

Aus der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventivzahnmedizin
am Zentrum Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Medizinischen Hochschule Hannover

Beeinflusst die Double-Layer-Technik die Mikrozughaftung von Universaladhäsiven nach Kontamination mit Adstringentien?

Dissertation zur Erlangung des Doktorgrades der Zahnheilkunde
in der Medizinischen Hochschule Hannover

vorgelegt von
Fabienne Sophie Stutzbach
Hannover

Hannover 2023

Angenommen vom Senat der Medizinischen Hochschule Hannover am
23.10.2024

Gedruckt mit Genehmigung der Medizinischen Hochschule Hannover

Präsident: Prof. Dr. med. Michael P. Manns

Betreuerin der Arbeit: Prof. Dr. med. dent. Anne-Katrin Lührs

1. Referent: Prof. Dr. med. dent. Anton Demling

2. Referent: PD Dr. med. dent. Phillip-Cornelius Pott

Tag der mündlichen Prüfung: 23.10.2024

Prüfungsausschuss

Vorsitz: Prof. Dr. med. dent. Rainer Schwestka-Polly

1. Prüfer: Prof. Dr. med. Maximilian Lenz

2. Prüferin: Prof. Dr. rer. nat. Theresia Kraft

Meiner lieben Familie gewidmet.

Inhaltsverzeichnis

1.	Publikation mit Literaturverzeichnis.....	1
2.	Abkürzungsverzeichnis.....	13
3.	Abbildungsverzeichnis.....	15
4.	Einleitung.....	16
4.1	Konditionierungsverfahren.....	16
4.2	Dentinkonditionierung.....	16
4.3	Adstringentien.....	18
4.4	Zielsetzung.....	19
5.	Diskussion.....	19
5.1	Auswahl der untersuchten Materialien.....	19
5.2	Alterungsprozesse.....	20
5.3	Diskussion des Testverfahrens.....	20
5.4	Diskussion der Ergebnisse.....	22
5.5	Schlussfolgerung.....	25
6.	Zusammenfassung.....	26
7.	Literaturverzeichnis.....	29
8.	Anhang.....	35
8.1	Danksagung.....	35
8.2	Anlage.....	36
8.2.1	Zustimmung zur Zweitveröffentlichung.....	36
8.3	Lebenslauf.....	37
8.4	Erklärung nach § 2 Abs. 2 Nr. 7 und 8 PromO.....	39
8.5	Einverständniserklärung zu einer Überprüfung mithilfe einer Plagiatsoftware.....	40

Warennamen sind im Folgenden nicht immer mit dem Warenschutzzeichen versehen.
Aus dessen Fehlen kann kein freier Warenname abgeleitet werden.

1 Publikation mit Literaturverzeichnis

Publikation:

ORIGINALARBEIT / ORIGINAL ARTICLE

Stutzbach FS, Lühns AK, Jacker-Guhr S

Beeinflusst die Double-Layer-Technik die μ TBS von Universaladhäsiven nach hämostatischer Kontamination?

Dtsch Zahnärztl Z 2022; 77: 114–124

eingereicht am: 15.11.2021

revidierte Fassung akzeptiert: 03.01.2022

Teilergebnisse dieser Arbeit wurden auf dem Tag der Wissenschaften im Rahmen der 35. Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Zahnerhaltung unter dem Titel

Beeinflusst die Double-Layer-Technik die μ TBS eines ungefüllten Universaladhäsivs nach hämostatischer Kontamination?

(Stutzbach FS, Jacker-Guhr S, Lühns AK, Dtsch Zahnärztl Z 2021; 76: D12)

publiziert.

Fabienne Sophie Stutzbach*, Anne-Katrin Lührs*, Silke Jacker-Guhr

Beeinflusst die Double-Layer-Technik die μ TBS von Universaladhäsiven nach hämostatischer Kontamination?

Warum Sie diesen Beitrag lesen sollten

Diese In-vitro-Studie zeigt, welchen Einfluss Hämostatika auf die Dentinhaftwerte bei der Verwendung von Universaladhäsiven im Single- oder Double-Layer-Modus haben.

Ziel der Untersuchung: Mit dieser In-vitro-Studie sollten die Auswirkung einer hämostatischen Kontamination sowie der Einfluss der Double-Layer-Technik auf die Dentinhaftung von zwei Universaladhäsiven sowohl isoliert als auch in Kombination beurteilt werden. Weiterhin sollte der Einfluss einer künstlichen Alterung durch Thermowechselbelastung (TC) untersucht werden.

Material und Methode: Der Haftverbund eines gefüllten (SBU) und eines ungefüllten Universaladhäsivs (PBA) zu unbehandeltem (Kontrolle) und mit durch Hämostatika kontaminiertem Dentin (Aluminiumchlorid (VC) vs. Eisensulfat (VS)) wurde mittels des Mikrozugversuchs (μ TBS) bestimmt. Dabei erfolgte die Applikation des Adhäsivsystems im Single-Layer- bzw. Double-Layer-Modus. Die Verbundwerte zum Dentin ($n = 45$ Mikrosticks/Gruppe) wurden nach 24 Stunden und nach TC (15.000 Zyklen, 5/55 °C) gemessen. Die statistische Auswertung erfolgte mittels Welch-ANOVA und des Games-Howell-Tests ($p < 0,05$).

Ergebnisse: Die Welch-ANOVA zeigte signifikante Unterschiede zwischen den Versuchsgruppen ($p < 0,001$). Die Verbundwerte der SBU-Kontrollgruppen waren in Single- und Double-Layer nicht signifikant unterschiedlich. Für PBA zeigte sich eine signifikante Erhöhung der Haftwerte durch die Double-Layer- gegenüber der Single-Layer-Technik. Es bestand kein alterungsbedingter Einfluss auf die Verbundwerte. VC verringerte die Haftwerte beider Universaladhäsive nach TC im Single-Layer-Modus signifikant. Die Double-Layer-Technik konnte die Haftwerte von SBU nach VC-Kontamination im Gegensatz zu äquivalenten PBA-Gruppen nicht steigern. VS beeinflusste die Haftwerte von SBU-Single-Layer weder vor noch nach TC. Bei Anwendung der Double-Layer-Technik verringerten sich die Haftwerte nach TC signifikant. Die Haftwerte von PBA nahmen durch VS vor und nach Alterung signifikant zu. Dieser Effekt blieb durch die Double-Layer-Technik unbeeinflusst.

Schlussfolgerungen: Die Double-Layer-Technik erhöht die Haftwerte des ungefüllten Universaladhäsivs PBA an der unbehandelten Dentinoberfläche signifikant, während sie die Haftwerte des gefüllten Universaladhäsivs SBU nicht beeinflusst. Der Einfluss der Hämostatika ist stark von der jeweiligen Materialkombination abhängig. VC kann die Haftwerte von Universaladhäsiven beeinträchtigen, durch die Double-Layer-Technik kann die Haftung eines ungefüllten Universaladhäsivs signifikant gesteigert werden. Eine Veränderung der Ver-

Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventive Zahnheilkunde, Medizinische Hochschule Hannover: Fabienne Sophie Stutzbach, Prof. Dr. Anne-Katrin Lührs, Dr. Silke Jacker-Guhr

* gleichberechtigte Erstautorinnen

Zitierweise: Stutzbach FS, Lührs A-K, Jacker-Guhr S: Beeinflusst die Double-Layer-Technik die μ TBS von Universaladhäsiven nach hämostatischer Kontamination? Dtsch Zahnärztl Z 2022; 77: 114–124

Peer-reviewed article: eingereicht: 15.11.2021, revidierte Fassung akzeptiert: 03.01.2022

DOI.org/10.53180/dzz.2022.0011

bundkraft durch VS konnte für SBU nicht festgestellt werden, für PBA kam es sogar zu einer signifikanten Steigerung der Haftwerte.

Schlüsselwörter: Dentin; Double-Layer-Applikation; Hämostatikum; Kontamination; Mikrozugversuch; Universaladhäsive

1. Einleitung

Aufgrund ihrer Anwenderfreundlichkeit, der geringeren Techniksensitivität und des erweiterten Indikationspektrums gewinnen Universaladhäsive im klinischen Alltag an Bedeutung. Sie können in verschiedenen Konditionierungsverfahren wie Self Etch, Etch & Rinse oder Selective Etch angewendet werden (Abb. 1) [30].

Aufgrund der unterschiedlichen Struktur von Schmelz und Dentin wird die selektive Schmelzkonditionierung in Kombination mit der Verwendung milder, 10-MDP-haltiger Universaladhäsive in der Fachliteratur empfohlen, um einen suffizienten, langzeitstabilen Haftverbund auch zum hydrophilen Dentin zu erzielen [11, 19, 28, 31].

Neben dem geeigneten Konditionierungsverfahren ist der Ausschluss einer Kontamination durch Blut oder Speichel durch eine adäquate Trockenlegung der Kavität ein weiterer essenzieller Faktor zum Erreichen eines optimalen Haftverbundes [7]. Die im Blut enthaltenen Makromoleküle oder zellulären Bestandteile wie Fibrinogen und Thrombozyten können beispielsweise einen Film auf der Dentinoberfläche erzeugen, der die Penetration des Adhäsivsystems insbesondere in die Dentintubuli blockiert [7, 14]. Dies wiederum kann zur Bildung von Randspalten an der Grenzfläche zum Dentin, dem sogenannten Mikroleakage, führen, das eine Eintrittspforte für Flüssigkeiten, Bakterien, Moleküle und Ionen darstellt und somit die Bildung von Sekundärkaries begünstigt [12]. Gerade bei der direkten restaurativen Therapie subgingivaler Kavitäten mit großer Kontaminationstendenz kann die Anwendung eines Hämostatikums zur Blutstillung erforderlich werden, z.B. während der Exkavation. Diese Situation findet sich häufig bei tiefen Klasse-V-Defekten oder im Rahmen der Proximal Box Elevation [13, 15].

In diesen Situationen ist das Anlegen einer Matrice oder eines Kofferdams nicht immer möglich, obgleich eine Trockenlegung zur Kontaminationskontrolle zwingend erforderlich ist [7]. Ein mit einem Hämostatikum getränkter Faden oder eine Retraktionspaste kann in einem solchen Fall in den Sulkus eingebracht werden und eine Blutstillung bewirken. Beispiele für hämostatische Wirkstoffe sind Aluminiumchlorid, Aluminiumsulfat und Eisensulfat. Dabei besteht jedoch die Gefahr, dass hämostatische Adstringenzen die Haftwerte zwischen Komposit und Dentin reduzieren und sich somit negativ auf die Langzeitstabilität der Restauration auswirken [1, 4, 15].

Milde Universaladhäsive haben die Eigenschaft, die Zahnoberfläche gleichzeitig und in annähernd identischer Tiefe zu demineralisieren und zu infiltrieren [25, 32]. Mit zunehmender Tiefe lässt dabei die konditionierende Eigenschaft der funktionellen Monomere durch Pufferung nach. Diese erfolgt durch ihre Interaktion mit dem Hydroxylapatit der Dentinoberfläche und Ausfällung in Form von Calciumsalzen bis zur Neutralisation der funktionellen Monomere [20]. Um die Dentinoberfläche zu erreichen, muss das Universaladhäsiv, wenn es am Dentin selbstkonditio-

nierend eingesetzt wird, zunächst den Smearlayer überwinden. Ist dieser aufgrund der Verwendung grober Schleifkörper besonders ausgeprägt, kann dies dazu führen, dass die Penetrationstiefe des Adhäsivs nicht ausreicht, um eine adäquate Hybrid-schicht als Verbund zwischen Komposit und Dentin auszubilden [21]. Insbesondere bei ultramilden Universaladhäsiven kann dieses Problem auftreten [19]. Durch die Anwendung der Double-Layer-Technik, bei der nach der ersten Applikation eine zweite Schicht des Adhäsivsystems aufgetragen wird, soll die Verfügbarkeit der funktionalen Monomere in der Tiefe erhöht und ihre Einwirkzeit verdoppelt werden, was die Ausbildung eines stabileren adhäsiven Interface zur Folge haben soll [6, 8, 24]. Man unterscheidet die Double-Layer-Technik mit und ohne Polymerisation nach der ersten Applikation [6].

Im Rahmen der vorliegenden In-vitro-Studie sollte mithilfe des Mikrozugversuchs überprüft werden, inwieweit das Auftragen eines Universaladhäsivs im Self-Etch-Verfahren in Double-Layer-Technik im Vergleich zur einfachen Applikation die Verbundwerte zum Dentin beeinflusst, insbesondere wenn zuvor eine Kontamination mit einem Hämostatikum stattgefunden hat. Als zusätzlicher Einflussfaktor wurde die Veränderung der Haftwerte durch Alterungsprozesse in Form von Thermocycling untersucht.

Es wurden folgende Nullhypothesen formuliert:

1. Es besteht kein Unterschied zwischen den Haftwerten der Universaladhäsive.

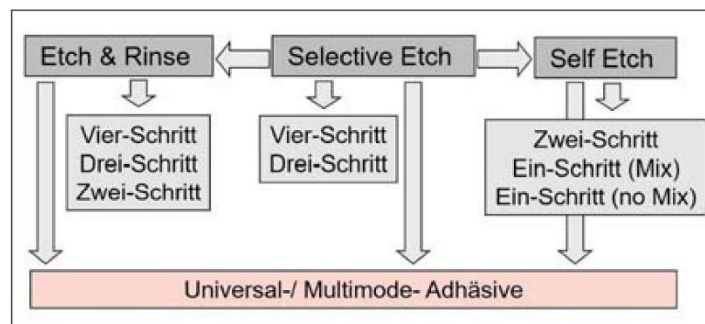


Abbildung 1 Einteilung der Adhäsivsysteme nach ihrer Applikationsart basierend auf Van Meerbeek et al. [30]

Influence of double-layer technique on μ TBS of universal adhesives after hemostatic contamination

Purpose: The aim of this in vitro study was to investigate the effect of hemostatic contamination and double-layer technique on dentin adhesion of two universal adhesives, either applied solely or combined with and without artificial aging by thermocycling (TC).

Materials and methods: The bond strength of a filled (SBU) and an unfilled universal adhesive (PBA) to untreated (control) and to contaminated dentine (aluminium chloride (VC) vs. ferric sulfate (VS)) was determined. Both adhesives were applied in either single-layer or double-layer mode. Microtensile bond strength test ($n=45$ sticks/group) was conducted after 24 hours or after TC (15.000 cycles, 5/55°C). The statistical analysis was performed by means of Welch-ANOVA and Games-Howell-Test ($p < 0.05$).

