

Aus der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventive Zahnheilkunde,

Universitätsklinikum des Saarlandes, Homburg/Saar

Direktor: Prof. Dr. M. Hannig

In-vitro Untersuchung von Adhäsivapatitpasten an rezessionsbedingt freiliegenden Wurzeloberflächen

Dissertation zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnheilkunde

der Medizinischen Fakultät

der UNIVERSITÄT DES SAARLANDES

2025

vorgelegt von:

Alessia Sofia Lange

geb. am: 15.05.1994 in Völklingen

Tag der Promotion: 26.02.2026

Dekan: Prof. Dr. M. Hannig

1. Berichterstatter: Prof. Dr. M. Hannig

2. Berichterstatter: Prof. Dr. B. Ganse

Diese Arbeit widme ich besonders meiner Familie. Danken möchte ich meinem Bruder Steven, meinem Freund Marco Jung und insbesondere meinen Eltern Ronald und Rosella Lange.

„Nichts geschieht, ohne dass ein Traum vorausgeht“

Carl August Sandburg

Inhaltsverzeichnis

1	ZUSAMMENFASSUNG	1
1.1	Deutsche Zusammenfassung	1
1.2	Abstract.....	2
2	EINLEITUNG	4
2.1	Rezessionen	4
2.2	Dentin	5
2.3	Adhäsivapatitpasten.....	6
2.4	Ziel der Arbeit.....	8
3	MATERIAL UND METHODE	9
3.1	Material.....	9
3.1.1	Apatit.....	9
3.1.2	Adhäsiv	9
3.1.3	Prüfkörperherstellung	10
3.2	Methoden	11
3.2.1	Applikation der Adhäsivapatitpasten.....	11
3.2.2	Hochauflösende Digitalmikroskopie	14
3.2.3	Thermocycling	14
3.2.4	Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung (REM)	14
3.3	Versuchsreihen	15
3.3.1	Versuchsreihe 1	15
3.3.2	Versuchsreihe 2.....	15
3.3.3	Versuchsreihe 3.....	16

3.3.4	Versuchsreihe 4.....	18
3.3.5	Versuchsreihe 5.....	18
4	ERGEBNISSE	20
4.1	Versuchsreihe 1	20
4.2	Versuchsreihe 2	33
4.3	Versuchsreihe 3	36
4.4	Versuchsreihe 4	59
4.5	Versuchsreihe 5	65
5	DISKUSSION	71
5.1	Material und Methoden.....	71
5.1.1	Prüfkörper	71
5.1.2	Konditionierung	72
5.1.3	Adhäsiv	73
5.1.4	Apatit.....	75
5.1.5	Rasterelektronenmikroskopie (REM)	76
5.1.6	Hochauflösende Digitalmikroskopie	76
5.1.7	Thermocycling	76
5.2	Ergebnisse.....	77
5.2.1	Versuchsreihe 1	77
5.2.2	Versuchsreihe 2.....	79
5.2.3	Versuchsreihe 3.....	80
5.2.4	Versuchsreihe 4.....	81
5.2.5	Versuchsreihe 5.....	82
5.3	Schlussfolgerungen.....	83

6	LITERATURVERZEICHNIS	84
7	DANKSAGUNG	91
8	LEBENSLAUF	92

1 Zusammenfassung

1.1 Deutsche Zusammenfassung

Liegt aufgrund multifaktoriell bedingten Rezessionen die Zahnhartsubstanz Dentin frei, so kann dies zu Dentinhypersensibilitäten und Verlusten des Dentins führen. In den Untersuchungen von Hennrich (2021) und weiterführend von Barth (2023) wurden Adhäsivapatitpasten, bestehend aus den Kombinationen von Apatitpulver und Universaladhäsiven, zum Ersatz des Dentins analysiert. Infolge physiologischer Altersprozesse und pathologischer Reize kommt es zu peritubulären Appositionen im Dentin, was in einer Sklerose mit einem erhöhten Mineralgehalt des Dentins resultieren kann. Dies erschwert den Verbund der applizierten Füllungen zum Dentin. Aufgrund der vielversprechenden Ergebnisse aus den Untersuchungen von Barth (2023) wurden in dieser Versuchsreihe, insbesondere im Hinblick auf das sklerosierte Dentin, diverse Methoden eingesetzt, um den Verbund der applizierten Pasten zu verbessern. Die extrahierten Zähne wurden zum Entfernen des sklerosierten Dentins an der Wurzeloberfläche durch längere Konditionierung und durch Beschleifen des Dentins vorbereitet, mit Adhäsivapatitpasten beschickt und analysiert. Zur Beurteilung des Verbundes zwischen applizierter Paste und des Dentins wurde besonderes Augenmerk auf die Interaktion der Adhäsivapatitpasten mit dem Dentin sowie die Oberflächenbeschaffenheit der applizierten Pasten bezüglich Mikrorissen und Spaltbildungen gelegt. Zu diesem Zweck wurden rasterelektronenmikroskopische Analysen sowie die hochauflösende Digitalmikroskopie angewandt. Zur Beurteilung des Verbundes wurden diverse Prüfkörper einer thermischen Wechselbelastung für die künstliche Alterung mit 3.000 Zyklen ausgesetzt.

Im Rahmen der Untersuchung wurden drei Apatitpulver sowie drei Universaladhäsive untersucht, um fünf verschiedene Kombinationen zu analysieren. Die Apatitpulver, welche sich aus Hydroxylapatiten und einem Fluorapatit zusammensetzen, wurden mit den Adhäsiven Opti-Bond eXTRa Universal, Adhese Universal sowie Clearfil Universal Bond Quick vermengt. Die Prüfkörper der mit Clearfil Universal Bond Quick applizierten Pasten spiegelten in dieser Versuchsreihe den mangelnden Verbund aus den Untersuchungen von Barth (2023) wider. In Bezug auf die Kombinationen mit dem Hydroxylapatit Kalident first wurden Porositäten beobachtet. Bei den übrigen Kombinationen traten bereits nach der Politur und speziell nach der thermischen Wechselbelastung partielles adhäsives Verbundversagen sowie Rissbildungen auf. In

den bestehenden Verbundzonen konnte dennoch eine ausreichende Verzapfung der Adhäsivapatitpasten mit dem sklerotierten Dentin festgestellt werden.

Eine mögliche Weiterentwicklung des Hydroxylapatits Kalident first mit dem Universaladhäsiv OptiBond eXTRa Universal könnte die Beseitigung vorhandener Porositäten ermöglichen und somit Anwendungsgebiete der Pasten zur Okklusion der Dentintubuli und Kompensation des Verlustes der Zahnhartsubstanz Dentin darstellen.

1.2 Abstract

If the tooth structure dentin is exposed due to multifactorial recessions, this can lead to dentin hypersensitivity and loss of dentin. In studies by Hennrich (2021) and subsequently by Barth (2023), several adhesive apatite pastes were initially used to replace the dentin. Physiological aging processes and pathological stimuli lead to peritubular apposition in dentin. This makes it difficult for the applied fillings to bond to the dentin. Based on the promising results from the studies from Barth (2023), various methods were used in the present series of experiments, particularly with regard to sclerotic dentin, to increase the bond of the applied pastes. The extracted teeth were prepared by prolonged conditioning and grinding of the dentin to remove the sclerotic dentin from the root surface, coated with adhesive apatite pastes and analyzed. To evaluate the bond between applied pastes and dentin, particular attention was paid to the incorporation of adhesive apatite pastes within the dentin and the surface condition with regard to microcracks and fissures. For this purpose, scanning electron microscopic analyses and high-resolution digital microscopy were used. To assess the bond strength, various test specimens were subjected to alternating thermal stress for artificial ageing with 3.000 cycles.

Three apatite powders and three universal adhesives were examined in order to analyze five different combinations. The apatite powders, which are composed of hydroxyapatites and a fluorapatite, were mixed with the adhesive OptiBond eXTRa Universal, Adhese Universal and Clearfil Universal Bond Quick. The test specimens of the pastes applied with Clearfil Universal Bond Quick in the present experiments reflected the lack of bonding from the investigations by Barth (2023).

Porosities were observed in the pastes prepared with hydroxyapatite Kalident first. In other combinations, partial adhesive bond failure and cracking occurred after polishing and especially after thermal cycling. Nevertheless, sufficient interlocking of adhesive pastes with sclerotic dentin was observed in the existing bond zones.

A possible further development of hydroxyapatite Kalident first with universal adhesive Opti-Bond eXTRa Universal could enable the elimination of existing porosities, and thus represent a potential indication for the application of the pastes for occlusion of dentinal tubules and restoration of the lost tooth structure dentin.

2 Einleitung

2.1 Rezessionen

Bei stabilen, gesunden parodontalen Zuständen befindet sich der Gingivarand etwa 1,5 bis 2,5 mm koronal der Schmelz-Zement-Grenze. Der Zahnhals ist folglich vollständig von Gingiva bedeckt, während die Interdentalspapillen die Zahnzwischenräume ausfüllen. Liegt infolge parodontaler Veränderungen radikuläres Dentin frei, so wird dies als Rezession bezeichnet. Die Untersuchungen von Walter et al. (2014) konnten zeigen, dass in 48% der Fälle an den von Rezessionen betroffenen Zähnen sklerosiertes Dentin erkennbar war. Da die Ätiologie marginaler Rezessionen multifaktoriell ist, kann in Bezug der verwendeten extrahierten Zähne keine Aussage darüber getroffen werden, ob diese unter anderem durch inflammatorische Ereignisse wie eine fortschreitende Parodontitis in Form des Verlustes des parodontalen Attachments und des Knochenabbaus, durch gingivale Biotypen, mechanische Einwirkungen wie Putztraumata oder durch Restaurationsränder entstanden sind (Eickholz & Dannewitz, 2018; Niemczyk et al., 2024). Epidemiologische Untersuchungen ergaben, dass bei 60-90% der westeuropäischen Bevölkerung Rezessionen vorliegen (Susin et al., 2004). Dies kann zu Einschränkungen der Ästhetik und zu Hypersensibilitäten sowie zu einem erhöhten Risiko der Plaqueakkumulation führen. Zudem können Rezessionen die Entstehung von Karies und den sogenannten „non-carious cervical lesion“ (NCCL) fördern (Sanz et al., 2015).

Zur Einteilung der Rezessionsarten findet die weltweit am häufigsten verwendete Miller-Klassifikation Anwendung. Die Einteilung erfolgt in vier Klassen, die sich nach dem Verhältnis zwischen Gingivarand und Mukogingivalgrenze richten. Die Klasse I beschreibt die Rezession, die nicht bis zur Mukogingivalgrenze reicht. Darüber hinaus wurde kein Abbau des interdentalen Alveolarknochens oder Verlust des Weichgewebes festgestellt. Erreicht die Rezession die Mukogingivalgrenze oder überschreitet diese, erfolgt eine Einstufung in die Klasse II. In dieser Klasse hat noch kein interdentaler Knochenabbau oder Verlust des Weichgewebes stattgefunden. Die Klasse III tritt ein, sobald die Rezession die mukogingivale Grenze erreicht oder überschreitet. Zudem liegt ein geringer interdentaler Knochenabbau sowie ein Verlust des Weichgewebes vor. Die betroffenen Zähne weisen Fehlpositionen auf. In Klasse IV erreicht die Rezession die Mukogingivalgrenze oder überschreitet diese. Es hat ein stärker ausgeprägter interdentaler Knochenabbau sowie der Verlust des Weichgewebes stattgefunden. Zudem liegt eine

schwerwiegende Fehlposition der betroffenen Zähne vor (Eickholz & Dannewitz, 2018; Fageeh et al., 2024).

2.2 Dentin

Die Zahnhartsubstanz Dentin setzt sich zu 70% aus anorganischem Material, zu 20% aus organischem Material und zu 10% aus Wasser zusammen. Der Hauptbestandteil organischen Materials besteht aus Hydroxylapatit (Weatherell, 1975). Mikroskopisch betrachtet sind Dentintubuli erkennbar. Diese Kanäle verlaufen ausgehend von Odontoblastenzellen in der Pulpa bis zur Schmelz-Dentin-Grenze und sind etwa 1-4 μm breit (Claire et al., 2015; Schilke et al., 2000). Während diese Dentintubuli bei frisch eruptierten Zähnen noch offen sind und somit eine Kommunikation der Pulpa auf Veränderungen des Dentins ermöglichen, können sie infolge physiologischer Alterungsprozesse oder als Abwehrmechanismus gegen Verletzungen durch pathologische Reize, wie mechanische Abrasionen oder chemische Erosionen, teilweise oder vollständig durch mineralisierte Ablagerungen obliterieren. Die Sklerose des Dentins durch Anlagerung peritubulären Dentins führt somit partiell oder vollständig zum Verschluss der Tubuli. Dies hat eine Reduktion der Permeabilität des Dentins zur Folge und beeinträchtigt den Transport schädlicher Substanzen in Richtung Pulpa. Der adhäsive Verbund der Restaurationmaterialien zur Zahnhartsubstanz kann folglich durch das Fehlen von Dentintubuli infolge der Sklerose des Dentins beeinträchtigt werden. Aufgrund des erhöhten Mineralgehaltes sklerosierten Dentins können nicht ausreichend Kollagenfibrillen freigelegt werden. Dies hat negative Auswirkungen auf die Generierung eines zuverlässigen Verbundes des applizierten Materials und dem Dentin (Sakoolnamarka et al., 2005).

Zudem weisen unterschiedliche Regionen des Zahnes eine unterschiedliche Anzahl an Dentintubuli auf. Wurzeldentin hat eine geringe Anzahl an Dentintubuli, sodass eine Durchdringung der Tubuli durch Restaurationmaterialien erschwert und der Verbund beeinträchtigt wird (Mjör, 2009; Van Meerbeek et al., 1994). Diese Zone des Wurzeldentins wird auch als Manteldentin bezeichnet und weist eine Dicke von etwa 15-30 μm auf. Es handelt sich um eine atubuläre Schicht, die lediglich von einer geringen Anzahl an Tubuli durchzogen wird (Goldberg et al., 2011).

Liegt aufgrund von multifaktoriell bedingten Rezessionen die Wurzeloberfläche frei, so kann es zu Dentinüberempfindlichkeiten kommen. Die als kurz und scharf begrenzt beschriebenen Schmerzen können durch mehrere Hypothesen zur Dentinsensibilität erklärt werden. Eine der

ersten aufgestellten Hypothese lautete, dass das Dentin mit Nerven innerviert ist und der Schmerz direkt durch einen Stimulus ausgelöst wird. Heutzutage ist jedoch bekannt, dass Nervenfasern in die Dentintubuli eindringen, ohne diese vollständig zu durchziehen. Eine weitere Hypothese ist, dass aufgrund der embryologischen Verwandtschaft der Odontoblasten mit den Nervenendigungen die Signale an die Axone der Nerven weitergeleitet werden. Die aktuelle Hypothese beschreibt die hydrodynamische Theorie. Entlang der Dentintubuli findet ein stetiger Flüssigkeitsstrom nach außen statt. Stimuli auf der Dentinoberfläche führen somit zu Veränderungen des Flüssigkeitsstroms und diese aktivieren Nerven in der Pulpa, die zu einer Schmerzbildung führen (Liu et al., 2020; West et al., 2013).

2.3 Adhäsivapatitpasten

Adhäsivapatitpasten bestehen aus der Kombination von Universaladhäsiven und Apatiten (Seidel, 2016; Hennrich, 2021; Barth, 2023). Universaladhäsive stellen eine neuartige Generation für den chemischen Verbund von Restaurationsmaterialien mit der Zahnhartsubstanz dar (Perdigão & Swift, 2015). Die “All-in-One“-Anwendung, entstehend durch die Mischung von hydrophoben, hydrophilen und sauren Monomeren mit Lösungsmitteln und Initiatoren in einem Ein-Flaschensystem, bietet eine unkomplizierte und effiziente Anwendung von Adhäsiven (Stape et al., 2021). Im Vergleich zu den Etch-and-Rinse-Adhäsiven, deren Verbund durch eine mikromechanische Retention bedingt ist, wird der Verbund der Universaladhäsive durch die chemische Interaktion gewährleistet (Carrilho et al., 2019). Die Herausforderung besteht jedoch in der Schaffung eines kontinuierlichen Verbundes zu den unterschiedlichen Zahnhartsubstanzen Schmelz und Dentin. Während sich die Haftung der Materialien auf Schmelz als verlässlich erzielbar erweist, ist die Haftung auf Dentin nach wie vor komplex und bedarf einer komplizierteren und zeitaufwändigeren Technik (Van Meerbeek et al., 2011). Um die äußere Schicht des Dentins zu demineralisieren, enthalten die Universaladhäsive ein Ätzmittel. Der enthaltene Primer enthält amphiphile Monomere, die das Kollagen Netzwerk infiltrieren, um dieses zu stabilisieren. Durch die Bildung einer Hybridschicht wird eine mikromechanische Bindung zur Zahnhartsubstanz gewährleistet (Van Dijken, 2000). Durch die mikromechanische und chemische Bindung liegt ein zweifaches Bindungsmuster vor und erhöht dadurch die Haltbarkeit der Restaurationen. Aufgrund des erhöhten Mineralgehalts des sklerosierten Dentins ist der Verbund in Bezug auf die Langlebigkeit jedoch stark eingeschränkt, und es kann zu höheren Misserfolgsraten kommen (De Munck et al., 2005).

Die in dieser Studie verwendeten Apatite enthalten Nanopartikel, die in das zuvor demineralisierte Kollagennetzwerk des Dentins und in die freigelegten Dentintubuli infiltrieren können und sich nicht nur auf der Oberfläche ablagern (Earl et al., 2009). Dadurch dienen die Partikel als Gerüst und können das Dentin remineralisieren (Besinis et al., 2014; Tay & Pashley, 2009). Infolgedessen bietet sich besonders synthetisch hergestellter Hydroxylapatit als Füllungsmaterial an, um Dentin zu ersetzen (Besinis et al., 2012; Weatherell, 1975).

Neben Hydroxylapatit weist ebenfalls Fluorapatit eine okklusive Wirkung auf. Dadurch zeigt es eine Remineralisierungsfunktion und kann Dentinüberempfindlichkeiten reduzieren (Wiglusz et al., 2023).

Nachdem bereits Studien zur Schmelzregeneration von Li et. al. (2008) mit Hydroxylapatit-Nanopartikeln eine Auflagerung an der Schmelzoberfläche zeigten, fassten Hannig und Hannig (2014) in einem Übersichtsbeitrag die Ergebnisse zur Regeneration der Zahnhartsubstanz zusammen. Auf konditionierter Schmelzoberfläche ließen sich nach Applikation einer Suspension aus Apatit-Nanokristalliten eine schmelzartige Auflagerung von Apatit-Nanopartikeln nachweisen. Ausgehend von diesen Erkenntnissen entstand in einer in vitro Studie (Seidel, 2016) die Kombination aus Apatitpulvern und Adhäsiven zur Regeneration der Zahnhartsubstanz Schmelz. Während Hennrich (2021) diese Untersuchungen mit der Kombination aus Apatitpulvern und Universaladhäsiven fortführte und vielversprechende Ergebnisse in Bezug des Verbundes zwischen Paste und Schmelz erzielte, wurden erste Versuche mit Adhäsivapatitpasten an Dentin durchgeführt. Auf Grundlage dieser Erkenntnisse führte Barth (2023) die Studie am Dentin fort und vertiefte die Untersuchungen in Hinblick auf die Stabilität der Adhäsivapatitpasten gegenüber künstlicher Alterung durch thermische Wechselbelastungen und einer Säureexposition. Während die Prüfkörper der mit Clearfil Universal Bond Quick applizierten Pasten einen mangelnden Verbund auswiesen, konnte bei den Adhäsivapatitpasten bestehend aus den Universaladhäsiven Adhese Universal und OptiBond eXTRa Universal ein intakter Verbund zum Dentin generiert werden.

2.4 Ziel der Arbeit

Aufgrund der vielversprechenden Ergebnisse der Studien von Hennrich (2021) und Barth (2023) hinsichtlich des Verbundes der applizierten Pasten an Dentin, wurde in dieser in vitro Versuchsreihe der Verbund zwischen sklerosiertem Dentin und den applizierten Adhäsivapatitpasten untersucht.

Aufgrund des erschwerten adhäsiven Verbundes zum Dentin wurden diverse Methoden angewandt, um den Verbund insbesondere nach Durchlauf einer künstlichen Alterung zu erhöhen.

So wurde zum Ziel dieser Untersuchung die Weiterführung der Versuchsreihe von Barth (2023). Dafür wurden verschiedene Kombinationen und Mischungsverhältnisse untersucht, welche in Bezug zum sklerosierten Dentin einen ausreichenden Verbund zeigten. Im Fokus dieser Versuchsreihe lag die Darstellung der Grenzflächen der Zahnhartsubstanzen von Schmelz und Dentin und der applizierten Adhäsivapatitpasten. Zur Analyse des Verbundes der applizierten Pasten und der Zahnhartsubstanz wurden die Prüfkörper einer thermischen Wechselbelastung zur künstlichen Alterung ausgesetzt. Mittels rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen sowie der Anwendung eines hochauflösenden Digitalmikroskops wurden die Verbundzonen beurteilt.

3 Material und Methode

3.1 Material

3.1.1 Apatit

Für diese Untersuchung wurden ein Nanofluorapatit, FAP von S&C Polymer, Elmshorn, sowie zwei Nanohydroxylapatit-Pulver, Kalident first von Kalichem, Rezzato und HAP von Sigma Aldrich, St. Louis verwendet. Alle Apatite wurden in Pulverform mit den jeweiligen Adhäsiven mittels eines Spatels angemischt und nach Konditionierung aufgetragen.

3.1.2 Adhäsiv

In der vorliegenden Studie wurden die folgenden Adhäsivsysteme einbezogen (Tabelle 1). Das Universaladhäsiv OptiBond eXTRa Universal von Kerr Hawe SA, Adhese Universal von Ivoclar Vivadent AG, sowie das Adhäsiv Clearfil Universal Bond Quick von Kururay Noritake wurden mit den Apatiten zu einer Paste vermengt und auf humanen Zähnen appliziert.

Tabelle 1: Verwendete Adhäsive mit Auflistung der Hersteller, Inhaltsstoffe und pH-Werte.

Präparate-name	Hersteller	Herstellerangaben	pH
OptiBond eXTRa Universal	Kerr Hawe SA, Bioggio	2-Hydroxyethylmethacrylat, Glycerindimethacrylat, GPDM, Trimethylolpropantrimethacrylat, Natriumhexafluorsilicat, Ethanol	1,6-1,8
Adhese Universal	Ivoclar Vivadent AG, Liechtenstein	10-MDP, 2-Hydroxyethylmethacrylat, Bis-GMA, 1,10-Decandiol dimethacrylat, Methacrylatphosphorsäureester, Campherchinon, 2-Dimethylaminoethylmethacrylat, Ethanol, Wasser	2,8
Clearfil Universal Bond Quick	Kururay Noritake, Hattersheim	10-MDP, Bis-GMA, 2-Hydroxyethylmethacrylat, hydrophile Amidmonomere, kolloidales Siliciumdioxid, Silanhaftvermittler, Natriumfluorid, dl-Campherchinon, Ethanol, Wasser	2,3

3.1.3 Prüfkörperherstellung

Für die Versuche wurden humane Frontzähne, Prämolaren und Molaren verwendet. Die im Kühlschrank bei 4 °C in 0,1%iger Thymol-Lösung (Carl Roth GmbH & Co KG, Karlsruhe) gelagerten Zähne wurden zunächst von Desmodont und Zahnstein mittels eines Scalers befreit und 24 h in Aqua dest. (Rotilabo, Carl Roth GmbH & Co KG, Karlsruhe) aufbewahrt.

Nach Auftrag und Aushärten der AAP wurden die Zähne für das Rasterelektronenmikroskop vorbereitet. Zu diesem Zweck wurden die Wurzeln mittels eines Polier- und Schleifapparates (Phoenix 3000, Buehler ITW Test & Measurement GmbH, Leinfelden-Echterdingen) mit Schleifpapier (Buehler ITW Test & Measurement GmbH, Leinfelden-Echterdingen) der Körnung P320 beschliffen und gekürzt. Zudem wurde der Prüfkörper approximal in der Sagittalebene so beschliffen, dass die Schnittflächen des Übergangs von AAP zu Dentin sowie AAP zu Schmelz möglichst präzise zu beurteilen waren. Die erzeugten Prüfkörper wurden an den Schnittflächen mit der Körnung P320 und anschließend mit P2500 poliert. Die in Abbildung 1 dargestellte schematische Zeichnung zeigt den Bereich der applizierten Pasten sowie das Beschleifen und Kürzen der Präparate.

