH, Carvalho CA, Valera MC (2007) Topographical, diametral, and quantitative analysis of dentin tubules in the root canals of human and bovine teeth. *J Endod* 33:422-426
- Campos EA, Correr GM, Leonardi DP, Barato-Filho F, Gonzaga CC, Zielak JC (2009) Chlorhexidine diminishes the loss of bond strength over time under simulated pulpal pressure and thermo-mechanical stressing. *J Dent* 37:108-114

- Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, Van Meerbeek B (2011) Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J* 56:31-44
- Caron G, Nham K, Bronnec F, Machtou P (2010) Effectiveness of different final irrigant activation protocols on smear layer removal in curved canals. *J Endod* 36:1361-1366
- Carrilho MR, Carvalho RM, de Goes MF, di Hipólito V, Geraldeli S, Tay FR, Pashley DH, Tjäderhane L (2007a) Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res* 86:90-94
- Carrilho MR, Carvalho RM, Sousa EN, Nicolau J, Breschi L, Mazzoni A, Tjäderhane L, Tay FR, Agee K, Pashley DH (2010) Substantivity of chlorhexidine to human dentin. *Dent Mater* 26:779-785
- Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, de Goes MF, Carvalho RM, Tjäderhane L, Reis AF, Hebling J, Mazzoni A, Breschi L, Pashley D (2007b) In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res* 86:529-533
- Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR (2005) A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials* 26:1035-1042
- Carvalho RM, Yoshiyama M, Pashley EL, Pashley DH (1996) In vitro study on the dimensional changes of human dentine after demineralization. *Arch Oral Biol* 41:369-377
- Cecchin D, Farina AP, Bedran-Russo AK (2018) Efficacy of Natural Collagen Crosslinkers on the Compromised Adhesive Bond Strength to NaOCl-treated Pulp Chamber Dentin. *J Adhes Dent* 20:365-369
- Cecchin D, Farina AP, Galafassi D, Barbizam JV, Corona SA, Carlini-Júnior B (2010) Influence of sodium hypochlorite and edta on the microtensile bond strength of a self-etching adhesive system. *J Appl Oral Sci* 18:385-389
- Çelik C, Ozel Y, Bağış B, Erkut S (2010) Effect of laser irradiation and cavity disinfectant application on the microtensile bond strength of different adhesive systems. *Photomed Laser Surg* 28:267-272
- Chaiyabutr Y, Kois JC (2008) The effects of tooth preparation cleansing protocols on the bond strength of self-adhesive resin luting cement to contaminated dentin. *Oper Dent* 33:556-563
- Charlton DG (1996) Dentin bonding: past and present. *Gen Dent* 44:498-507
- Chaves P, Giannini M, Ambrosano GMB (2002) Influence of smear layer pretreatments on bond strength to dentin. *J Adhes Dent* 4:191-196
- Cheung DT, Tong D, Perelman N, Ertl D, Nimni ME (1990) Mechanism of crosslinking of proteins by glutaraldehyde. IV: In vitro and in vivo stability of a crosslinked collagen



- matrix. *Connect Tissue Res* 25:27-34
- Clegg MS, Vertucci FJ, Walker C, Belanger M, Britto LR (2006) The effect of exposure to irrigant solutions on apical dentin biofilms in vitro. *J Endod* 32:434-437
- Cova A, Breschi L, Nato F, Ruggeri A Jr, Carrilho M, Tjäderhane L, Prati C, Di Lenarda R, Tay FR, Pashley DH, Mazzoni A (2011) Effect of UVA-activated riboflavin on dentin bonding. *J Dent Res* 90:1439-1445
- Cunningham MP, Meiers JC (1997) The effect of dentin disinfectants on shear bond strength of resin-modified glass-ionomer materials. *Quintessence Int* 28:545-551
- Cunningham WT, Martin H, Forrest WR (1982) Evaluation of root canal débridement by the endosonic ultrasonic synergistic system. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol.* 53:401-404
- Da Cunha LF, Furuse AY, Mondelli RF, Mondelli J (2010) Compromised bond strength after root dentin deproteinization reversed with ascorbic acid. *J Endod* 36:130-134
- Davalloo R, Tavangar SM, Ebrahimi H, Darabi F, Mahmoudi S (2020) In Vitro Comparative Evaluation of Newly Produced Desensitizer, Chlorhexidine and Gluma on Bond Strength and Bond Longevity of Composite to Dentin. *J Dent (Shiraz)* 21:111-118
- De Castro FLA, de Andrade MF, Duarte SLL, Vaz LG, Ahid FJM (2003) Effect of 2% Chlorhexidine on Microtensile Bond Strength of Composite to Dentin. *J Adhes Dent* 5: 129-138
- De Munck J, Mine A, Van den Steen PE, Van Landuyt KL, Poitevin A, Opdenakker G, Van Meerbeek B (2010) Enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces produced by mild self-etch adhesives. *Eur J Oral Sci* 118:494-501
- De Munck J, Van den Steen PE, Mine A, Van Landuyt KL, Poitevin A, Opdenakker G, Van Meerbeek B (2009) Inhibition of enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces. *J Dent Res* 88:1101-1106
- De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B (2005) A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 84:118-132
- Di Lenarda R, Cadenaro M, Sbaizero O (2000) Effectiveness of 1 mol L<sup>-1</sup> citric acid and 15% EDTA irrigation on smear layer removal. *Int Endod J* 33:46-52
- Dikmen B, Tarim B (2018) The effect of endodontic irrigants on the microtensile bond strength of different dentin adhesives. *Niger J Clin Pract* 21:280-286
- Dippel HW, Borggreven JM, Hoppenbrouwers PM (1984) Morphology and permeability of the dentinal smear layer. *J Prosthet Dent* 52:657-662
- Doderer S (2010) Einfluss des Lagerungsmediums auf die Scherfestigkeitswerte eines Self-Etch-Adhäsivs an humanen und bovinen Schmelz- und Dentinflächen (Dissertation). Hamburg-Eppendorf: Universitätsklinik
- Ebrahimi M, Naseh A, Abdollahi M, Shirazi AS (2018) Can Chlorhexidine enhance the