Results: Welch-ANOVA showed significant differences between all groups ($p < 0,001$). Microtensile bond strength of the SBU control groups was not significantly different in single-layer and double-layer mode. Regarding PBA, significantly higher bond strength values were achieved by double-layer technique before and after TC. The bond strength was not influenced by TC. VC significantly reduced the microtensile bond strength of both universal adhesives after TC in single-layer mode. The bond strength of SBU after VC-contamination was not increased by double-layer technique as it occurred for the corresponding PBA groups. Regarding VS contamination, the SBU single-layer was affected neither before nor after TC. When using the double-layer technique, the microtensile bond strength decreased significantly after TC. Microtensile bond strength values of PBA significantly increased by VS-contamination. This effect remained unaffected by the double-layer technique.

Conclusion: The double-layer technique significantly increased the microtensile bond strength of the unfilled universal adhesive PBA to untreated dentine, while it did not affect the filled universal adhesive SBU. The impact of hemostatic contamination on bond strength strongly depends on the used material combination. VC can reduce the microtensile bond strength of universal adhesives, by using the double-layer technique, the microtensile bond strength of an unfilled universal adhesive can be significantly increased. There was no effect of hemostatic dentin contamination with VS measured for SBU, for PBA microtensile bond strength even increased significantly after VS-contamination.

Keywords: contamination; dentin; double-layer-application; hemostatic agent; microtensile bond strength; universal adhesive

2. Die Double-Layer-Technik beeinflusst die Haftwerte der Universaladhäsive an der unbehandelten Dentinoberfläche nicht.
3. Eine hämostatische Kontamination der Dentinoberfläche beeinflusst die Haftwerte der Universaladhäsive nicht.
4. Die Double-Layer-Technik beeinflusst die Haftwerte der Universaladhäsive nach Kontamination mit einem aluminiumchloridhaltigen Hämostatikum (VC) nicht.
5. Die Double-Layer-Technik beeinflusst die Haftwerte der Universaladhäsive nach Kontamination

mit einem eisensulfathaltigen Hämostatikum (VS) nicht.

6. Alterungsvorgänge via Thermowechselbelastung beeinflussen die Haftwerte der Universaladhäsive nicht.

2. Material und Methode

Für diese In-vitro-Studie wurden 120 karies- und restaurationsfreie Molaren gesammelt und die Wurzelhaut entfernt. Die Zähne wurden für maximal 6 Monate vor Versuchsbeginn in 1%iger Chloramin-T-Lösung bei Kühlschranktemperatur (4 °C) aufbewahrt. Ein positives Votum zur Verwendung extrahierter Molaren für die Durchführung von Tests zum adhäsiven Haftverbund der Ethikkommission der Medizinischen Hochschule Hannover (Nr. 2092–2013) liegt vor.

Zunächst wurden alle Zähne parallel zur Zahnachse in Gips eingebettet. Mittels einer Niedertourensäge (IsoMet Low Speed Saw, Buehler, Esslingen am Neckar, Germany) wurde die Okklusalfäche der Molaren im rechten Winkel zur Zahnachse so abgetrennt, dass eine plane Dentinfläche resultierte. Eine Pulpaexposition sowie das Belassen von Schmelzanteilen auf der Fläche wurden vermieden. Um einen klinisch relevanten, standardisierten Smearlayer zu erzeugen, wurden die Dentinoberflächen mit einem angefeuchteten Siliziumcarbid Schleifpapier (SiC Grinding Paper 600 Grit P, Buehler) angeraut. Im Anschluss wurde jeweils eines der Universaladhäsive nach Herstellerangaben oder in der Double-Layer-Technik auf eine nicht kontaminierte Dentinoberfläche appliziert (Kontrollgruppen). In den Versuchsgruppen erfolgte vorher eine Dentinkontamination mit einem Hämostatikum und danach die Anwendung des Adhäsivsystems in der Single- oder Double-Layer-Technik (Tab. 1). Das Hämostatikum wurde nach 2-minütiger Einwirkzeit für 30 Sekunden mit einem starken Luft-/Wasserstrahl abgespült. Bei Anwendung der Single-Layer-Technik wurde das Adhäsiv für 20 Sekunden auf die Dentinoberfläche einmassiert, für etwa 5 Sekunden mit einem leichten Luftstrom verblasen, bis keine Flüssigkeitsbewegung mehr erkennbar war, und anschlie-

Material	pH-Wert	Lot	Bestandteile	Hersteller	Modifizierte Herstellerangaben
Scotchbond Universal (SBU)	2,7	6703873	Dimethacrylat (Bis-GMA), Methacrylat (HEMA), 10-MDP, Vitrebond Copolymer, Wasser, Ethanol, Füller (polymere Säure), Silane (silanierte Kieselsäure), Initiatoren (Campherchinon), aromatisches Amin, methacryliertes Amin	3M, 3M Oral Care, 3M Deutschland GmbH, Seefeld, Germany	Self-Etch-Technik: Flächendeckende Applikation von SBU, 20 s lang einmassieren, ca. 5 s lang mit sanftem Luftstrom verblasen, bis es sich nicht mehr bewegt, 10 s lang lichtpolymerisieren
Prime & Bond Active (PBA)	> 2,5	1911000710	Bisacrylamid 1, 2-Propanol, 10-MDP, PENTA, Bisacrylamid 2, Wasser, Initiator (Campherchinon), 4-Dimethylaminobenzonitril	Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Germany	Self-Etch-Technik: Gründliche Applikation von PBA (Adhäsiv-Ansammlungen vermeiden), 20 s lang sanft hin und her bewegen, mit sauberer, trockener Luft bei mäßigem, nicht zu starkem Luftstrahl mind. 5 s verblasen, bis eine glänzende, einheitliche Schicht entsteht, Lichtpolymerisation: $\geq 1000 \text{ mW/cm}^2 \rightarrow 10 \text{ s}$
ViscoStat Clear (VC)	~ 1	BHP82	25% Aluminiumchloridhexahydrat, Natriumborat	Ultradent Products GmbH, Köln, Germany	VC auf die Oberfläche auftragen, 2 min einwirken lassen und mit einem starken Luft-/Wasserstrahl abspülen.
ViscoStat (VS)	~ 1	BHZ4Y	20% Anionisches Eisen-Sulfat, Subisulfat	Ultradent Products GmbH, Köln, Germany	VS auf die Oberfläche auftragen, 2 min einwirken lassen und mit einem starken Luft-/Wasserstrahl abspülen.
Filtek Universal (FU)		NA95864	Nanogefülltes Komposit	3M, 3M Oral Care, 3M Deutschland GmbH, Seefeld, Germany	Lichtpolymerisation eines 1,5 mm dicken Inkrements: $> 1.000 \text{ mW/cm}^2 \rightarrow 20 \text{ s}$

Tabelle 1 Materialübersicht mit Lotnummer, Bestandteilen, Hersteller und modifizierten Herstellerangaben

Legende: 10-MDP: 10-Methacryloyl-Oxydecyl-Dihydrogenphosphat, HEMA: 2-Hydroxyethylmethacrylat, Bis-GMA: Bisphenol A-Glycidylmethacrylat, PENTA: Dipentaerythritol Pentaacrylat Phosphat

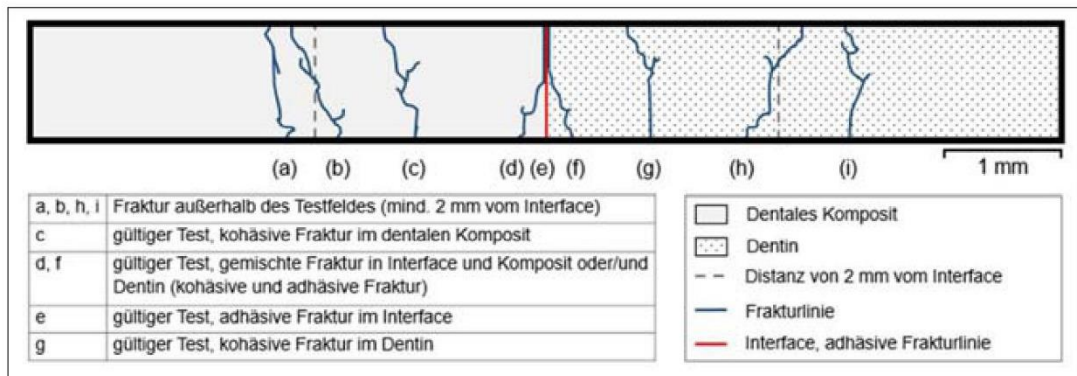
ßend für 10 Sekunden polymerisiert (Tab. 1). Im Rahmen der Double-Layer-Technik wurde das Adhäsivsystem jeweils nach dem Auftragen der 1. und 2. Schicht für 10 Sekunden polymerisiert. Das Auftragen und Verblasen des Adhäsivs erfolgte analog zur Single-Layer-Technik.

Auf der mit dem Adhäsivsystem vorbehandelten Dentinoberfläche wurde entsprechend der Inkrement-schichttechnik ein Kompositaufbau modelliert (4,5 mm Höhe, insgesamt 3 Schichten von jeweils 1,5 mm). Jedes einzelne Inkrement wurde dabei für 20 Sekunden mit einer LED-Polymerisationslampe (Bluephase, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) bei einer Leistung von mindestens 1000 mW/cm^2 von der Oberseite her polymerisiert. Abschließend erfolgte eine finale Lichthärtung des Aufbaus von allen Seiten, sodass eine Gesamt-

belichtungszeit von 140 Sekunden pro Kompositaufbau resultierte. Vor jedem Polymerisationszyklus wurde die Leistung der Polymerisationslampe geprüft und dokumentiert (Bluephase Meter, Ivoclar Vivadent). Mit Hilfe einer Hochgeschwindigkeitspräzisionsäge (IsoMet High Speed Pro, Buehler) wurden pro Zahn 4 Längs- und 4 Querschnitte angelegt und so 9 Teststäbchen für den Mikrozugversuch generiert, sodass aus 10 Zähnen 90 Stäbchen resultierten. Jeweils die Hälfte der Stäbchen wurde nach 24-stündiger Lagerung in demineralisiertem Wasser bei Raumtemperatur dem Mikrozugversuch in einer Universalprüfmaschine (MTD-500+, SD Mechatronik GmbH; Feldkirchen-Westerham, Germany) unterzogen, bei der anderen Hälfte der Stäbchen wurde der Test nach Thermowechselbelastung durchgeführt (15.000 Zy-

klen, Haltezeit 30 Sek., Wechselzeit 10 Sek., $5^\circ/55^\circ\text{C}$). Vor jeder Testung wurden die Stäbchen mit Hilfe einer digitalen Schieblehre vermessen und die Verbundfläche in mm^2 berechnet und notiert. Die Teststäbchen wurden auf einem speziellen Probenträger der Prüfmaschine mit einem Cyanoacrylatkleber (Roxolid Aktiv-X, Hornbach AG, Bornheim, Germany) fixiert und bei einer Vorschubgeschwindigkeit von $0,5 \text{ mm/min}$ auf Zug bis zum Bruch belastet. Die maximal aufgewendete Kraft in N pro Stäbchen bis zum vollständigen Versagen des Verbundes wurde dokumentiert, durch die Verbundfläche in mm^2 dividiert und so die Verbundkraft in MPa berechnet.

Mit pre-testing failures (ptfs), d.h. Stäbchen, die vor Versuchsbeginn frakturierten, wurden analog zu Armstrong et al. folgendermaßen umge-

Abbildung 2 Mögliche Bruchmuster beim μ TBS-Verfahren [2]

gangen: „zero bonds“, die beim Sägen vor dem Mikrozugversuch oder nach dem Thermocycling frakturierten, wurden mit in die statistische Auswertung einbezogen [2]. Dabei wurde der niedrigste in der betreffenden Gruppe gemessene Wert halbiert und als Kraftwert diesen Stäbchen zugeordnet. Stäbchen, die durch Manipulationsfehler („manipulation error“) z.B. beim Messen oder Kleben frakturierten, wurden von der Statistik ausgeschlossen.

2.1. Frakturanalyse

Nach Durchführung des Mikrozugversuchs erfolgte die lichtmikroskopische Analyse der Bruchflächen unter 40-facher Vergrößerung mit einem Auflichtmikroskop (Stemi SV 6, Zeiss, Jena, Germany) analog zu Armstrong et al. [2]. Frakturen, die weiter als 2 mm vom Interface entfernt im Dentin oder Komposit (a, b, h, i), bzw. durch die Klebung zwischen Probenauflage und dem Teststäbchen verliefen, wurden nicht einbezogen (Abb. 2). Dabei wurden die einzelnen Frakturmodi klassifiziert, wie in Abbildung 2 dargestellt.

2.2. Statistische Auswertung

Zur statistischen Analyse wurden die Mittelwerte und Standardabweichungen bestimmt. Das Signifikanzniveau lag bei 95 % mit $\alpha < 0,05$. Die Normalverteilung wurde mithilfe des Kolmogorov-Smirnov-Tests und die Varianzhomogenität mittels des Levene-Tests überprüft. Da keine Varianzhomogenität vorlag, wurden mithilfe der Welch-ANOVA die Mittelwerte

der einzelnen Kontroll- und Versuchsgruppen miteinander verglichen. Der Games-Howell-post-hoc-Test wurde anschließend verwendet, um die einzelnen Gruppen auf signifikante Abweichungen hin zu untersuchen. Die Ergebnisse der Frakturanalyse wurden mittels Chi-Quadrat-Tests analysiert (SPSS 23.0, IBM; Armonk, NY, USA).

3. Ergebnisse

3.1. Mikrozugversuch

Die Welch-ANOVA zeigte signifikante Unterschiede zwischen den Kontroll- und Versuchsgruppen vor und nach Thermowechselbelastung ($p < 0,01$; Tab. 2, Abb. 3).

3.1.1. Einfluss des verwendeten Universaladhäsivs

Innerhalb der Kontrollgruppen zeigte SBU im Vergleich zu PBA statistisch signifikant höhere Haftwerte sowohl vor (SBU vs. PBA, $p < 0,01$) als auch nach TC (SBU* vs. PBA*, $p < 0,01$). Bei der Double-Layer-Applikation zeigten SBU und PBA initial und auch nach TC keine signifikanten Unterschiede (SBU_DL vs. PBU_DL: $p = 0,89$; SBU_DL* vs. PBA_DL*: $p = 0,99$) (Tab. 2, Abb. 3).

3.1.2. Einfluss der Double-Layer-Technik

Die Double-Layer-Technik beeinflusste die Haftwerte der SBU-Kontrollgruppen nicht (SBU vs. SBU_DL: $p = 0,07$; SBU* vs. SBU_DL*: $p = 1,00$). Bei den PBA-Kontrollgruppen hingegen führte die Double-Layer-Technik zu einer signifikanten Steigerung der Haftwerte (PBA vs. PBA_DL: $p < 0,01$; PBA* vs. PBA_DL*: $p < 0,01$).

nik zu einer signifikanten Steigerung der Haftwerte (PBA vs. PBA_DL: $p < 0,01$; PBA* vs. PBA_DL*: $p < 0,01$).