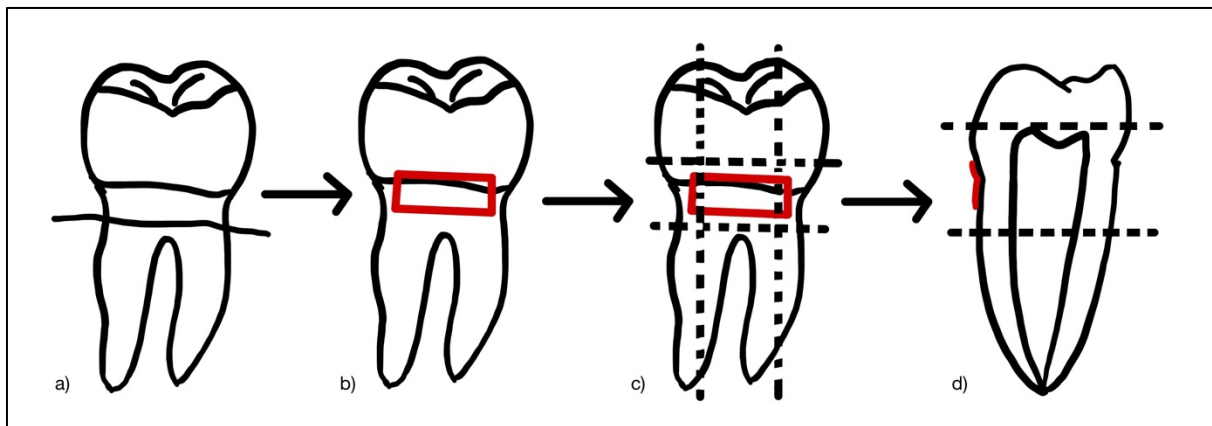


Abbildung 1: Schematische Zeichnung eines Molars. a) Durch Rezession bedingt freiliegender Zahnhals aufgrund des Knochenabbaus. b) Frontale Ansicht eines Molars. Rot markierter Bereich zeigt die Applikationsstelle der AAP. c) Trennlinien verdeutlichen das Kürzen und sagittale Beschleifen der Prüfkörper. d) Sagittale Ansicht der applizierten AAP (rot) und Kennzeichnung der Trennlinien.

Zur Vorbereitung der lichtmikroskopischen Untersuchung wurden die Prüfkörper für mindestens 24 h in mit destilliertem Wasser befüllten Reaktionsgefäßen (1ml) (Brand GmbH & CO KG, Wertheim) gelagert.

Für die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung wurden die Proben nach einer fünfminütigen Ultraschallreinigung (Bandelin Electronic, Berlin) für 24 h trocken in einer 24er Well

Platte (Cell Star, Greiner Bio-One GmbH, Frickenhausen) bei Raumtemperatur gelagert und anschließend auf REM-Teller aufgebracht.

3.2 Methoden

3.2.1 Applikation der Adhäsivapatitpasten

Die Bezeichnung Adhäsivapatitpaste wird als AAP abgekürzt und die verwendeten Apatite sowie Adhäsive werden wie folgt benannt:

HAP 1	Nanohydroxylapatit Sigma Aldrich
HAP 2	Nanohydroxylapatit Kalident first
FAP	Nanofluorapatit
Adhäsiv A 1	OptiBond eXTRa Universal
Adhäsiv A 2	Adhese Universal
Adhäsiv A 3	Clearfil Universal Bond Quick

Durch diese genannten Apatite und Adhäsive kam es zu fünf Kombinationen der AAP, welche an humanen Zähnen appliziert und verglichen wurden.

HAP 1 + A 1	Nanohydroxylapatit Sigma Aldrich + OptiBond eXTRa Universal
HAP 1 + A 3	Nanohydroxylapatit Sigma Aldrich + Clearfil Universal Bond Quick
HAP 2 + A 1	Nanohydroxylapatit Kalident first + OptiBond eXTRa Universal
FAP + A 1	Nanofluorapatit + OptiBond eXTRa Universal
FAP + A 2	Nanofluorapatit + Adhese Universal

Die in zuvor 24 Stunden destilliertem Wasser gelagerten Zähne wurden mit destilliertem Wasser abgespült, mittels Präzisionstüchern (Kimtech Science Präzisionstücher, Kimberly-Clark GmbH, Mainz) getrocknet und anschließend vestibulär im Bereich des Zahnhalses mit 37,5%-iger Phosphorsäure (Gel Echtant, Kerr Hawe SA, Bioggo) konditioniert. Nach der Konditionierung wurde die Oberfläche für 15 s mittels einer Drucksprühflasche (Bürkle GmbH & Co KG, Freiburg), befüllt mit destilliertem Wasser (Ampuwa Fresenius Kabi Deutschland GmbH, Bad

Homburg), gereinigt. Nach dem Trocknen der lokal geätzten Zähne mittels eines Luftstroms (Compressed Gas, Dust-off, Falcon Safety Products, New Jersey) wurden jeweils die Apatite sowie Adhäsive unter Verwendung einer Feinwaage (Sartorius CP 423 S, Sartorius AG, Göttingen) in bestimmten Mischungsverhältnissen abgewogen.

Zur Herstellung der AAP aus Apatitpulver und Adhäsiv wurde die Paste mit einem Heide-mannspatel auf einem Anmischblock (Omni Dent GmbH, Rodgau) homogen vermischt und auf die zuvor konditionierte Stelle des Zahnes aufgetragen. Nach 10-sekündigen Verstreichen und Adaptieren der Paste wurde diese polymerisiert. Dafür wurde eine 5 W LED Polymerisationslampe (Denstply Smartlite PS, 950 mW/cm², Konstanz) für 40 s möglichst nahe an die zu här-tende Applikationsstelle gehalten.

Bei der Herstellung des AAP mit OptiBond eXTRa Universal wurde das konditionierte Dentin zunächst für 20 s mit Primer einmassiert, die Paste appliziert und lichtgehärtet (Abbildung 2).

Im Verlauf der Untersuchung wurde die Dauer der Konditionierung modifiziert. In der ersten Versuchsreihe wurden die Prüfkörper 15 s konditioniert, während in Versuchsreihe 3 das Ätzen der Proben auf 30 s verlängert wurde. Neben den Proben längerer Konditionierung wurden weitere Prüfkörper im Bereich des Dentins präpariert und für 15 s konditioniert.

Nach Applikation und Polymerisation der Adhäsivapatitpasten wurden mit feinen flexiblen Polierscheiben (Sof-Lex Scheiben für Moore-Mandrelle, 3M Espe, Neuss) die notwendigen Politurarbeiten durchgeführt.

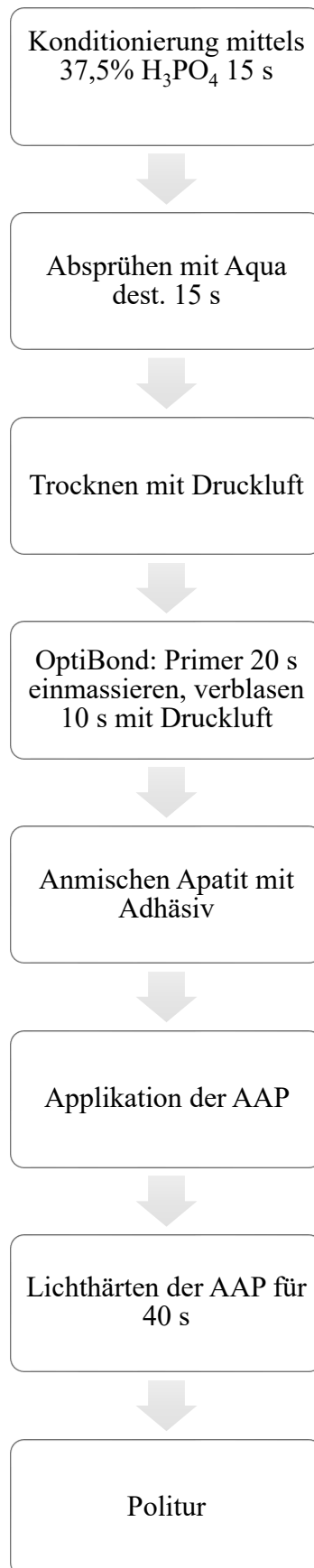


Abbildung 2: Flussdiagramm für Methode der Applikation der AAP

3.2.2 Hochauflösende Digitalmikroskopie

Um die applizierten AAP-Füllungen direkt ohne einer längeren Trocknungszeit zu begutachten, wurden die Proben trocken bei 20-, 50-, und dreidimensionaler 100-, sowie 200-facher Vergrößerung im hochauflösenden Digitalmikroskop Keyence VHX 5000 (Keyence Deutschland GmbH, Neu-Isenburg) betrachtet. Besondere Aufmerksamkeit wurde dem Übergang der applizierten AAP-Füllungen zu Schmelz und Dentin gewidmet.

In den Versuchsreihen zwei bis fünf wurden die Prüfkörper vor und nach der Politur sowie nach dem Durchgang des Thermocyclings mikroskopiert und analysiert.

3.2.3 Thermocycling

Der Prozess des Thermocyclings wird zur künstlichen Alterung von Dentalwerkstoffen eingesetzt. Hierbei werden die Prüfkörper im Thermocycler (Willytec Thermocycler V 2.8, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham) in mit destilliertem Wasser gefüllten Wannen unterschiedlicher Temperatur 3.000 Zyklen einer thermischen Wechselbelastung ausgesetzt. Dabei verweilen die Prüfkörper pro Zyklus jeweils 30 s bei 5°C im Kaltbad und bei 55°C im Warmbad mit einer Abtropfzeit von 5 s zwischen den Bädern. Sowohl Start- als auch Endposition der Proben war das Kaltbad.

Anschließend wurden die Prüfkörper wieder in destilliertem Wasser gelagert und die Auswirkungen der Temperaturwechselbeanspruchung im hochauflösenden Digitalmikroskop untersucht.

3.2.4 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung (REM)

Die Prüfkörper wurden zuvor mit Gold beschichtet (BAL-TEC, SCD 005, Sputter Coater, Leica Mikrosysteme Vertrieb GmbH, Wetzlar) und anschließend mit dem Rasterelektronenmikroskop (XL Series 30 ESEM FEG, Philips/ FEI XL 30 ESEM FEG, FEI, Eindhoven) untersucht. Dabei handelt es sich um eine feuchte Kammer mit einem Vakuum von $6 \text{ e}^{-5} \text{ mbar}$. Dieses ermöglicht die Untersuchung der Prüfkörper in verschiedenen Vergrößerungen (25x, 500x, 1.000x, 5.000x, 10.000x, 20.000x) und Modi (SE, BSE, MIX).

3.3 Versuchsreihen

3.3.1 Versuchsreihe 1

In der Versuchsreihe 1 wurden acht Proben mit den aufgelisteten Kombinationen in den zuvor ermittelten Mengenverhältnissen aus den Untersuchungen von Barth (2023), (n=4) beschickt und mit weiteren Mengenverhältnissen (n=4) verglichen (Tabelle 2).

Neben dem Mischungsverhältnis 30 mg: 30 mg für die Nanohydroxylapatitpulver von Sigma Aldrich (HAP 1) und Kalident first (HAP 2) wurde aus den Vorversuchen das Mischungsverhältnis 10 mg Apatit: 30 mg Adhäsiv gewählt. Für die Kombinationen unter Verwendung des Nanofluorapatitpulvers wurde mit dem Universaladhäsiv Adhese Universal (A 2) eine Mischung aus 15 mg Apatit: 30 mg Adhäsiv und mit dem Adhäsiv OptiBond eXTRa Universal (A 1) das Verhältnis 20 mg Apatit: 30 mg Adhäsiv untersucht.

Nach Applikation und Aushärten der Pasten wurden die Proben durch Beschleifen und Sagittalisieren nach bekanntem Schema (Abb. 1) für die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung vorbereitet und anschließend ausgewertet.

Tabelle 2: Mischungsverhältnisse der ausgewählten Kombinationen

HAP 1 + A 1	30 mg: 30 mg	10 mg: 30 mg
HAP 2 + A 1	30 mg: 30 mg	10 mg: 30 mg
FAP + A 1	30 mg: 30 mg	20 mg: 30 mg
FAP + A 2	30 mg: 30 mg	15 mg: 30 mg

3.3.2 Versuchsreihe 2

In der zweiten Versuchsreihe wurden je zwei Zähne pro Kombination mit den Apatitpasten aus Tabelle 2 (n=8) der ersten Versuchsreihe mit den ursprünglichen Verhältnissen 30 mg Apatit zu 30 mg Adhäsiv beschickt. Die Applikation erfolgte nach bekanntem Schema. Vor Applikation der AAP wurden die Proben digitalmikroskopisch betrachtet und anschließend wurde die Oberfläche der applizierten AAP-Füllung nach der Politur erneut im hochauflösenden Digitalmikroskop ausgewertet.

3.3.3 Versuchsreihe 3

In der Versuchsreihe 3 wurde eine Modifikation des Versuchsprotokolls vorgenommen. Ein Anteil der Prüfkörper (n=11) wurde im Dentin im Bereich der Schmelz-Zement-Grenze mit einem Diamantschleifer (Winkelstück, rot, KaVo Gentle Power, Lux 25 LP, KaVo Dental GmbH, Biberach an der Riß) beschliffen, während der weitere Anteil der Proben (n=8) einer 30 sekundigen Konditionierung mit Phosphorsäure unterzogen wurde, anstatt der 15 sekundigen Phosphorsäureätzung. Nachfolgend wurden die Kombinationen aus Versuchsreihe 1 und 2 den Proben der Versuchsreihe 3 mit angeschliffenem Dentin und der längeren Ätzung gegenübergestellt. Wie in Versuchsreihe 1 wurden die Adhäsivapatitpasten im Mischungsverhältnis 30 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv vermengt. Die Oberflächen der Proben wurden vor und nach Politur der applizierten AAP-Füllungen im hochauflösenden Digitalmikroskop erfasst und anschließend jeweils eine Probe aus den jeweiligen Kombinationen der thermischen Wechselbelastung ausgesetzt und erneut im Digitalmikroskop betrachtet.

Um den Verbund der AAP zum Schmelz und Dentin zu bewerten, wurden die Proben mittels des Schleif- und Poliermotors sagittal angeschliffen und mit einer Körnung von P2500 poliert.

Nach erneuter Betrachtung im Digitalmikroskop folgte die rasterelektronenmikroskopische Auswertung (Abbildung 4).

Die in Abbildung 3 dargestellte schematische Zeichnung zeigt den Bereich der im Dentin durchgeführten Präparation.

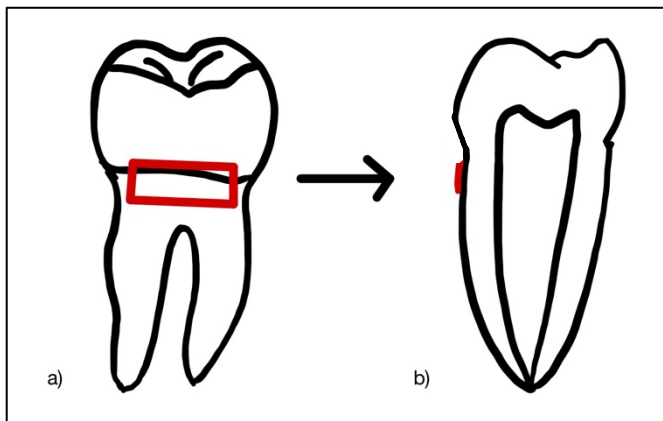


Abbildung 3: Schematische Zeichnung eines Molars. a) Frontalansicht eines Molars mit dargestelltem Bereich der Präparation (rot). b) Ansicht von sagittal der in Dentin durchgeführten Präparation (rot).

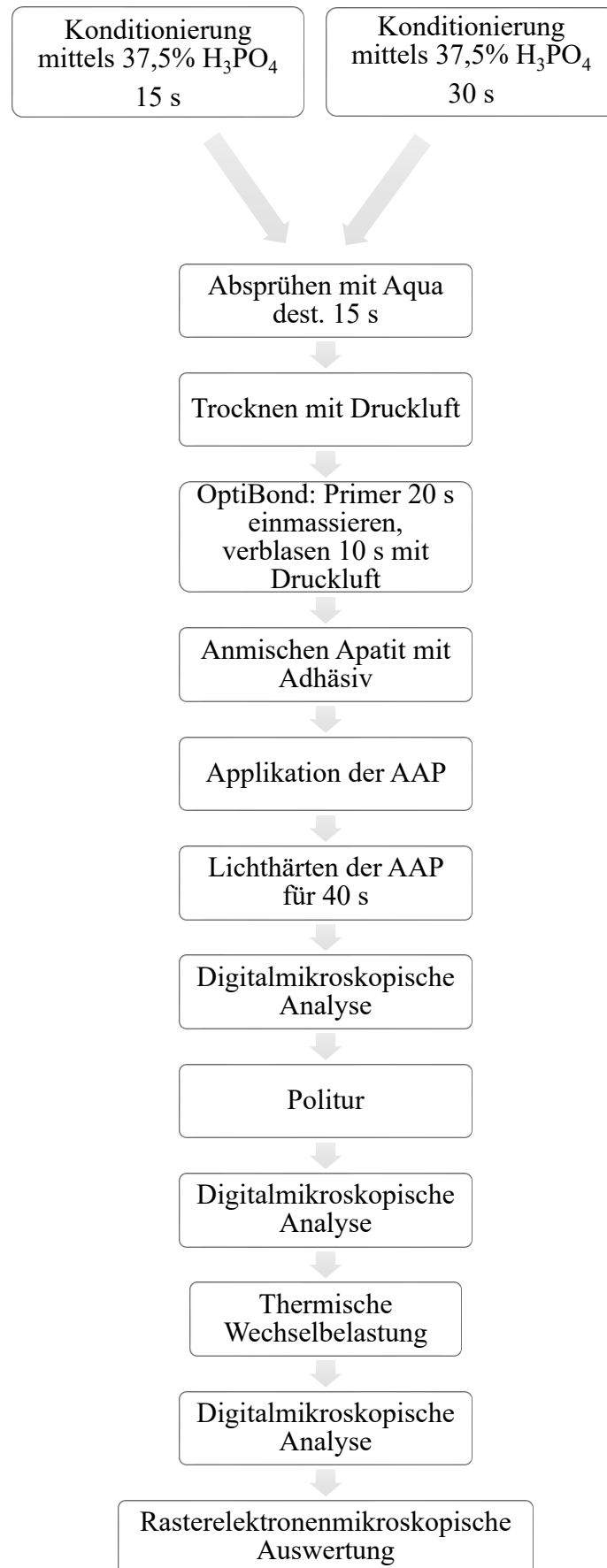


Abbildung 4: Versuchsprotokoll für Versuchsreihe 3

3.3.4 Versuchsreihe 4

In der vorliegenden Versuchsreihe wurden die AAP-Kombinationen des Nanohydroxylapatit-Pulvers Sigma Aldrich mit OptiBond eXTRa Universal (HAP 1 + A 1) sowie des Nanohydroxylapatits Kalident first ebenfalls mit OptiBond eXTRa Universal (HAP 2 + A 1) im Mischungsverhältnis 30 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv untersucht.

Aufgrund der besseren Ergebnisse, die in der vorangegangenen Versuchsreihe mit präparierten Proben erzielt wurden, wurden alle für diese Versuchsreihe verwendeten Zähne (n=6) im Wurzel dentin angeschliffen. Da im vorherigen Versuch Risse vermehrt nahe der Schmelz-Zement-Grenze auftraten, wurde die Untersuchung auf je drei Zähne der Kombinationen HAP 1 + A 1 und HAP 2 + A 1 in rein dentinbegrenzter Applikation beschränkt.

Nach der Applikation der AAP-Kombinationen erfolgte eine mikroskopische Untersuchung der Ergebnisse im präparierten Zustand sowie vor und nach Politur. Zur Beurteilung des Verbundes der applizierten Paste und der Zahnhartsubstanz wurden die Proben sagittal angeschliffen und erneut unter dem hochauflösenden Digitalmikroskop analysiert.

3.3.5 Versuchsreihe 5

Da es bei der Kombination des Nanohydroxylapatits Kalident first mit OptiBond eXTRa Universal stets zu Rissbildungen an der porösen Oberfläche kam, wurde aus Versuchsreihe 1 ein weiteres Mischungsverhältnis in Betracht gezogen. Daher wurden erneut zwei Zähne ausgewählt, die mit dem Mischungsverhältnis 10 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv beschickt wurden.

Zudem wurden mit je zwei Zähnen die Kombinationen, aus den Versuchsreihen von Hennrich (2020), Nanohydroxylapatit Sigma Aldrich (HAP 1) und Clearfil Universal Bond Quick (A 3) erneut aufgegriffen und untersucht. Hierbei wurde das Verhältnis 30 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv übernommen und ebenfalls das AAP-Mischungsverhältnis, 20 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv, niedrigerer Konsistenz appliziert (Tabelle 3).

Tabelle 3: Mischungsverhältnis der ausgewählten Kombinationen

HAP 2 + A 1	10 mg: 30 mg	
HAP 1 + A 3	20 mg: 30 mg	30 mg: 30 mg

Nach dem Anschleifen der Zähne im Bereich des Wurzeldentins erfolgte die Applikation der Adhäsivapatitpaste. Im Anschluss wurden die Proben unter Verwendung des hochauflösenden Digitalmikroskops analysiert und ausgewertet. In diesem Prozess wurden die Präparate sowohl vor als auch nach der Politur sowie im Sagittalschnitt untersucht.

4 Ergebnisse

4.1 Versuchsreihe 1

Um den Verbund an der Grenzfläche zwischen Zahnhartsubstanz und AAP zu bewerten, wurden in der ersten Versuchsreihe die beschickten Präparate (n=8) rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Aufgrund der Ähnlichkeit der Ergebnisse in der jeweiligen Materialkombination wird im Folgenden für jedes Mischungsverhältnis ein Ergebnis präsentiert.

Die applizierten Pasten wiesen unterschiedliche Konsistenzen auf, was zu unterschiedlichen Applikationserfahrungen führte. Die AAP mit niedrigerer Konsistenz erwiesen sich als leichter zu applizieren, während die Adaptation höherer Mischungsverhältnisse schwieriger war, jedoch in einer homogenen Oberfläche resultierte.

HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg

Diese AAP zeichnete sich durch eine niedrigere Viskosität aus und konnte daher leicht appliziert werden. Rasterelektronenmikroskopisch ist erkennbar, dass sich die in der Paste eingelagerten Apatitpartikel homogen und ohne Entmischung an einer intakten, dünnen Hybridschicht an der Grenzfläche zum Dentin anlagern (Abb. 4.1.1c). Neben der Rissartefakte in der Zahnhartsubstanz kam es ebenfalls zu Rissbildungen an der Verbundfläche des Schmelzes zur aufgetragenen Paste (Abb. 4.1.2).

Aufgrund der fortgeschrittenen Sklerosierung des Dentins sind in keinem der Präparate, die mit der AAP-Kombination HAP 1 und A 1 beschickt wurden, Dentintubuli erkennbar. Dennoch zeigt sich ein intakter Verbund an den Grenzflächen zwischen AAP und der Zahnhartsubstanz.

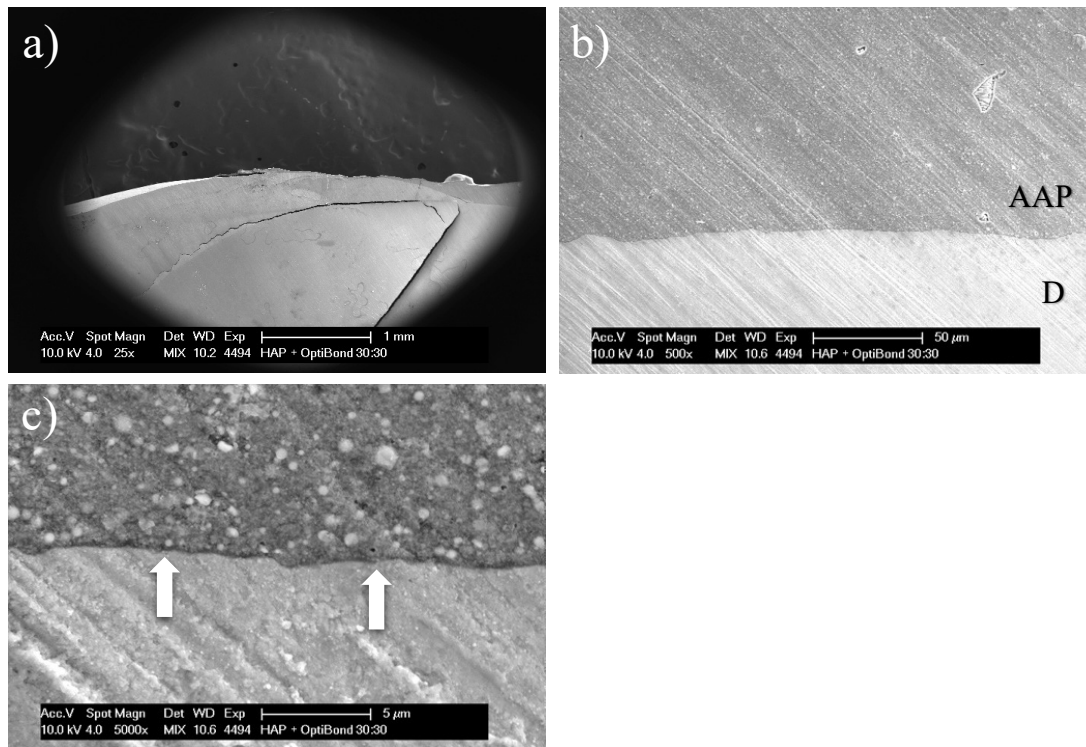


Abb.4.1.1: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal und Dentin. Intakter Verbund zwischen AAP und Dentin. a) Herauslösen des Dentins. Spaltfreier Verbund zwischen AAP zu Schmelz und Dentin. b) Homogenes Gemisch der AAP. Der intakte Verbund zum Dentin (D) ist erkennbar. c) Dünne Hybridschicht zwischen AAP und Dentin wird sichtbar (Pfeile).