- Bond Strength of Self-etch and Etch-and-rinse Systems to Primary Teeth Dentin?. *J Contemp Dent Pract* 19:404-408
- Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ (1997) Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med* 8:306-335
- El-Housseiny AA, Jamjoum H (2000) The effect of caries detector dyes and a cavity cleansing agent on composite resin bonding to enamel and dentin. *J Clin Pediatr Dent* 25:57-63
- Emilson CG, Bergenholtz G (1993) Antibacterial activity of dentinal bonding agents. *Quintessence Int* 24:511-515
- Ercan E, Erdemir A, Zorba YO, Eldeniz AU, Dalli M, Ince B, Kalaycioglu B (2009) Effect of different cavity disinfectants on shear bond strength of composite resin to dentin. *J Adhes Dent* 11:343-346
- Erdemir A, Ari H, Güngüneş H, Belli S (2004) Effect of medications for root canal treatment on bonding to root canal dentin. *J Endod* 30:113-116
- Erhardt MC, Osorio R, Toledano M (2008) Dentin treatment with MMPs inhibitors does not alter bond strengths to caries-affected dentin. *J Dent* 36:1068-1073
- Ernst CP (2010) Die 20 beliebtesten Fehler beim Kleben. *Der Freie Zahnarzt* 54: 66-83
- Ernst CP (2015) Universaladhäsive - universelle Problemlöser für alles?. *ZMK* 31: 620-629
- Ernst CP, Post M, Willershausen B (1999) Der Einfluß der Kavitätendesinfektion auf den Haftverbund von Dentinadhäsiven. *Dtsch Zahnärztl Z* 54:124-126
- Farina AP, Cecchin D, Barbizam JV (2011) Carlini-Júnior B. Influence of endodontic irrigants on bond strength of a self-etching adhesive. *Aust Endod J* 37:26-30
- Fawzi EM, Elkassas DW, Ghoneim AG (2010) Bonding strategies to pulp chamber dentin treated with different endodontic irrigants: microshear bond strength testing and SEM analysis. *J Adhes Dent* 12:63-70
- Fechner K, Schaller HG, Kielbassa AM (2008) Die Haftkraft selbstkonditionierender Dentinhaftvermittler in Abhängigkeit unterschiedlicher Perfusionsmedien (Dissertation). Halle-Wittenberg: Martin-Luther-Universität
- Feitosa VP, Correr AB, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA (2012) Effect of a new method to simulate pulpal pressure on bond strength and nanoleakage of dental adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 14:517-524
- Ferrari M, Grandini S, Simonetti M, Monticelli F, Goracci C (2002) Influence of a microbrush on bonding fiber post into root canals under clinical conditions. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 94:627-631
- Ferrari M, Mannocci F (2000) A 'one-bottle' adhesive system for bonding a fibre post into a root canal: an SEM evaluation of the post-resin interface. *Int Endod J* 33:397-400
- Ferrari M, Tay FR (2003) Technique sensitivity in bonding to vital, acid-etched dentin. *Oper*

Dent 28:3-8

- Fischer J, Stawarczyk B: Zahnärztliche Materialkunde, Basel, 2009, 68-70
- Flemmig TF, Arushanov D, Daubert D, Rothen M, Mueller G, Leroux BG (2012) Randomized controlled trial assessing efficacy and safety of glycine powder air polishing in moderate-to-deep periodontal pockets. *J Periodontol.* 83:444-452
- Flury S, Peutzfeldt A, Schmidlin PR, Lussi A. Exposed Dentin (2017) Influence of Cleaning Procedures and Simulated Pulpal Pressure on Bond Strength of a Universal Adhesive System. *PLoS One* 12:e0169680
- Foitzik M, Attin T (2004) Korrekturfüllung-Möglichkeiten und Durchführung. *Swiss Dent J* 114:1003-1011
- Foxton RM, Nakajima M, Tagami J, Miura H (2005) Adhesion to root canal dentine using one and two-step adhesives with dual-cure composite core materials. *J Oral Rehabil* 32:97-104
- Frankenberger R (2002) Zur Dauerhaftigkeit des Dentinverbundes. *DZZ* 57: 154-171
- Frankenberger R, Blunck U (2013) Adhäsive Zahnheilkunde: Wissenschaft und Praxis; mit 16 Tabellen; [mit 3D-Brille]. Dt Zahnärzte-Verl, Köln, S. 3-61, 206-218
- Frankenberger R, Dudek MC, Koch A, Roggendorf MJ (2020) Ist die „Battle of the Bottles“ vorbei?. *ZM* 110: 42-46
- Frankenberger R, Lohbauer U, Tay FR, Taschner M, Nikolaenko SA (2007) The effect of different air-polishing powders on dentin bonding. *J Adhes Dent* 9:381-389
- Frankenberger R, Strobel WO, Lohbauer U, Krämer N, Petschelt A (2004) The effect of six years of water storage on resin composite bonding to human dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 69:25-32
- Friedl, KH (2010) Adhäsivsysteme - Aktueller Überblick. *DZ*: 36-37
- Gängler P: Klinik der konservierenden Stomatologie. 1. Aufl. Verlag Volk und Gesundheit, Berlin, 1987, S.115
- Gale MS, Darvell BW(1999) Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 27:89-99
- Gambarini G, Laszkiewicz J (2002) A scanning electron microscopic study of debris and smear layer remaining following use of GT rotary instruments. *Int Endod J* 35:422-427
- Garberoglio R, Brännström M (1976) Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. *Arch Oral Biol* 21:355-362
- Geitel B, Wischniewski R, Jahn KR, Barthel RC, Zimmer S, Roulet JF (2004) Tensile bond strength of composite to air-abraded dentin. *Oper Dent* 29:69-74
- Gendron R, Grenier D, Sorsa T, Mayrand D (1999) Inhibition of the activities of matrix metalloproteinases 2, 8, and 9 by chlorhexidine. *Clin Diagn Lab Immunol* 6:437-439
- Gernhardt CR, Bekes K, Fechner K, Schaller H-G (2006) The influence of human plasma

- used for in vitro dentin perfusion on microtensile bond strength of 5 self-conditioning dentin adhesives. *Quintessence Int* 37:429-435
- Gernhardt CR, Schaller HG, Kielbassa AM (2018) The influence of human plasma used for dentin perfusion on tensile bond strength of different light-curing materials. *Am J Dent* 18:318-322
- Gleixner H, Frankenberger R, Grützner AE, Boer WM (2006) Adhäsivtechnik in der direkten Füllungstherapie - Expertenzirkel um Dr. Pecanov- Schröder. *Dental Magazin* 2:14-40
- Goldberg M, Kulkarni AB, Young M, Boskey A (2011) Dentin: structure, composition and mineralization. *Front Biosci (Elite Ed)*3:711-735
- Goltz S (2009) In vitro Wirksamkeit verschiedener Mundspüllösungen auf parodontopathogene Mikroorganismen der Mundhöhle (Dissertation). Jena: Friedrich-Schiller-Universität
- Gomolka M (2003) Experimentelle Untersuchungen von Stumpfaufbau-Werkstoffen und Adhäsiv-Systemen zu Zahnhartsubstanzen und metallischen Werkstoffen (Dissertation). Jena: Friedrich-Schiller-Universität
- Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC, Tay F, Ferrari M (2004) The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci* 112:353-361
- Grégoire G, Guignes P, Millas A (2005) Effect of self-etching adhesives on dentin permeability in a fluid flow model. *J Prosthet Dent* 93:56-63
- Gross J, Lapierre CM (1962) Collagenolytic activity in amphibian tissues: a tissue culture assay. *Proc Natl Acad Sci USA* 48:1014-1022
- Guida A (2006) Mechanism of action of sodium hypochlorite and its effects on dentin. *Minerva Stomatol*55:471-482
- Gulabivala K, Patel B, Evans G, Ng YL (2005) Effects of mechanical and chemical procedures on root canal surfaces. *Endod Top* 10: 103-122
- Gurgan S, Bolay S, Kiremitçi A (1999) Effect of disinfectant application methods on the bond strength of composite to dentin. *J Oral Rehabil* 26:836-840
- Gwinnett AJ (1992a) Effect of Cavity Disinfection on Bond Strength to Dentin. *J Esthet Rest Dent* 4: 11-13
- Gwinnett AJ (1992b) Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 5:127-129
- Haapasalo M, Endal U, Zandi H, Coil JM (2005) Eradication of endodontic infection by instrumentation and irrigation solutions. *Endod Top* 10:77-102
- Häfer M, Jentsch H, Haak R, Schneider H (2015) A three-year clinical evaluation of a one-step self-etch and a two-step etch-and-rinse adhesive in non-carious cervical lesions. *J*