3.1.3. Einfluss der Kontamination

Betrachtet man den Einfluss der Hämostatika VC und VS auf die Haftwerte vor Thermowechselbelastung, so konnten bei SBU keine signifikanten Veränderungen im Vergleich zur Kontrollgruppe festgestellt werden (SBU vs. SBU_VC: $p = 0,88$; SBU vs. SBU_VS: $p = 1,00$). Dies war im Fall der Kontamination mit VC unabhängig von der angewendeten Applikationstechnik (SBU_DL vs. SBU_VC_DL: $p = 0,19$), wohingegen SBU nach einer Kontamination mit VS signifikant niedrigere Werte im Vergleich zur Kontrollgruppe aufwies (SBU_VL vs. SBU_VS_DL: $p < 0,01$).

Für PBA zeigte sich bei Dentinkontamination mit VC kein signifikanter Einfluss auf die Haftwerte nach Applikation in der Single- und der Double-Layer-Technik verglichen mit der jeweiligen Kontrollgruppe (PBA vs. PBA_VC: $p = 1,00$ und PBA_DL vs. PBA_VC_DL: $p = 0,16$). Die Kontamination mit VS führte dagegen zu einer signifikanten Erhöhung der Haftwerte bei der Single-Layer-Applikation (PBA vs. PBA_VS: $p < 0,01$), während die Double-Layer-Technik keine signifikanten Unterschiede aufwies (PBA_DL vs. PBA_VS_DL: $p = 1,00$). Zwischen den verwendeten Hämostatika VS und VC konnten signifikante Unterschiede bei PBA in der Single- und der Double-Layer-Applikation festgestellt werden: Die Haftwerte waren nach der Kontamination mit VC jeweils niedriger als nach

Gruppe	SL		DL		SL*		DL*	
	Haftwerte ± Standardabweichungen (in MPa); Gesamtzahl der Stäbchen (n)/zero bonds/Zahl der Stäbchen, die statistisch ausgeschlossen wurden							
SBU	27,27 ± 8,59 ^{aA}	45/0/3	36,11 ± 13,11 ^{aA}	45/0/2	32,22 ± 10,93 ^{aA}	45/0/1	34,19 ± 13,07 ^{aA}	45/1/2
SBU_VC	31,08 ± 8,36 ^{aA}	45/0/0	28,51 ± 8,03 ^{abcA}	45/0/1	18,65 ± 7,28 ^{bB}	45/0/1	14,93 ± 6,51 ^{bB}	45/0/0
SBU_VS	25,37 ± 9,77 ^{aA}	45/1/2	24,36 ± 8,13 ^{bcA}	45/0/4	20,67 ± 8,87 ^{bcAB}	45/0/2	17,17 ± 8,42 ^{bB}	45/1/2
PBA	14,02 ± 8,14 ^{bA}	45/0/1	30,46 ± 11,48 ^{abcB}	45/0/1	14,25 ± 8,10 ^{bA}	45/0/2	35,94 ± 11,80 ^{aB}	45/0/1
PBA_VC	14,75 ± 6,84 ^{bA}	45/0/2	23,57 ± 7,60 ^{bB}	45/0/0	5,98 ± 3,32 ^{dC}	45/2/0	16,25 ± 9,74 ^{bA}	45/0/0
PBA_VS	28,77 ± 11,15 ^{aA}	45/0/0	30,66 ± 9,41 ^{cA}	45/0/2	27,73 ± 10,00 ^{abcA}	45/1/0	27,66 ± 10,68 ^{aA}	45/0/0

Tabelle 2 Mittelwerte und Standardabweichungen in MPa, Werte mit verschiedenen hochgestellten Kleinbuchstaben in einer Spalte und verschiedenen hochgestellten Großbuchstaben in einer Zeile sind signifikant unterschiedlich ($p < 0,05$).

Legende SBU: Scotchbond Universal; PBA: Prime & Bond Active; VC: ViscoStat Clear; VS: ViscoStat; DL: Double Layer; SL: Single Layer; *: Thermocycling

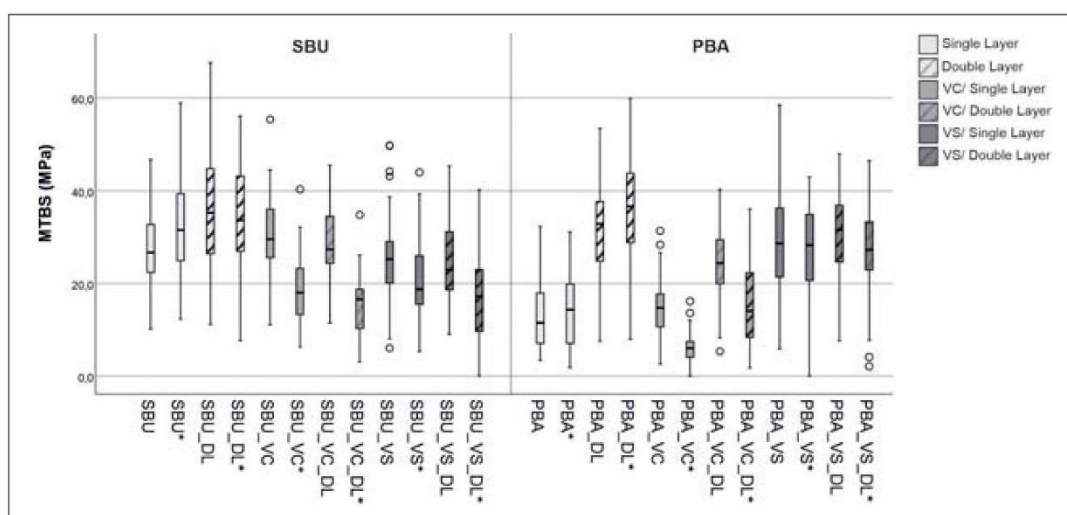


Abbildung 3 Mittlere Haftwerte in MPa; die horizontale Linie zeigt den Medianwert jeder Gruppe an.

Kontamination mit VS (PBA_VS vs. PBA_VC: $p < 0,01$; PBA_VS_DL vs. PBA_VC_DL: $p = 0,03$) (Tab. 2, Abb. 3).

3.1.4. Einfluss der Double-Layer-Technik nach Kontamination

Nach Kontamination mit VC bzw. VS hatte die Double-Layer-Technik im Vergleich zur Single-Layer-Technik für SBU initial keinen Einfluss auf die Verbundwerte (SBU_VC vs. SBU_VC_DL: $p = 1,00$; SBU_VS vs. SBU_VS_DL: $p = 1,00$). Auch nach TC zeigten sich keine signifikanten Unterschiede zwischen den betreffenden Gruppen (SBU_VC* vs. SBU_VC_DL*: $p = 0,64$; SBU_VS* vs. SBU_VS_DL*: $p = 0,97$).

Bei Anwendung von PBA zeigten sich nur nach Kontamination mit VC signifikante Unterschiede zwischen Single- und Double-Layer-Technik, und zwar sowohl initial als auch nach Alterung. Mit der Double-Layer-Technik konnten dabei signifikant höhere Haftwerte als mit der Single-Layer-Applikation erzielt werden (PBA_VC vs. PBA_VC_DL: $p < 0,01$; PBA_VC_SL* vs. PBA_VC_DL*: $p < 0,01$, Tab. 2, Abb. 3).

3.1.5. Einfluss der Alterung durch Thermowechselbelastung

Die Kontrollgruppen zeigten keinen signifikanten Einfluss durch Thermowechselbelastung (SBU vs. SBU*:

$p = 0,75$; SBU_DL vs. SBU_DL*: $p = 1,00$; PBA vs. PBA*: $p = 1,00$; PBA_DL vs. PBA_DL*: $p = 0,86$).

Bei SBU traten nach vorheriger hämostatischer Kontamination und nach Thermocycling in 3 von 4 Gruppenpaarungen signifikant niedrigere Haftwerte auf (SBU_VC vs. SBU_VC*: $p < 0,01$; SBU_VC_DL vs. SBU_VC_DL*: $p < 0,01$; SBU_VS_DL vs. SBU_VS_DL*: $p = 0,02$). Eine Ausnahme stellt SBU_VS nach Single-Layer-Applikation dar, wobei auch da eine Tendenz zur Abnahme der Haftwerte vorlag, die allerdings nicht signifikant war (SBU_VS vs. SBU_VS*: $p = 0,74$). Im Vergleich zur Kontroll-

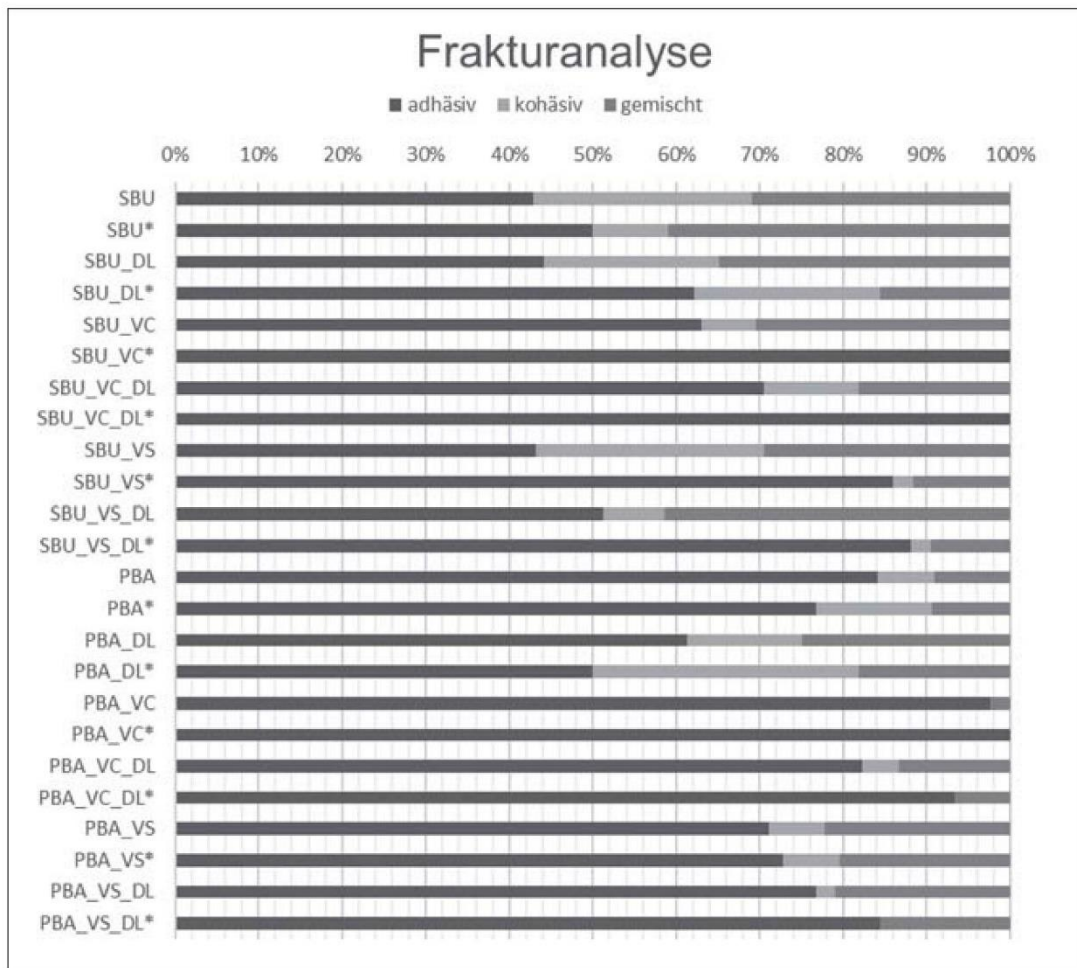


Abb. 1, 3: A.-K. Lührs, Abb. 2, Tab. 1: F.S. Stutzbach, Abb. 4, Tab. 2: S. Jacker-Guhr

Abbildung 4 Prozentualer Anteil adhäsiv, kohäsiv und gemischt frakturerter Stäbchen pro Gruppe

gruppe trat nach Alterung in allen Kontaminationsgruppen sowohl nach Single-Layer- als auch nach der Double-Layer-Applikation eine signifikante Reduktion der Haftwerte auf (SBU* vs. SBU_VS*: $p < 0,01$; SBU* vs. SBU_VC*: $p < 0,01$; SBU_DL* vs. SBU_VS_DL*: $p < 0,01$; SBU_DL* vs. SBU_VC_DL*: $p < 0,01$).

Bei PBA bewirkte die Thermowechselbelastung nach VC-Kontamination ebenfalls eine Verringerung der Haftwerte (PBA_VC vs. PBA_VC*: $p < 0,01$; PBA_VC_DL vs. PBA_VC_DL*: $p = 0,02$). Nach hämostatischer Kontamination durch VS konnten bei PBA hingegen keine signifikanten Änderungen der Haftwerte durch das TC gemessen werden (PBA_VS vs. PBA_VS*: $p = 1,00$ und PBA_VS_DL

und PBA_VS_DL*: $p = 1,00$). Vergleicht man die Haftwerte der Versuchsgruppen nach Kontamination und TC mit den Ergebnissen der Kontrollgruppen nach Alterung, so zeigte PBA_VS* signifikant höhere Werte, während PBA_VC* und auch PBA_VC_DL* signifikant niedrigere Werte aufwiesen (PBA* vs. PBA_VS*: $p < 0,01$; PBA* vs. PBA_VC*: $p < 0,01$; PBA_DL* vs. PBA_VC_DL*: $p < 0,01$) (Tab. 2, Abb. 3). Für PBA_DL* vs. PBA_VS_DL* war kein signifikanter Unterschied messbar.

3.2. Frakturanalyse

In den meisten Gruppen traten adhäsive, kohäsive und gemischte Frakturmuster nebeneinander auf (Abb. 4). Dabei zeigten die Gruppen

SBU und SBU_VS die wenigsten adhäsiven und die meisten kohäsiven Frakturen sowie die Gruppen SBU_VC*, PBA_VC*, PBA_VC_DL* ausschließlich adhäsive Frakturen (Abb. 4). Stellte man Gruppen einander gegenüber, die sich lediglich in einem Parameter unterschieden (TC, SBU/PBA, C/VC/VS, DL/SL) und deren Haftwerte signifikant voneinander abwichen, so wurde stets eine Mehrzahl adhäsiver Frakturen in der Gruppe mit dem niedrigeren Mittelwert verzeichnet. Eine einzige Ausnahme stellten die Gruppen SBU_VC* und PBA_VC* dar, in denen die Stäbchen zu 100 % adhäsiv frakturierten. Rein adhäsive Frakturen in einer Gruppe traten somit ausschließlich nach dem TC auf.