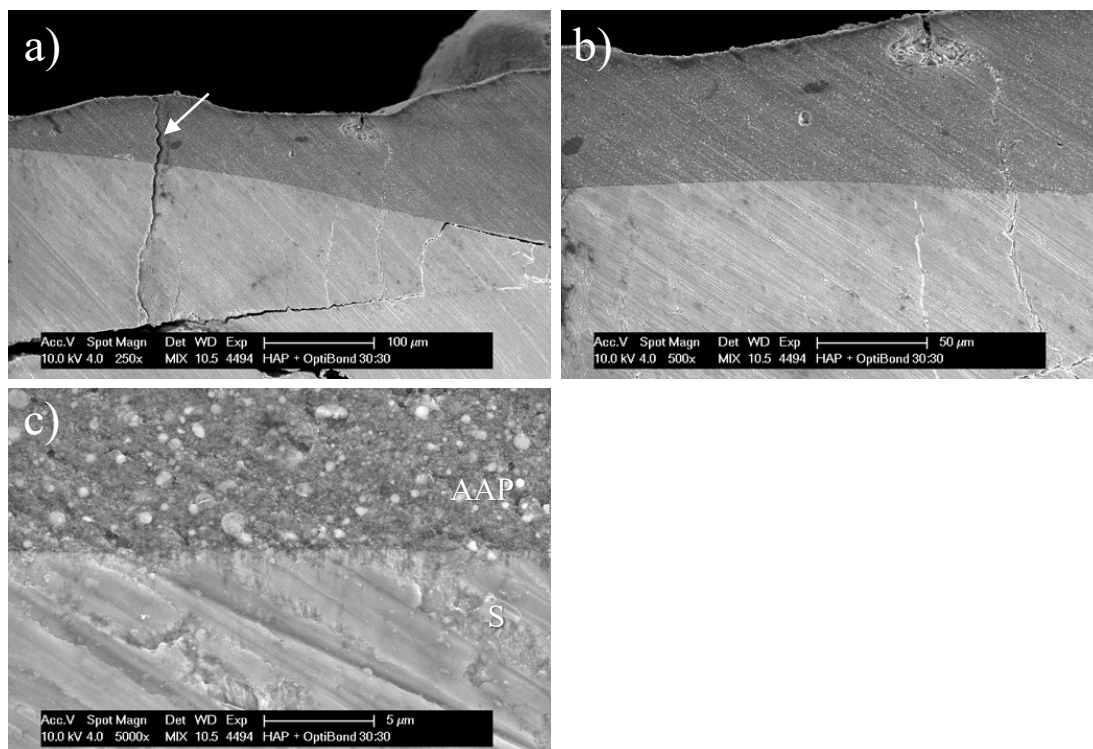


Abb.4.1.2: REM Aufnahmen der Grenzflächen HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal und Schmelz. a) Spalt (Pfeil) aufgrund des Bruchs des Präparates. Der Verbund zwischen AAP und Schmelz (S) ist intakt (b)+(c).

HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal 10 mg: 30 mg

Mit der Überlegung, dass niedrig visköse Pasten leichter mit einer Mikrobrush aufzutragen seien, zeigte sich im Rasterelektronenmikroskop eine stark zerklüftete und inhomogene Oberfläche. Im Material kam es zu Entmischungen und zu partiellen Herauslösen und Rissbildungen der applizierten Paste.

Im Gegensatz zur Probe auf Seite 20, bei der das Mischungsverhältnis 30 mg HAP 1 und 30 mg A 1 verwendet wurde, konnte bei dem Mischungsverhältnis 10 mg HAP 1 und 30 mg A 1 keine Hybridschicht identifiziert werden. Dennoch ist der Verbund zum sklerosierten Dentin stellenweise intakt, und die im Dentin entstandenen Risse durchziehen nicht komplett die applizierte Paste. Jedoch ist in Abbildung 4.1.3 erkennbar, dass es zu einem vertikalen Materialriss auf Höhe des Schmelzes kam. In Abbildung 4.1.4 durchzieht die Rissbildung entlang der Grenzfläche der applizierten Paste und des Schmelzes und zeigt nur stellenweise einen guten Verbund.

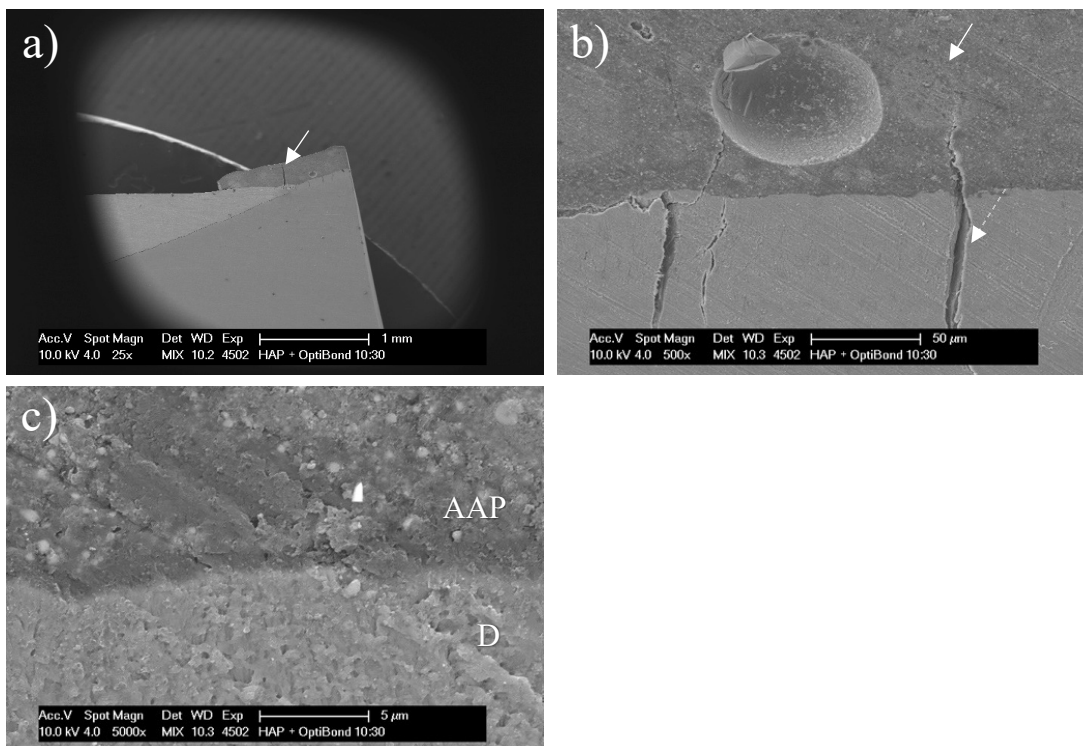


Abb.4.1.3: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal mit Dentin und Schmelz. a) In der Übersichtsaufnahme ist eine Spaltbildung (Pfeil) sowie das Abplatzen der Probe erkennbar. b) Entmischung der AAP (Pfeil) sowie Rissbildungen des Dentins sind sichtbar (gestrichelter Pfeil). c) Der Verbund des AAP zum Dentin (D) zeigt sich intakt.

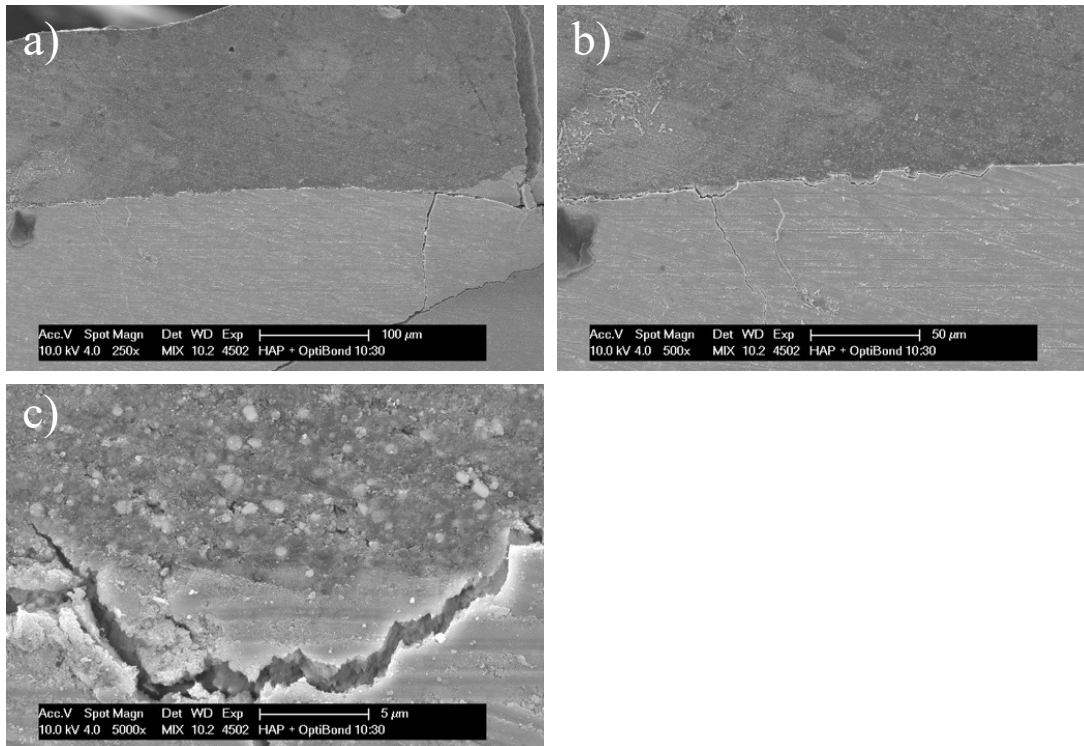


Abb.4.1.4: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 1 + OptiBond eXTRA Universal und Schmelz.
a) Das Gemisch der AAP zeigt sich homogen, jedoch ist eine Rissbildung quer durch die Paste und unterhalb der Grenzfläche im Schmelz erkennbar. b) Rissbildung im Schmelz entlang der Grenzfläche. c) Der Verbund der AAP zum Schmelz erscheint intakt.

HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg

In der vorliegenden Kombination kam es bei beiden untersuchten Proben stellenweise zu einem Materialverlust. Der verbliebene Verbund zwischen der AAP-Kombination HAP 2 und A 1 wurde einer rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung unterzogen, welche eine homogene Paste mit einem intakten Verbund an der zwischenliegenden Hybridschicht ergab, die sowohl mit der AAP als auch mit dem sklerosierten Dentin verzapft ist (Abb. 4.1.5c).

Aufgrund der zahlreichen Materialrisse und Verluste des Materials war keine Darstellung des Verbundes zum Schmelz möglich.

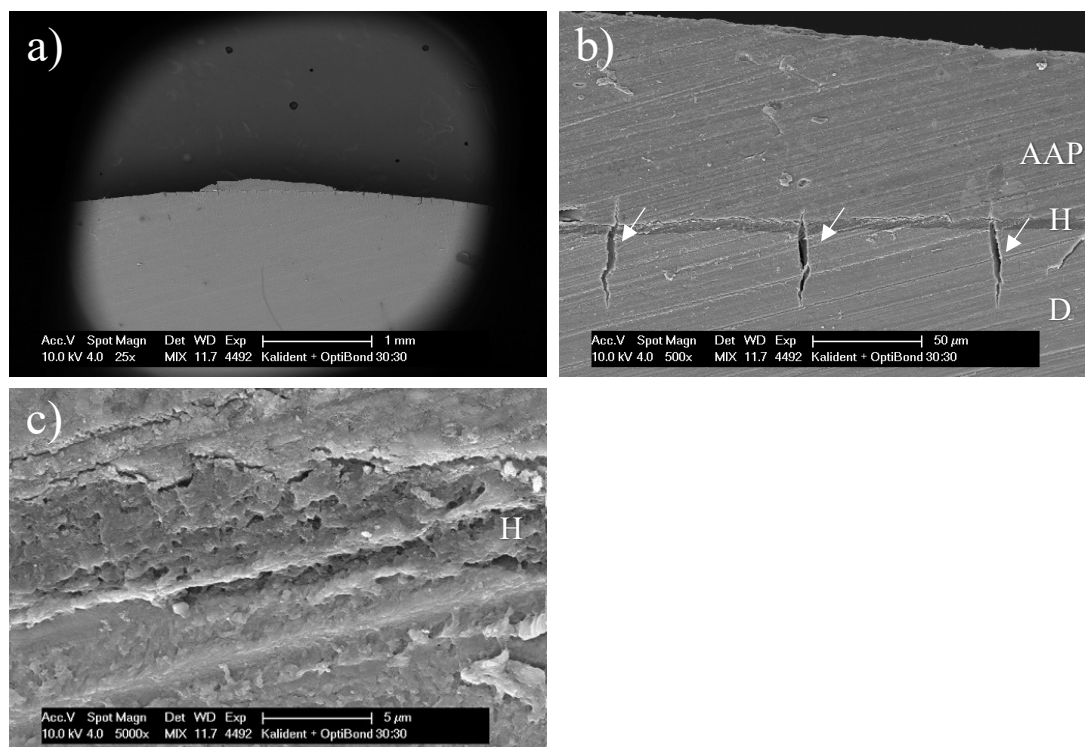


Abb.4.1.5: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal und Dentin.
 a) In der Übersichtsaufnahme ist der partielle Verlust der AAP erkennbar. b) An der Stelle des verbliebenen Verbundes erscheint dieser, bis auf mehrere Rissbildungen (Pfeile) im Dentin, intakt. Eine Hybridschicht (H) zwischen der AAP-Schicht und dem Dentin (D) ist erkennbar. c) Verdeutlicht wird der spaltfreie Verbund der Hybridschicht (H) zwischen Dentin und der AAP.

HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal 10 mg: 30 mg

Die AAP-Kombination HAP 2 + A 1 mit 10 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv ergab eine homogene Paste. Erkennbar sind zudem Apatitkonglomerate, welche sich als hellere Bereiche manifestieren (Abb. 4.1.6c). Wie auch in den vorigen Proben dieser Pastenkombination kam es bei dem Mischungsverhältnis von 10 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv zu Materialverlusten und Rissen in den Proben.

Das dem Dentin aufgelagerte organische Material, im Sinne mineralisierter Plaque (Abb. 4.1.6b), war bei der Versäuberung der Wurzeln makroskopisch nicht erkennbar, zeigt aber rasterelektronenmikroskopisch einen intakten Verbund zur applizierten Paste. Die zwischengelegene Hybridschicht zieht sich kontinuierlich entlang der Grenzfläche und erscheint intakt.

Das am Schmelz applizierte Material ist kontinuierlich verzapft und zeigt keine Risse oder Materialaussprengungen (Abb. 4.1.7).

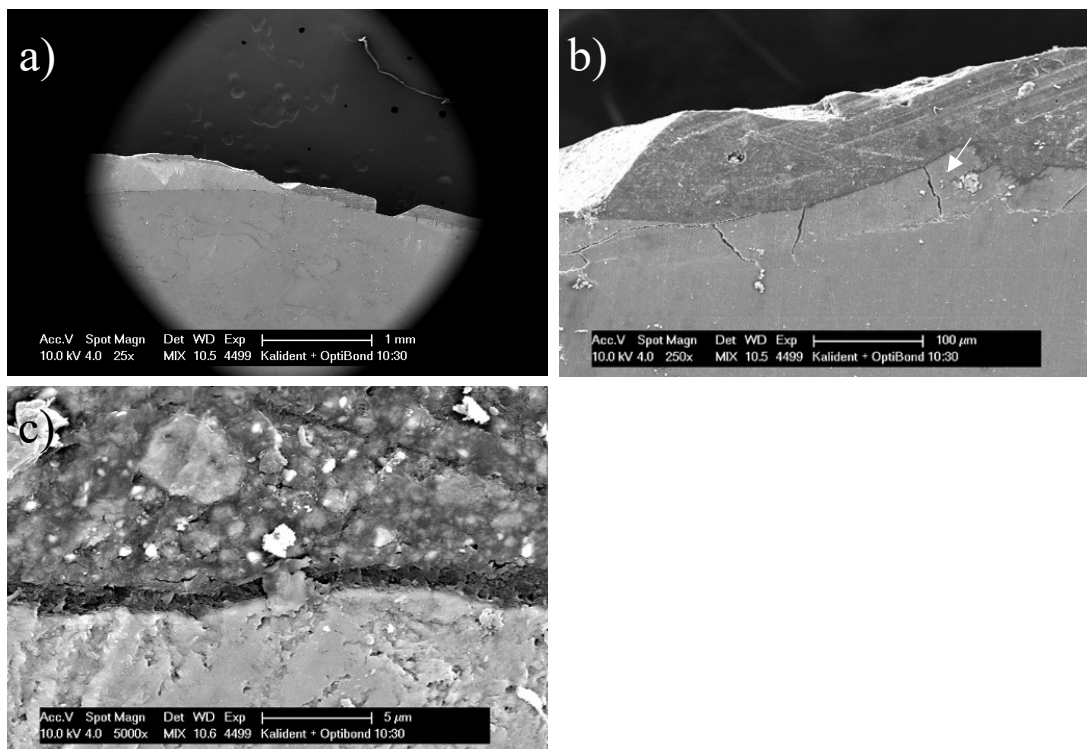


Abb.4.1.6: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal und Dentin.
 a) In der Übersichtsaufnahme sind mehrere Absprengungen der AAP erkennbar. b) Eine Auflagerung des Dentins, im Sinne mineralisierter Plaque (Pfeil), scheint einen spaltfreien Verbund zur AAP herzustellen. Zudem sind Rissbildungen im mineralisierten Plaque erkennbar. c) Sichtbar ist die Hybridschicht zwischen mineralisierter Plaque und der AAP.

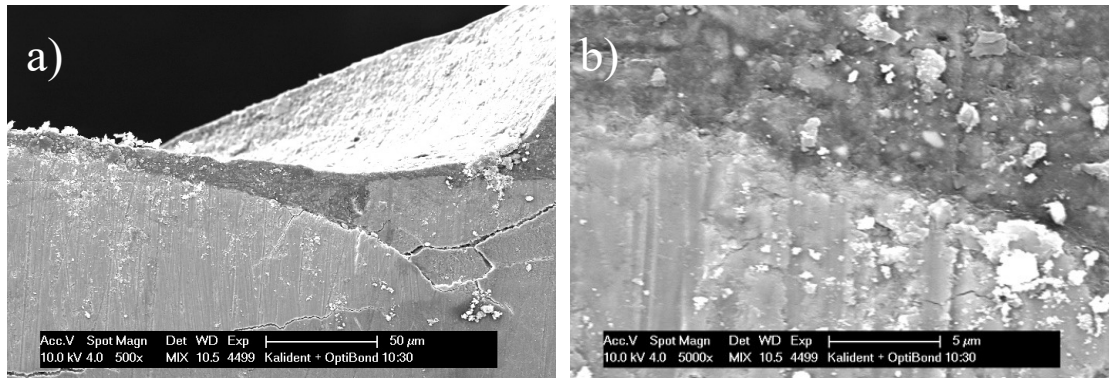


Abb.4.1.7: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal und Schmelz.
a) Die homogene Oberfläche, sowie ein spaltfreier Verbund zwischen AAP und Schmelz ist sichtbar. Zu Rissbildungen kommt es in der mineralisierten Plaque. b) Spaltfreier Verbund der AAP und Schmelz.

FAP + Adhese Universal 30 mg: 30 mg

Die Adhäsivapatitpaste aus der Kombination des Nanofluorapatits und Adhese Universal weist an der Oberfläche zahlreiche Materialrisse auf. Während die applizierte Paste homogen erscheint, sind mehrere vertikale Materialrisse und -aussprünge erkennbar, die insbesondere an der Schmelz-Zement-Grenze sichtbar werden. An den Stellen des intakten Verbundes erscheinen die Grenzflächen der aufgetragenen Paste zur jeweiligen Zahnhartsubstanz verzapft. Bei höherer Vergrößerung (Abb. 4.1.8c) ist eine Entmischung an der Grenzfläche der AAP und des Dentins erkennbar.

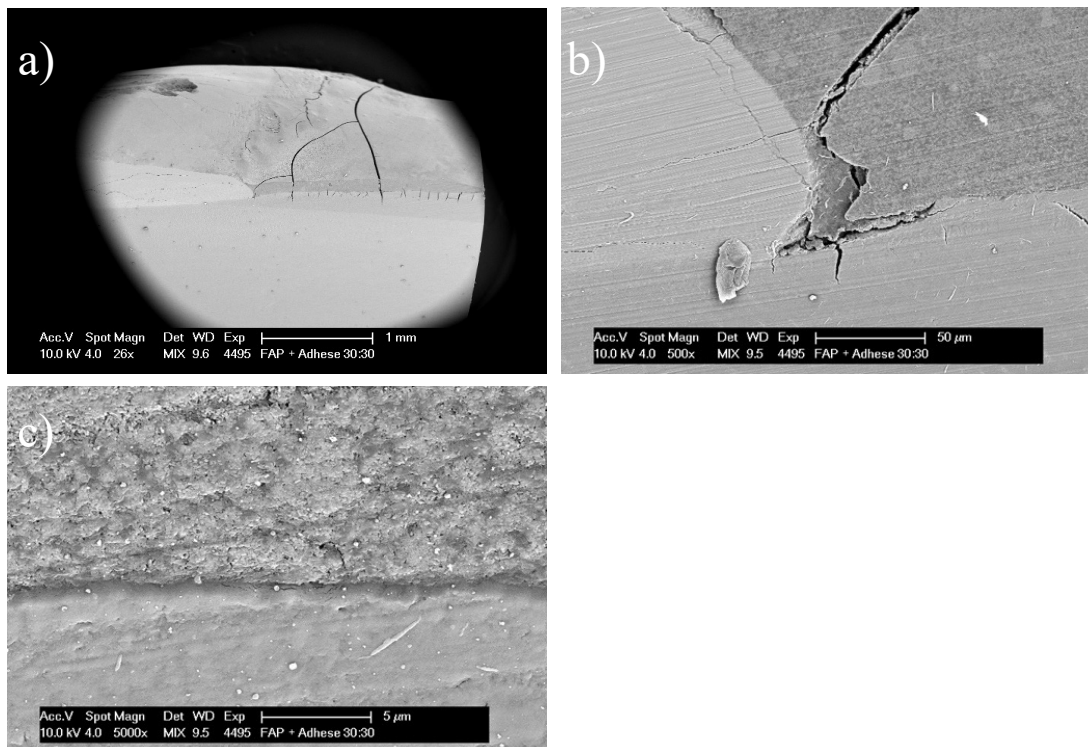


Abb.4.1.8: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + Adhese Universal 30 mg: 30 mg und Dentin.
 a) In der Übersichtsaufnahme ist die homogene Oberfläche mit Materialrisse erkennbar. b) In der näheren Sagittalansicht ist erkennbar, dass sich die Materialrisse bis zur Schmelz-Zement-Grenze ziehen und es dort zu Materialverlusten kommt. c) An Stellen der Verbundflächen zeigen sich intakte Grenzflächen mit guter Verzahnung. Eine Zwischenschicht ist erkennbar.

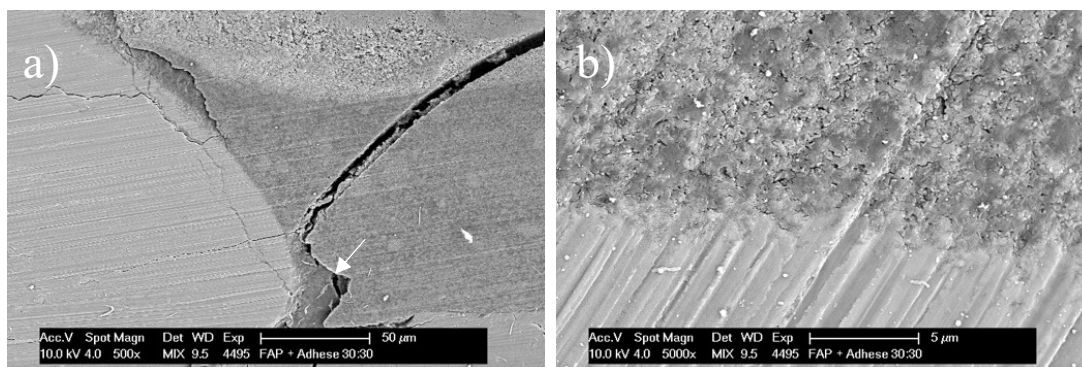


Abb.4.1.9: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + Adhese Universal 30 mg: 30mg und Schmelz.
 a) Materialbruch an der Schmelz-Zement-Grenze mit Materialaussprengungen (Pfeil).
 b) An Stellen des Verbundes ist die AAP mit dem Schmelz verzapft.

FAP + Adhese Universal 15 mg: 30 mg

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der AAP-Kombination FAP und A 2 mit dem Mischungsverhältnis 15 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv zeigen, dass es ebenfalls zu vertikalen Rissbildungen der applizierten Paste kommt. Ein durchgehend spaltfreier Verbund ist nicht gegeben. Die in Abbildung 4.1.10 dargestellte Zwischenschicht erscheint aufgequollen. Die aufgetragene Paste hingegen scheint homogen mit mehreren helleren Konglomeraten der Apatitpartikel.

Die Grenzfläche der AAP-Kombination und Schmelz weist eine spaltfreie Verzäpfung mit weiterhin vertikalen Materialrissen auf (Abb. 4.1.11a).