Dent 43:350-361

- Haller B, Blunck U (2003) Übersicht und Wertung der aktuellen Bondingsysteme. Zahnärztl. Mitteil 93: 48-58
- Haller B, Hofmann N, Klaiber B, Bloching U (1993) Effect of storage media on microleakage of five dentin bonding agents. Dent Mater 9:191-197
- Hannas AR, Pereira JC, Granjeiro JM, Tjäderhane L (2007) The role of matrix metalloproteinases in the oral environment. Acta Odontol Scand 65:1-13
- Hashimoto M, Ito S, Tay FR, Svizero NR, Sano H, Kaga M, Pashley DH (2004) Fluid movement across the resin-dentin interface during and after bonding. J Dent Res 83:843-848
- Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H (2000) In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. J Dent Res 79:1385-1391
- Hebling J, Pashley DH, Tjäderhane L, Tay FR (2005) Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layers in vivo. J Dent Res 84:741-746
- Heintze SD (2013) Clinical relevance of tests on bond strength, microleakage and marginal adaptation. Dent Mater 29:59-84
- Hellwig E, Klimek J, Attin T: Einführung in die Zahnerhaltung. 6. Aufl. Deutscher Zahnärzte Verlag, Köln, 2013, S. 8-11, 212-228
- Hervás-García A, Martínez-Lozano MA, Cabanes-Vila J, Barjau-Escribano A, Fos-Galve P. Composite resins (2006) A review of the materials and clinical indications. Med Oral Patol Oral Cir Bucal 11:215-220
- Hickel, R (2012) Neueste Komposite-viele Behauptungen. BZB 11: 50-53
- Hickel R, Kunzelmann KH, Lambrechts P, Perdigo J, Vanherle G, Van Meerbeek B, Frankenberger R, De Munck J (2001) Die Adhäsivtechnologie, Ein Leitfaden für Theorie und Praxis. 3M ESPE
- Hosaka K, Nakajima M, Monticelli F, Carrilho M, Yamauti M, Aksornmuang J, Nishitani Y, Tay FR, Pashley DH, Tagami J (2007) Influence of hydrostatic pulpal pressure on the microtensile bond strength of all-in-one self-etching adhesives. J Adhes Dent 9:437-442
- Hülsmann M (2006) Die Desinfektion des endodontischen Systems. Endodontie 15: 147-168
- Hülsmann M: Checklisten der Zahnmedizin, Endodontie. 1. Aufl. Georg Thieme Verlag KG, Stuttgart, 2008, S. 147-154
- Hülsmann M, Heckendorff M, Lennon A (2003) Chelating agents in root canal treatment: mode of action and indications for their use. Int Endod J 36:810-830
- Ikemura K, Tay FR, Hironaka T, Endo T, Pashley DH (2003) Bonding mechanism and ultrastructural interfacial analysis of a single-step adhesive to dentin. Dent Mat 19:707-715

- Ilie N, Kunzelmann KH, Hickel R (2006) Evaluation of micro-tensile bond strengths of composite materials in comparison to their polymerization shrinkage. *Dent Mater* 22:593-601
- Ilie N, Stawarczyk B (2014) Zahnheilkunde Bulk-Fill-Komposite: neue Entwicklungen oder doch herkömmliche Komposite?. *ZMK* 3:90-96
- Inoue G, Nikaido T, Foxton RM, Tagami J (2009) The acid-base resistant zone in three dentin bonding systems. *Dent Mater J* 28:717-721
- Inoue S, Pereira PNR, Kawamoto C, Nakajima M, Koshiro K, Tagami J, Carvalho RM, Pashley DH, Sano H (2003) Effect of depth and tubule direction on ultimate tensile strength of human coronal dentin. *Dent Mater J* 22: 39-47
- Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H, Van Meerbeek B (2001) Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 3:237-245
- Johnsson G, Brännström M (1976) Reinigung und Isolierung präparierter Flächen. *Quintessenz*: 139-145
- Jones IL, Leaver AG (1974) Studies on the minor components of the organic matrix of human dentine. *Arch Oral Biol* 19:371-380
- Kaiser E, Grünberg C, Bauer F (2017) Wurzelfüllmaterialien und -techniken. Ein Überblick. *BZB* 56:57-58
- Kappert HF, Eichner K: Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Bd 2: Werkstoffe unter klinischen Aspekten. 6. Aufl. Thieme, Stuttgart, 2008, S. 184
- Karagöz-Küçükay I, Bayirli G (1994) An apical leakage study in the presence and absence of the smear layer. *Int Endod J* 27:87-93
- Kato MT, Hannas AR, Leite AL, Bolanho A, Zarella BL, Santos J, Carrilho M, Tjäderhane L, Buzalaf MA (2011) Activity of matrix metalloproteinases in bovine versus human dentine. *Caries Res* 45:429-434
- Khademi A, Feizianfard M (2004) The Effect of EDTA and Citric Acid on Smear Layer Removal of Mesial Canals of First Mandibular Molars, A Scanning Electron Microscopic Study. *J Res Med Sci* 9:80-88
- Khoroushi M, Kachuei M (2014) Pull-out bond strength of a self-adhesive resin cement to NaOCl-treated root dentin: effect of antioxidizing agents. *Restor Dent Endod* 39:95-103
- Khoroushi M, Sheikhi M, Khalilian-Gourtani A, Soleimani B (2016) Effect of root canal rinsing protocol on dentin bond strength of two resin cements using three different method of test. *J Clin Exp Dent* 8:246-254
- Kim J, Uchiyama T, Carrilho M, Agee KA, Mazzoni A, Breschi L, Carvalho RM, Tjäderhane L, Looney S, Wimmer C, Tezvergil-Mutluay A, Tay FR, Pashley DH