Eine Übersicht über die prozentuale Frakturentstehungsverteilung in den einzelnen Gruppen zeigt Abbildung 4.

4. Diskussion

4.1. Einfluss der Methodik auf die Versuchsergebnisse

Hämostatika können einen negativen Einfluss auf den Haftverbund von Universaladhäsiven haben [4, 15]. Wie stark dieser Effekt ausgeprägt ist, ist jedoch nicht abschließend untersucht [17]. Neben uneinheitlichen Applikationstechniken und -zeiten könnte das Reinigungsverfahren ursächlich für die inkongruente Datenlage sein. Eine Möglichkeit der Reinigung „kontaminierter“ Zahnoberflächen stellt die Verwendung von Bimsmehl dar, was aber in den meisten klinischen Situationen, in denen es blutstillender Maßnahmen bedarf, aufgrund der Kavitätenlokalisation nicht möglich ist. Zudem sind die Kavitäten häufig so tief, dass die Reinigung mit Bimsmehl eine erneute Blutung provozieren würde. Aus diesen Gründen wurde in der vorliegenden Arbeit entgegen den Herstellerangaben auf eine solche Reinigung verzichtet und ausschließlich gespült, um eine klinisch realistische Situation zu simulieren. Eine Möglichkeit, auch nach Dentinkontamination durch Hämostatika eine adäquate Haftung zu etablieren, könnte die Double-Layer-Technik sein. Dieses Verfahren kann die Verbundwerte von Universaladhäsiven im Self-Etch-Modus verbessern [6, 8, 24].

4.2. Einfluss des verwendeten Universaladhäsivs

Die 1. Nullhypothese, dass kein Unterschied zwischen den Haftwerten der Universaladhäsive besteht, muss abgelehnt werden. Vergleicht man die Haftwerte von SBU und PBA in der Single-Layer-Applikation, so erreicht SBU signifikant höhere Haftwerte als PBA (Tab. 2, Abb. 3). Betrachtet man ihre Zusammensetzung laut Herstellerangaben, so enthalten beide ähnlich viel 10-MDP (SBU: 10–20 %, PBA: 10–25 %), Wasser und Alkohol (Tab. 1). SBU enthält zusätzlich das funktionelle Monomer HEMA. Universaladhäsive, die zu etwa 10 % HEMA enthalten, erzielen ge-

genüber HEMA-freien oder -armen Universaladhäsiven, aber auch gegenüber solchen mit sehr hoher HEMA-Konzentration bessere Haftwerte [29]. Aufgrund der amphiphilen Eigenschaft von HEMA und Ethanol ist anzunehmen, dass SBU aufgrund seiner stärkeren Tendenz zur Phasendurchmischung in tiefere Dentinbereiche vordringen kann als PBA, bevor die Pufferung der Inhaltsstoffe einsetzt. Ein weiterer Bestandteil von SBU ist Vitrebond Copolymer. Dieses methacrylatmodifizierte Polyalkenoatsäure-Copolymer scheint chemisch mit Hydroxylapatit zu interagieren und könnte sich somit positiv auf die Verbundeigenschaften von SBU auswirken [22, 23].

4.3. Einfluss der Double-Layer-Technik

Die 2. Nullhypothese, dass die Double-Layer-Technik die Haftwerte der Universaladhäsive an der unbehandelten Dentinoberfläche nicht beeinflusst, wird für SBU angenommen. Auf PBA trifft sie nicht zu, denn die Double-Layer-Technik steigerte die Haftwerte von PBA signifikant im Vergleich zur Single-Layer-Technik sowohl vor als auch nach Thermocycling (Tab. 2, Abb. 3). Vorangegangene Studien zeigten, dass die Double-Layer-Technik die Haftwerte von Universaladhäsiven erhöhen kann, dass der Effekt allerdings von dem untersuchten Universaladhäsiv abhängig und somit materialspezifisch ist. Diese Ergebnisse bestätigen damit die vorliegende Studie [6, 8, 24].

Auch die 4. Nullhypothese wird für SBU angenommen, denn die Double-Layer-Technik beeinflusst seine Haftwerte nach Kontamination mit einem aluminiumchloridhaltigen Hämostatikum (VC) nicht. Da die Double-Layer-Technik die Haftwerte von PBA gegenüber der einfachen Applikation nach VC-Kontamination signifikant steigerte, sogar über das Niveau der Kontrollgruppe hinaus, wird die 4. Nullhypothese für PBA abgelehnt (Tab. 2, Abb. 3). Eine Reduktion der Haftwerte nach Kontamination durch das TC konnte bei PBA durch die Double-Layer-Technik zwar nicht vermieden werden, sie sanken aber nicht unter das Niveau der Kontrollgruppe. Bereits eine vorangegangene

Studie zeigte, dass der durch AlCl_3 -Kontamination verursachten Verringerung der Haftwerte nach 24 h Lagerung durch Verdoppelung der Applikationszeit des Primers von 20 s auf 40 s entgegengewirkt werden kann [15].

Da PBA ein ungefülltes Universaladhäsiv ist, ist anzunehmen, dass es eine geringere Schichtdicke als SBU aufweist [33]. Mit zunehmender Ausdünnung durch Verblasen nimmt jedoch die Bedeutung der Sauerstoffinhibitionsschicht zu [18]. Bei einer sehr dünnen Adhäsivschicht kann sie eine flächendeckende Polymerisation verhindern und so die Haftwerte reduzieren. Eine sehr dünne Adhäsivschicht kann dazu führen, dass der durch Polymerisationsschrumpfung des Komposits ausgelöste Stress nur geringfügig abgefangen werden kann [5, 18]. Es wurde gezeigt, dass durch die zweifache Applikation eines ungefüllten Adhäsivs deutlich bessere Haftwerte erreicht werden können als nach einfacher Applikation [18]. Der positive Effekt der Double-Layer-Technik auf die Haftwerte von PBA_VC könnte sich nun damit erklären, dass der Einfluss der Sauerstoffinhibitionsschicht durch die erhöhte Schichtstärke bei doppelter Applikation geringer ausfällt. Infolge dessen würde die Dentinoberfläche also intensiver penetriert, woraus eine möglichst optimale Vernetzung im Interface resultieren kann [15]. Vorteilhaft wäre dies gegenüber der Single-Layer-Technik möglicherweise deshalb, weil durch das erste Verblasen nach 20 Sekunden der tiefere Bereich der demineralisierten Dentinoberfläche mit PBA infiltriert werden könnte. Die zweite Schicht würde dann den oberflächlicheren Bereich versiegeln, womit die Gefahr des Nanoleakage durch die Double-Layer-Technik reduziert würde.

Die 5. Nullhypothese, dass die Double-Layer-Technik die Haftwerte der Universaladhäsive nach Kontamination mit einem eisensulfathaltigen Hämostatikum (VS) nicht beeinflusst, wird für SBU abgelehnt. Die Double-Layer-Technik führte dabei zu einer signifikanten Verringerung der Haftwerte nach dem TC, die bei der Single-Layer-Technik nicht nach-

gewiesen wurde (Tab. 2, Abb. 3). Für PBA wird die 5. Nullhypothese angenommen.

Bezüglich der Vorgehensweise bei der Double-Layer-Technik konnte nachgewiesen werden, dass das Zwischenhärten nach Applikation der ersten Schicht des Universaladhäsivs erheblichen Einfluss auf die Formation der Hybridschicht in Form einer Zunahme Schichtdicke der Verbundzone nimmt [6]. Für SBU-Double-Layer mit Zwischenhärtung wurden signifikant höhere Haftwerte nachgewiesen, während die beiden anderen untersuchten Universaladhäsive besser abschnitten, wenn auf das Zwischenhärten verzichtet wurde. Dieses Ergebnis wird durch das in SBU enthaltene Vitrebond Copolymer erklärt. Allerdings erfolgte in der Studie keine hämostatische Kontamination der Dentinoberfläche [6]. Die Applikation eines Hämostatikums scheint demnach ausschlaggebend für die unterschiedliche und materialspezifische Entwicklung der Haftwerte zu sein. Weiterhin beeinflusst die Zugabe hydrophober Füller die Eigenschaften eines Adhäsivs in Form von einer Viskositätssteigerung [33]. Es ist daher anzunehmen, dass SBU eine deutlich höhere Viskosität als PBA aufweist. Dieser Aspekt könnte erklären, warum die Double-Layer-Technik die Haftwerte von SBU nach hämostatischer Kontamination nicht beeinflusst (Tab. 2, Abb. 3).

Der Verzicht auf das Zwischenhärten wäre bei ungefüllten Universaladhäsiven möglicherweise kontraproduktiv verglichen mit der Double-Layer-Technik mit Zwischenhärtung. Im Rahmen weiterer Untersuchungen, die das Double-Layer-Interface hämostatisch kontaminierter Dentinoberflächen beleuchten, müsste diese Hypothese überprüft werden.

4.4. Einfluss der Kontamination

Die 3. Nullhypothese, dass eine hämostatische Kontamination der Dentinoberfläche die Haftwerte der Universaladhäsive nicht beeinflusst, muss differenziert betrachtet werden, da unsere Studie eine hohe Materialspezifität sowohl bezüglich der verwendeten Universaladhäsive als auch der Hämostatika aufzeigt. Bestimmte Materialkombinationen zeigten keine sig-

nifikanten Veränderungen in den Haftwerten durch Kontamination, während die Haftwerte anderer Gruppen abfielen oder anstiegen (Tab. 2, Abb. 3). Somit wird die 3. Nullhypothese für diese Teilergebnisse abgelehnt.

Die Kontamination der Dentinoberfläche mit dem Aluminiumchlorid (AlCl_3) enthaltenden VC beeinflusste weder die Haftwerte von SBU noch von PBA nach 24 h Wasserlagerung. Dieses Ergebnis wird durch bereits publizierte Studien bestätigt [9, 26]. Durch die Thermowechselbelastung wurden die Haftwerte für beide Universaladhäsive nach Kontamination jedoch deutlich reduziert (Tab. 2, Abb. 3). Betrachtet man mit AlCl_3 kontaminiertes Dentin bei 5000-facher Vergrößerung im Rasterelektronenmikroskop, so ähnelt es dem mit 37%iger Orthophosphorsäure (H_3PO_4) konditionierten Dentin stark. Beide Oberflächen zeigen freiliegende Dentintubuli, die weder Smearlayer noch peritubuläres Dentin enthalten [15] bzw. eine in der Dimension variierende Erweiterung der Dentintubuli aufweisen [9]. Die vergleichbare Oberflächenstruktur des Dentins nach H_3PO_4 - und AlCl_3 -Einfluss deutet auf die ausgeprägten dekalzifizierenden Eigenschaften des sauren Hämostatikums hin [15]. Zudem wurden schmale Lücken in der Hybridschicht des Interface nach hämostatischer Kontamination nachgewiesen. Diese könnten ein Hinweis auf Nanoleakage infolge hämostatischer Rückstände sein [9]. Beispielsweise könnten ungebundene Aluminiumionen kurzfristig Dentintubuli verlegen und eine hydrolytisch instabile Schicht auf der Dentinoberfläche bilden, welche die Dentinpenetration durch das Universaladhäsiv einschränkt und so die Ausbildung der Hybridschicht manipuliert [1, 9]. Weiterhin ist anzunehmen, dass das Aluminium das Calcium-Ion des Hydroxylapatits ersetzt, wobei das entstehende Produkt vermutlich eine höhere Säureresistenz aufweist [1, 15]. Die Säureresistenz würde erklären, warum die Haftwerte im Interface unter Verwendung der Etch-&-Rinse-Technik nach hämostatischer Kontamination nicht bzw. weniger beeinträchtigt werden [1, 4, 15]. Nimmt man an, dass das funktionale Monomer aufgrund seines

weniger stark sauren Charakters die Verbindung von Aluminium und Hydroxylapatit nicht hinreichend zu lösen vermag, so könnte diese „Versiegelung“ der Dentinoberfläche die Ausbildung eines suffizienten Interface und damit den Verbund zum Komposit stark beeinträchtigen und die niedrigeren Haftwerte erklären [1, 15].

In unserer Studie veränderten sich die Haftwerte von SBU in der Single-Layer-Technik ähnlich wie auch bei Universaladhäsiven in anderen Studien nach Kontamination mit VS (Eisensulfat, $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$) nach 24 h Wasserlagerung nicht signifikant im Vergleich zur Kontrollgruppe [10, 26]. Im Gegensatz dazu erhöhte die Kontamination der Dentinoberfläche mit dem eisensulfathaltigen VS die Haftwerte von PBA gegenüber der Kontrollgruppe signifikant. Es wurde ein Niveau erreicht, das mit den Haftwerten der SBU-Kontrollgruppe vergleichbar war.

Da SBU HEMA enthält, ist für dieses Universaladhäsiv eine höhere Phasendurchmischung und möglicherweise eine größere Penetrationstiefe anzunehmen, die die gegenüber PBA erhöhten Haftwerte erklärt [29]. Eisensulfat entfernt aufgrund seiner ausgeprägten konditionierenden Eigenschaft den Smearlayer und dekalifiziert die Dentinoberfläche [4, 16]. PBA kann bei der darauffolgenden Applikation direkt am Dentin wirken, ohne dass zuvor ein Teil der Inhaltsstoffe durch den Smearlayer gepuffert und so inaktiviert worden wäre. Sind die Produkte aus der Reaktion von Hydroxylapatit und Eisensulfat für PBA lösbar, so könnte dies die Penetration der Dentinoberfläche durch PBA nach Eisensulfatkontamination gegenüber der Kontrollgruppe erhöhen.

4.5. Einfluss der Alterung nach Thermowechselbelastung

Bezüglich der Alterungsvorgänge via Thermowechselbelastung kann die 6. Nullhypothese nur in Teilen angenommen werden, da sich für einzelne Versuchsgruppen ein Einfluss des Thermocyclings auf die Haftwerte zeigte (SBU_VC vs. SBU_VC*: $p < 0,01$; SBU_VC_DL vs. SBU_VC_DL*: $p < 0,01$; SBU_VS_DL vs. SBU_VS_DL*: $p = 0,03$; PBA_VC vs. PBA_VC*: $p < 0,01$; PBA_VC_DL vs. PBA_VC_DL*:

$p=0,03$). Für die Kontrollgruppen kann die Nullhypothese angenommen werden.