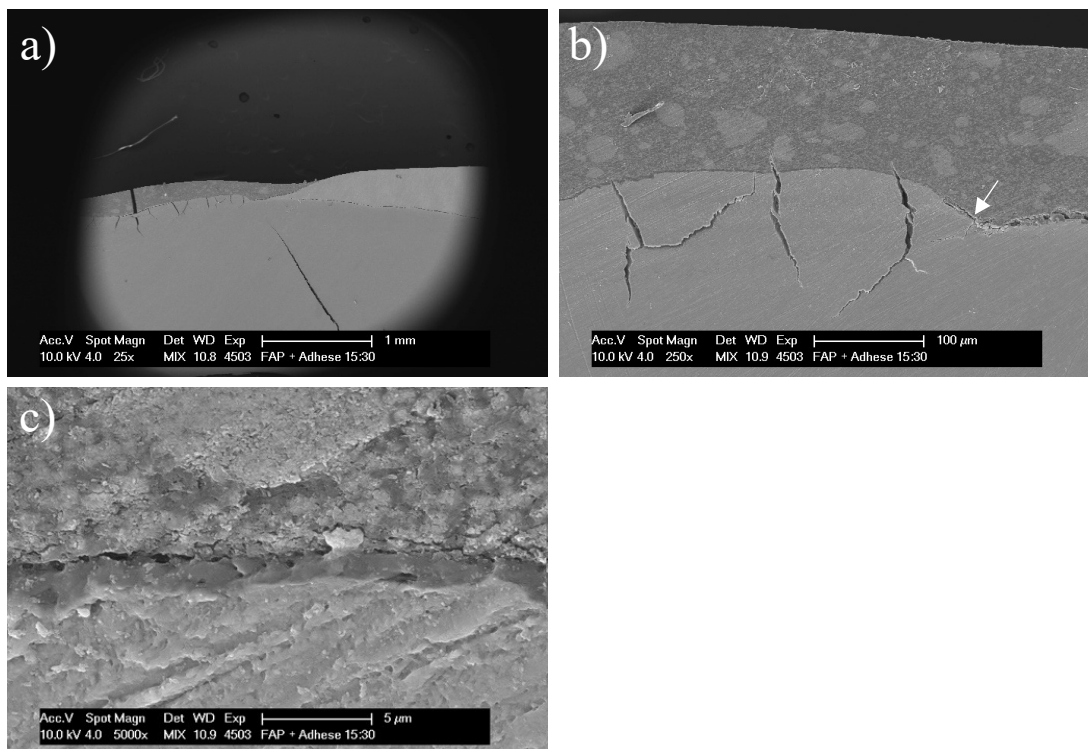


Abb.4.1.10: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + Adhese Universal 15 mg: 30 mg und Dentin.
 a) Vertikale Materialrisse in der applizierten Paste und der darunterliegenden Zahnhartsubstanz sind erkennbar. b) Die AAP erscheint homogen mit zahlreichen Konglomeraten an Fluorapatitan-sammlungen. Das angrenzende Dentin zeigt zahlreiche Risse und es ist kein durchgehender spalt-freier Verbund erkennbar (Pfeil). c) An Stellen des Verbundes zeigt sich eine Entmischung der AAP ohne intakte Verzahnung.

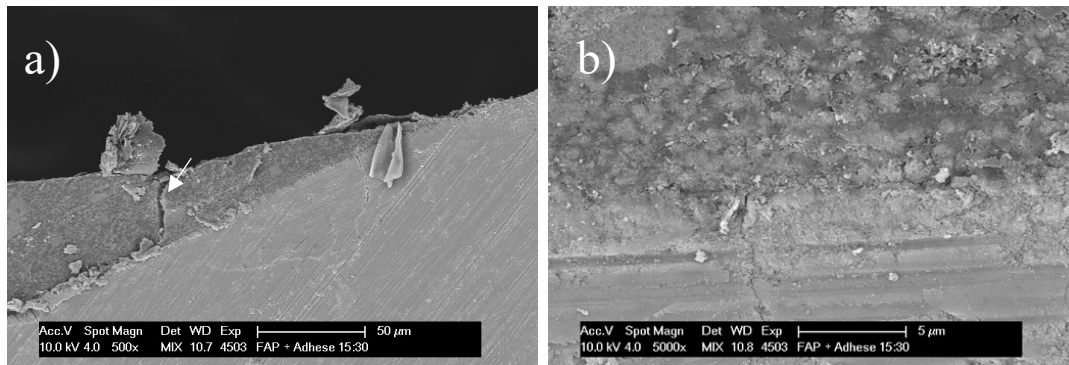


Abb.4.1.11: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + Adhese Universal 15 mg: 30 mg und Schmelz. a) Stellenweise ist ein intakter Verbund der AAP zum Schmelz dargestellt. Ein vertikaler Materialriss (Pfeil) durchzieht die aufgetragene Paste und geht in einen Riss entlang der Grenzfläche über. c) An Bereichen des spaltfreien Verbundes erscheint ein verzahnter Verbund zwischen Adhäsivapatitpaste und Schmelz.

FAP + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg

Das Material der AAP-Kombination FAP und A 1 mit dem Mischungsverhältnis 30 mg Apatit zu 30mg Adhäsiv erweist sich als homogen und es wird keine Entmischung deutlich. Die dem Dentin aufliegende Hybridschicht infiltriert die erhaltenen Dentintubuli, zeigt dennoch partiell einen Spalt im Verbund zur applizierten AAP (Abb. 4.1.12). Im Bereich des Schmelzes hingegen ist die AAP mit der Zahnhartsubstanz spaltfrei verzahnt, jedoch sind vereinzelt Materialrisse erkennbar (Abb. 4.1.13a).

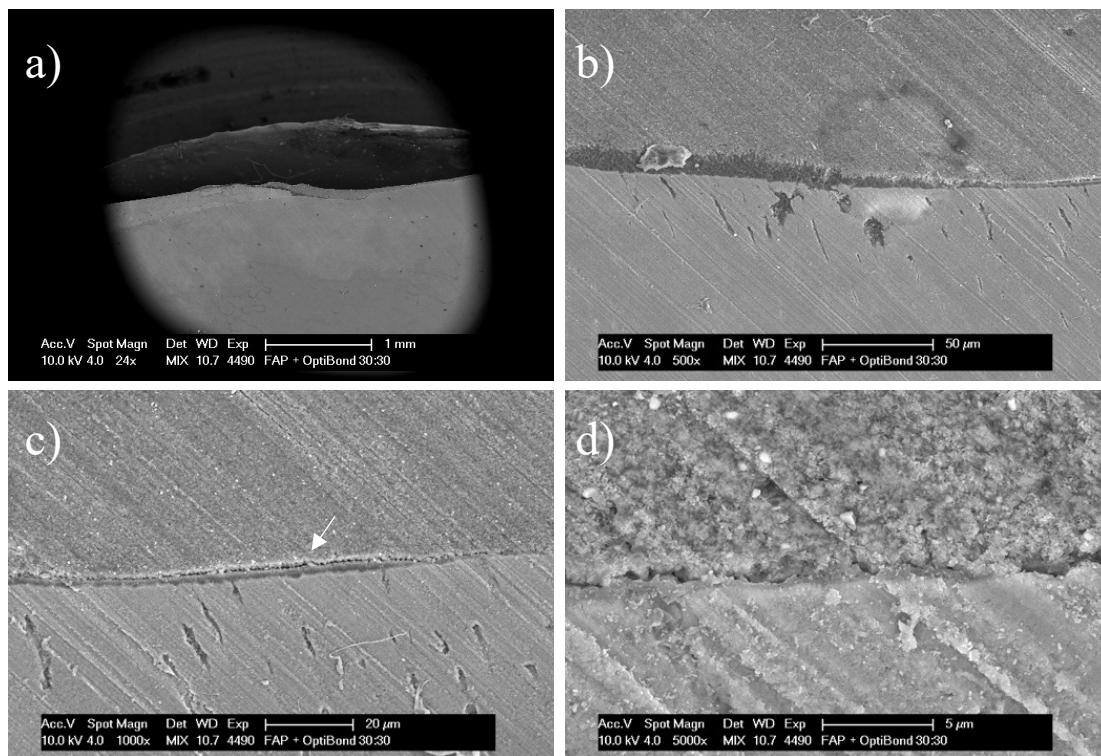


Abb.4.1.12: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg und Dentin. a) Die Übersichtsaufnahme zeigt einen spaltfreien Verbund zwischen Adhäsivapatitpaste und der Zahnhartsubstanz. b) Erkennbar ist eine homogene Paste und die Infiltration der Dentintubuli durch die Hybridschicht. c) Neben zahlreichen Stellen des Verbundes zeigen sich Bereiche, in denen eine Spaltbildung zwischen Hybridschicht und der applizierten Paste sichtbar ist (Pfeil). Die Dentintubuli sind mit Adhäsiv gefüllt. d) Erkennbar ist der Verbund der Hybridschicht mit dem darunterliegenden Dentin, nicht aber zum applizierten Material.

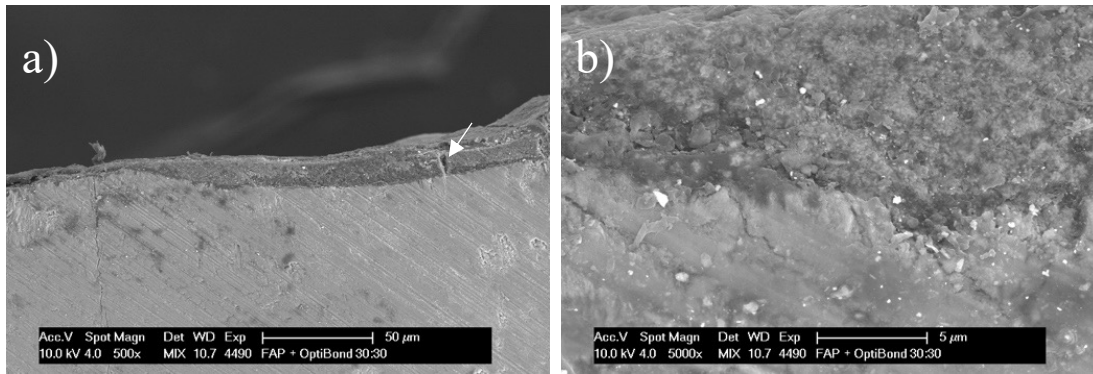


Abb.4.1.13: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30mg und Schmelz. a) Ein spaltfreier Verbund mit durchgehenden Materialrissen (Pfeil) ist erkennbar. b) Bei höherer Vergrößerung wird die Verzahnung der AAP mit dem Schmelz sichtbar.

FAP + OptiBond eXTRa Universal 20 mg: 30mg

Bei der rasterelektronenmikroskopischen Betrachtung des Präparates der AAP-Kombination FAP und A 1 mit der Materialzusammensetzung 20 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv lässt sich eine homogene Paste mit einer angrenzenden Hybridschicht zur Zahnhartsubstanz erkennen. Außer dem Schmelzsprung in Abbildung 4.1.14a, der ebenfalls zu einem Materialriss führte, sind keine weiteren Rissartefakte erkennbar.

Die gelegentlich erkennbaren Dentintubuli sind mit der Hybridschicht gefüllt und weisen einen spaltfreien Verbund auf (Abb. 4.1.14c).

Abgesehen des Schmelzsprunges ist eine durchgehende Verzahnung der AAP zum Schmelz erkennbar (Abb. 4.1.15).

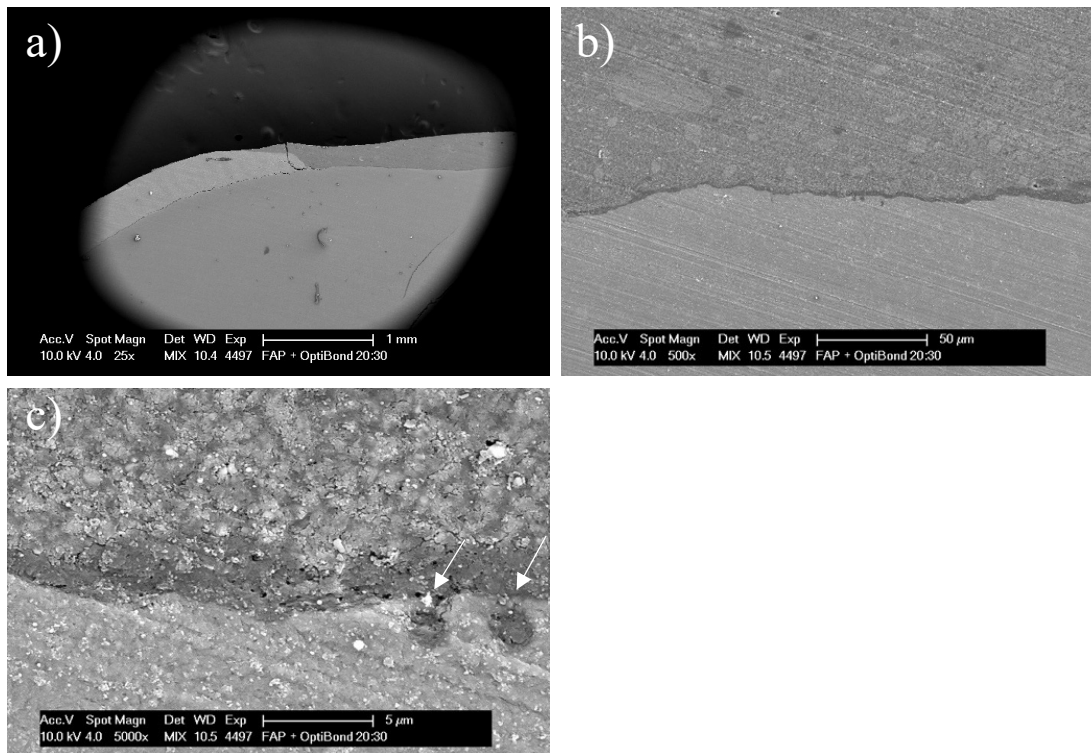


Abb.4.1.14: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + OptiBond eTRa Universal 20 mg: 30 mg und Dentin. a) In der Übersichtsaufnahme wird ein Riss des Schmelzes, welcher das aufgetragene Material durchzieht, sichtbar. b) Das applizierte Material erscheint als homogene Paste mit einer intakten Hybridschicht. c) Die Infiltration der Hybridschicht in die Dentintubuli ist erkennbar (Pfeile). Zudem herrscht ein spaltfreier Verbund zwischen Dentin und AAP.

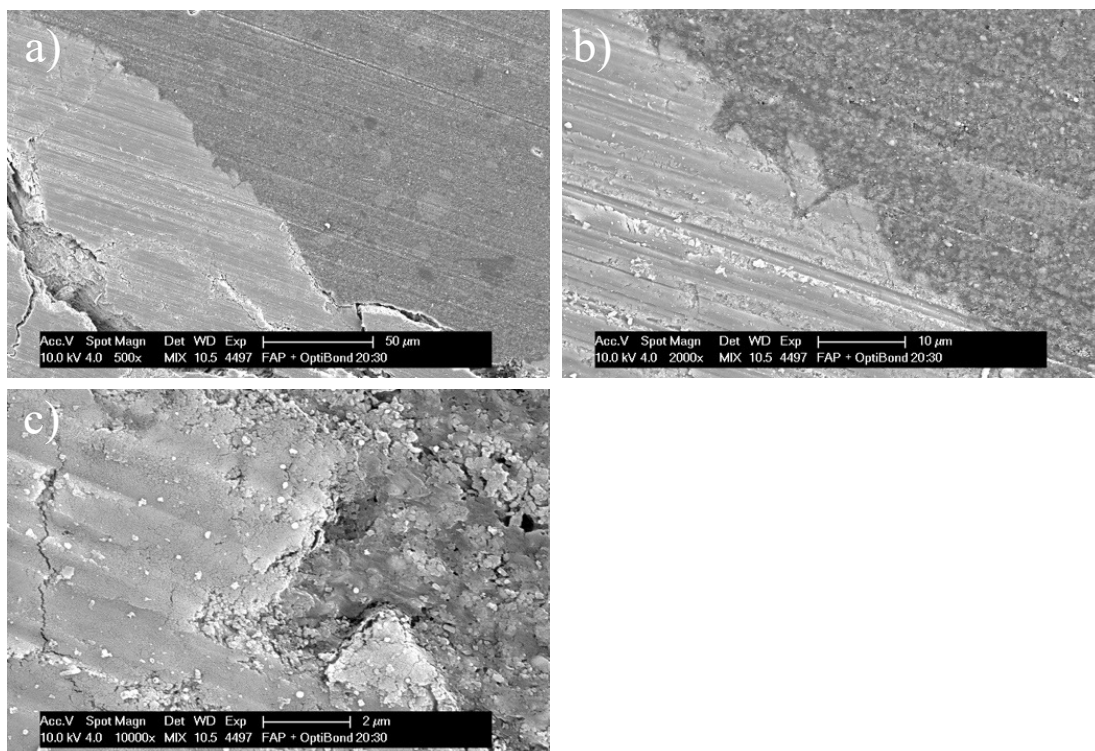


Abb.4.1.15: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + OptiBond eTRa Universal 20 mg: 30 mg und Schmelz. a) Neben einem intakten Verbund ist die homogene Paste erkennbar. Der in Abb. 4.1.14 beschriebene Materialriss beeinträchtigt nicht den Verbund zwischen AAP und Schmelz.

4.2 Versuchsreihe 2

FAP + Adhese Universal 30 mg: 30 mg

Bei der digitalmikroskopischen Untersuchung der Pastenkombination FAP mit A 2 und dem Mischungsverhältnis 30 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv ist eine deutliche Rissentwicklung erkennbar. Bereits während der Politur kam es zu gelösten Rändern und zu partiellen Materialverlusten (Abb. 4.2.1b; Abb. 4.2.2b).

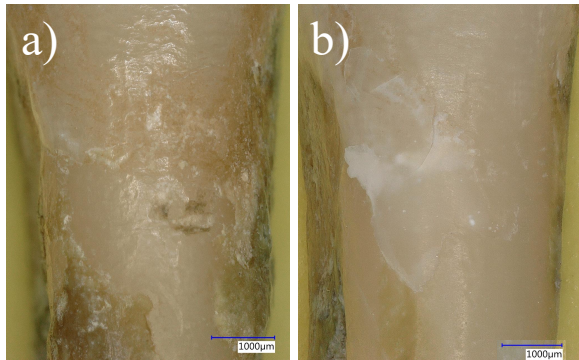


Abb. 4.2.1: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP. Materialrisse und Ablösen des Materials sichtbar. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b).

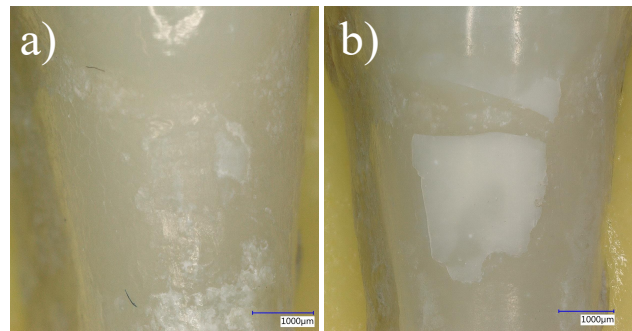


Abb. 4.2.2: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP. Materialrisse und Ablösen des Materials sichtbar. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b).

FAP + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg

Die Adhäsivapatitpaste aus der Kombination des Nanofluorapatits FAP und A 1 im Mischungsverhältnis 30 mg: 30 mg zeigt eine rissige Oberfläche mit partiellem Ablösen des Materials (Abb. 4.2.3b; Abb. 4.2.4b).

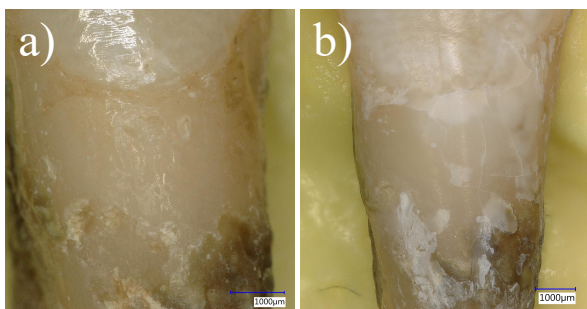


Abb. 4.2.3: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP. Materialrisse erkennbar. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b).

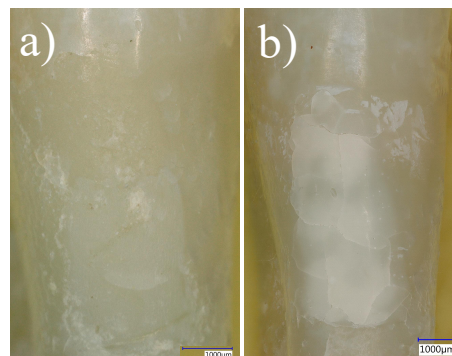


Abb. 4.2.4: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP. Materialrisse und Ablösen der Paste durch Opazität erkennbar. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b).

HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg

Die Oberflächenaufnahmen zeigen in der AAP-Kombination HAP 2 und A 1 eine poröse Oberfläche. Der Verbund des Materials zur Zahnhartsubstanz scheint optisch intakt und weist kein Abplatzen oder Ablösen der Adhäsivapatitpaste auf (Abb. 4.2.5; Abb. 4.2.6).

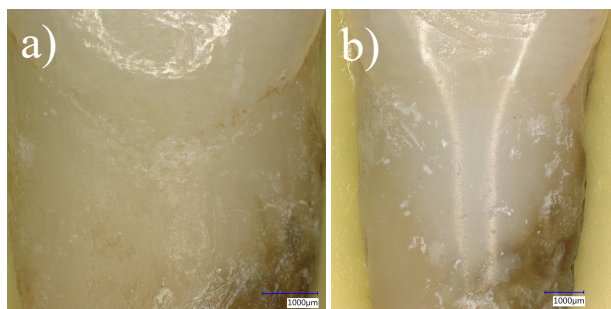


Abb. 4.2.5: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP. Porositäten an der Oberfläche des Materials erkennbar. Optisch guter Verbund ohne Ablösen der Ränder des Materials. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b).

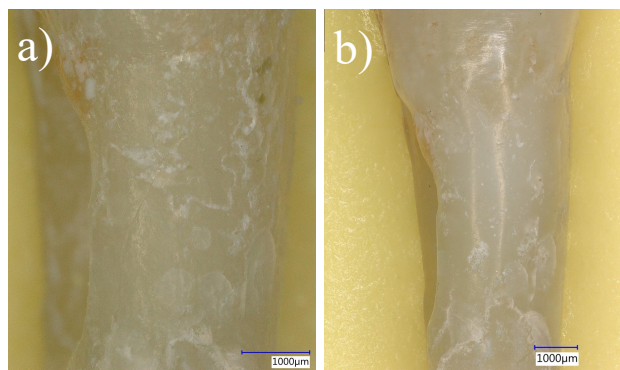


Abb. 4.2.6: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP. Porositäten an der Oberfläche des Materials erkennbar. Optisch guter Verbund ohne Ablösen der Ränder des Materials. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b).

HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg

Die Betrachtung der AAP-Kombination HAP 1 und A 1 ergibt eine glatte, homogene Oberfläche. Der Verbund sowohl zu Schmelz als auch Dentin scheint intakt (Abb. 4.2.7; Abb. 4.2.8).

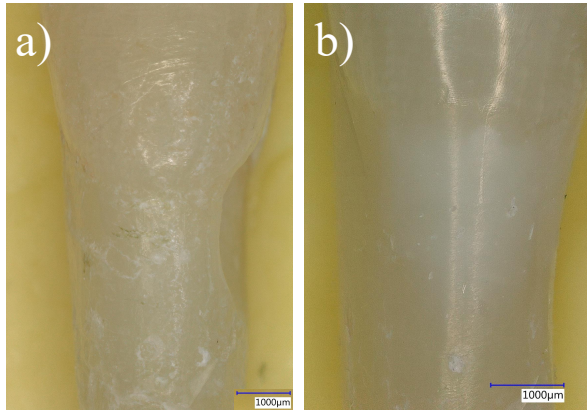


Abb. 4.2.7: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP. Optisch guter Verbund ohne Ablösen der Ränder des Materials mit glatter und homogener Oberfläche. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b).

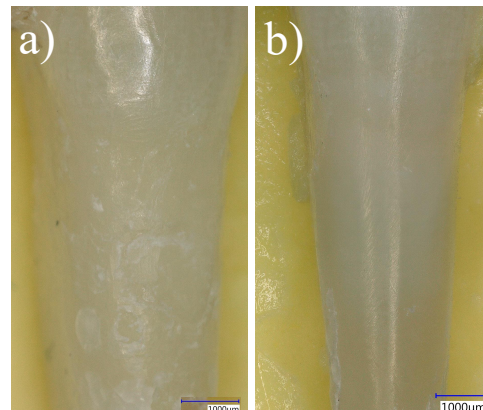


Abb. 4.2.8: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP. Optisch guter Verbund ohne Ablösen der Ränder des Materials mit glatter und homogener Oberfläche. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b).

4.3 Versuchsreihe 3

FAP + Adhese Universal

Vor der thermischen Wechselbelastung wurden die jeweiligen Proben mikroskopisch betrachtet und miteinander verglichen. Bereits nach der Politur kam es bei der AAP-Kombination des Nanofluorapatits FAP und Adhese Universal am Rand zu sichtbaren Opazitäten im Sinne eines mangelnden Verbundes zwischen Dentin und Material. Im Schmelz dagegen scheint der Verbund nicht beeinträchtigt zu sein. Die Oberfläche zeigt sich porös, aber homogen.