- (2010) Chlorhexidine binding to mineralized versus demineralized dentin powder. *Dent Mater* 26:771-778
- King NM, Tay FR, Pashley DH, Hashimoto M, Ito S, Brackett WW, García-Godoy F, Sunico M (2005) Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent* 18:126-134
- Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N (2001) Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect of smear layers. *Dent Mater* 17:122-126
- Krämer N, Reinelt C, Frankenberger R (2015) Ten-year Clinical Performance of Posterior Resin Composite Restorations. *J Adhes Dent* 17:433-41
- Krejci I (2006) Clearfil Protect Bond – Innovatives Adhäsiv mit antimikrobiellen Eigenschaften. *ZWR* 115:227
- Kullmann W: Atlas der Zahnerhaltung mit Glas-Ionomer-Zementen und Komposit-Kunststoffen. 1. Aufl. Hanser Verlag, München, 1990
- Lambrechts P, Braem M, Vanherle G (1987) Clinical experiences with composites and dentin adhesives in the posterior dental arch. *Phillip J Restaur Zahnmed* 5:12-28
- Lee JJ, Nettey-Marbell A, Cook A Jr, Pimenta LA, Leonard R, Ritter AV (2007) Using extracted teeth for research: the effect of storage medium and sterilization on dentin bond strengths. *J Am Dent Assoc* 138:1599-1603
- Lehmann N, Debret R, Roméas A, Magloire H, Degrange M, Bleicher F, Sommer P, Seux D (2009) Self-etching increases matrix metalloproteinase expression in the dentin-pulp complex. *J Dent Res* 88:77-82
- Lester KS, Boyde A (1977) Scanning electron microscopy of instrumented, irrigated and filled root canals. *Br Dent J* 143:359-367
- Liebaug, A (2012) Einfluss verschiedener Vorbehandlungsmaßnahmen vor Anwendung von Dentinhaftvermittlersystemen auf die Haftfestigkeit von Kompositen zur Zahnhartsubstanz (Dissertation). Jena: Friedrich-Schiller-Universität
- Liebaug A, Rzanny A, Göbel R, Schmidt M, Nietzsche S, Küpper H (2013) Einfluss der Kavitätendesinfektion auf die Dentinhaftung. *ZWR* 122:550-557
- Linde A, Goldberg M (1993) Dentinogenesis. *Crit Rev Oral Biol Med* 4:679-728
- Liu Y, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, Li N, Mao J, Pashley DH, Tay FR (2011) Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res* 90:953-968
- Loguercio AD, Stanislawczuk R, Polli LG, Costa JA, Michel MD, Reis A (2009) Influence of chlorhexidine digluconate concentration and application time on resin-dentin bond strength durability. *Eur J Oral Sci* 117:587-596
- Lopes GC, Cardoso PC, Vieira LC, Baratieri LN, Rampinelli K, Costa G (2006) Shear bond strength of acetone-based one-bottle adhesive systems. *Braz Dent J* 17:39-43

- Lopes MB, Sinhorette MAC, Correr Sobrinho L, Consani S (2003) Comparative study of the dental substrate used in shear bond strength tests. *Pesqui Odontol Brasil* 17:171-175
- Lutz F, Krejci I, Schüpbach P (1993) Adhäsivsysteme für zahnfarbene Restaurationen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 103:537-547
- Magni E, Ferrari M, Hickel R, Huth KC, Ilie N (2008) Effect of ozone gas application on the mechanical properties of dental adhesives bonded to dentin. *Dent Mater* 24:1428-1434
- Manhart J, Hickel R (2014) « Bulk Fill » -Komposite. *Swiss Dent J* 124:19-28
- Mannocci F, Innocenti M, Bertelli E, Ferrari M (1999) Dye leakage and SEM study of roots obturated with Thermafill and dentin bonding agent. *Endod Dent Traumatol* 15:60-64
- Mannocci F, Sherriff M, Ferrari M, Watson TF (2001) Microtensile bond strength and confocal microscopy of dental adhesives bonded to root canal dentin. *Am J Dent* 14:200-204
- Maravić T, Comba A, Cunha SR, Angeloni V, Cadenaro M, Visinitini E, Navarra CO, Salgarello S, Breschi L, Mazzoni A (2019) Long-term bond strength and endogenous enzymatic activity of a chlorhexidine-containing commercially available adhesive. *J Dent* 84:60-66
- Marending M, Luder HU, Brunner TJ, Knecht S, Stark WJ, Zehnder M (2007) Effect of sodium hypochlorite on human root dentine-mechanical, chemical and structural evaluation. *Int Endod J* 40:786-793
- Marshall GW Jr (1993) Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int* 24:606-617
- Marx R, Haass C (1992) Zug- oder Schertest. Welcher Test ist für den Verbund Metall-Kunststoff aussagekräftiger? *Dtsch Zahnärztl Z* 47:165-168
- Matinlinna J P, Lassila L, Özcan MU, Yli-urpo A, Vallittu, PK (2004) An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont* 17:155-164
- Mayer BE, Peters OA, Barbakow F (2002) Effects of rotary instruments and ultrasonic irrigation on debris and smear layer scores: a scanning electron microscopic study. *Int Endod J* 35:582-589
- Mazzoni A, Breschi L, Carrilho M, Nascimento FD, Orsini G, Ruggeri A, Gobbi P, Manzoli L, Tay FR, Pashley DH, Tjäderhane L (2009) A review of the nature, role, and function of dentin non-collagenous proteins. Part II: enzymes, serum proteins, and growth factors. *Endod Top* 21:19-40
- Mazzoni A, Nascimento FD, Carrilho M, Tersariol I, Papa V, Tjäderhane L, Di Lenarda R, Tay FR, Pashley DH, Breschi L (2012) MMP activity in the hybrid layer detected with in situ zymography. *J Dent Res* 91:467-472
- Mazzoni A, Scaffa P, Carrilho M, Tjäderhane L, Di Lenarda R, Polimeni A, Tezvergil-Mutluay A, Tay FR, Pashley DH, Breschi L (2013) Effects of etch-and-rinse and self-



- etch adhesives on dentin MMP-2 and MMP-9. *J Dent Res* 92:82-86
- McComb D, Smith DC (1975) A preliminary scanning electron microscopic study of root canals after endodontic procedures. *J Endod* 1:238-242
- Meiers JC, Miller GA (1996) Antibacterial activity of dentin bonding systems, resin-modified glass ionomers, and polyacid-modified composite resins. *Oper Dent* 21:257-264
- Meiers JC, Kresin JC (1996) Cavity disinfectants and dentin bonding. *Oper Dent* 21:153-159
- Meiers JC, Shook LW (1996) Effect of disinfectants on the bond strength of composite to dentin. *Am J Dent* 9:11-14
- Menge H: Langenscheidt Taschenwörterbuch Latein. 9. Aufl. Langenscheidt, Berlin und München, 2006, S. 18, 113
- Meyer-Lückel H, Paris S, Ekstrand KR: Karies. 1. Aufl. Thieme, Stuttgart, 2012, S. 10
- Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Van Ende A, Matsumoto M, Yoshida Y, Kuboki T, Yatani H, Van Meerbeek B (2014) Dentin-smear remains at self-etch adhesive interface. *Dent Mater* 30:1147-1153
- Miyazaki M, Hinoura K, Onose H, Moore BK (1995) Influence of light intensity on shear bond strength to dentin. *Am J Dent* 8:245-248
- Mjör IA, Smith MR, Ferrari M, Mannocci F (2001) The structure of dentine in the apical region of human teeth. *Int Endod J* 34:346-353
- Mjör IA, Fejerskov O: Human Oral Histology and Embryology. 1. Aufl. Munksgaard, Copenhagen, 1986, S.190-191
- Molla K, Park HJ, Haller B (2002) Bond strength of adhesive/composite combinations to dentin involving total- and self-etch adhesives. *J Adhes Dent* 4:171-180
- Moll K, Park HJ, Haller B (2004) Bond strength of adhesive/composite combinations to dentin involving total- and self-etch adhesives. *J Adhes Dent* 6:293-299
- Moon PC, Weaver J, Brooks CN (2010) Review of matrix metalloproteinases' effect on the hybrid dentin bond layer stability and chlorhexidine clinical use to prevent bond failure. *Open Dent J* 4:147-152
- Moszner N, Salz U, Zimmermann J (2005) Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater* 21:895-910
- Müller A (2009) Experimentell-vergleichende Untersuchungen von Dentin-Haftvermittler-Systemen (Dissertation). Jena: Friedrich-Schiller-Universität
- Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N (1991) Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent* 3:133-138
- Nikaido T, Burrow MF, Tagami J, Takatsu T (1995) Effect of pulpal pressure on adhesion of resin composite to dentin: bovine serum versus saline. *Quintessence Int* 26: 221-226
- Nikolaenko SA, Lohbauer U, Roggendorf M, Petschelt A, Dasch W, Frankenberger R