Bei Kontamination mit Aluminiumchlorid traten für beide Universaladhäsive unabhängig von der Applikationsart nach dem TC signifikant geringere Haftwerte auf. Die 6. Nullhypothese ist daher für AlCl_3 abzulehnen, denn das TC beeinträchtigte die Haftwerte signifikant. Dieses Ergebnis lässt darauf schließen, dass die Kontamination der Dentinoberfläche mit AlCl_3 vor Applikation von SBU bzw. PBA insbesondere die Langzeitstabilität im Interface beeinträchtigt, während sie auf die initialen Haftwerte keinen nachweisbaren Einfluss nimmt. Denkbar ist, dass beispielsweise durch Reaktion von AlCl_3 und Hydroxylapatit oder Auflagerung hämostatischer Rückstände Mikroleakage begünstigt und so die Langzeitstabilität beeinträchtigt wird.

Für die mit Eisensulfat (VS) kontaminierten Gruppen hängt die Gültigkeit der 6. Nullhypothese von dem verwendeten Universaladhäsiv und der Applikationstechnik ab. Während das TC die Haftwerte in der SBU-Double-Layer-Gruppe herabsetzte, nahm es auf die SBU-Single-Layer-Gruppe und alle PBA_VS-Gruppen keinen Einfluss [10].

4.6. Frakturanalyse

Bis auf die Kontrollgruppe von PBA nahm die Zahl kohäsiver Frakturen im Vergleich von vor zu nach dem TC durchweg ab oder blieb annähernd gleich (Veränderungen um weniger als 0,2%). Sortiert man die Gruppen nach der Höhe ihrer Mittelwerte, so fanden sich Gruppen, die zu mehr als 90% adhäsive Frakturen aufwiesen, ausschließlich in der niedrigeren Hälfte der Mittelwerte. Adhäsive Frakturen mit einem Anteil von weniger als 70% traten hingegen nur in der oberen Hälfte auf. Mit zunehmender Höhe der Mittelwerte nahm der Anteil adhäsiver Frakturen ab, während die prozentuale Menge kohäsiver und gemischter Frakturen tendenziell anstieg. Es zeigt sich anhand der Ergebnisse also ein Zusammenhang zwischen den durch Stabilität des Interface generierten Verbundwerten und der Frakturmusterverteilung.

5. Schlussfolgerungen

Die Ergebnisse dieser Studie zeigen, dass der Einfluss von Hämostatika auf den Dentinverbund materialabhängig und alterungsspezifisch ist. Während es initial nicht zu einer Abnahme der Verbundwerte der untersuchten Adhäsivsysteme kam, kam es nach Alterung materialabhängig zu einer signifikanten Reduktion der Langzeitstabilität. Bei einem ungefüllten Universaladhäsiv kann die Double-Layer-Technik diesen Effekt abschwächen; ohne vorherige Hämostatikakontamination kommt es sowohl initial als auch nach Alterung zu einer signifikanten Erhöhung der Verbundwerte.

Anmerkungen

Teilergebnisse dieser In-vitro-Studie wurden erstmals in einem Kurzvortrag am 18. November 2021 im Rahmen der 35. Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Zahnerhaltung (DGZ) präsentiert.

Interessenkonflikte

Die Autorinnen Fabienne Sophie Stutzbach und Silke Jacker-Guhr erklären, dass keine Interessenkonflikte im Sinne der Richtlinien des International Committee of Medical Journal Editors bestehen. Die Autorin Anne-Katrin Lührs ist beratendes Mitglied im „Restorative Advisory Board“, der Firma Dentsply Sirona, Bensheim, Deutschland.

Literatur

1. Ajami AA, Kahnmoii MA, Kimyai S, Oskoe SS, Pournaghi-Azar F, Bahari M, et al. Effect of three different contamination removal methods on bond strength of a self-etching adhesive to dentin contaminated with an aluminum chloride hemostatic agent. *J Contemp Dent Pract* 2013; 14: 26–33
2. Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfeifferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS)

approach. *Dent Mater* 2017; 33: 133–143

3. Carvalho RM, Mendonça JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FCP, Tay FR, et al. Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. *J Dent Res* 2003; 82: 597–601
4. Chaiyabutr Y, Kojs JC. The effect of tooth-preparation cleansing protocol on the bond strength of self-adhesive resin cement to dentin contaminated with a hemostatic agent. *Oper Dent* 2011; 36: 18–26
5. Choi KK, Condon JR, Ferracane JL. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. *J Dent Res* 2000; 79: 812–817
6. Chowdhury AFMA, Saikaew P, Alam A, Sun J, Carvalho RM, Sano H. Effects of Double Application of Contemporary Self-Etch Adhesives on Their Bonding Performance to Dentin with Clinically Relevant Smear Layers. *J Adhes Dent* 2019; 21: 59–66
7. de Carvalho Mendonça EC, Vieira SN, Kawaguchi FA, Powers J, Matos AB. Influence of blood contamination on bond strength of a self-etching system. *Eur J Dent* 2010; 4: 280–286
8. Fujiwara S, Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Imai A, Watanabe H, et al. Effect of double-layer application on bond quality of adhesive systems. *J Mech Behav Biomed Mater* 2018; 77: 501–509
9. Harnirattisai C, Kuphasuk W, Senawongse P, Tagami J. Bond strengths of resin cements to astringent-contaminated dentin. *Oper Dent* 2009; 34: 415–422
10. Hoorizad M, Heshmat H, Hosseini TA, Kazemi SS, Tabatabaei SF. Effect of hemostatic agent on microshear bond strength of total-etch and self-etch adhesive systems. *Dent Res J* 2019; 16: 361–365
11. Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How „Universal“ is Adhesion? Shear Bond Strength of Multi-mode Adhesives to Enamel and Dentin. *J Adhes Dent* 2019; 21: 87–95
12. Kidd EA. Microleakage: a review. *J Dent* 1976; 4: 199–206
13. Kielbassa AM, Philipp F. Restoring proximal cavities of molars using the proximal box elevation technique: Systematic review and report of a case. *Quintessenz Int* 2015; 46: 751–764
14. Kilic K, Arslan S, Demetoglu GA, Zararsiz G, Kesim B. Do blood contamination and haemostatic agents affect micro-tensile bond strength of dual cured resin cement to dentin? *Journal of applied oral science: revista FOB*; 21: 85–91
15. Kuphasuk W, Harnirattisai C, Senawongse P, Tagami J. Bond strengths of two adhesive systems to dentin contaminated with blood. *Dent Mater* 2017; 33: 133–143

nated with a hemostatic agent. Oper Dent 2007; 32: 399–405

16. Land MF, Rosenstiel SF, Sandrik JL. Disturbance of the dentinal smear layer by acidic hemostatic agents. J Prosthet Dent 1994; 72: 4–7

17. Maischberger C, Stawarczyk B, von Hajmasy A, Liebermann A. Hemostatic gingival retraction agents and their impact on prosthodontic treatment steps: A narrative review. Quintessenz Int 2018; 49: 719–732

18. Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. J Dent 2002; 30: 83–90

19. Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. J Dent 2015; 43: 765–776

20. Salz U, Mücke A, Zimmermann J, Tay FR, Pashley DH. pKa value and buffering capacity of acidic monomers commonly used in self-etching primers. J Adhes Dent 2006; 8: 143–150

21. Senawongse P, Srihanon A, Muangmingsuk A, Harnirattisai C. Effect of dentine smear layer on the performance of self-etching adhesive systems: A micro-tensile bond strength study. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2010; 94: 212–221

22. Sezinando A, Perdigão J, Ceballos L. Long-term In Vitro Adhesion of Polyalkenoate-based Adhesives to Dentin. J Adhes Dent 2017; 19: 305–316

23. Sezinando A, Serrano ML, Pérez VM, Muñoz RAG, Ceballos L, Perdigão J. Chemical Adhesion of Polyalkenoate-based Adhesives to Hydroxyapatite. J Adhes Dent 2016; 18: 257–265

24. Taschner M, Kümmerling M, Lohbauer U, Breschi L, Petschelt A, Frankenberger R. Effect of double-layer application on dentin bond durability of one-step self-etch adhesives. Oper Dent 2014; 39: 416–426

25. Tay FR, King NM, Chan K, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? J Adhes Dent 2002; 4: 255–269

26. Unlu N, Cebe F, Cebe MA, Cetin AR, Cobanoglu N. Bond strengths of a self-etching adhesive to dentin surfaces treated with saliva, blood, and different hemostatic agents. Gen Dent 2015; 63: 28–32

27. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. J Dent Res 2005; 84: 183–188

28. Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. Dent Mater 2006; 22: 533–544

29. Van Landuyt KL, Snauwaert J, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. Dent Mater 2008; 24: 1412–1419

30. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. J Adhes Dent 2020; 22: 7–34

31. Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. J Dent 2014; 42: 800–807

32. Walker MP, Wang Y, Swafford J, Evans A, Spencer P. Influence of additional acid etch treatment on resin cement dentin infiltration. J Prosthodont 2000; 9: 77–81

33. Wang J, Yu Q, Yang Z. Effect of hydrophobic surface treated fumed silica fillers on a one-bottle etch and rinse model dental adhesive. J Mater Sci Mater Med 2017; 29: 10



Foto: F.S. Stutzbach

FABIENNE SOPHIE STUTZBACH
Klinik für Zahnerhaltung,
Parodontologie und
Präventive Zahnheilkunde,
Medizinische Hochschule Hannover
Carl-Neuberg-Str. 1, 30625 Hannover



Foto: medJUNGE

PROF. DR. ANNE-KATRIN LÜHRS
Klinik für Zahnerhaltung,
Parodontologie und
Präventive Zahnheilkunde,
Medizinische Hochschule Hannover
Carl-Neuberg-Str. 1, 30625 Hannover
luehrs.anne-katrin@mh-hannover.de



Foto: MHH

DR. SILKE JACKER-GUHR
Klinik für Zahnerhaltung,
Parodontologie und
Präventive Zahnheilkunde,
Medizinische Hochschule Hannover
Carl-Neuberg-Str. 1, 30625 Hannover
jacker-guhr.silke@mh-hannover.de

2 Abkürzungsverzeichnis

%	Prozent
*	Sternsymbol zur Kennzeichnung „Zustand nach Thermocycling“
°C	Grad Celsius
10-MDP	10-Methacryloyl-Oxydecyl-Dihydrogenphosphat
Abb.	Abbildung
ANOVA	Analysis of Variance = Varianzanalyse
Bis-GMA	Bisphenol A-Glycidylmethacrylat
$\text{Ca}_5[(\text{OH})(\text{PO}_4)_5]$	chemische Formel für Hydroxylapatit
DL	Double Layer
DZZ	Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift
et al.	et alii = und andere
FU	Filtek Universal
Gew.-%	Gewichtprozent
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung
h	hour(s) = Stunde(n)
H_3O^+	chemische Formel für Oxoniumion
HEMA	2-Hydroxyethylmethacrylat
ISO	International Standard Organization
MHH	Medizinische Hochschule Hannover
min	Minute(n)
mm	Millimeter
mm^2	Quadratmillimeter
MPa	Megapascal
mW/cm^2	Milliwatt je Quadratzentimeter
N	Newton
n	Anzahl der Probekörper je Gruppe
Nr.	Nummer
OH^-	chemische Formel für Hydroxidion
p	probabilitas = Wahrscheinlichkeit
PO_4^{3-}	chemische Formel für Phosphat-Ion
PBA	Prime & Bond Active
PENTA	Dipentaerythritol Pentaacrylat Phosphat

pH	pondus Hydrogenii = Gewicht des Wasserstoffs
ptfs	pre-testing failures
SBU	Scotchbond Universal
Sek.	Sekunde(n)
SPSS	Statistical Package for the Social Science
Tab.	Tabelle
TC	Thermocycling
VC	ViscoStat Clear
Vol.-%	Volumenprozent
VS	ViscoStat
vs.	versus
z.B.	zum Beispiel
μTBS	microtensile bond strength = Mikrozugfestigkeit

3 Abbildungs- und Tabellenverzeichnis

Abbildung 1: Durchführung des Mikrozugversuchs in einer Universalprüfmaschine.....	21
Tabelle 1: Mittelwerte und Standardabweichungen [MPa].....	25

4. Einleitung

4.1 Konditionierungsverfahren

Der adhäsive Verbund direkter und indirekter Restaurationen ist in der Zahnheilkunde von essenzieller Bedeutung. Dabei spielt die Etablierung eines suffizienten Haftverbundes zwischen hydrophobem Komposit und hydrophiler Zahnhartsubstanz zur Restauration abakterieller und bakteriell bedingter Substanzverluste eine Schlüsselrolle, insbesondere im Hinblick auf die Langzeitstabilität der Adhäsivrestauration [12]. Mit „klassischen“ Etch & Rinse-Adhäsivsystemen kann zwischen den heterophilen Oberflächen ein Verbund hergestellt werden, welcher primär auf der Schaffung von Mikroretentionen basiert. Dieses geschieht durch die Konditionierung der gesamten zu restaurierenden Zahnoberfläche (Schmelz und Dentin) mit Orthophosphorsäure, die appliziert und nach einer definierten Einwirkzeit mit einem Luft-Wasser-Spray wieder abgespült wird. In weiteren Schritten erfolgt die Hybridisierung der Zahnoberfläche zur Aufnahme einer Adhäsivrestauration. Um eine geringere Techniksensitivität zu erzielen, wurde die Adhäsivtechnik stetig weiterentwickelt. Es entstand das Self-Etch-Verfahren, bei dem die vorangestellte Phosphorsäureapplikation entfällt und die Konditionierung durch eine im Adhäsivsystem enthaltene Säure oder säuremodifizierte Monomere erfolgt. Ebenfalls möglich ist das Selective (Enamel) Etching, bei dem ausschließlich der Schmelz mit Phosphorsäure konditioniert wird, das Dentin jedoch selbstkonditionierend über das entsprechende Adhäsivsystem vorbehandelt wird [27,28].

Den neusten Entwicklungsschritt stellen Multimode- oder Universaladhäsivsysteme dar, die in allen oben genannten Modi, also sowohl nach Phosphorsäurekonditionierung (Etch & Rinse, Selective (Enamel) Etching) als auch direkt (Self Etch) auf der Zahnhartsubstanz angewendet werden können. Aufgrund verlässlicher Haftwerte hat sich am Schmelz die Konditionierung mittels Phosphorsäure etabliert.