Bei den Proben der längeren Konditionierung kam es zu einem stärkeren Ablösen der Materialränder, als es bei den angeschliffenen Proben zu beobachten war (Abb. 4.3.1b; Abb. 4.3.2b).

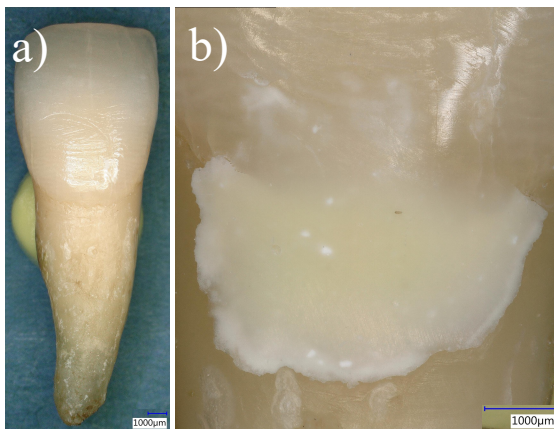


Abb.4.3.1: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal 30 mg: 30 mg mit längerer Konditionierung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach Politur. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

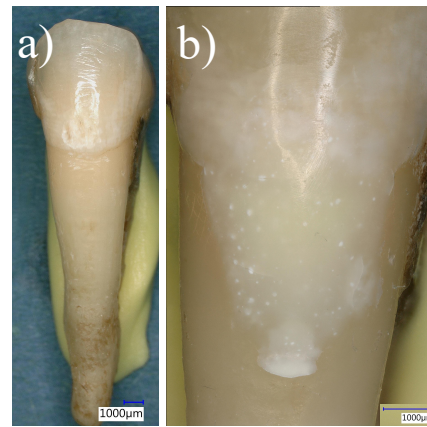


Abb.4.3.2: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal 30 mg: 30 mg mit längerer Konditionierung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach Politur. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

Bei den angeschliffenen Präparaten (Abb. 4.3.3 und Abb. 4.3.4) kam es zur geringeren Spaltbildung an den Rändern des Materials. Der Verbund scheint weiterhin intakt zu sein. Die Oberfläche zeigt sich homogen, weist aber weiterhin kleine Porositäten auf.

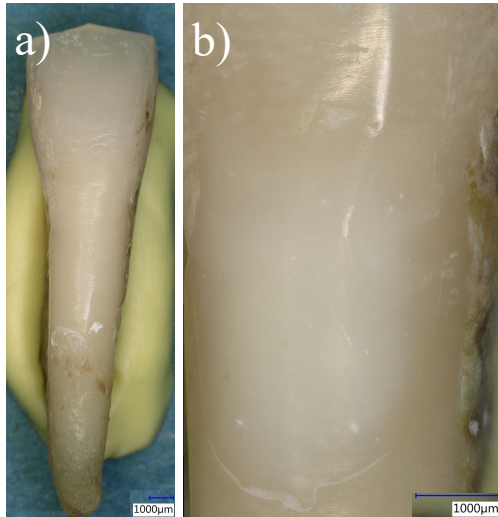


Abb.4.3.3: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach Politur der applizierten AAP. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

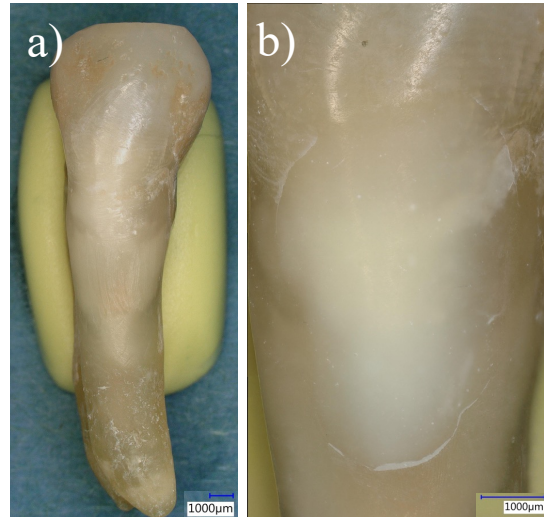


Abb.4.3.4: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach Politur der applizierten AAP. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

FAP + OptiBond eXTRa Universal

Der Vergleich der Präparate der AAP-Kombination FAP und A 1 zeigt, dass es bei den Präparaten der längeren Konditionierung zu Materialrissen kam, wohingegen die Oberfläche der angeschliffenen Proben rissfrei und homogen erscheinen (Abb. 4.3.5; Abb. 4.3.6). Jedoch kam es bei den angeschliffenen Präparaten zu einem Ablösen der Ränder, welches bei den länger konditionierten Präparaten nicht zu beobachten war (Abb. 4.3.7; Abb. 4.3.8).

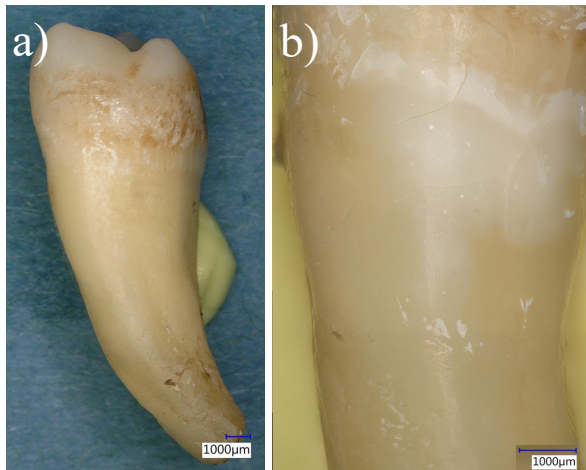


Abb.4.3.5: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach Politur. Glatte und homogene, aber poröse Oberfläche mit Rissbildung im Material. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

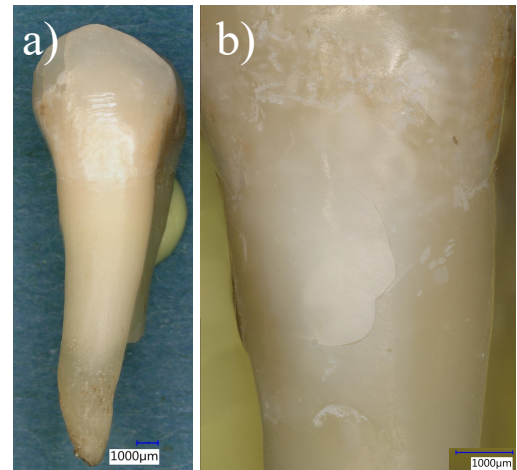


Abb.4.3.6: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach Politur. Glatte und homogene Oberfläche, aber Rissbildung im Material sind erkennbar. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

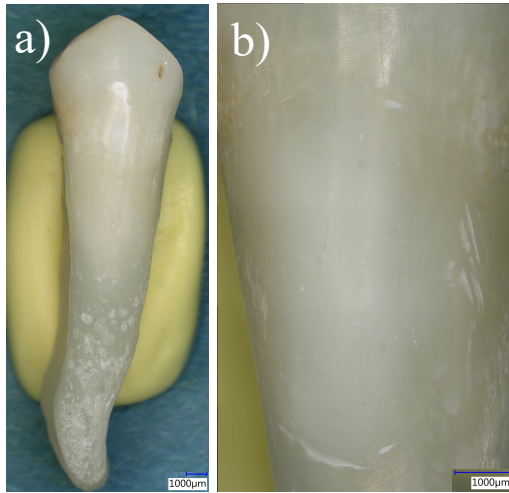


Abb.4.3.7: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRA Universal. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach Politur der applizierten AAP. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials im Bereich des Dentins. Ränder spaltfrei im Bereich des Schmelzes. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

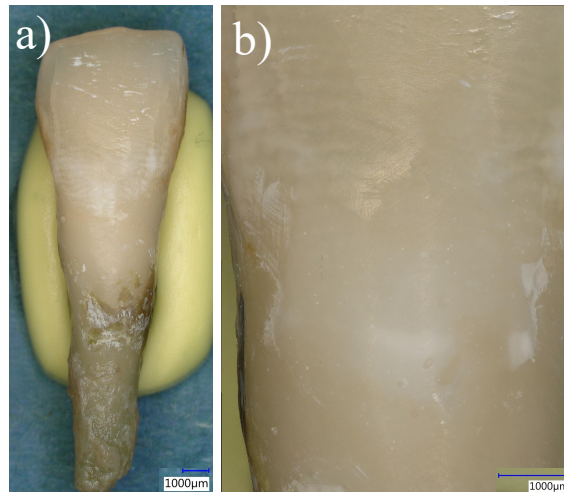


Abb.4.3.8: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRA Universal. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach Politur der applizierten AAP. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials im Bereich des Dentins. Ränder spaltfrei im Bereich des Schmelzes. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal

Sowohl die angeschliffenen Präparate als auch die Präparate der längeren Konditionierung zeigen einen guten Verbund des Materials zur Zahnhartsubstanz. Materialrisse sind nicht erkennbar. Dennoch weist die Oberfläche der AAP-Kombination Porositäten auf (Abb. 4.3.9-Abb. 4.3.12).

Optisch ist in der Materialkombination HAP 2 und A 1 kein Unterschied zwischen den angeschliffenen und der länger konditionierten Proben zu erkennen.

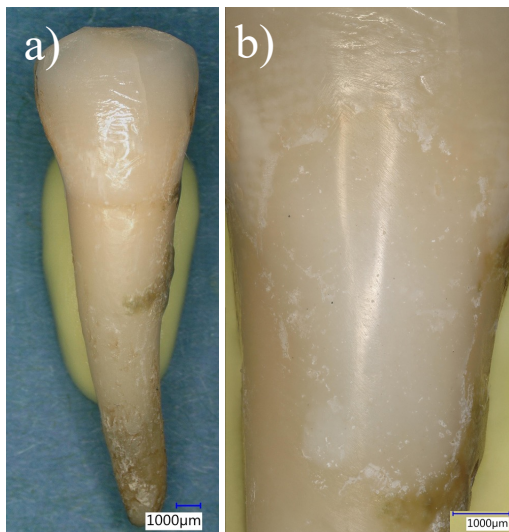


Abb. 4.3.9: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach der Politur. Glatte und homogene, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

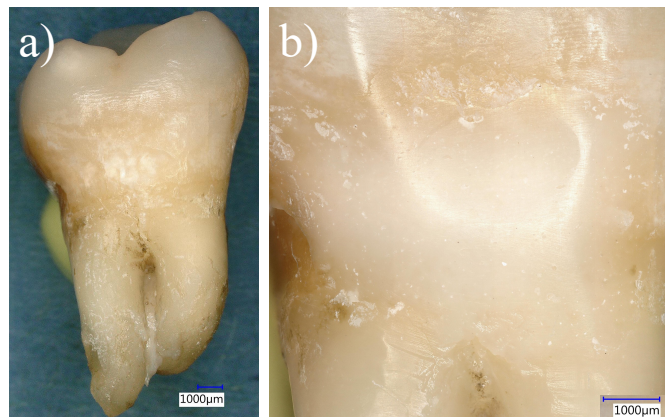


Abb. 4.3.10: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach der Politur. Glatte und homogene, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

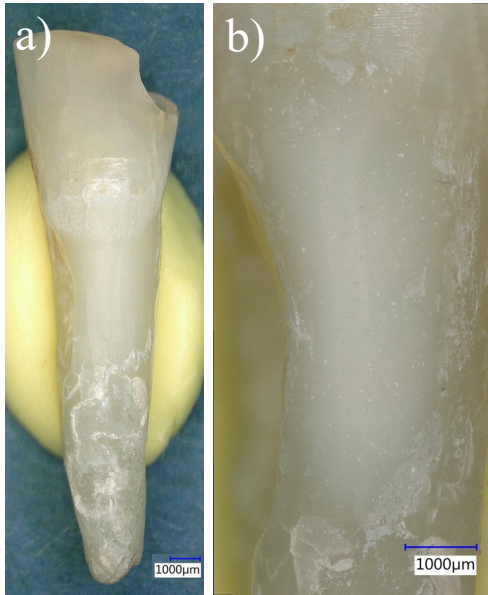


Abb. 4.3.11: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach der Politur der applizierten AAP. Glatte und homogene, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

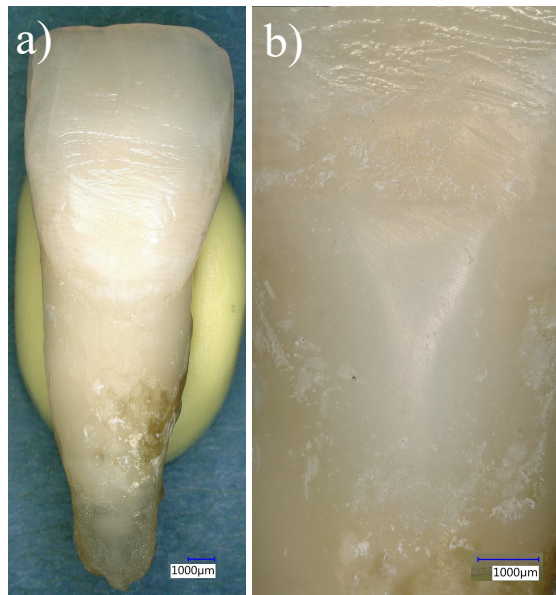


Abb. 4.3.12: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach der Politur der applizierten AAP. Glatte, homogene, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal

Im Vergleich aller Adhäsivapatitpasten zeigt die Pastenkombinationen HAP 1 + A 1 den besten Verbund zwischen Zahnhartsubstanz und Material. Wie nachfolgend erkennbar ist, weisen sowohl die angeschliffenen Präparate als auch die der längeren Konditionierung einen guten Randschluss auf. Die Oberfläche erscheint glatt und homogen. Lediglich in Abbildung 4.3.13 ist ein Materialriss erkennbar.

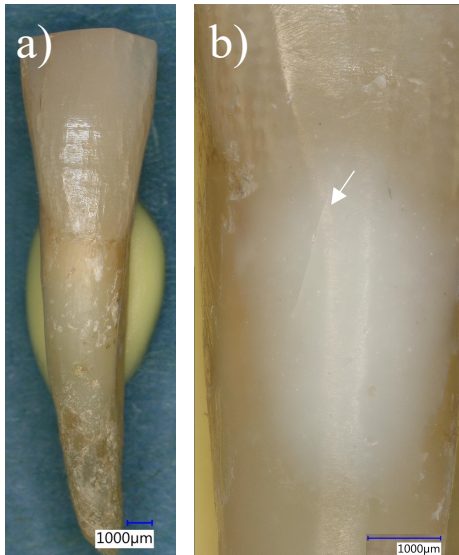


Abb. 4.3.13: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach der Politur. Glatte und homogene Oberfläche. Optisch guter Verbund. Ein Materialriss (Pfeil) ist erkennbar. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

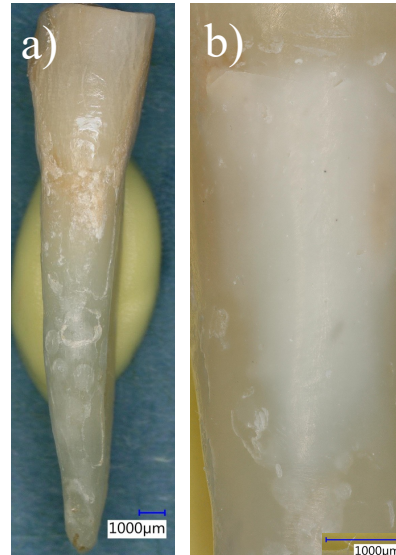


Abb. 4.3.14: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach der Politur. Glatte und homogene Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

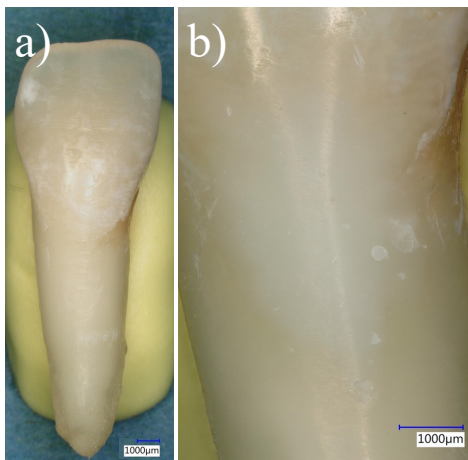


Abb. 4.3.15: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach der Politur der applizierten AAP. Glatte und homogene Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

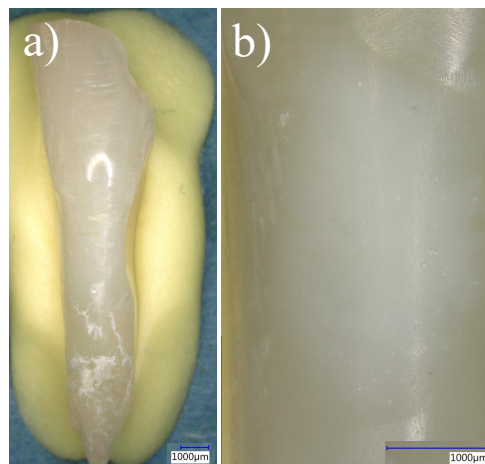


Abb. 4.3.16: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach der Politur der applizierten AAP. Glatte und homogene Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

Thermocycling

Nachdem jeweils eine Probe der Pastenkombinationen den Zyklus der thermischen Wechselbelastung durchlaufen hatte, wurden diese ein weiteres Mal der mikroskopischen und rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung unterzogen. Im Folgenden werden die Präparate jeweils vor und nach dem Thermocycling verglichen.

HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal – Präpariert

Die Kombination HAP 1 + A 1 des präparierten Prüfkörpers weist auch nach der thermischen Wechselbelastung einen spaltfreien Verbund zwischen Zahnhartsubstanz und Adhäsivapattipaste auf. Bei der mikroskopischen Betrachtung durch das hochauflösende Digitalmikroskop werden Materialrisse sichtbar (Abb. 4.3.18).

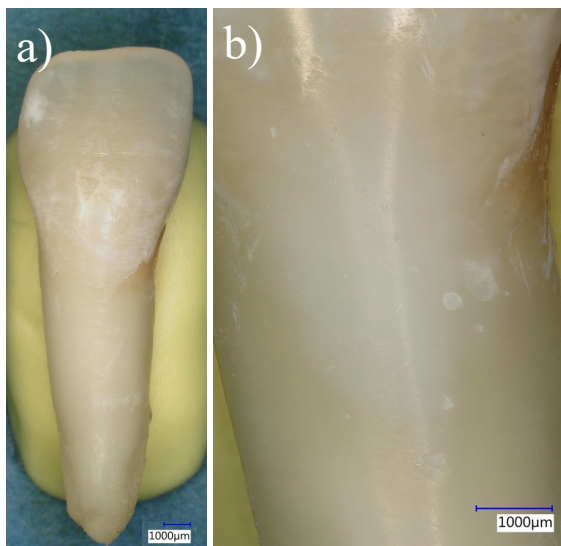


Abb. 4.3.17: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal vor der thermischen Wechselbelastung. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach der Politur der applizierten AAP. Glatte und homogene Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

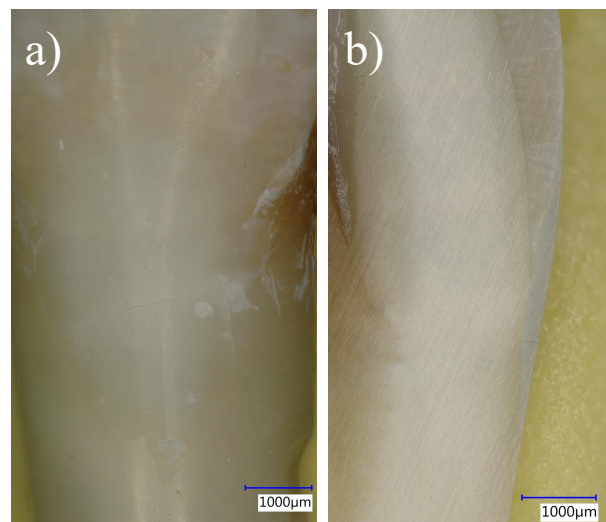


Abb. 4.3.18: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal nach der thermischen Wechselbelastung. a) Materialrisse erkennbar. Intakter Verbund weiterhin gegeben. b) Spaltfreier Verbund zwischen Paste und Zahnhartsubstanz. Originalvergrößerungen: 100fach (a) + (b).

Bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung wird das Ablösen des Materials sichtbar (Abb. 4.3.19). Mehrere vertikale Materialrisse durchziehen die Paste, und der Verbund zwischen AAP und der darunterliegenden Hybridschicht ist unterbrochen. Die Hybridschicht, welche durch das Adhäsiv des OptiBond eXTRa Universal gebildet wird, ist weiterhin im Verbund mit dem Dentin. Die Paste zum Schmelz hingegen hat sich komplett gelöst und ist daher rasterelektronenmikroskopisch nicht beurteilbar.

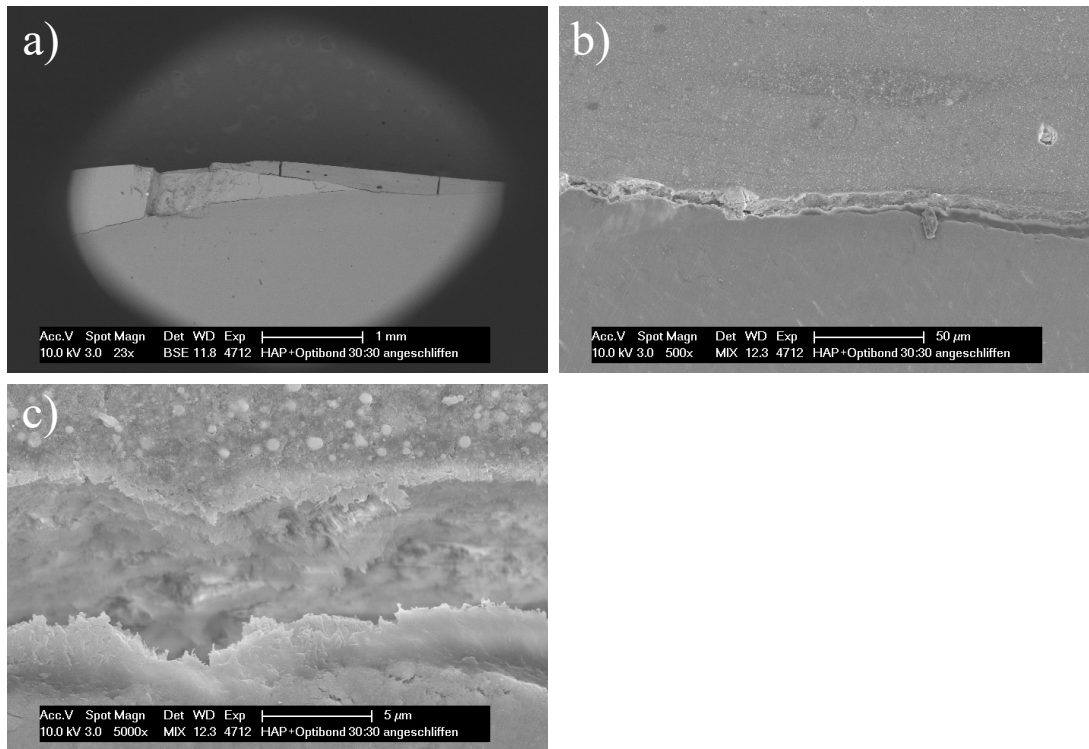


Abb.4.3.19: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 1 + OptiBond eTRa Universal. Angeschliffene Probe. a) Materialrisse und Ablösen der applizierten Paste sind sichtbar. Kastenförmige Ausspaltung des Schmelzes möglicherweise bedingt durch sagittales Anschleifen der Schnittkante. b) Die Adhäsivapatitpaste erscheint homogen. Ein durchgehender Spalt zwischen Hybridschicht und der Paste ist erkennbar. Die Hybridschicht ist weiterhin mit Dentin verbunden. c) Der Verbund zwischen Hybridschicht und Dentin wird deutlich. Erkennbar ist der fehlende Verbund zwischen dem Apatit und Adhäsiv.

HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal – längere Konditionierung

Die thermische Wechselbelastung ergab bei der Materialkombination HAP 1 + A 1 mit der längeren Konditionierung mehrere Materialrisse, welche das Material komplett durchziehen. Wie in Abbildung 4.3.21a erkennbar wird, löst sich das Material von der Zahnhartsubstanz ab und im Sagittalschnitt (Abb. 4.3.21b) sind durchgehende Materialrisse erkennbar. Zudem ist erkennbar, dass es am Rande der aufgetragenen AAP-Füllung zu Ablösen des Materials kam.