- (2004) Influence of c-factor and layering technique on microtensile bond strength to dentin. *Dent Mater* 20:579-855
- Nishimura K, Nikaido T, Foxton RM, Tagami J (2005) Effect of air-powder polishing on dentin adhesion of a self-etching primer bonding system. *Dent Mater J* 24:59-65
- Nishitani Y, Hosaka K, Hoshika T, Yoshiyama M, Pashley DH (2013) Effects of chlorhexidine in self-etching adhesive: 24 hours results. *Dent Mater J* 32:420-424
- Nishitani Y, Yoshiyama M, Wadgaonkar B, Breschi L, Mannello F, Mazzoni A, Carvalho RM, Tjäderhane L, Tay FR, Pashley DH (2006) Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. *Eur J Oral Sci* 114:160-166
- Nygaard Östby B (1957) Chelation in root canal therapy. *Odontol Tidskr* 65: 3-11
- O'Brine WJ (1997) Dental materials and their selection. *Quintessence Int* 28: 409-414
- Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Nakajima M, Tagami J (2002) Effect of self-etching primer vs phosphoric acid etchant on bonding to bur-prepared dentin. *Oper Dent* 27 447-454
- Onisor I, Bouillaguet S, Krejci I (2007) Influence of different surface treatments on marginal adaptation in enamel and dentin. *J Adhes Dent* 9:297-303
- Opdam NJ, Loomans BA, Roeters FJ, Bronkhorst EM (2004) Five-year clinical performance of posterior resin composite restorations placed by dental students. *J Dent* 32:379-383
- Osorio R, Erhardt MC, Pimenta LA, Osorio E, Toledano M (2005) EDTA treatment improves resin-dentin bonds' resistance to degradation. *J Dent Res.* 84(8):736-740
- Osorio R, Yamauti M, Osorio E, Ruiz-Requena ME, Pashley D, Tay F, Toledano M (2011a) Effect of dentin etching and chlorhexidine application on metalloproteinase-mediated collagen degradation. *Eur J Oral Sci* 119:79-85
- Osorio R, Yamauti M, Osorio E, Ruiz-Requena ME, Pashley DH, Tay FR, Toledano M (2011b) Zinc reduces collagen degradation in demineralized human dentin explants. *J Dent* 39:148-153
- Ozer F, Sengun A, Ozturk B, Say EC, Tagami J (2005) Effect of tooth age on microtensile bond strength of two fluoride-releasing bonding agents. *J Adhes Dent* 7:289-295
- Palosaari H, Ding Y, Larmas M, Sorsa T, Bartlett JD, Salo T, Tjäderhane L (2002) Regulation and interactions of MT1-MMP and MMP-20 in human odontoblasts and pulp tissue in vitro. *J Dent Res* 81:354-359
- Palosaari H, Wahlgren J, Larmas M, Rönkä H, Sorsa T, Salo T, Tjäderhane L (2000) The expression of MMP-8 in human odontoblasts and dental pulp cells is down-regulated by TGF-beta1. *J Dent Res* 79:77-84
- Pappas M, Burns DR, Moon PC, Coffey JP (2005) Influence of a 3-step tooth disinfection procedure on dentin bond strength. *J Prosthet Dent* 93:545-550

- Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA (1993) Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int* 24:618-631
- Pashley DH, Horner JA, Brewer PD (1992) Interactions of conditioners on the dentin surface. *Oper Dent* 5:137-150
- Pashley DH, Tao L, Boyd L, King GE, Horner JA (1988) Scanning electron microscopy of the substructure of smear layers in human dentine. *Arch Oral Biol* 33:265-270
- Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A (2011) State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater* 27:1-16
- Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, Ito S (2004) Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res* 83:216-221
- Pegado RE, do Amaral FL, Flório FM, Basting RT (2010) Effect of different bonding strategies on adhesion to deep and superficial permanent dentin. *Eur J Dent* 4:110-117
- Perdigão J (2010) Dentin bonding-variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dent Mater* 26:24-37
- Perdigão J, Denehy GE, Swift EJ Jr (1994) Effects of chlorhexidine on dentin surfaces and shear bond strengths. *Am J Dent* 7:81-84
- Perdigão J, Frankenberger R (2001) Effect of solvent and rewetting time on dentin adhesion. *Quintessence Int* 32:385-390
- Petersilka GJ, Tunkel J, Barakos K, Heinecke A, Häberlein I, Flemmig TF (2003) Subgingival plaque removal at interdental sites using a low-abrasive air polishing powder. *J Periodontol* 74:307-311
- Pilo R, Cardash HS, Oz-Ari B, Ben-Amar A (2001) Effect of preliminary treatment of the dentin surface on the shear bond strength of resin composite to dentin. *Oper Dent* 26:569-575
- Prasansuttiorn T, Nakajima M, Kunawarote S, Foxton RM, Tagami J (2011) Effect of reducing agents on bond strength to NaOCl-treated dentin. *Dent Mater* 27:229-234
- Prati C, Biagini G, Rizzoli C, Nucci C, Zucchini C, Montanari G (1990) Shear bond strength and SEM evaluation of dentinal bonding systems. *Am J Dent* 3:283-288
- Prati C, Pashley DH, Montanari G (1991) Hydrostatic intrapulpal pressure and bond strength of bonding systems. *Dent Mater* 7:54-58
- Rayar S, Sadasiva K, Singh P, Thomas P, Senthilkumar K, Jayasimharaj U (2019) Effect of 2% Chlorhexidine on Resin Bond Strength and Mode of Failure Using Two Different Adhesives on Dentin: An In Vitro Study. *J Pharm Bioallied Sci* 11:325-330
- Reis A, Moura K, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, de Andrade AM, Loguercio AD (2009) Durability of enamel bonding using one-step self-etch systems on ground and unground enamel. *Oper Dent* 34:181-191
- Roberts HW, Pashley DH (2012) Hydrostatic pulpal pressure effect upon microleakage. *Am*