4.2 Dentinkonditionierung

Am Dentin bewirkt das Etch & Rinse-Verfahren mittels Phosphorsäurekonditionierung durch Herauslösen der Hydroxylapatitkristalle ein nahezu vollständiges Exponieren

der Kollagenmatrix [31,46]. Die entstehende dreidimensionale Fasernetzstruktur ist sehr anfällig gegenüber äußeren Einflüssen und techniksensitiv bezüglich des Trocknungsgrades [29,41]. Durch Applikation eines Adhäsivsystems werden im Idealfall die entstandenen Zwischenräume aufgefüllt. Die Polymerisation der Monomere bewirkt durch den Aufbau einer Hybridschicht eine mikromechanische Verankerung am Dentin [46]. Wird das demineralisierte Kollagenfasernetzwerk nicht in vollständiger Tiefe adhäsiv infiltriert, können wassergefüllte Hohlräume verbleiben, wodurch es zum sogenannten Nanoleakage kommen kann [26,29]. Dadurch werden die Kollagenfasern anfälliger gegenüber äußeren hydrolytischen oder enzymatischen Einflüssen, was die Langzeitstabilität einer adhäsiv verankerten Restauration beeinträchtigen kann [3]. Aus diesem Grund und der erhöhten Techniksensitivität bei Anwendung von Phosphorsäure am Dentin wird basierend auf verschiedenen Studien die selektive Schmelzkonditionierung (Selective (Enamel) Etch) empfohlen, bei der das Dentin von der Phosphorsäurekonditionierung ausgespart wird [33,34]. Die Konditionierung des Dentins erfolgt dann mittels schwacher, im Adhäsivsystem enthaltener Säuren oder funktioneller Monomere, welche das Hydroxylapatit der Dentinoberfläche demineralisieren [45]. Adhäsivsysteme, die das funktionelle Monomer 10-MDP (10-Methacryloyl-Oxydecyl-Dihydrogenphosphat) enthalten, können neben einer mechanischen auch eine chemische Haftung zum Dentin aufbauen, allerdings nur, wenn dieses nicht durch Phosphorsäurekonditionierung demineralisiert ist [45]. Diesen Dentinverbund erzielen Universaladhäsive bei Anwendung im Self-Etch- oder Selective-(Enamel)-Etch-Verfahren [45]. Dabei wird die Dentinoberfläche unmittelbar mit dem Universaladhäsiv in Kontakt gebracht und es kommt zur Interaktion des funktionellen Monomers mit residualem Hydroxylapatit ($\text{Ca}_5[(\text{OH})(\text{PO}_4)_5]$). Die funktionellen Monomere binden mit ihrer Phosphatgruppe an das Kalzium des Hydroxylapatits. Gleichzeitig gehen die Phosphat- (PO_4^{3-}) und Hydroxidionen (OH^-) dem vom funktionalen Monomer „zurückgelassenen“ Oxoniumion (H_3O^+) folgend in Lösung, sodass die Zahnoberfläche elektrisch neutral bleibt [17,45,49]. In Abhängigkeit vom pH-Wert und der Bindungsaffinität des funktionellen Monomers ergeben sich zwei Wege: dissoziiert das gebildete Produkt nach kurzer Zeit wieder, so kann ein funktionelles Monomer mehrere Hydroxylapatitkristalle dekalzifizieren und besitzt dementsprechend ein hohes Demineralisierungspotenzial [45,49]. Ist die entstehende Verbindung hingegen hydrolytisch stabil, wie es für milde Universaladhäsive charakteristisch ist [45,51], so ist die Oberflächendekalzifikation

durch Ausfällung der funktionellen Monomere als Kalziumsalze (Kalziumphosphat) begrenzt [45,49]. Diese können mit weiteren Monomeren des Universaladhäsivs copolymerisieren. Durch simultane Demineralisierung und Infiltration entsteht eine Hybridschicht. Diese setzt sich aus den Kalziumsalzen der funktionellen Monomere, deren Copolymerisaten, den Kollagenfasern, dem Smearlayer und sämtlichen Rückständen auf der Dentinoberfläche zusammen. Ein Teil des Hydroxylapatits bleibt in diesem Fall mit den Kollagenfasern verbunden und stellt somit den „Bindungspartner“ für eine chemische Adhäsion dar, welche für die Langzeitstabilität von besonderer Bedeutung ist [22,45].

Besonderes Augenmerk erlangte die Ausbildung eines protektiven Nanolayers bei der Anwendung 10-MDP-haltiger Universaladhäsive. Durch das sogenannte „Self-Assembling“, also die chemische Anordnung der 10-MDP-Moleküle in Reihen parallel zueinander angeordneter Monomere, welche durch Kalziumionen verbunden sind, entsteht eine Struktur, von der angenommen wird, dass sie direkt für die Langzeitstabilität 10-MDP-enthaltender Universaladhäsive mitverantwortlich ist [17,22,50,51]. Aus diesem Grund wurden für die Studie Universaladhäsive ausgewählt, die 10-MDP als funktionelles Monomer enthalten.

4.3 Adstringentien

Die zuvor zitierten Studien beziehen sich auf In-vitro-Modelle, bei denen der adhäsive Verbund unter standardisierten Bedingungen generiert wird. Im klinischen Prozedere gibt es jedoch zahlreiche Einflussfaktoren, wie eine Speichel- und/ oder Blutkontamination in tiefen Kavitätenbereichen, die den adhäsiven Verbund nachhaltig negativ beeinflussen können. So reduziert eine Kontamination der Dentinoberfläche durch Blut, wie sie zum Beispiel bei tiefen Klasse-V-Läsionen oder im Rahmen der Proximal Box Elevation auftritt, die Haftwerte [6,8,11,24,26,39]. In solchen Situationen können Adstringentien eingesetzt werden. Dabei handelt es sich um topisch angewandte Hämostatika, welche neben Vasokonstriktoren wie zum Beispiel Adrenalin oder mechanischen Barrieren zur Blutstillung eingesetzt werden [12,14]. Ihren aktiven Bestandteile stellen saure Metallsalzlösungen dar. Mit einem pH-Wert zwischen 0,7 und 2,0 finden sie als gepufferte, wässrige Lösungen oder gepufferte Wasser-Glykol-Lösungen Anwendung in der Klinik [27]. Häufig werden eisensulfat- oder aluminiumchloridhaltige Adstringentien verwendet. In Wasser hydrolysieren diese

Metallsalze zu Schwefel- bzw. Salzsäure, welche lokal die Präzipitation von Blutproteinen auslösen. Dadurch kommt es zum Verschluss von Gewebe oder Gefäßen und schließlich zur Hämostase [5,15,48]. Eisensulfathaltige Adstringentien wirken blutstillend, indem sie durch das Auslösen einer Blutkoagulation den Verschluss der Kapillaröffnungen herbeiführen [25]. Aluminiumchloridpräparate führen durch Ausfällung von Gewebe- und Serumproteinen zu einer Verengung der Blutgefäße und lokaler Blutstillung [13,15]. Durch die herbeigeführte Hämostase ist es möglich, auch tiefe Kavitäten trockenzulegen und ein erneutes Einbluten in die Kavität zu unterbinden. Allerdings kontaminieren die Adstringentien die Dentinoberfläche und können so zu einer Reduktion der Haftwerte von Universaladhäsiven im Self-Etch-Modus führen [1,7,26].

4.4 Zielsetzung

In der vorliegenden In-vitro-Studie wurde isoliert untersucht, inwiefern ein aluminiumchlorid- oder ein eisensulfathaltiges Hämostatikum die Haftwerte zweier Universaladhäsive im Self-Etch-Modus zum Dentin beeinflussen. Dabei wurde sowohl ein gefülltes als auch ein ungefülltes Universaladhäsiv angewendet. Ein Verfahren, welches zur Verbesserung der Haftwerte führen kann, ist die sogenannte „Double-Layer-Technik“, also die zweifache Applikation eines Adhäsivsystems [10,16,40]. Daher wurde zusätzlich geprüft, ob die Double-Layer-Technik die Haftwerte der Universaladhäsive beeinflusst und eine mögliche Verringerung der Haftwerte von Universaladhäsiven durch vorangegangene hämostatische Kontamination kompensieren kann (vergl. hierzu auch Nullhypothesen auf Seite 3 und 4 der dieser Arbeit zugrunde liegenden Publikation [38]).

5 Diskussion

5.1 Auswahl der untersuchten Materialien

Neben der nachgewiesenen Wirkung von Hämostatika auf den adhäsiven Verbund zum Dentin ist der negative Effekt einer Blutkontamination der Dentinoberfläche auf die Haftwerte von Universaladhäsiven im Self-Etch-Modus bereits weitreichend belegt [6,8,39]. Um die Wirkung der Hämostatika auf die Haftwerte isoliert betrachten zu

können, entschieden wir uns in unserer Studie gegen eine Blutkontamination oder Kombinationsbehandlungen der Dentinoberfläche mit Blut und Hämostatika [5] und untersuchten je ein Präparat mit dem Wirkstoff Aluminiumchlorid bzw. Eisensulfat.

5.2 Alterungsprozesse

Das Thermocycling (TC) ist ein gängiges Verfahren zur Simulation der intraoralen Alterung durch thermische Wechselbäder [2,28]. Dabei gelten 500 Zyklen als ISO-Standard [23]. Allerdings empfehlen verschiedene Autoren eine höhere Anzahl an Zyklen, um eine der intraoralen Verweildauer zahnärztlicher Werkstoffe angemessene Alterungszeit zu simulieren und so mögliche Haftwertveränderungen zu erfassen [2,18,28]. Laut Gale und Darvell entsprechen 10.000 Zyklen in der Thermowechselbelastung einer Mundverweildauer von etwa einem Jahr [18]. Dieser Übertragung liegt die Annahme zugrunde, dass entsprechende Zyklen in vivo 20 – 50 Mal pro Tag in der Mundhöhle stattfinden. Allerdings wirken in vivo neben der thermischen Belastung auch andere Parameter wie enzymatische Einflüsse, pH-Wert-Schwankungen oder Belastungen durch die Kaukraft auf die Verbundzone ein, welche die Thermowechselbelastung nicht berücksichtigt [2,18]. In der vorliegenden Studie wurde eine Anzahl von 15.000 Zyklen zwischen 5°C und 55°C gewählt. Diese Temperatureinstellung findet sich bei der Mehrzahl der publizierten Studien [28]. Eine Standardisierung bezüglich der zeitlichen Verweildauer pro Becken gibt es bis dato nicht [2,28]. Die Verweildauer pro Becken betrug in unserer Untersuchung 40 Sekunden. Die Zeit, die benötigt wird, bis das Zentrum der Stäbchen die Beckentemperatur angenommen hat, variiert in Abhängigkeit vom Durchmesser der Stäbchen. Da die Dimensionierung der Stäbchen für den Mikrozugversuch sehr klein ist (1 mm x 1 mm x 10 mm), kann davon ausgegangen werden, dass die vorgegebene Temperatur nach der Verweildauer auch im Zentrum der Stäbchen erreicht wurde [14].

5.3 Diskussion des Testverfahrens

Zur Bestimmung der Verbundwerte der einzelnen Stäbchen wurde der Mikrozugversuch (Microtensile Bond Strength-Test, μ TBS-Test, Abb. 1) durchgeführt, bei dem jedes Stäbchen einer Zugbelastung orthogonal zum Interface bis zum Bruch

ausgesetzt wurde [4]. Die dabei aufgetretene Kraft wurde in N aufgezeichnet und durch die Fläche des getesteten Interfaces dividiert, um die Haftwerte in MPa zu bestimmen.

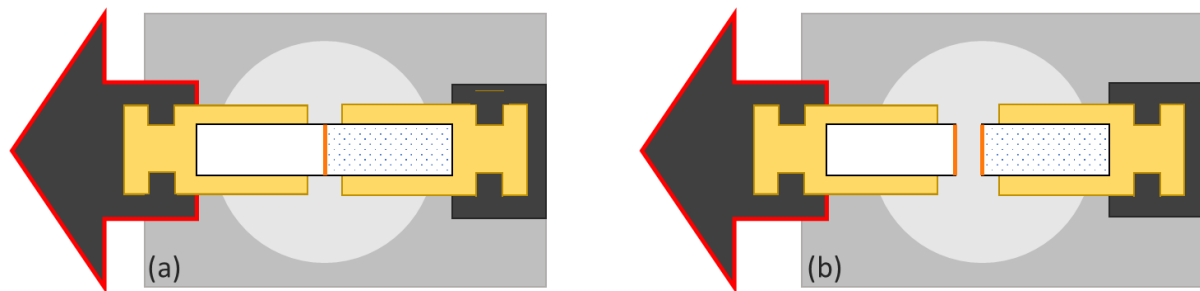


Abbildung 1 Durchführung des Mikrozugversuchs in einer Universalprüfmaschine (MTD-500+, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany) (a) Verlauf der Zugkraft orthogonal zur Verbundfläche (Interface); (b) Zustand nach Bruch des Stäbchens, mögliche Frakturmuster: entlang des Interface (—), = Komposit, = Dentin, ← = Zugkraftvektor, = Probenträger (Quelle: eigene Darstellung)

Anschließend erfolgte eine Frakturanalyse unter Ausschluss der Stäbchen, deren Bruch sich in mehr als einer festgelegten Distanz zum Interface befand, in unserer Studie 2 mm. Mit Hilfe der Frakturanalyse wurde für jedes Stäbchen festgelegt, ob es sich um ein adhäsives, kohäsives oder gemischtes Bruchmuster handelte [4,23].

Eine Alternative zum Mikrozugversuch stellt der Shear-Bond-Strength-Test dar. Während für den Mikrozugversuch aus einem Zahn mehrere, zum Beispiel wie in unserer Studie neun Teststäbchen generiert werden, verwendet der Shear-Bond-Strength-Test einen einzigen ebenfalls standardisiert vorbereiteten Testkörper pro Zahn mit wesentlich größerer Grundfläche. Dieser wird in seiner Gesamtheit einem Abscherverfahren unterzogen [19,21]. Dazu bewegt sich ein Scherblatt parallel zum Interface des fixierten Probekörpers [21]. Der Endpunkt des Versuchs ist auch hier die Fraktur, allerdings befindet sich das Interface bei diesem Testverfahren parallel zur Belastungsrichtung [21]. Beim Mikrozugversuch stehen Interface und Belastungsrichtung jedoch im rechten Winkel zueinander (vergl. Abb. 1).

Zusätzlich unterscheiden sich Mikrozugversuch und Shear-Bond-Strength-Test aufgrund der Testkörpergröße in der Fläche des untersuchten Interfaces voneinander. Nach Gallusi *et al.* (2009) gestattet die reduzierte Grundfläche der kleineren Testkörper beim Mikrozugversuch eine höhere Genauigkeit und präzisere

Aussagekraft, allerdings wird eine höhere Probenanzahl empfohlen [19,21]. Aus der Literatur geht außerdem hervor, dass die Stressverteilung im Interface durch die axial einwirkende Zugkraft und die geringere Größe der Testkörper beim Mikrozugversuch gleichmäßiger ist [30].