Abb.4.3.20: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung vor der thermischen Wechselbelastung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach der Politur. Glatte und homogene Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

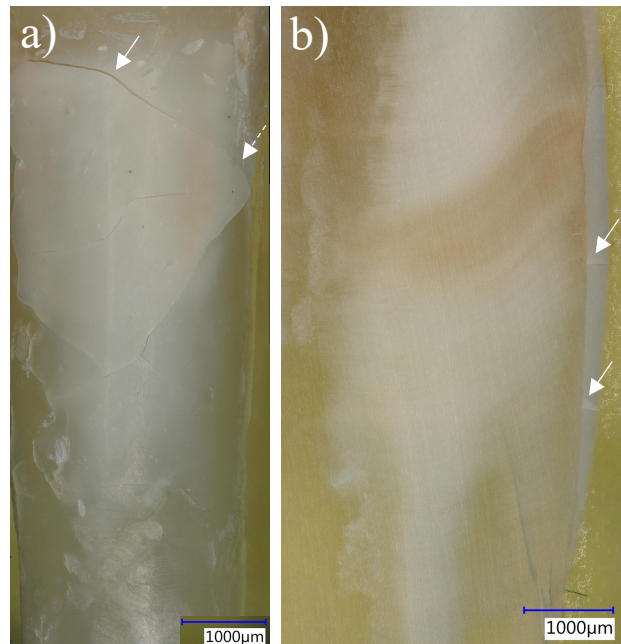


Abb.4.3.21: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung nach der thermischen Wechselbelastung. a) Präparat weist deutliche Materialrisse mit Ablösen des Materials auf (Pfeil). Am Rand ist eine weitere Randspaltbildung erkennbar (gestrichelter Pfeil). b) Präparat im Sagittalschnitt. Durchgehende Materialrisse werden deutlich (Pfeile). Verbund stellenweise intakt. Originalvergrößerungen: 100fach (a) + (b).

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen verdeutlichen, dass sich abseits der gelösten Stellen ein spaltfreier Verbund zwischen AAP und Dentin zeigt. Neben Materialrissen (Abb. 4.3.22a) ist die Verzahnung zwischen Hybridschicht und Dentin nicht beeinträchtigt (Abb. 4.3.22c).

Im Gegensatz dazu wird in Abbildung 4.3.23 deutlich, dass es zu einem Lösen des Verbundes entlang der Grenzschicht zwischen der Adhäsivapatitpaste und dem Schmelz kam (Abb. 4.3.23a).

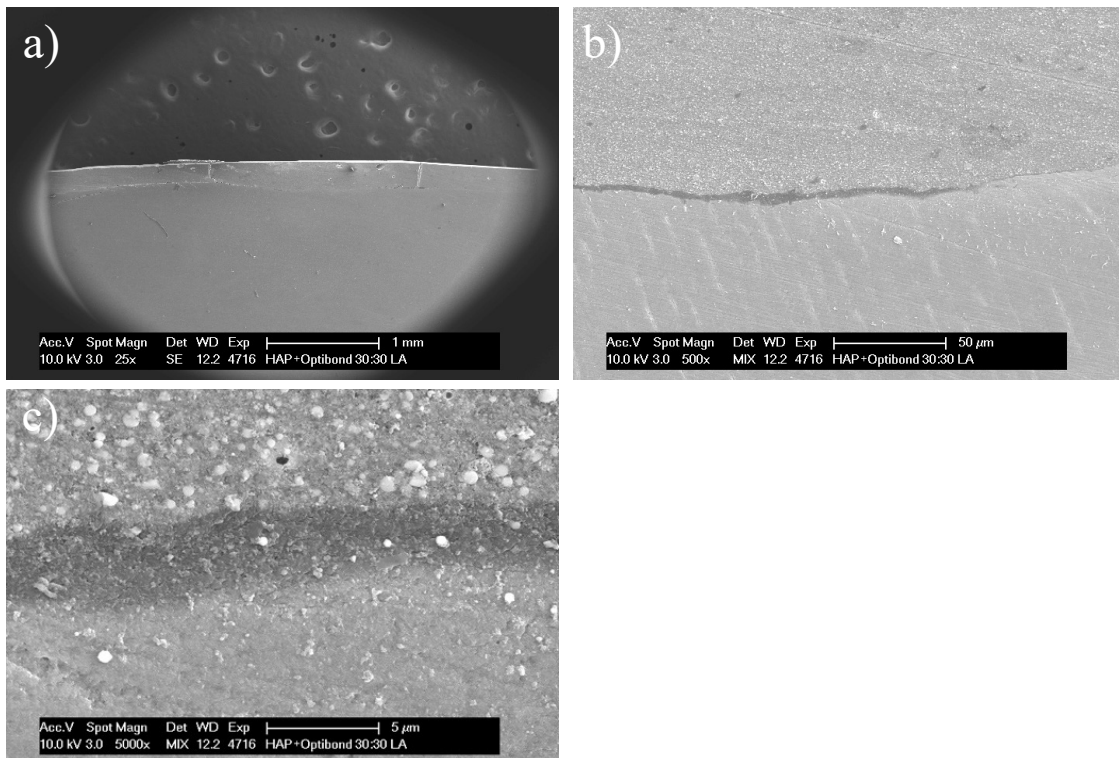


Abb.4.3.22: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 1 + OptiBond eXTRA Universal mit längerer Konditionierung zum Dentin. a) Materialrisse der applizierten Paste sind sichtbar. b) Die Adhäsivapatitpaste erscheint homogen. Ein spaltfreier Verbund zwischen AAP und Dentin ist erkennbar. c) Ein intakter Verbund zwischen AAP und Dentin ist erkennbar.

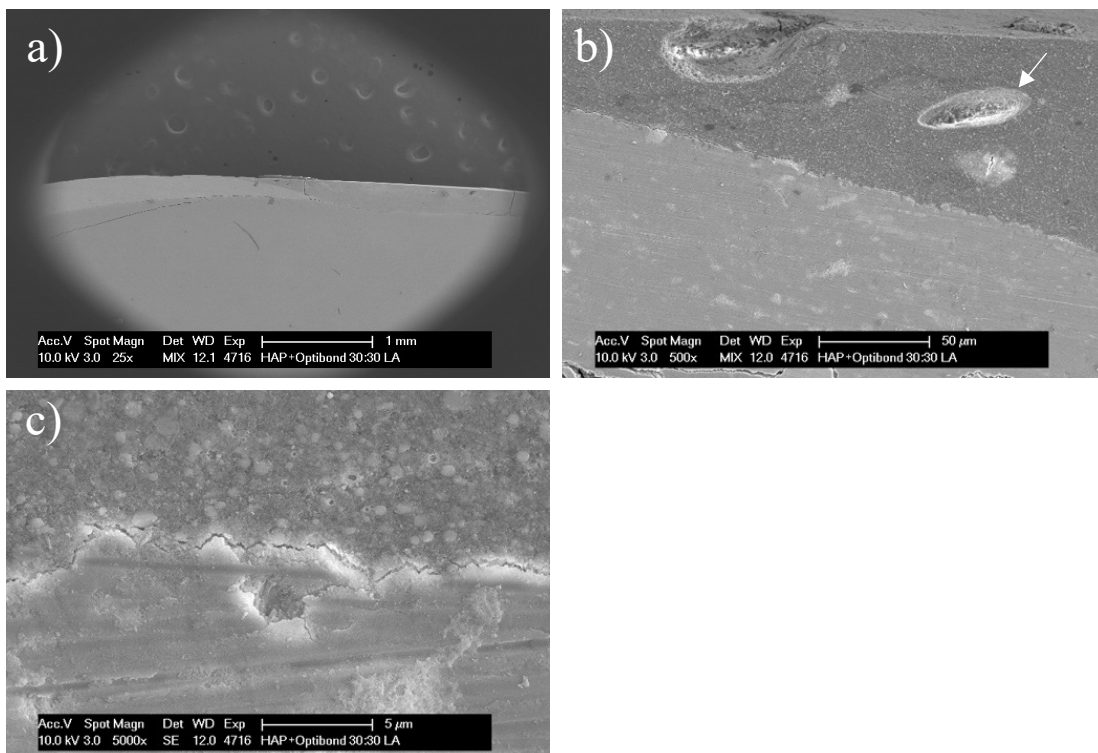


Abb.4.3.23: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 1 + OptiBond eXTRA Universal mit längerer Konditionierung zum Schmelz. a) Materialrisse der applizierten AAP sind sichtbar. b) Die AAP erscheint homogen, jedoch ist kein Verbund zwischen AAP und Schmelz gegeben. Eingearbeitete Blasen (Pfeil) erkennbar. c) Durch die Rissbildung zwischen AAP und Schmelz ist kein intakter Verbund gegeben.

HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal - Präpariert

Die AAP-Füllung der im Wurzel-dentin präparierten Probe mit der AAP-Kombination HAP 2 + A 1 wies nach Durchlauf der thermischen Wechselbelastung mehrere Materialrisse auf. Die Adhäsion des Materials an der Zahnhartsubstanz scheint weiterhin intakt. In Abbildung 4.3.25b wird deutlich, dass die Materialrisse das Material durchziehen, mikroskopisch aber nicht den Verbund beeinträchtigt.

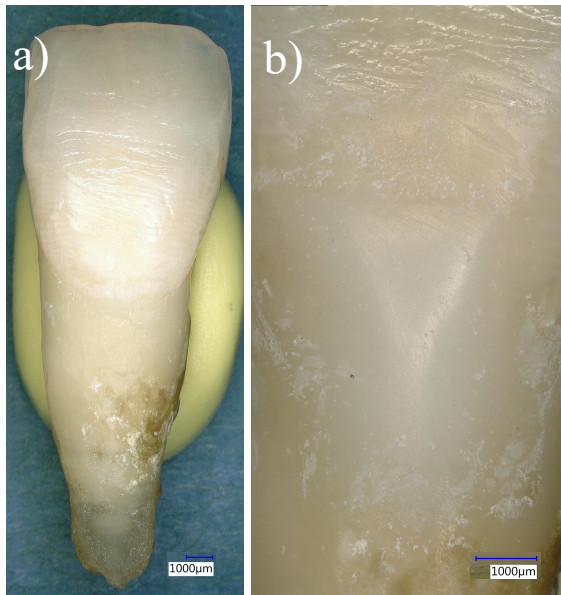


Abb.4.3.24: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal vor der thermischen Wechselbelastung. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach der Politur der applizierten AAP. Glatte, homogene, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

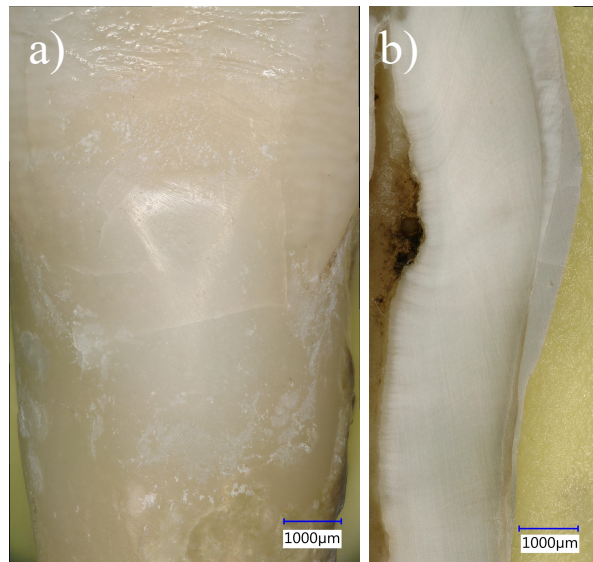


Abb.4.3.25: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal nach der thermischen Wechselbelastung. a) Materialrisse erkennbar. Intakter Verbund weiterhin gegeben. b) Spaltfreier Verbund zwischen Paste und Zahnhartsubstanz. Originalvergrößerungen: 100fach (a) + (b).

In der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung wurde deutlich, dass es zu einer kontinuierlichen Spaltbildung zwischen applizierter Paste und Dentin kam (Abb. 4.3.26c). Der Verbund zwischen AAP und Schmelz hingegen bleibt unverändert und zeigt eine regelrechte Verzahnung (Abb. 4.3.27).

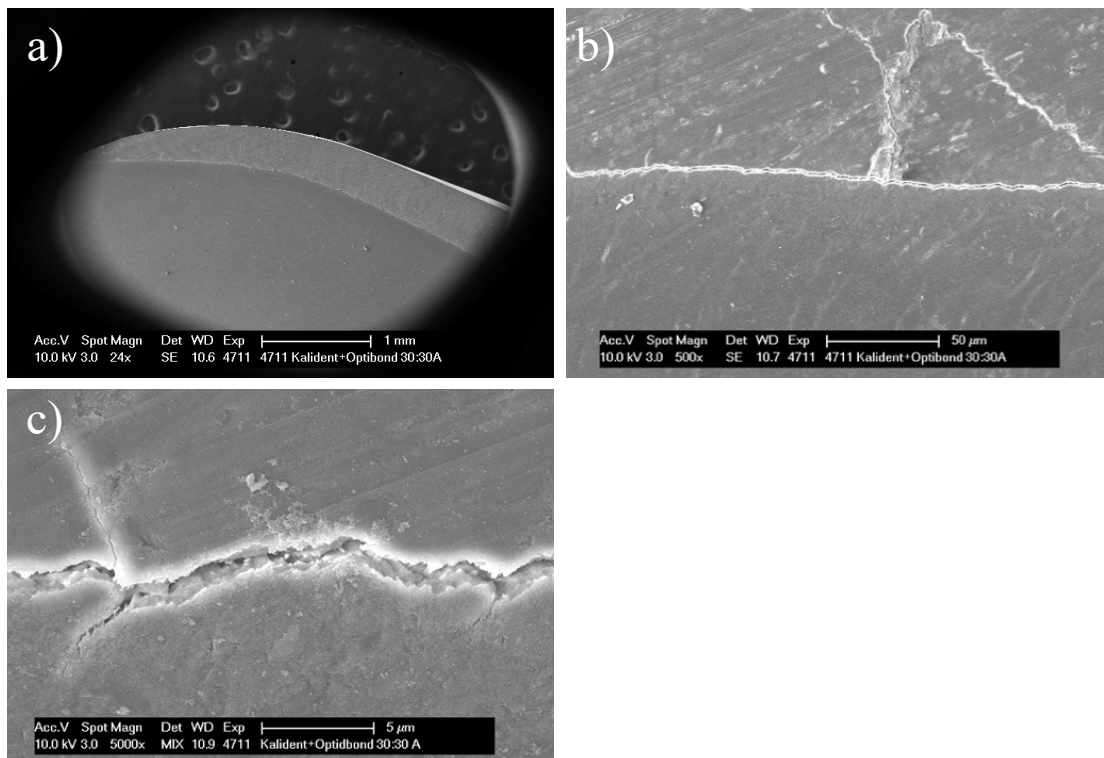


Abb.4.3.26: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal. Angeschliffene Probe. a) Eine Spaltbildung zwischen AAP und Dentin ist erkennbar. b) + c) Es kam zu Materialrissen und Ablösen des applizierten Materials vom Dentin.

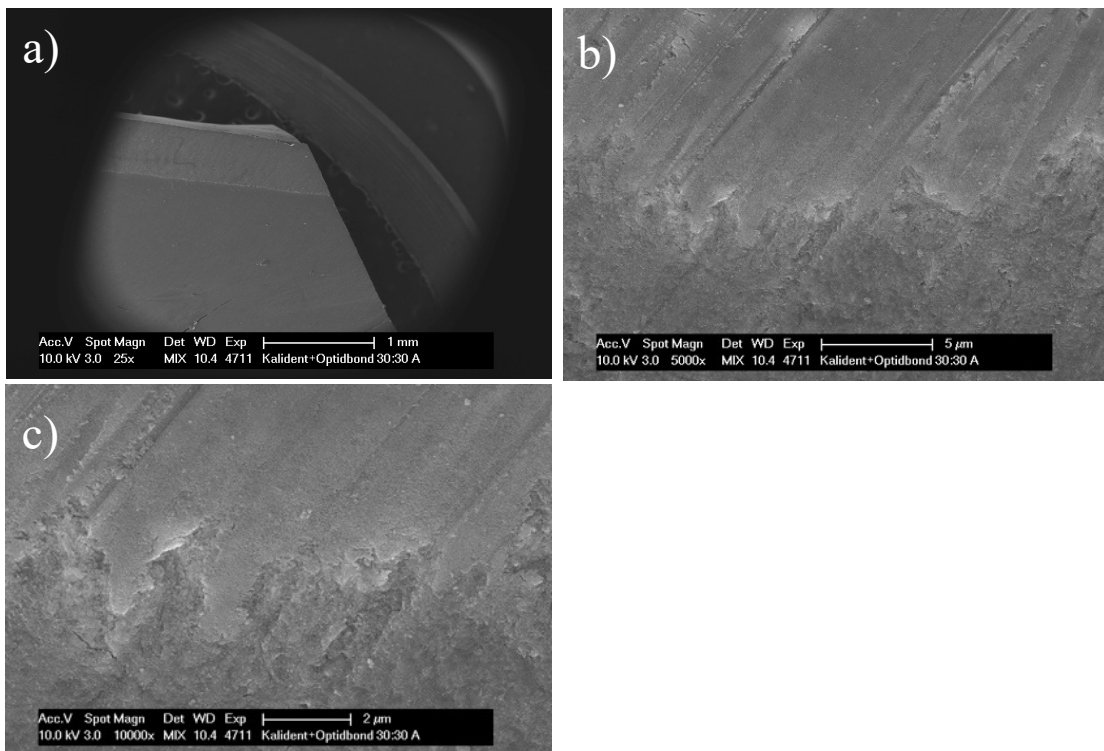


Abb.4.3.27: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal zum Schmelz. a) Die Übersichtsaufnahme zeigt eine homogen applizierte Paste mit glatter Oberfläche. b) Die Adhäsivapatitpaste liegt spaltfrei dem Schmelz auf. c) Die Verzapfung zwischen AAP und Schmelz ist erkennbar.

HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal – längere Konditionierung

Die thermische Wechselbelastung führte bei den länger konditionierten Proben der Materialzusammensetzung HAP 2 + A 1 zu starker Rissbildung und Ablösen des Materials mit erkennbarer Spaltbildung (Pfeil in Abbildung 4.3.29a). Die Opazität des Materials lässt auf den fehlenden Verbund zwischen AAP und Zahnhartsubstanz deuten und wird bereits in makroskopischer Ansicht im Sagittalschnitt erkennbar.

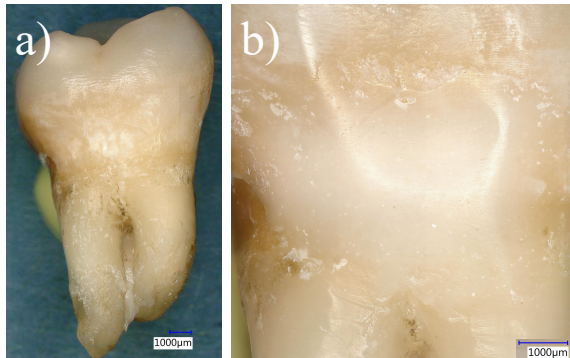


Abb.4.3.28: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung vor der thermischen Wechselbelastung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach Politur. Glatte und homogene, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

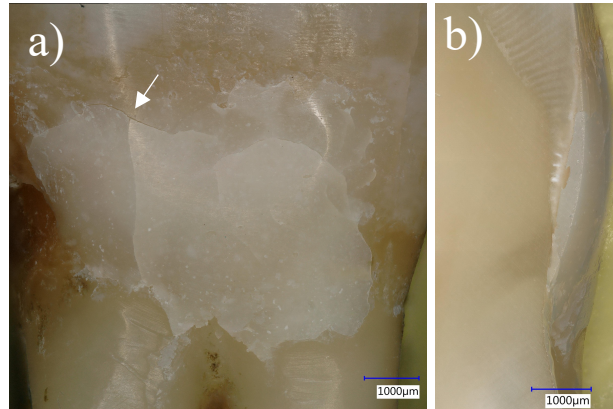


Abb.4.3.29: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung nach der thermischen Wechselbelastung. a) Deutliche Rissbildung sowie Ablösen der applizierten Paste durch Opazität ist sichtbar. Der Pfeil zeigt auf die Spaltbildung. b) Fehlender Verbund zwischen AAP und Zahnhartsubstanz. Originalvergrößerungen: 100fach (a) + (b).

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigen die deutliche Rissbildung des Materials. Abbildung 4.3.30a zeigt eine deutliche Spaltbildung mit fehlender Adhäsion der applizierten Paste zum Schmelz. Der Verbund zum Dentin ist partiell spaltfrei, aber neben Rissen der Zahnhartsubstanz ist ebenso eine Rissbildung an der Grenzfläche AAP zu Dentin erkennbar. Ist der Verbund gegeben, zeigt sich eine spaltfreie Verbindung zwischen Adhäsivapatitpaste und Dentin (Abb. 4.3.30c).

Da bereits in der Übersichtsaufnahme der mangelnde Verbund zwischen AAP und Schmelz deutlich wird, wurden keine weiteren Aufnahmen in Bezug des Verbundes zum Schmelz angefertigt.

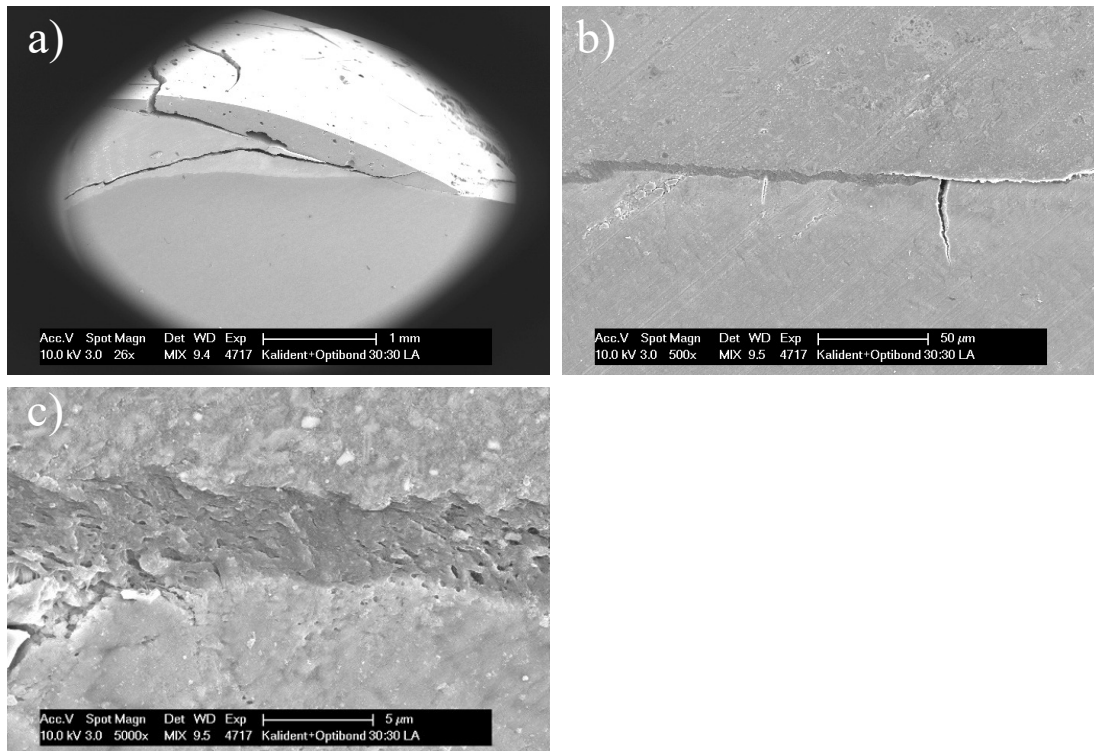


Abb.4.3.30: REM Aufnahmen der Grenzfläche HAP 2 + OptiBond eTRa Universal mit längerer Konditionierung. a) Materialrisse der applizierten Paste und Spaltbildung zwischen AAP und Zahnhartsubstanz sind sichtbar. b) Erkennbar sind Bereiche eines intakten Verbundes sowie eine Spaltbildung zwischen AAP und Dentin mit fehlender Hybridschicht. c) An Stellen des spaltfreien Verbundes zeigt sich die Hybridschicht, welche einen Verbund zwischen AAP und Dentin herstellt.

FAP + OptiBond eXTRa Universal - Präpariert

Bereits vor dem Durchlauf des Thermocyclings kam es bei der AAP-Kombination FAP + A 1 am Rand zu Spaltbildungen (Abb. 4.3.31b). Diese weisen nach der thermischen Wechselbelastung keine Verschlechterung auf, jedoch zeigt die Aufnahme der Abbildung 4.3.32a deutliche Rissbildungen im Material. Die Sagittalansicht (Abb. 4.3.32b) zeigt, dass der Verbund zwischen AAP und Zahnhartsubstanz nicht beeinträchtigt zu sein scheint, jedoch sind mehrere Materialrisse erkennbar.