J Dent 25:49-53

- Rocha AW, de Andrade CD, Leitune VC, Collares FM, Samuel SM, Grecca FS, de Figueiredo JA, dos Santos RB (2012) Influence of endodontic irrigants on resin sealer bond strength to radicular dentin. *Bull Tokyo Dent Coll* 53:1-7
- Rose, EE, Lal J, Green, R, Cornell J (1955) Direct resin filling materials: coefficient of thermal expansion and water sorption of polymethyl methacrylate. *J Dent Res* 34:589-596
- Rother A (2016) Der Einfluss unterschiedlicher Dentinbereiche und endodontischer Spüllösungen auf die Mikrozugfestigkeit eines selbstkonditionierenden Befestigungssystems (Dissertation). Halle-Wittenberg: Medizinische Fakultät der Martin-Luther-Universität
- Ruyter IE (1988) Composites-characterization of composite filling materials: reactor response. *Adv Dent Res* 2:122-129; 129-133
- Sadek FT, Calheiros FC, Cardoso PE, Kawano Y, Tay F, Ferrari M (2008) Early and 24-hour bond strength and degree of conversion of etch-and-rinse and self-etch adhesives. *Am J Dent* 21:30-34
- Sano H (2006) Microtensile testing, nanoleakage, and biodegradation of resin-dentin bonds. *J Dent Res* 85:11-14
- Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH (1995) Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 20:18-25
- Santerre JP, Shajii L, Leung BW (2001) Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med* 12:136-151
- Santos J, Carrilho M, Tervahartiala T, Sorsa T, Breschi L, Mazzoni A, Pashley D, Tay F, Ferraz C, Tjäderhane L (2009) Determination of matrix metalloproteinases in human radicular dentin. *J Endod* 35:686-689
- Sattabanasuk V, Burrow MF, Shimada Y, Tagami J (2006) Resin adhesion to caries-affected dentine after different removal methods. *Aust Dent J* 51:162-169
- Sauro S, Pashley DH, Montanari M, Chersoni S, Carvalho RM, Toledano M, Osorio R, Tay FR, Prati C (2007) Effect of simulated pulpal pressure on dentin permeability and adhesion of self-etch adhesives. *Dent Mater* 23:705-713
- Say EC, Koray F, Tarim B, Soyman M, Gülmez T (2004) In vitro effect of cavity disinfectants on the bond strength of dentin bonding systems. *Quintessence Int* 35:56-60
- Scelza MF, Pierro V, Scelza P, Pereira M (2004) Effect of three different time periods of irrigation with EDTA-T, EDTA, and citric acid on smear layer removal. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 98:499-503

- Scelza MF, Teixeira AM, Scelza P (2003) Decalcifying effect of EDTA-T, 10% citric acid, and 17% EDTA on root canal dentin. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 95:234-236
- Schaller HG, Kielbassa AM, Daiber B (1994) Die Zughaftung verschiedener Dentinhaftvermittler in Abhängigkeit von der Permeabilität. *Dtsch Zahnärztl Z* 49:830-833
- Schaller HG, Stummbaum P, Götze W (1991) Der Einfluß der Dentinkonditionierung auf die Dentinpermeabilität. *Dtsch Stomatol* 41:369-371
- Schaller HG (1999) Schmelz- und Dentinhaftung. Eine Übersicht über geschichtliche Entwicklung, Wirkmechanismus und klinische Anwendung. *DFZ* 6: 54-60
- Schilder H (1974) Cleaning and shaping the root canal. *Dent Clin North Am* 18:269-296
- Schlichting R (2019) Spüllösungen in der Endodontie und ihre Aktivierung. *BZB* 50-53
- Schroeder HE: *Orale Strukturbiologie: Entwicklungsgeschichte, Struktur und Funktion normaler Hart- und Weichgewebe der Mundhöhle und des Kiefergelenks*. 5. Aufl. Thieme Georg Verlag, Stuttgart, 2000, S. 87-95
- Schwartz RS (2006) Adhesive dentistry and endodontics. Part 2: bonding in the root canal system-the promise and the problems: a review. *J Endod* 32:1125-1134
- Schwickerath H: *Werkstoffe in der Zahnheilkunde Quintessenz*, 1. Aufl. Quintessenz Verlag, 1977, S. 134-144
- Sen BH, Wesselink PR, Türkün M (1995) The smear layer: a phenomenon in root canal therapy. *Int Endod J* 28:141-148
- Serafino C, Gallina G, Cumbo E, Ferrari M (2004) Surface debris of canal walls after post space preparation in endodontically treated teeth: a scanning electron microscopic study. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod* 97:381-387
- Söderholm KJ (1993) Die hydrolytische Degradation von Compositen. *J Mater Sci* 18:323-328
- Söderholm KJ (2007) Dental adhesives .... how it all started and later evolved. *J Adhes Dent* 9:227-230
- Spoleti P, Siragusa M, Spoleti MJ (2003) Bacteriological evaluation of passive ultrasonic activation. *J Endod* 29:12-14
- Spratt DA, Pratten J, Wilson M, Gulabivala K (2001) An in vitro evaluation of the antimicrobial efficacy of irrigants on biofilms of root canal isolates. *Int Endod J* 34:300-307
- Staehe: *Deutscher Zahnärzte Kalender 2014 Das Jahrbuch der Zahnmedizin*. 73 Jhrg. Deutscher Zahnärzte Verlag, Köln, 2014, S.13-29
- Stanislawczuk R, Amaral RC, Zander-Grande C, Gagler D, Reis A, Loguercio AD (2009) Chlorhexidine-containing acid conditioner preserves the longevity of resin-dentin

- bonds. *Oper Dent* 34:481-490
- Stanislawczuk R, Reis A, Loguercio AD (2011) A 2-year in vitro evaluation of a chlorhexidine-containing acid on the durability of resin-dentin interfaces. *J Dent* 39:40-47
- Strobel S, Hellwig E (2015) Der Einfluss von Matrix-Metalloproteinasen und Chlorhexidin auf den adhäsiven Verbund. *Swiss Dent J* 125:141-145
- Sulkala M, Larmas M, Sorsa T, Salo T, Tjäderhane L (2002) The localization of matrix metalloproteinase-20 (MMP-20, enamelysin) in mature human teeth. *J Dent Res* 81:603-607
- Sulkala M, Pääkkönen V, Larmas M, Salo T, Tjäderhane L (2004) Matrix metalloproteinase-13 (MMP-13, collagenase-3) is highly expressed in human tooth pulp. *Connect Tissue Res* 45:231-237
- Sung EC, Tai ET, Chen T, Caputo AA (2002) Effect of irrigation solutions on dentin bonding agents and restorative shear bond strength. *J Prosthet Dent* 87:628-632
- Tada K, Oda H, Inatomi M, Sato S (2014) Characterization and Streptococcus mutans adhesion on air polishing dentin. *Odontology* 102:284-289
- Tagami J, Tao L, Pashley DH, Hosoda H, Sano H (1991) Effects of high-speed cutting on dentin permeability and bonding. *Dent Mater* 7:234-239
- Takeda FH, Harashima T, Kimura Y, Matsumoto K (1999) A comparative study of the removal of smear layer by three endodontic irrigants and two types of laser. *Int Endod J* 32:32-39
- Takemori T, Chigira H, Itoh K, Hisamitsu H, Wakumoto S (1993) Factors affecting tensile bond strength of composite to dentin. *Dent Mater* 9:136-138
- Tamura Y, Takamizawa T, Shimamura Y, Akiba S, Yabuki C, Imai A, Tsujimoto A, Kurokawa H, Miyazaki M (2017) Influence of air-powder polishing on bond strength and surface-free energy of universal adhesive systems. *Dent Mater J* 36:762-769
- Tao L, Tagami J, Pashley DH (1991) Pulpal pressure and bond strengths of SuperBond and Gluma. *Am J Dent* 4:73-76
- Tarle Z, Attin T, Marovic D, Andermatt L, Ristic M, Tauböck TT (2015) Influence of irradiation time on subsurface degree of conversion and microhardness of high-viscosity bulk-fill resin composites. *Clin Oral Investig* 19:831-840
- Tartari T, Duarte Junior AP, Silva Júnior JO, Klautau EB, Silva E Souza Junior MH, Silva E Souza Junior Pde A (2013) Etidronate from medicine to endodontics: effects of different irrigation regimes on root dentin roughness. *J Appl Oral Sci* 21:409-415
- Tauböck TT, Attin T (2016) Bulk-Fill-Komposite Ein update. *Swiss Dent J* 126:694-695
- Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH (1996) Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle

- primer/adhesives. *Dent Mater* 12:236-244
- Tay FR, Loushine RJ, Lambrechts P, Weller RN, Pashley DH (2005) Geometric factors affecting dentin bonding in root canals: a theoretical modeling approach. *J Endod* 31:584-589
- Tay FR, Pashley DH, Loushine RJ, Weller RN, Monticelli F, Osorio R (2006) Self-etching adhesives increase collagenolytic activity in radicular dentin. *J Endod* 32:862-868
- Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A (2002) Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent* 30:371-382
- Tersariol IL, Geraldeli S, Minciotti CL, Nascimento FD, Pääkkönen V, Martins MT, Carrilho MR, Pashley DH, Tay FR, Salo T, Tjäderhane L (2010) Cysteine cathepsins in human dentin-pulp complex. *J Endod* 36:475-481
- Tezvergil-Mutluay A, Agee KA, Hoshika T, Carrilho M, Breschi L, Tjäderhane L, Nishitani Y, Carvalho RM, Looney S, Tay FR, Pashley DH (2010a) The requirement of zinc and calcium ions for functional MMP activity in demineralized dentin matrices. *Dent Mater* 26:1059-1067
- Tezvergil-Mutluay A, Agee KA, Hoshika T, Tay FR, Pashley DH (2010b) The inhibitory effect of polyvinylphosphonic acid on functional matrix metalloproteinase activities in human demineralized dentin. *Acta Biomater* 6:4136-4142
- Tezvergil-Mutluay A, Agee KA, Uchiyama T, Imazato S, Mutluay MM, Cadenaro M, Breschi L, Nishitani Y, Tay FR, Pashley DH (2011a) The inhibitory effects of quaternary ammonium methacrylates on soluble and matrix-bound MMPs. *J Dent Res* 90:535-540
- Tezvergil-Mutluay A, Mutluay MM, Gu LS, Zhang K, Agee KA, Carvalho RM, Manso A, Carrilho M, Tay FR, Breschi L, Suh BI, Pashley DH (2011b) The anti-MMP activity of benzalkonium chloride. *J Dent* 39:57-64
- Tezvergil-Mutluay A, Mutluay MM, Seseogullari-Dirihan R, Agee KA, Key WO, Scheffel DL, Breschi L, Mazzoni A, Tjäderhane L, Nishitani Y, Tay FR, Pashley DH (2013) Effect of phosphoric acid on the degradation of human dentin matrix. *J Dent Res* 92:87-91
- Thompson JM, Agee K, Sidow SJ, McNally K, Lindsey K, Borke J, Elsalanty M, Tay FR, Pashley DH (2012) Inhibition of endogenous dentin matrix metalloproteinases by ethylenediaminetetraacetic acid. *J Endod* 38:62-65
- Tjäderhane L, Larjava H, Sorsa T, Uitto VJ, Larmas M, Salo T (1998) The activation and function of host matrix metalloproteinases in dentin matrix breakdown in caries lesions. *J Dent Res* 77:1622-1629
- Tjäderhane L, Nascimento FD, Breschi L, Mazzoni A, Tersariol IL, Geraldeli S, Tezvergil-Mutluay A, Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH (2013) Optimizing

- dentin bond durability: control of collagen degradation by matrix metalloproteinases and cysteine cathepsins. *Dent Mater* 29:116-135
- Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Yamauti M, Pashley DH, Tay F (2007) Effect of bacterial collagenase on resin-dentin bonds degradation. *J Mater Sci Mater Med* 18:2355-2361
- Torres CR, Zanatta RF, Silva TJ, Huhtala MF, Borges AB (2017) Influence of previous acid etching on bond strength of universal adhesives to enamel and dentin. *Gen Dent* 65:17-21
- Van Dijk M (2005) Das erste antimikrobiell wirksame Adhäsiv. *ZWP*:118-119
- Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, Inoue S, Peumans M, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2005) Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 84:183-188
- Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Cardoso MV, Ermis B, Van Meerbeek B (2011) Three-year clinical performance of a HEMA-free one-step self-etch adhesive in non-carious cervical lesions. *Eur J Oral Sci* 119:511-516
- Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G (1994) Dentinhaftung: Mechanismen und klinische Resultate. *Dtsch Zahnärztl Z* 49:977-984
- Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P (2003a) Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent* 28:647-660
- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G (2003b) Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 28:215-235
- Van Meerbeek B, Dhem A, Goret-Nicaise M, Braem M, Lambrechts P, VanHerle G (1993) Comparative SEM and TEM examination of the ultrastructure of the resin-dentin interdiffusion zone. *J Dent Res* 72:495-501
- Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G (1992) Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 71:1530-1540
- Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G (1998) The clinical performance of adhesives. *J Dent* 26:1-20
- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL (2011) State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater* 27:17-28
- Van Strijp AJ, Jansen DC, DeGroot J, ten Cate JM, Everts V (2003) Host-derived proteinases and degradation of dentine collagen in situ. *Caries Res* 37:58-65
- Vichi A, Grandini S, Ferrari M (2002) Comparison between two clinical procedures for bonding fiber posts into a root canal: a microscopic investigation. *J Endod* 28:355-360



- Von der Fehr FR, Östby BN (1963) Effect of edtac and sulfuric acid on root canal dentine. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 16:199-205
- Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U (2014) Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent* 42:800-807
- Wang VJ, Chen YM, Yip KH, Smales RJ, Meng QF, Chen L (2008) Effect of two fiber post types and two luting cement systems on regional post retention using the push-out test. *Dent Mater* 24:372-377
- Weber CD, McClanahan SB, Miller GA, Diener-West M, Johnson JD (2003) The effect of passive ultrasonic activation of 2% chlorhexidine or 5.25% sodium hypochlorite irrigant on residual antimicrobial activity in root canals. *J Endod* 29:562-564
- Wennberg A (2015) Aktuelle Entwicklungen der Schmelz- und Dentinhaftvermittlung Eine Literaturübersicht (Dissertation). Freiburg: Albert-Ludwigs-Universität
- Weston CH, Ito S, Wadgaonkar B, Pashley DH (2007) Effects of time and concentration of sodium ascorbate on reversal of NaOCl-induced reduction in bond strengths. *J Endod* 33:879-881
- Wollensak G, Spörl E, Reber F, Pillunat L, Funk R (2003) Corneal endothelial cytotoxicity of riboflavin/UVA treatment in vitro. *Ophthalmic Res* 35:324-328
- Yamada RS, Armas A, Goldman M, Lin PS (1983) A scanning electron microscopic comparison of a high volume final flush with several irrigating solutions: Part 3. *J Endod* 9:137-142
- Yamamoto A, Tsubota K, Takamizawa T, Kurokawa H, Rikuta A, Ando S, Takigawa T, Kuroda T, Miyazaki M (2006) Influence of light intensity on dentin bond strength of self-etch systems. *J Oral Sci* 48:21-26
- Yeşilyurt C, Bulucu B (2006) Bond strength of total-etch and self-etch dentin adhesive systems on peripheral and central dentinal tissue: a microtensile bond strength test. *J Contemp Dent Pract* 7:26-36
- Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka N, Fukegawa D, Hayakawa S, Mine A, Nakamura M, Minagi S, Osaka A, Suzuki K, Van Meerbeek B (2010) Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction. *Acta Biomater* 6:3573-3582
- Yoshida K, Kamada K, Tanagawa M, Atsuta M (1996) Shear bond strengths of threeresin cements used with three adhesive primers for metal. *J Prosthet Dent* 75:254-261
- Yoshiyama M, Tay FR, Doi J, Nishitani Y, Yamada T, Itou K, Carvalho RM, Nakajima M, Pashley DH (2002) Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. *J Dent Res* 81:556-560
- Yuan G, Yang G (2018) Comparative evaluation of the shaping ability of single-file system versus multi-file system in severely curved root canals. *J Dent Sci* 13:37-42