5.4 Diskussion der Ergebnisse

Die vorliegende Studie, welche das Self-Etch-Verfahren betrachtet, hat gezeigt, dass das gefüllte Universaladhäsiv Scotchbond Universal (3M Oral Care, 3M Deutschland GmbH, Seefeld, Germany) vor und nach künstlicher Alterung signifikant höhere Haftwerte erzielte als das ungefüllte Prime & Bond Active (Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Germany; Tab. 1). Als Bestandteil von Scotchbond Universal kann HEMA in etwa 10%iger Konzentration verbesserte Haftwerte generieren [43]. Der amphiphile Charakter von HEMA und Ethanol sorgt möglicherweise für eine stärkere Phasendurchmischung des Adhäsivsystems und intensivere Penetration der Dentinoberfläche. Zudem scheint auch das methacrylatmodifizierte Polyalkenoatsäure-Copolymer Vitrebond die Verbundeigenschaften von Scotchbond Universal zu verbessern [36,37]. Diese Aspekte können die Ursache für seine gegenüber Prime & Bond Active signifikant erhöhten Haftwerte darstellen.

Die Double-Layer-Technik nahm auf die Verbundwerte von Scotchbond Universal keinen Einfluss. Für Prime & Bond Active waren die Haftwerte nach Anwendung der Double-Layer-Technik im Vergleich zur Single-Layer-Kontrollgruppe sowohl vor als auch nach dem Thermocycling signifikant erhöht, sodass sie sich nicht mehr von den Haftwerten von Scotchbond Universal unterschieden (Tab. 1) [40]. Die Ergebnisse zeigen, dass die Double-Layer-Technik den Haftverbund eines ungefüllten Universaladhäsivs signifikant steigern kann. Aufgrund ihrer Zusammensetzung unterscheiden sich die Universaladhäsive auch in der Dicke der generierten Hybridschicht voneinander. Wegen des fehlenden Fülleranteils und der daraus abzuleitenden geringeren Viskosität fällt das Interface ungefüllter Universaladhäsive im Self-Etch-Modus vermutlich dünner aus [47]. Dadurch kann der Stress, welcher durch die Schrumpfung des Komposits während der Polymerisation ausgelöst wird, weniger abgefedert werden [9,32]. Gleichzeitig kann die Sauerstoffinhibitionsschicht bei einer sehr dünnen Hybridschicht eine flächendeckende Polymerisation verhindern, was zu einer Reduktion der Haftwerte führen kann [29,47]. Das Interface eines Double

Layers weist im Vergleich zum Single Layer des gleichen Universaladhäsivs eine höhere Schichtdicke auf, was für die höheren Verbundwerte mitverantwortlich sein kann [10]. Zur Verbesserung der Haftung kann die Double-Layer-Technik bei ungefüllten Universaladhäsiven in der Praxis berücksichtigt werden. Das Ergebnis lässt sich aber aufgrund der großen Variationsbreite in der Zusammensetzung von Adhäsivsystemen nicht global auf Systeme anderer Hersteller übertragen.

Unter Berücksichtigung der hämostatischen Kontamination mit dem aluminiumchloridhaltigen Hämostatikum ViscoStat Clear (Ultradent Products GmbH, Köln, Germany) konnte in der Single-Layer-Technik nach 24 Stunden Wasserlagerung weder für Scotchbond Universal noch für Prime & Bond Active ein Einfluss auf die Haftwerte nachgewiesen werden (Tab. 1). Dieses Resultat bestätigt vorangegangene Studien, welche eine Ermittlung der Haftwerte ausschließlich nach 24 Stunden durchführten [20,42]. In der vorliegenden Studie reduzierten sich die Haftwerte beider Universaladhäsive nach Thermowechselbelastung jedoch signifikant (Tab. 1). Dieses Ergebnis zeigt, dass eine Blutstillung mittels Aluminiumchlorid die Langzeitstabilität von Scotchbond Universal und Prime & Bond Active beeinträchtigen kann. Es ist davon auszugehen, dass Aluminiumchlorid die Dentinoberfläche stark dekalzifiziert [26]. Gleichzeitig können Aluminiumionen Dentintubuli kurzfristig verlegen oder das Kalziumion im Hydroxylapatit ersetzen und so die Ausbildung einer suffizienten Hybridschicht beeinträchtigen. Die Folge kann Nanoleakage sein, was die verringerten Haftwerte nach Alterung erklären kann [1,20]. Da in der vorliegenden Studie zusätzlich eine Thermowechselbelastung durchgeführt wurde, konnte gezeigt werden, dass die Haftwerte sowohl von Scotchbond Universal als auch Prime & Bond Active unabhängig von der Applikationsform nach dem Thermocycling signifikant abnehmen, wenn eine Kontamination durch Aluminiumchlorid erfolgt ist. Dieses Ergebnis unterstreicht die Wichtigkeit, bei der Untersuchung des adhäsiven Verbundes zur Zahnhartsubstanz nicht nur Initialwerte zu betrachten, sondern in besonderem Maße auch Alterungsvorgänge zu berücksichtigen, welche Rückschlüsse auf die Langzeitstabilität der Haftung von Universaladhäsiven zulassen.

Die Kontamination der Dentinoberfläche mit dem eisensulfathaltigen ViscoStat (Ultradent Products GmbH, Köln, Germany) erniedrigte die Haftwerte von Scotchbond Universal im Single Layer zwar nicht vor, aber nach dem Thermocycling verglichen mit der Kontrollgruppe (Tab. 1). Analog zur Kontamination mit Aluminiumchlorid könnten die starke Dekalzifikation der Dentinoberfläche sowie durch das Hämostatikum

verlegte Dentintubuli ausschlaggebend für dieses Ergebnis sein [27]. Für Prime & Bond Active im Single Layer hingegen bewirkte die Kontamination mit ViscoStat eine signifikante Steigerung der Haftwerte gegenüber der Kontrollgruppe (Tab. 1). Dieses Ergebnis zeigte sich allein bei der zuvor genannten Materialkombination und war in anderen Kontaminationsgruppen nicht nachweisbar. Neben der beschriebenen Dekalzifikation der Dentinoberfläche entfernt Eisensulfat den Smearlayer [7,27], der dann als puffernde Barriere nicht mehr vorhanden ist, sodass das Universaladhäsiv das Dentin in direktem Kontakt erreicht [35]. Da initial von einer geringeren Penetrationstiefe und weniger dicken Ausbildung der Hybridschicht als bei Scotchbond Universal auszugehen ist, könnte die Wirkung von Eisensulfat einen Vorteil hinsichtlich der Dentinpenetration für Prime & Bond Active bedeuten [44,47]. Gleichzeitig könnte die vermutlich geringere Viskosität dem ungefüllten Universaladhäsiv ermöglichen, durch das Hämostatikum verlegte Dentintubuli freizuspülen [47].

Aus bereits veröffentlichten Studien ist bekannt, dass Hämostatika wie Aluminiumchlorid und Eisensulfat die Haftwerte von Universaladhäsiven herabsetzen können [1,5,7,26]. Im Gegensatz dazu kann die Verwendung der Double-Layer-Technik zur Verbesserung der Haftwerte im Self-Etch-Modus führen [10,16,40]. Die vorliegende Studie untersucht den Zusammenhang der beiden Einflussfaktoren. Da nach der Applikation von Prime & Bond Active im Double Layer nach Kontamination mit Aluminiumchlorid signifikant höhere Haftwerte resultieren, als nach der Applikation des Adhäsivsystems im Single Layer (Tab. 1), kann die Double-Layer-Technik den kontaminationsbedingten Haftwertverlust des Universaladhäsivs abschwächen. Die Werte fallen nach dem Thermocycling zwar niedriger aus, als in der Double-Layer-Kontrollgruppe, unterschreiten aber nicht das Niveau der Kontrollgruppe von Prime & Bond Active im Single Layer. Ein positiver Effekt der Double-Layer-Technik auf das zweite in dieser Studie untersuchte Universaladhäsiv Scotchbond Universal nach Kontamination durch ViscoStat Clear konnte im Vergleich zur Kontrollgruppe hingegen nicht nachgewiesen werden (Tab. 1).

Für Scotchbond Universal fällt auf, dass nach 24 Stunden Wasserlagerung bei Raumtemperatur in den meisten Gruppen unabhängig von Applikationsform und Art der Kontamination keine Unterschiede in den Haftwerten auftraten. Durch das Thermocycling wurde deutlich, dass die Haftwerte durch künstliche Alterung bei verschiedenen Gruppen im Vergleich zur Kontrollgruppe jedoch signifikant abnahmen. Bei Prime & Bond Active gab es initial bereits signifikante Unterschiede in den

Haftwerten im Vergleich von Versuchsgruppen mit Kontrollgruppen, nach dem Thermocycling zeigten jedoch weitere Gruppenpaarungen signifikante Unterschiede (Tab. 1).

Eine Übersicht über die Mittelwerte und Standardabweichungen in MPa stellt Tabelle 1 dar [38].

Gruppe		Single Layer	Double Layer	Single Layer Thermocycling	Double Layer Thermocycling
Universaladhäsiv	Hämostatikum	Haftwerte ± Standardabweichungen [MPa]			
Scotchbond Universal	-	27,27 ± 8,59 ^{aA}	36,11 ± 13,11 ^{aA}	32,22 ± 10,93 ^{aA}	34,19 ± 13,07 ^{aA}
	ViscoStat Clear	31,08 ± 8,36 ^{aA}	28,51 ± 8,03 ^{abcA}	18,65 ± 7,28 ^{bB}	14,93 ± 6,51 ^{bB}
	ViscoStat	25,37 ± 9,77 ^{aA}	24,36 ± 8,13 ^{bcA}	20,67 ± 8,87 ^{bcAB}	17,17 ± 8,42 ^{bB}
Prime & Bond Active	-	14,02 ± 8,14 ^{bA}	30,46 ± 11,48 ^{abcB}	14,25 ± 8,10 ^{bA}	35,94 ± 11,80 ^{aB}
	ViscoStat Clear	14,75 ± 6,84 ^{bA}	23,57 ± 7,60 ^{bB}	5,98 ± 3,32 ^{dC}	16,25 ± 9,74 ^{bA}
	ViscoStat	28,77 ± 11,15 ^{aA}	30,66 ± 9,41 ^{cA}	27,73 ± 10,00 ^{acA}	27,66 ± 10,68 ^{aA}

Tabelle 1 Mittelwerte und Standardabweichungen [MPa], verschiedene hochgestellte Kleinbuchstaben in einer Spalte und verschiedene hochgestellte Großbuchstaben in einer Zeile markieren einen signifikanten Unterschied ($p < 0,05$) [38]

5.5 Schlussfolgerung

Aus den Ergebnissen unserer Studie lässt sich ableiten, dass Hämostatika Einfluss auf den Dentinverbund der untersuchten Universaladhäsive nehmen können. In Abhängigkeit von den untersuchten Materialien kam es zwar initial nicht zu einer Abnahme der Verbundwerte, allerdings wurde die Langzeitstabilität der Adhäsivsysteme signifikant reduziert. Die Double-Layer-Technik kann für das ungefüllte Universaladhäsiv den Haftwertverlust durch hämostatische Kontamination abschwächen. Ohne Kontamination sorgt sie für einen signifikanten Anstieg der Haftwerte sowohl initial als auch nach Alterung.

6 Zusammenfassung

Die vorliegende In-vitro-Studie vergleicht den Dentinverbund der Universaladhäsive Scotchbond Universal (gefüllt) und Prime & Bond Active (ungefüllt) bei Anwendung im Self-Etch-Modus. Neben einer Anwendung nach Herstellerangaben (Kontrollgruppen) wurde untersucht, welchen Einfluss eine hämostatische Kontamination durch Eisensulfat (ViscoStat) bzw. durch Aluminiumchlorid (ViscoStat Clear) auf die Haftwerte besitzt. Zusätzlich wurde der Effekt der Double-Layer-Technik, also einer zweifachen Applikation des Universaladhäsivs mit Zwischenhärtung, auf die Haftwerte untersucht.

Dazu wurden 120 kariesfreie humane Molaren, welche zuvor in 1%iger Chloramin-T-Lösung gelagert wurden, in Gipsblöcke eingebettet. Nach Exposition des koronalen Dentins erfolgte ein Anrauen der Oberfläche, um einen klinisch relevanten Smearlayer zu erzeugen. Bei den Kontrollgruppen erfolgte die direkte aktive Applikation der Adhäsivsysteme im Self-Etch-Modus für 20 Sekunden, bei den Versuchsgruppen wurde die Dentinoberfläche zuvor für 2 Minuten mit einem der oben genannten Hämostatika kontaminiert, welches im Anschluss 30 Sekunden mit Wasser abgespült wurde. Bei den Double-Layer-Gruppen erfolgte die Applikation des Universaladhäsivs wie oben beschrieben zweifach mit separater Polymerisation jeder Schicht. Im Anschluss erfolgte die Schichtung eines Kompositaufbaus in drei je 1,5 mm dicken Inkrementen mit jeweiliger Polymerisation und finaler Lichthärtung von allen Seiten. Pro Zahn wurden neun Teststäbchen erzeugt, sodass eine Gruppengröße von $n = 45$ Stäbchen resultierte. Nach 24 Stunden Lagerung in demineralisiertem Wasser bei Raumtemperatur oder künstlicher Alterung durch Thermowechselbelastung (TC, 15.000 Zyklen, 5°C/55°C) wurden die Stäbchen dem Mikrozugversuch (μ TBS) unterzogen und dabei bis zum Bruch auf Zug belastet. Die dafür aufgewandte Kraft wurde in N erfasst, durch die Verbundfläche der Stäbchen dividiert und so die Haftwerte in MPa berechnet. Eine Beurteilung der Frakturmuster der Stäbchen wurde bei 40-facher Vergrößerung unter einem Auflichtmikroskop (Stemi SV 6, Zeiss, Jena, Germany) durchgeführt. Die statistische Analyse erfolgte mittels Kolmogorov-Smirnov- und Levene-Test. Zum Vergleich der Gruppenmittelwerte wurde die Welch-ANOVA herangezogen, da keine Varianzhomogenität vorlag. Um signifikante Abweichungen zwischen den einzelnen Gruppen zu erkennen, wurde der Games-Howell-post-hoc-Test durchgeführt. Für die Frakturanalyse wurde der Chi-Quadrat-Test herangezogen

(SPSS 23.0, IBM; Armonk, NY, USA). Das Signifikanzniveau für alle durchgeführten statistischen Untersuchungen betrug $\alpha=0,05$.

Die Welch-ANOVA zeigte insgesamt signifikante Gruppenunterschiede ($p < 0,001$). Die Verbundwerte der Single-Layer-Kontrollgruppe von Scotchbond Universal waren sowohl vor als auch nach Thermocycling signifikant höher im Vergleich zu Prime & Bond Active, ein Einfluss durch Thermocycling bestand jedoch nicht (Tab. 1). Diese Differenz lässt sich durch die Anwendung der Double-Layer-Technik ausgleichen, die die Haftwerte von Prime & Bond Active signifikant steigert.