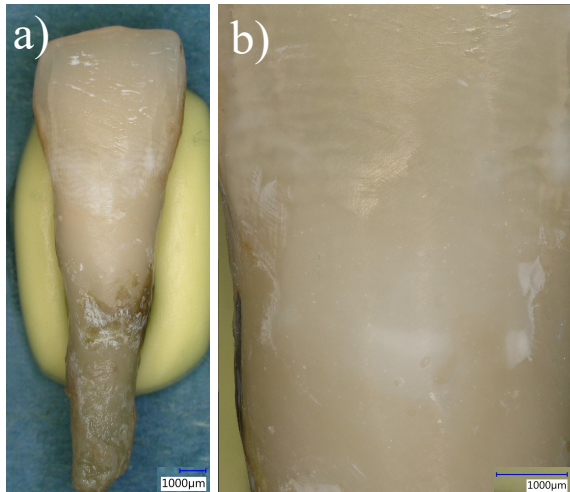


Abb.4.3.31: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRa Universal vor der thermischen Wechselbelastung. a) Ange-schliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach der Politur der applizierten AAP. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials im Bereich des Dentins. Ränder erscheinen spaltfrei im Bereich des Schmelzes. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

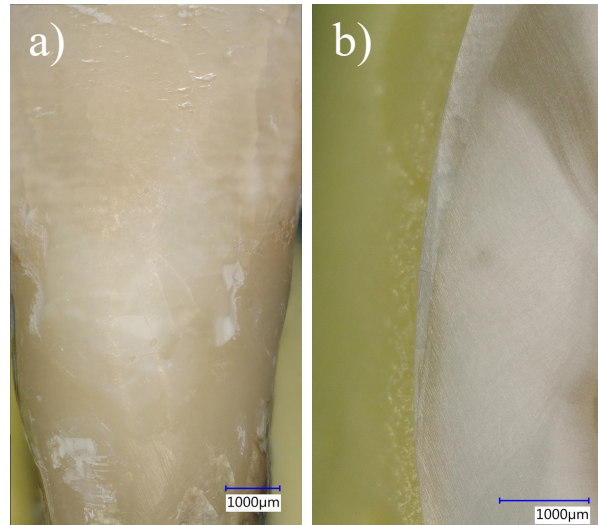


Abb.4.3.32: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRa Universal nach der thermischen Wechselbelastung. a) Ange-schliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach der Politur der applizierten AAP. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials im Bereich des Dentins. Ränder erscheinen spaltfrei im Bereich des Schmelzes. Originalvergrößerungen: 100fach (a) + (b).

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (Abb. 4.3.33) ergeben, dass trotz der Materialrisse zwischen applizierter Adhäsivapatitpaste und Dentin ein spaltfreier Verbund entstanden ist. Demgegenüber ist partiell die Verbindung zum Schmelz gelöst und wird durch einen durchgehenden Spalt verdeutlicht (Abb. 4.3.34). Abbildung 4.3.35 veranschaulicht den Verbund zwischen der AAP-Kombination FAP + A 1 und dem Schmelz. Das Material weist eine signifikante Verzapfung mit der Zahnhartsubstanz auf, dennoch überwiegt der mangelnde Verbund zwischen applizierter Paste und Schmelz.

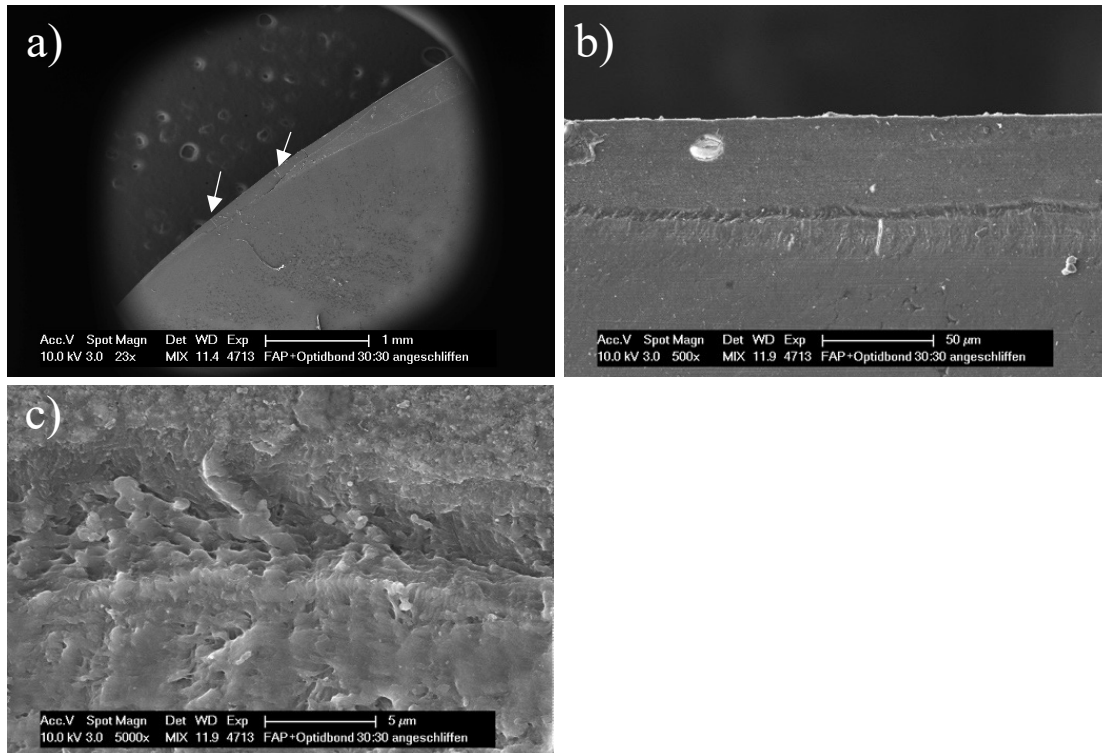


Abb.4.3.33: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + OptiBond eXTRA Universal und Dentin. a) Die Übersichtsaufnahme zeigt eine homogen applizierte Paste mit glatter Oberfläche. Materialrisse (Pfeile) sind erkennbar. b) Die Adhäsivapitpaste liegt spaltfrei dem Dentin auf. c) Intakter Verbund zwischen Hybridschicht und Dentin. Kein Spalt sichtbar.

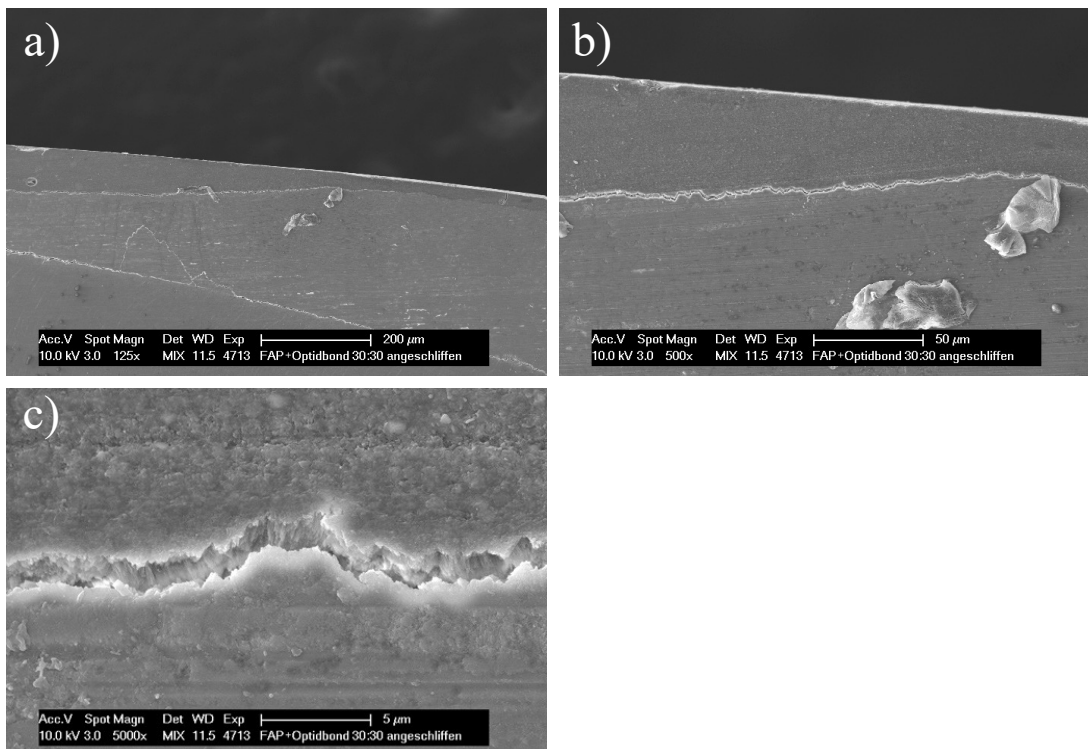


Abb.4.3.34: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + OptiBond eXTRA Universal zum Schmelz. a) Die Übersichtsaufnahme zeigt eine homogen applizierte Paste mit glatter Oberfläche. b) Die Adhäsivapitpaste hat sich vom Schmelz gelöst. c) Aufgrund der vorliegenden Spaltbildung besteht keine Verbindung zwischen AAP und Schmelz.

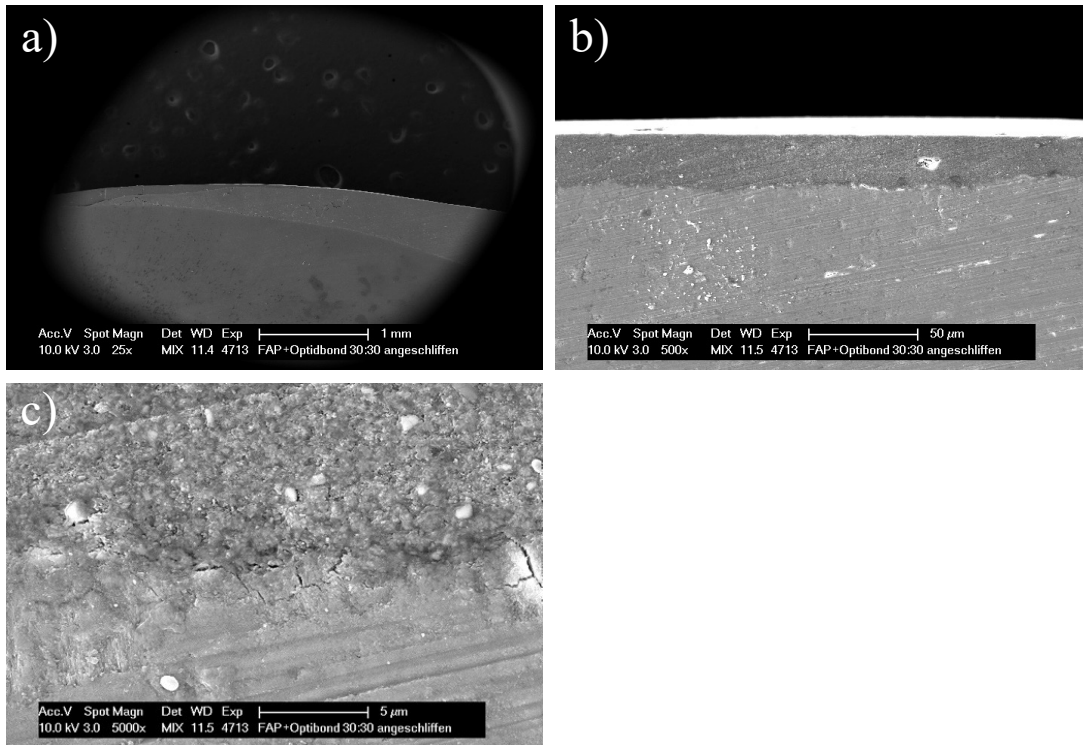


Abb.4.3.35: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + OptiBond eTRa Universal zum Schmelz.
a) Die Übersichtsaufnahme zeigt eine homogen applizierte Paste mit glatter Oberfläche. b) Stellenweise besteht ein intakter Verbund zwischen AAP und Schmelz. c) Eine intakte Verzahnung zwischen Adhäsivapatitpaste und Schmelz ist gegeben.

FAP + OptiBond eXTRa Universal – längere Konditionierung

Die thermische Wechselbelastung der AAP-Kombination FAP + A 1 des länger konditionierten Präparates resultierte in einer verstärkten Rissbildung. Die entstandene Opazität des applizierten Materials deutet auf den fehlenden Verbund hin und zeigt sich in der Sagittalansicht anhand der Spaltbildung zwischen AAP und Dentin (Abb. 4.3.37b).

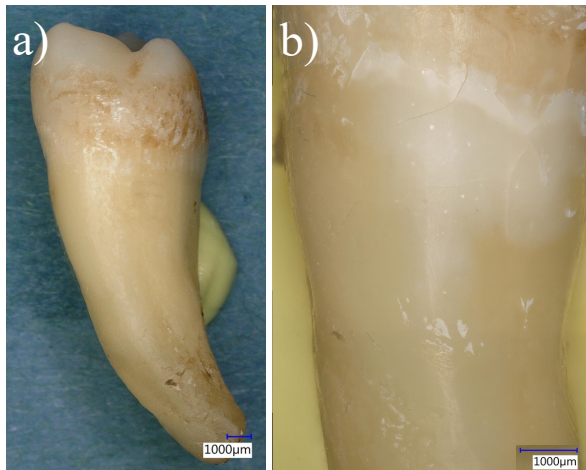


Abb.4.3.36: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung vor der thermischen Wechselbelastung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach der Politur. Glatte und homogene, aber poröse Oberfläche mit Rissbildung im Material. Optisch guter Verbund. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

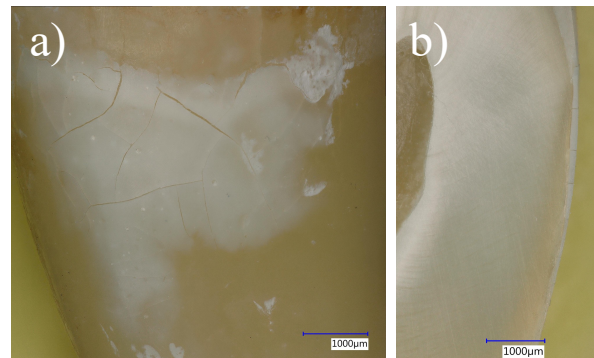


Abb.4.3.37: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + OptiBond eXTRa Universal mit längerer Konditionierung nach der thermischen Wechselbelastung. a) Deutliche Rissbildungen sind erkennbar. Die Opazität deutet auf ein Ablösen des Materials hin. b) In der Sagittalansicht wird die klaffende Spaltbildung deutlich sichtbar. Originalvergrößerungen: 100fach (a) + (b).

Die rasterelektronenmikroskopische Betrachtung ergibt, dass sich der Verbund an der Grenzfläche zwischen der Adhäsivapattipaste und dem Dentin löste. An Stellen des intakten Verbundes ist eine spaltfreie Verzäpfung zu beobachten (Abb. 4.3.38c).

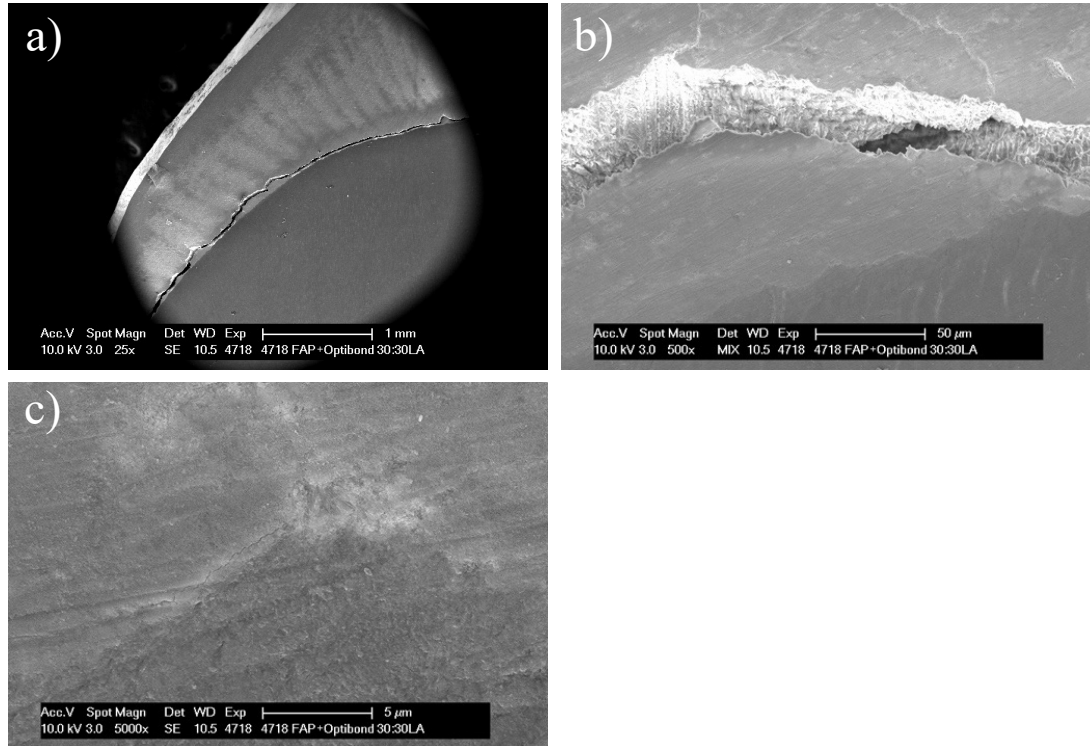


Abb.4.3.38: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + OptiBond eXTRA Universal mit längerer Konditionierung. a) Eine Spaltbildung zwischen AAP und Zahnhartsubstanz ist sichtbar. b) Es wurden Materialrisse sowohl an der Grenzfläche AAP und Dentin als auch im Material selbst festgestellt. c) Partiiell intakter Verbund erkennbar.

FAP + Adhese Universal - Präpariert

Im Anschluss an den Durchlauf des Thermocyclings wurde sowohl makroskopisch als auch mikroskopisch das Ablösen des Materials festgestellt (Abb. 4.3.40). Der Verbund zum Schmelz besteht bei der mikroskopischen Betrachtung weiterhin, löste sich jedoch zum Dentin. Darüber hinaus kam es zu Rissbildungen des Pastenmaterials, welches mit dem Schmelz noch in Verbund steht.

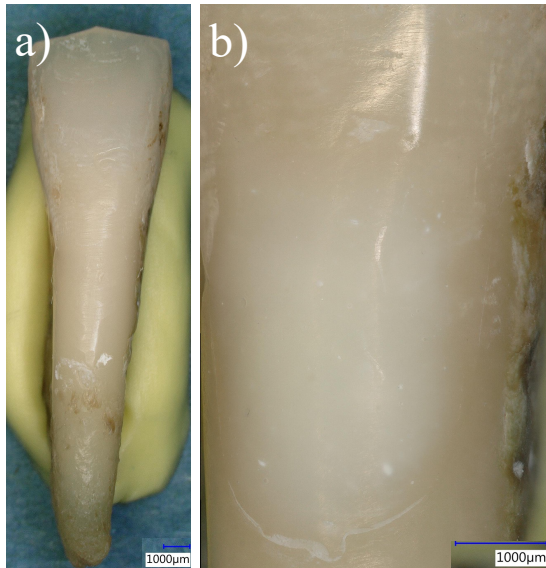


Abb.4.3.39: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal vor der thermischen Wechselbelastung. a) Angeschliffenes Präparat vor der Applikation der Paste. b) Präparat nach der Politur der applizierten AAP. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

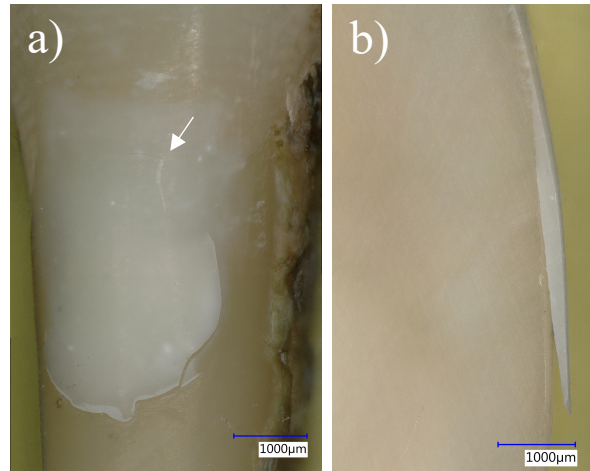


Abb.4.3.40: Digitalmikroskopische Aufnahmen des präparierten Prüfkörpers mit der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal nach der thermischen Wechselbelastung. a) Es lässt sich eine Rissbildung im Bereich des Verbundes zum Schmelz erkennen (Pfeil). Zudem zeigt sich eine Spaltbildung im Bereich des Dentins. b) In der Sagittalansicht lässt sich das Abheben der applizierten AAP deutlich erkennen. Die mikroskopische Analyse ergibt, dass der Verbund zum Schmelz noch besteht, während er zum Dentin vollständig gelöst ist. Originalvergrößerungen: 100fach (a) + (b).

Aufgrund der bereits mikroskopisch sichtbaren Erkenntnisse in Bezug auf die Verbindung der Adhäsivapatitpaste mit dem Dentin wurde ausschließlich der Bereich des Schmelzes raster-elektronenmikroskopisch untersucht. Neben des Materialrisses der applizierten Paste kam es zu einer Spaltbildung an der Grenzfläche zwischen AAP und Schmelz (Abb. 4.3.41).

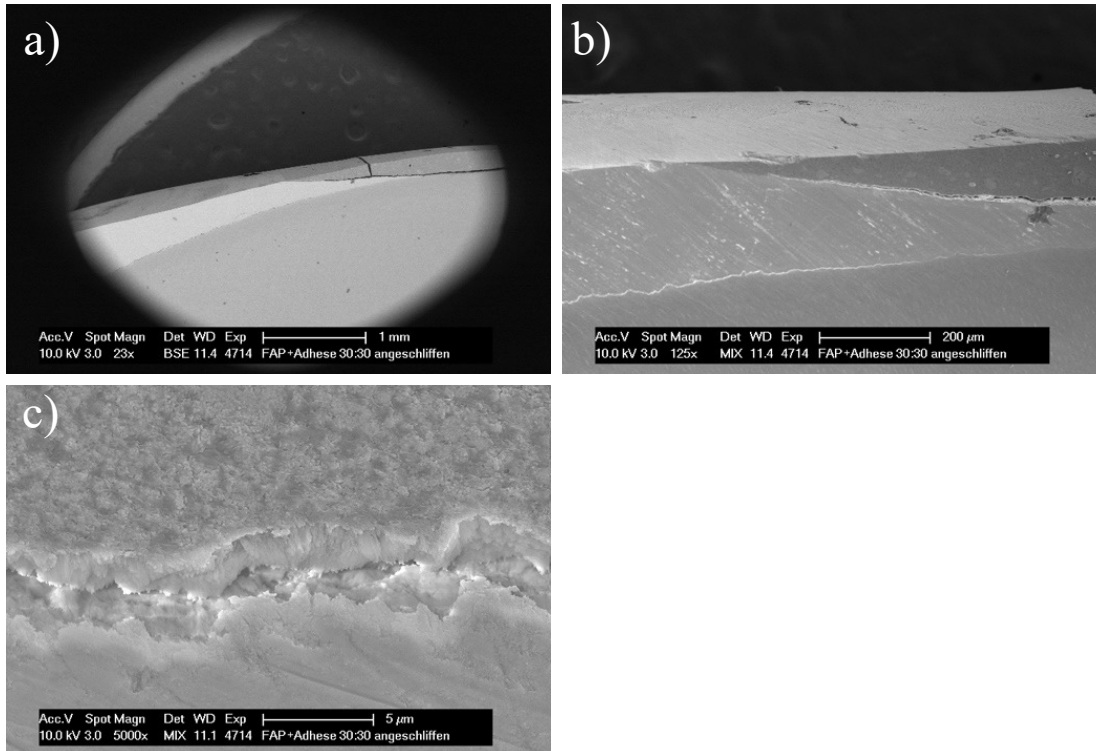


Abb.4.3.41: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + Adhese Universal mit präparierter Oberfläche. a) Materialriss und Spaltbildung zwischen AAP und Zahnhartsubstanz sind sichtbar. b) Erkennbar ist ein mangelnder Verbund zwischen AAP und Schmelz. c) Deutliche Spaltbildung der applizierten Paste und des Schmelzes.

FAP + Adhese Universal – längere Konditionierung

Wie auch in der präparierten Probe der AAP-Kombination FAP + A 2 kam es nach der thermischen Wechselbelastung zum Ablösen des Materials von der Zahnhartsubstanz. Die mikroskopische Untersuchung ergibt einen Verbund des Materials zum Schmelz, wohingegen der Verbund zum Dentin vollständig gelöst ist (Abb. 4.3.43).

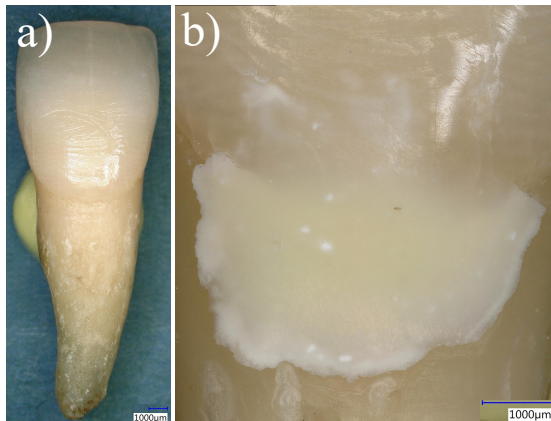


Abb.4.3.42: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal 30 mg: 30 mg mit längerer Konditionierung vor der thermischen Wechselbelastung. a) Präparat vor der Applikation der Paste. b) Applizierte AAP nach der Politur. Glatte, aber poröse Oberfläche. Optisch guter Verbund, aber Ablösen der Ränder des Materials. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 100fach (b).