- Yurdagüven H, Tanalp J, Toydemir B, Mohseni K, Soyman M, Bayirli G (2009) The Effect of Endodontic Irrigants on the Microtensile Bond Strength of Dentin Adhesives. *J Endod* 35:1259-1263
- Zalikowski HM (2015) Der Einfluss verschiedener Desensitizer auf die Mikrozugfestigkeit eines Self-Etch Adhäsivsystems unter Berücksichtigung künstlicher Alterung und Applikation eines provisorischen Befestigungszements (Dissertation). Halle-Wittenberg: Martin-Luther-Universität
- Zehnder M, Lehnert B, Schönenberger K, Waltimo T (2003) Spüllösungen und medikamentöse Einlagen in der Endodontie [Irrigants and intracanal medicaments in endodontics]. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 113:756-763
- Zhang SC, Kern M (2009) The role of host-derived dentinal matrix metalloproteinases in reducing dentin bonding of resin adhesives. *Int J Oral Sci* 1:163-176
- Zheng P, Zaruba M, Attin T, Wiegand A (2015) Effect of different matrix metalloproteinase inhibitors on microtensile bond strength of an etch-and-rinse and a self-etching adhesive to dentin. *Oper Dent* 40:80-86
- Zhou J, Tan J, Chen L, Li D, Tan Y (2009) The incorporation of chlorhexidine in a two-step self-etching adhesive preserves dentin bond in vitro. *J Dent* 37:807-812
- Zhou J, Tan J, Yang X, Xu X, Li D, Chen L (2011) MMP-inhibitory effect of chlorhexidine applied in a self-etching adhesive. *J Adhes Dent* 13:111-115
- Zicari F, Couthino E, De Munck J, Poitevin A, Scotti R, Naert I, Van Meerbeek B (2008) Bonding effectiveness and sealing ability of fiber-post bonding. *Dent Mater* 24:967-977
- Zorzini JI (2011) Zum Einfluss von Chlorhexidin auf das Dentinbonding mit Syntac im Mikrozugversuch (Dissertation). Erlangen-Nürnberg: Friedrich-Alexander-Universität

## 8 Thesen

1. Chlorhexidindigluconat (CHX) wird vielfach schon als therapeutischer Primer vor der adhäsiven direkten Restauration verwendet und seine positive Wirkung in der Literatur auf die Haftfestigkeit durch die MMP-Hemmung beschrieben.
2. Der Einfluss anderer Lösungen wie EDTA oder NaOCl auf den Haftverbund ist weniger umfassend untersucht und wird teilweise kontrovers diskutiert.
3. Während sich Natriumbicarbonat bei der Verwendung von Prophy-Strahlern negativ auf die Haftung der anschließend verwendeten Haftvermittler auswirkt, scheint Glycin-Pulver die Haftung nicht zu reduzieren.
4. Die Vorbehandlungen mit den Spüllösungen nehmen teilweise einen signifikanten Einfluss auf die Mikrozugfestigkeiten.
5. Es wurden keine signifikanten Unterschiede bei der Verwendung der verschiedenen Spüllösungen zwischen Self-Etch- und Etch-and-Rinse-Adhäsiven gemessen.
6. CHX führte nur bei Solobond M zu einer signifikanten Verbesserung der Haftwerte und EDTA hat bei allen Kombinationen keine signifikanten Auswirkungen gezeigt.
7. Die Wechselpülung mit NaOCl und EDTA sowie die alleinige Anwendung von NaOCl reduzieren signifikant die Messwerte bei Futurabond U.
8. Glycin-Pulver kann die Haftung nach der Wechselpülung nicht signifikant verbessern.
9. CHX kann zur Unterstützung der Langlebigkeit des adhäsiven Haftverbundes empfohlen werden.
10. Nach einem endodontischen Spülprotokoll müssen andere Strategien gefunden werden, um die Haftung der direkten adhäsiven Restauration zu unterstützen.

## **9 Selbstständigkeitserklärung**

Hiermit erkläre ich, Franziska Hünecke, geboren am 16. April 1995, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne unerlaubte fremde Hilfe angefertigt habe. Ich habe mich dabei keiner anderen als der von mir angegebenen Quellen und Hilfen bedient.

Magdeburg,

Franziska Hünecke

Erklärung über frühere Promotionsversuche

Hiermit erkläre ich, Franziska Hünecke, dass ich bisher keine Promotionsversuche unternommen habe. Die vorliegende Dissertation wurde weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form veröffentlicht.

Magdeburg,

Franziska Hünecke

## **10 Danksagung**

Mein besonderer Dank gilt Herrn apl. Prof. Dr. med. dent. habil. Christian R. Gernhardt (Universitätspoliklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie) für die Inspiration und Unterstützung bei der Umsetzung des Themas sowie für die umfassende Betreuung durch die Korrektur und die Hilfestellungen bei der Anfertigung dieser Arbeit.

An dieser Stelle möchte ich auch Herrn Univ.- Prof. Dr. med. dent. Hans-Günter Schaller (Direktor der Universitätspoliklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie) für die Unterstützung und die Zulassung zur Promotion an seiner Klinik danken.

Den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern der Universitätspoliklinik für Zahnerhaltungskunde und Parodontologie sowie denen der Sektion Präventive Zahnheilkunde und Kinderzahnheilkunde und allen voran Frau Dr. med. dent. Karolin Brandt gebührt Dank für ihre Hilfsbereitschaft und die Möglichkeit zur Nutzung der Räumlichkeiten bei der Versuchsdurchführung und Erstellung der Arbeit.

Von Herzen bedanke ich mich bei meiner lieben Familie für die Ermöglichung meines Studiums und die vielseitige Unterstützung.

Weiterhin bin ich dankbar für die Unterstützung bei der Sammlung des Probenmaterials durch die in Magdeburg niedergelassenen Oralchirurgen Dr. med. dent. Andreas Willer und Dr. med. dent. Matthias Kebernik.