Eine Kontamination durch Aluminiumchlorid zeigte für beide Universaladhäsive im Single-Layer-Modus initial keinen Einfluss auf die Verbundwerte, nach Thermocycling waren diese jedoch signifikant herabgesetzt. Eisensulfat führte nach Thermocycling zu einer signifikanten Verringerung der Verbundwerte für Scotchbond Universal. Die Haftwerte von Prime & Bond Active waren hingegen durch Eisensulfat initial und nach Thermocycling signifikant erhöht (Tab. 1).

Im Falle der Double-Layer-Technik wurden Verbundwerte von Scotchbond Universal durch Kontamination mit beiden Adstringentien initial nicht, nach Thermocycling aber signifikant beeinflusst. Für beide Kontaminationsgruppen nahmen die Werte im Vergleich zur Kontrolle signifikant ab. Durch die Double-Layer-Technik waren die Werte also nicht alterungsstabil, da sie nach dem Thermocycling signifikant abnahmen (Tab. 1).

Die Haftwerte der Prime & Bond Active-Kontrollgruppe hingegen wurden sowohl vor als auch nach dem Thermocycling durch die Double-Layer-Technik signifikant gesteigert und blieben wie die Single-Layer-Gruppen alterungsstabil, allerdings auf einem mehr als doppelt so hohen Niveau. Nach Aluminiumchlorid-Kontamination kam es wie im Falle der Single-Layer-Applikation zu einem Abfall der Verbundwerte nach Thermocycling, die Double-Layer-Technik war jedoch in der Lage, die Verbundwerte signifikant zu erhöhen. Eine Kontamination mit Eisensulfat steigerte die Haftwerte von Prime & Bond Active sowohl vor als auch nach Thermocycling unabhängig von der Applikationsform signifikant (Tab. 1).

Die vorliegende Studie zeigt, dass die Auswirkung der hämostatischen Kontamination stark an die spezifischen Materialkombinationen gebunden ist. Aluminiumchlorid setzt die Haftwerte beider Universaladhäsive in beiden Applikationsmodi nach Alterung signifikant herab. Eine Steigerung der Haftwerte ist für das ungefüllte Universaladhäsiv durch die Double-Layer-Technik möglich, allerdings wird dabei nach Alterung nicht das

Niveau der entsprechenden Kontrollgruppe erreicht. Eisensulfat beeinflusst die initialen Haftwerte von Scotchbond Universal in beiden Applikationsarten nicht, nach Thermocycling sind die Verbundwerte im Vergleich zur Kontrolle jedoch signifikant niedriger. Für Prime & Bond Active bewirkte die Kontamination mit Eisensulfat in der Single-Layer-Technik vor und nach Thermocycling eine signifikante Steigerung der Haftwerte. Da allein die Anwendung der Double-Layer-Technik ohne Kontamination schon zu einer quasi Verdopplung der Verbundwerte geführt hat, kommt es durch die Eisensulfat-Kontamination in diesen Gruppen zu keiner weiteren Veränderung der Verbundwerte.

Die Ergebnisse der vorliegenden Studie zeigen, dass die Double-Layer-Technik in Abhängigkeit von dem verwendeten Adhäsivsystem sowie der Art der hämostatischen Verunreinigung der Dentinoberfläche kontaminationsbedingte Haftwertverluste abschwächen kann.

7 Literaturverzeichnis

1. Ajami AA, Kahnamoii MA, Kimyai S, Oskoe SS, Pournaghi-Azar F, Bahari M, et al. Effect of three different contamination removal methods on bond strength of a self-etching adhesive to dentin contaminated with an aluminum chloride hemostatic agent. J Contemp Dent Pract 2013; 14: 26-33.
2. Amaral FLB, Colucci V, Palma-Dibb RG, Corona SAM. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. J Esthet Restor Dent 2007; 19: 340-354.
3. Armstrong SR, Jessop JLP, Vargas MA, Zou Y, Qian F, Campbell JA, et al. Effects of exogenous collagenase and cholesterol esterase on the durability of the resin-dentin bond. J Adhes Dent 2006; 8: 151-160.
4. Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. Dent Mater 2017; 33: 133-143.
5. Bernades KdO, Hilgert LA, Ribeiro APD, Garcia FCP, Pereira PNR. The influence of hemostatic agents on dentin and enamel surfaces and dental bonding: a systematic review. J Am Dent Assoc 2014; 145: 1120-1128.
6. Brauchli L, Eichenberger M, Steineck M, Wichelhaus A. Influence of decontamination procedures on shear forces after contamination with blood or saliva. Am J Orthod Dentofacial Orthop 2010; 138: 435-441.
7. Chaibabutr Y, Kois JC. The effect of tooth-preparation cleansing protocol on the bond strength of self-adhesive resin cement to dentin contaminated with a hemostatic agent. Oper Dent 2011; 36: 18-26.
8. Chang SW, Cho BH, Lim RY, Kyung SH, Park DS, Oh TS, et al. Effects of blood contamination on microtensile bond strength to dentin of three self-etch adhesives. Oper Dent 2010; 35: 330-336.

9. Choi KK, Condon JR, Ferracane JL. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. J Dent Res 2000; 79: 812-817.
10. Chowdhury AFMA, Saikaew P, Alam A, Sun J, Carvalho RM, Sano H. Effects of Double Application of Contemporary Self-Etch Adhesives on Their Bonding Performance to Dentin with Clinically Relevant Smear Layers. J Adhes Dent 2019; 21: 59-66.
11. de Carvalho Mendonça EC, Vieira SN, Kawaguchi FA, Powers J, Matos AB. Influence of blood contamination on bond strength of a self-etching system. Eur J Dent 2010; 4: 280-286.
12. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. J Dent Res 2005; 84: 118-132.
13. Dieckmann P, Attin T, Tauböck TT. Blutstillungsmittel - Fluch oder Segen für die Adhäsivtechnik? Quintessenz 2018; 7: 742-748.
14. Eliasson ST, Dahl JE. Effect of thermal cycling on temperature changes and bond strength in different test specimens. Biomater Investig Dent 2020; 7: 16-24.
15. Felpel LP. A review of pharmacotherapeutics for prosthetic dentistry: Part I. J Prosthet Dent 1997; 77: 285-292.
16. Fujiwara S, Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Imai A, Watanabe H, et al. Effect of double-layer application on bond quality of adhesive systems. J Mech Behav Biomed Mater 2018; 77: 501-509.
17. Fukeygawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. J Dent Res 2006; 85: 941-944.
18. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. J Dent 1999; 27: 89-99.

19. Gallusi G, Galeano P, Libonati A, Giuca MR, Campanella V. Evaluation of bond strength of different adhesive systems: Shear and Microtensile Bond Strength Test. *Oral Implantol (Rome)* 2009; 2: 19-25.
20. Harnirattisai C, Kuphasuk W, Senawongse P, Tagami J. Bond strengths of resin cements to astringent-contaminated dentin. *Oper Dent* 2009; 34: 415-422.
21. Harnirattisai C, Roengrungleang P, Rangsisiripaiboon U, Senawongse P. Shear and micro-shear bond strengths of four self-etching adhesives measured immediately and 24 hours after application. *Dent Mater J* 2012; 31: 779-787.
22. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, et al. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res* 2005; 84: 1160-1164.
23. ISO. Dentistry - Testing of adhesion to tooth structure (ISO/TS 11405:2015(E)). 3rd ed. Genf: ISO copyright office; 2015.
24. Kielbassa AM, Philipp F. Restoring proximal cavities of molars using the proximal box elevation technique: Systematic review and report of a case. *Quintessenz Int* 2015; 46: 751-764.
25. Kimmes NS, Olson TL, Shaddy RS, Latta MA. Effect of ViscoStat and ViscoStat Plus on composite shear bond strength in the presence and absence of blood. *J Adhes Dent* 2006; 8: 363-366.
26. Kuphasuk W, Harnirattisai C, Senawongse P, Tagami J. Bond strengths of two adhesive systems to dentin contaminated with a hemostatic agent. *Oper Dent* 2007; 32: 399-405.
27. Land MF, Rosenstiel SF, Sandrik JL. Disturbance of the dentinal smear layer by acidic hemostatic agents. *J Prosthet Dent* 1994; 72: 4-7.
28. Morresi AL, D'Amario M, Capogreco M, Gatto R, Marzo G, D'Arcangelo C, et al. Thermal cycling for restorative materials: does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *J Mech Behav Biomed Mater* 2014; 29: 295-308.

29. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int* 1993; 24: 618-631.
30. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater* 1995; 11: 117-125.
31. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater* 2011; 27: 1-16.
32. Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent* 2002; 30: 83-90.
33. Perdigão J, Loguercio AD. Universal or Multi-mode Adhesives: Why and How? *J Adhes Dent* 2014; 16: 193-194.
34. Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent*. 2015; 43: 765-776.
35. Salz U, Mücke A, Zimmermann J, Tay FR, Pashley DH. pKa value and buffering capacity of acidic monomers commonly used in self-etching primers. *J Adhes Dent* 2006; 8: 143-150.
36. Sezinando A, Perdigão J, Ceballos L. Long-term In Vitro Adhesion of Polyalkenoate-based Adhesives to Dentin. *J Adhes Dent* 2017; 19: 305-316.
37. Sezinando A, Serrano ML, Pérez VM, Muñoz RAG, Ceballos L, Perdigão J. Chemical Adhesion of Polyalkenoate-based Adhesives to Hydroxyapatite. *J Adhes Dent* 2016; 18: 257-265.
38. Stutzbach FS, Luehrs A, Jacker-Guhr S. Beeinflusst die Double-Layer-Technik die TBS von Universaladhäsiven nach hämostatischer Kontamination? *DtschZahnärztl Z* 2022; 77: 114-124.
39. Tachibana A, Castanho GM, Vieira SN, Matos AB. Influence of blood contamination on bond strength of a self-etching adhesive to dental tissues. *J Adhes Dent* 2011; 13: 349-358.

40. Taschner M, Kümmerling M, Lohbauer U, Breschi L, Petschelt A, Frankenberger R. Effect of double-layer application on dentin bond durability of one-step self-etch adhesives. *Oper Dent* 2014; 39: 416-426.
41. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater* 1996; 12: 236-244.
42. Unlu N, Cebe F, Cebe MA, Cetin AR, Cobanoglu N. Bond strengths of a self-etching adhesive to dentin surfaces treated with saliva, blood, and different hemostatic agents. *Gen Dent* 2015; 63: 28-32.
43. Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater* 2006; 22: 533-544.
44. Van Landuyt KL, Snauwaert J, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dent Mater* 2008; 24: 1412-1419.
45. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater* 2011; 27: 17-28.
46. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003; 28: 215-235.
47. Wang J, Yu Q, Yang Z. Effect of hydrophobic surface treated fumed silica fillers on a one-bottle etch and rinse model dental adhesive. *J Mater Sci Mater Med* 2018; 29: 10.
48. Woody RD, Miller A, Staffanou RS. Review of the pH of hemostatic agents used in tissue displacement. *J Prosthet Dent* 1993; 70: 191-192.
49. Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Yoshioka M, Snauwaert J, Abe Y, et al. Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. *J Dent Res* 2001; 80: 1565-1569.

50. Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, et al. Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. J Dent Res 2012; 91: 376-381.

51. Yoshihara K, Nagaoka N, Nakamura A, Hara T, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Nano-Layering Adds Strength to the Adhesive Interface. J Dent Res 2021; 100: 515-521.

8 Anhang

8.1 Danksagung

Mein erster Dank gilt Dr. Silke Jacker-Guhr für ihre hervorragende Betreuung sowohl bei meiner Arbeit im Labor als auch während des Schreibprozesses, bei dem sie mir stets mit guten Ratschlägen zur Seite stand. Vielen Dank auch an Prof. Anne-Katrin Lühns für ihre Unterstützung vor allem im statistischen Teil der Studie und über den gesamten Schaffensprozess hinweg.

Ein besonderer Dank gilt meiner Familie und meinem Freund Patrick für Eure liebevollen, unterstützenden Worte, Eure Geduld und guten Zusprüche, mit denen Ihr mir so manches Mal geholfen habt, neuen Mut zu fassen und weiterzumachen und die Arbeit zum Ende zu bringen.

8.2 Anlage

8.2.1 Zustimmung zur Zweitveröffentlichung

Mit freundlicher Nachdruckgenehmigung des Deutschen Ärzteverlags / der Deutschen Gesellschaft für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde e.V. (DGZMK).

Die Erstausgabe erschien in der Deutschen Zahnärztlichen Zeitschrift (DZZ):

Stutzbach FS, Lührs A-K, Jacker-Guhr S: Beeinflusst die Double-Layer-Technik die μ TBS von Universaladhäsiven nach hämostatischer Kontamination? Dtsch Zahnärztl Z 2022; 77: 114–124

8.4 Erklärung nach § 2 Abs. 2 Nrn. 7 und 8 PromO

Ich erkläre, dass ich die der Medizinischen Hochschule Hannover zur Promotion eingereichte Dissertation mit dem Titel „Beeinflusst die Double-Layer-Technik die Mikrozughaftung von Universaladhäsiven nach Kontamination mit Adstringentien?“ in der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventivmedizin am Zentrum für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde unter Betreuung von Prof. Dr. Anne-Katrin Lührs und der Unterstützung von Dr. Silke Jacker-Guhr ohne sonstige Hilfe durchgeführt und bei der Abfassung der Dissertation keine anderen als die dort aufgeführten Hilfsmittel benutzt habe.

Die Gelegenheit zum vorliegenden Promotionsverfahren ist mir nicht kommerziell vermittelt worden.

Insbesondere habe ich keine Organisation eingeschaltet, die gegen Entgelt Betreuerinnen und Betreuer für die Anfertigung von Dissertationen sucht oder die mir obliegenden Pflichten hinsichtlich der Prüfungsleistungen für mich ganz oder teilweise erledigt.

Ich habe diese Dissertation bisher an keiner in- oder ausländischen Hochschule zur Promotion eingereicht. Weiterhin versichere ich, dass ich den beantragten Titel bisher noch nicht erworben habe.

Ergebnisse der Dissertation wurden in dem Publikationsorgan Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift veröffentlicht.

Hannover, den _____

(Unterschrift)

8.5 Einverständniserklärung zu einer Überprüfung mithilfe einer Plagiatsoftware

Hiermit erkläre ich mein Einverständnis zu einer Überprüfung meiner Dissertation mithilfe einer Plagiatsoftware und einer stichprobenartigen Prüfung der Primärdaten. Mir ist bewusst, dass im Verdachtsfall ein Ombudsverfahren gemäß § 9 der MHH-Richtlinien „Grundsätze der Medizinischen Hochschule Hannover zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis und Verfahrensregeln für den Umgang mit wissenschaftlichem Fehlverhalten“ eingeleitet werden kann. Während der Dauer eines solchen Ombudsverfahrens ruht das Promotionsverfahren.

Hannover, den _____

(Unterschrift)