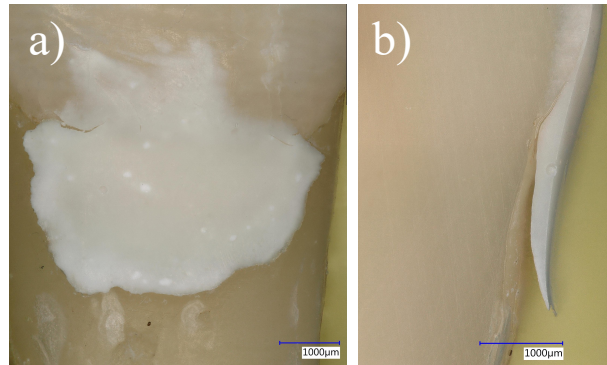


Abb.4.3.43: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination FAP + Adhese Universal 30 mg: 30 mg mit längerer Konditionierung nach der thermischen Wechselbelastung. a) Verlust des Verbundes zum Dentin. Adaptation der AAP zum Schmelz. b) In der Sagittalansicht wird ersichtlich, dass das applizierte Material zum Dentin vollständig gelöst ist und ein Verbund zum Schmelz besteht. Originalvergrößerungen: 100fach (a) + (b).

Die rasterelektronenmikroskopische Analyse ergibt, dass sich am Dentin eine dünne Schicht des applizierten Materials befindet, die, neben der Rissbildungen (Abb. 4.3.44a), intakt mit der Zahnhartsubstanz verbunden ist. Das Materialversagen manifestiert sich im Material selbst, wobei der Verbund zum Schmelz vollständig gelöst ist.

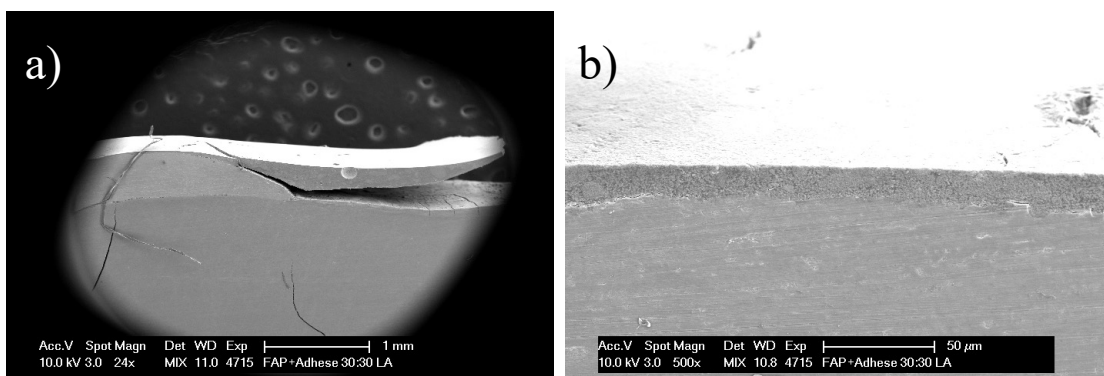


Abb.4.3.44: REM Aufnahmen der Grenzfläche FAP + Adhese Universal mit längerer Konditionierung. a) Spaltbildung zwischen AAP und Zahnhartsubstanz ist sichtbar. Verbund zum Dentin vollständig gelöst. b) Eine dünne Schicht des applizierten Materials ist im Verbund mit dem Dentin verblieben. Es liegt ein Materialversagen im Material selbst vor. An der Grenzfläche der AAP und des Dentins lassen sich Risse feststellen.

4.4 Versuchsreihe 4

HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal

Die mikroskopische Analyse mittels des hochauflösenden Digitalmikroskops ergab bei allen drei Präparaten eine Rissbildung im Material. Nach der Präparation der Zähne im Wurzeldentin und der Beschickung mit der Paste schien diese intakt zu sein. Erst nach der Politur konnten entsprechende Rissbildungen festgestellt werden, deren Vorhandensein zudem im Sagittalschnitt verdeutlicht wird.

In Abbildung 4.4.1c ist eine intakte Adaptation der AAP-Füllung mit der Zahnhartsubstanz Dentin erkennbar. Die applizierte Paste präsentiert sich als homogen und weist eine glatte Oberfläche auf, wobei jedoch mehrere Risse sichtbar sind. Die Sagittalansicht (Abb. 4.4.1e) zeigt, dass diese Risse das Material durchziehen, aber mikroskopisch betrachtet keine Reduktion des Verbundes zwischen AAP und Dentin zu verzeichnen ist.

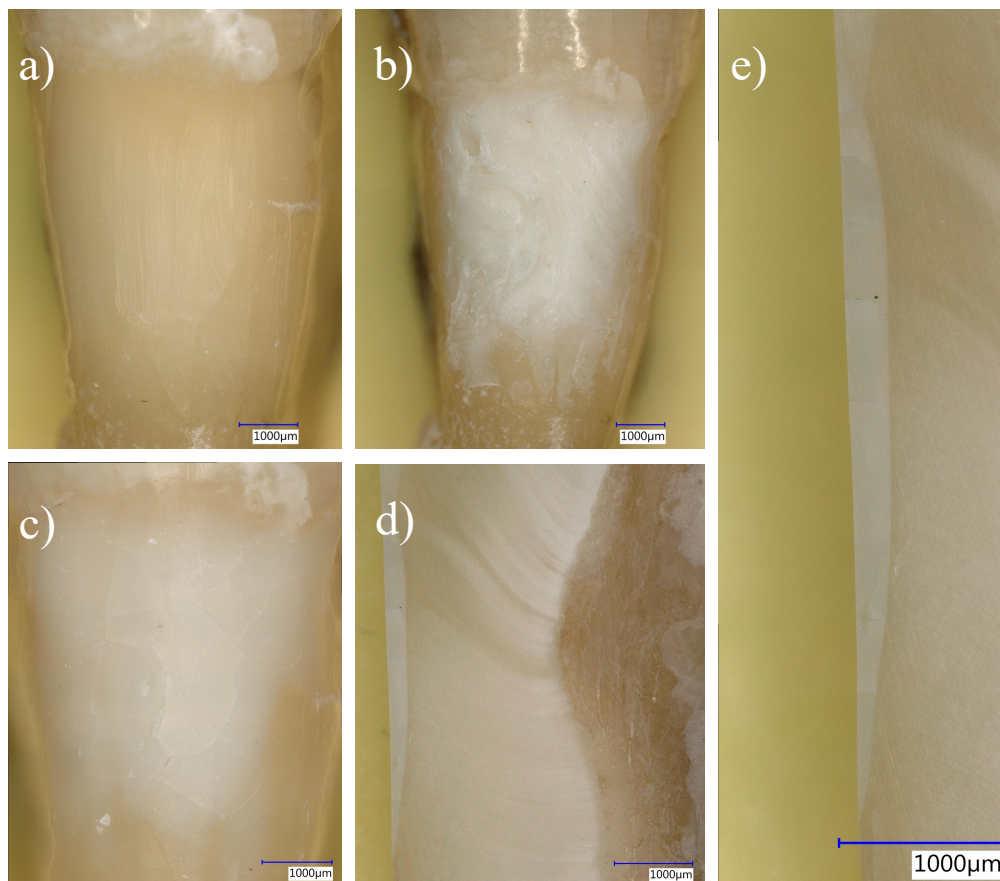


Abb. 4.4.1: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzeldentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche ist uneben, die Ränder des Materials stehen im Verbund mit der Zahnhartsubstanz. Ebenso ist keine Rissbildung zu erkennen. c) Applizierte AAP nach der Politur. Der Verbund zur Zahnhartsubstanz ist weiterhin gegeben, jedoch durchziehen mehrere Risse das Material. d) In der Sagittalansicht ist die Rissbildung deutlich erkennbar. e) Neben der verstärkten Rissbildung zeigt sich ein mikroskopisch erkennbarer Verbund zwischen applizierter AAP und des Dentin. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b), 100fach (c) + (d), 200fach (e).

Die nachfolgende Abbildung 4.4.2 veranschaulicht das zweite Präparat der AAP-Kombination HAP 1 + A 1. Auch in diesem Präparat manifestiert sich eine unebene Oberfläche vor der Politur, jedoch ist die AAP intakt und frei von Rissen. Nach der Politur treten Risse in Erscheinung, während die Randadaptation weiterhin intakt bleibt. Die durchgehende Rissbildung in der Sagittalansicht ist deutlich erkennbar, wobei der Verbund zwischen applizierter Paste und Dentin weiterhin spaltfrei bleibt.

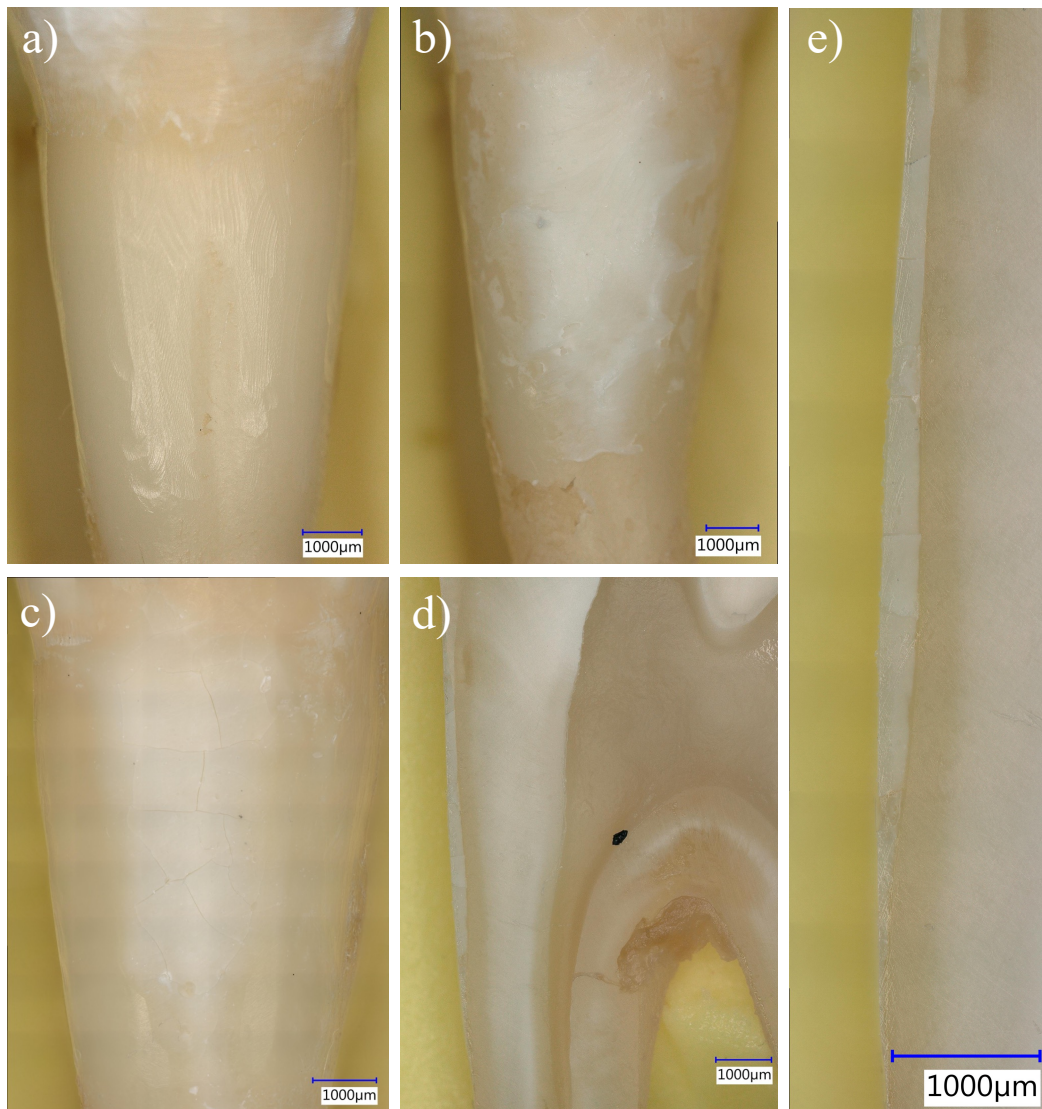


Abb.4.4.2: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzelndentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche ist uneben, eine intakte Randadaptation im Verbund mit der Zahnhartsubstanz ist ersichtlich. Ebenso ist keine Rissbildung zu erkennen. c) Applizierte AAP nach der Politur. Der Verbund zur Zahnhartsubstanz ist weiterhin gegeben, jedoch durchziehen mehrere Risse das Material. d) In der Sagittalansicht ist die Rissbildung deutlich erkennbar. e) Neben der verstärkten Rissbildung zeigt sich ein mikroskopisch erkennbarer Verbund zwischen applizierter AAP und des Dentins. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b), 100fach (c) + (d), 200fach (e).

Die dritte Probe der AAP-Kombination HAP 1 + OptiBond eXTRa Universal (Abb. 4.4.3) zeigt die gleichen Ergebnisse wie die der vorigen Proben. In Abbildung 4.4.3c ist eine verstärkte Rissbildung erkennbar, die sich in der Sagittalansicht in Abbildung 4.4.3e widerspiegelt. Es konnte ein spaltfreier, intakter Verbund zwischen der Adhäsivapatitpaste und Dentin festgestellt werden.

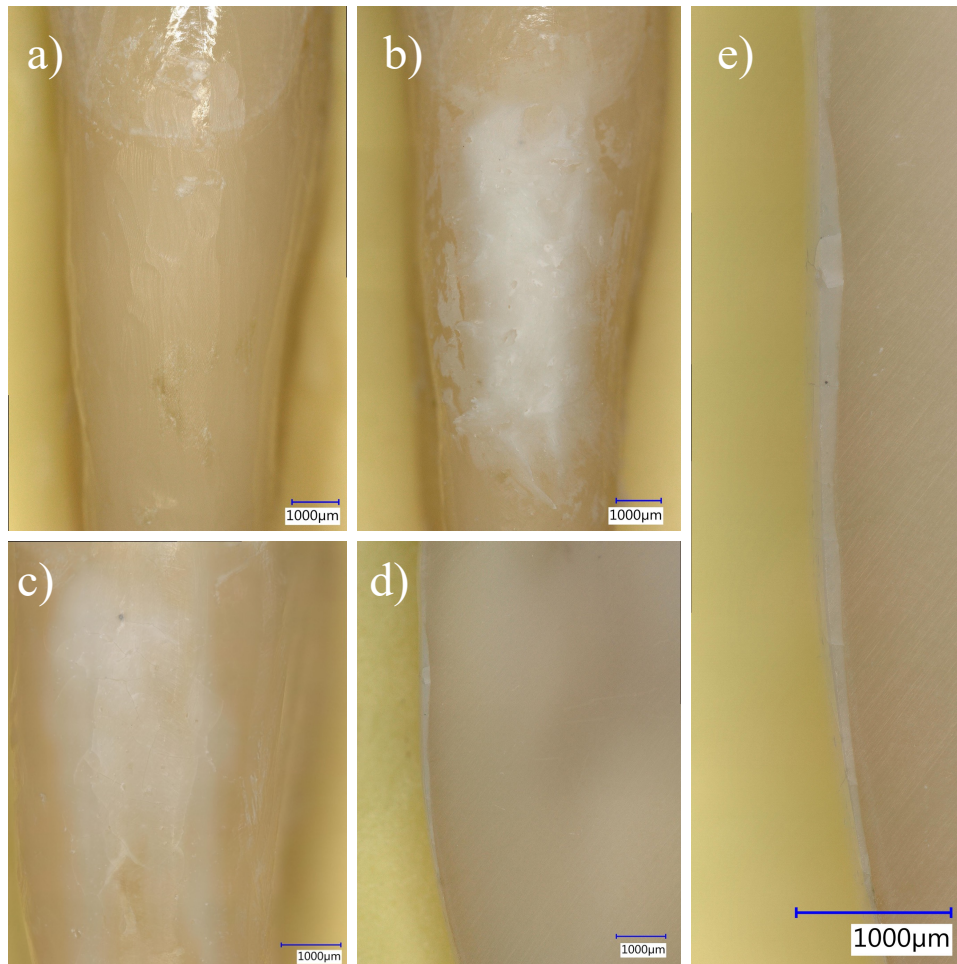


Abb.4.4.3: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + Opti-Bond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzelzementin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche des Materials weist Unebenheiten auf, wobei die Ränder des Materials verbunden sind, jedoch seitlich uneben auslaufen. Zudem ist keine Rissbildung erkennbar. c) Applizierte AAP nach der Politur. Der Verbund zur Zahnhartsubstanz ist weiterhin gegeben, jedoch durchziehen mehrere Risse das Material. d) In der Sagittalansicht ist die Rissbildung deutlich erkennbar. e) Neben der verstärkten Rissbildung zeigt sich ein mikroskopisch erkennbarer Verbund zwischen applizierter AAP und des Dentins. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b), 100fach (c) + (d), 200fach (e).

HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal

Im Rahmen der Erweiterung der Versuchsreihe zu den AAP-Kombinationen HAP 1 + A 1 wurde ebenso die Kombination HAP 2 + A 1 einer eingehenden Untersuchung unterzogen.

Die unpolierten Proben zeigten zunächst keine Anzeichen von Rissbildung. Erst nach dem Politurprozess treten Risse in Erscheinung. Zudem konnte die poröse Oberflächenbeschaffenheit durch die Politur nicht vollständig beseitigt werden.

Die Abbildung 4.4.4b zeigt im unpolierten Zustand sowohl Porositäten als auch das Ablösen der applizierten Paste vom Dentin. Nach der Politur sind zusätzlich Rissbildungen sichtbar, und der Verbund an den Rändern der AAP-Füllung ist gelöst. Die Sagittalansicht in Abbildung 4.4.4e zeigt Materialrisse, wobei der Verbund zum Dentin jedoch intakt zu sein scheint und kein Spalt zwischen AAP und Zahnhartsubstanz erkennbar ist.

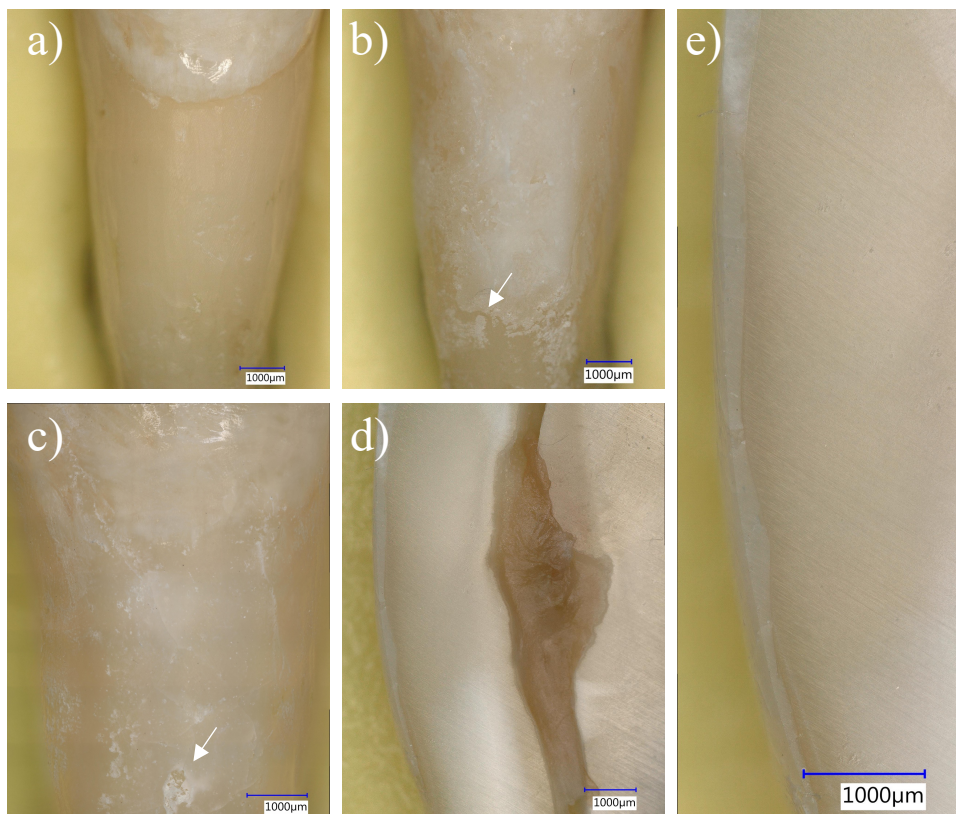


Abb.4.4.4: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + Opti-Bond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzel dentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche des Materials weist Porositäten auf und am Rand der applizierten Paste kommt es zu einem Lösen des Verbundes (Pfeil). Zudem ist keine Rissbildung erkennbar. c) Applizierte AAP nach der Politur. Die Oberflächenbeschaffenheit ist weiterhin porös. Es kam zu Rissbildung und die mit dem Pfeil markierte Stelle in (b) hat sich weiter gelöst. d) Die applizierte AAP liegt dem Dentin spaltfrei auf. e) Neben der verstärkten Rissbildung zeigt sich ein mikroskopisch erkennbarer Verbund zwischen applizierter AAP und des Dentins. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b), 100fach (c) + (d), 200fach (e).

Die nachfolgende Abbildung spiegelt die Ergebnisse der vorangegangenen Probe wider. In Abbildung 4.4.5c sind Materialrisse erkennbar. Die Oberflächenbeschaffenheit ist porös und in der Sagittalsicht (Abb. 4.4.5e) weist die applizierte AAP-Füllung horizontale sowie auch vertikale Rissbildungen auf. Der Verbund ist weiterhin mikroskopisch intakt.

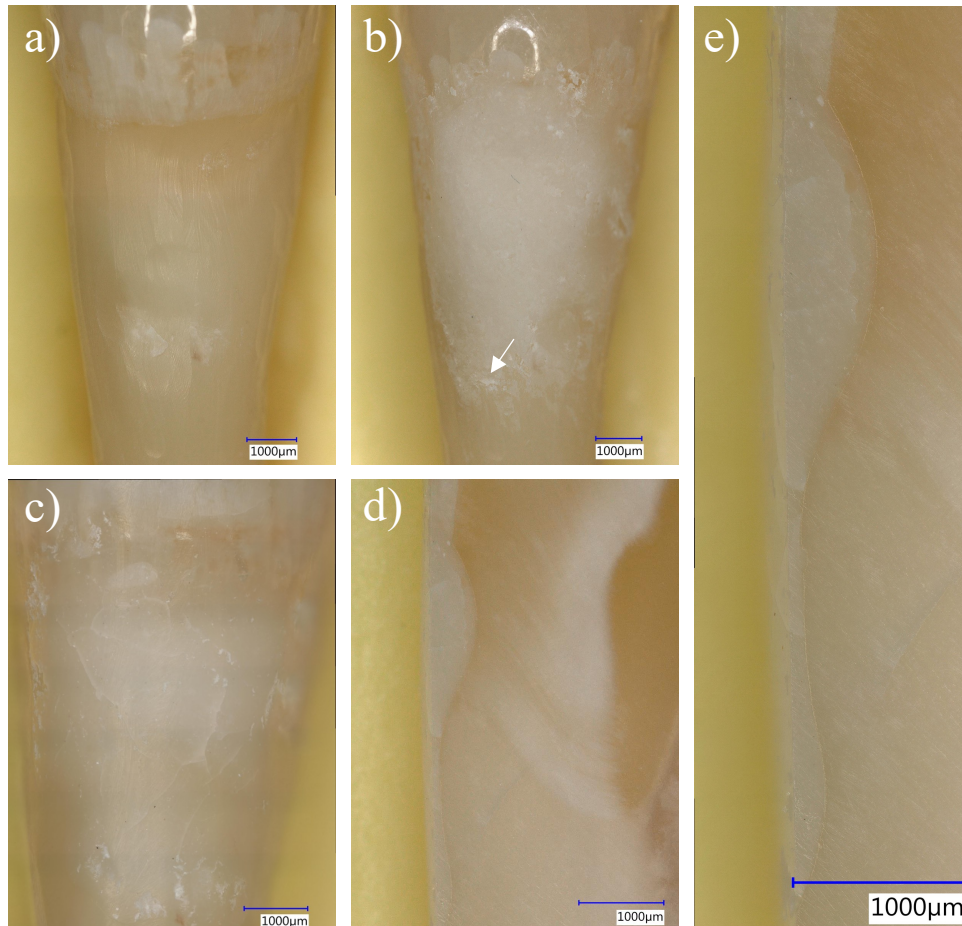


Abb.4.4.5: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + Opti-Bond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzeldentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche des Materials weist Porositäten auf und am Rand der applizierten Paste kommt es zu einem Lösen des Verbundes (Pfeil). Zudem ist keine Rissbildung erkennbar. c) Applizierte AAP nach der Politur. Die Oberflächenbeschaffenheit ist weiterhin porös. Zudem sind Materialrisse erkennbar. d) Die applizierte AAP-Füllung liegt dem Dentin spaltfrei auf. e) Vertikale und horizontale Materialrisse werden in der Sagittalan-sicht sichtbar. Mikroskopischer Verbund zwischen AAP und Dentin. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b), 100fach (c) + (d), 200fach (e).

In Abbildung 4.4.6 sind bereits in der unpolierten Ansicht der Proben Materialrisse und ein fehlender Verbund an den Rändern der applizierten Paste erkennbar. Nach dem Politurprozess tritt verstärkt ein Geflecht aus Rissen auf, während die Ränder einen intakten Verbund mit der Zahnhartsubstanz Dentin aufweisen (Abb. 4.4.6c). In der Sagittalansicht werden die durchgehenden Materialrisse deutlich. Zudem ist, soweit eine mikroskopische Beurteilung möglich ist, der Verbund zwischen AAP und Dentin nicht beeinträchtigt.

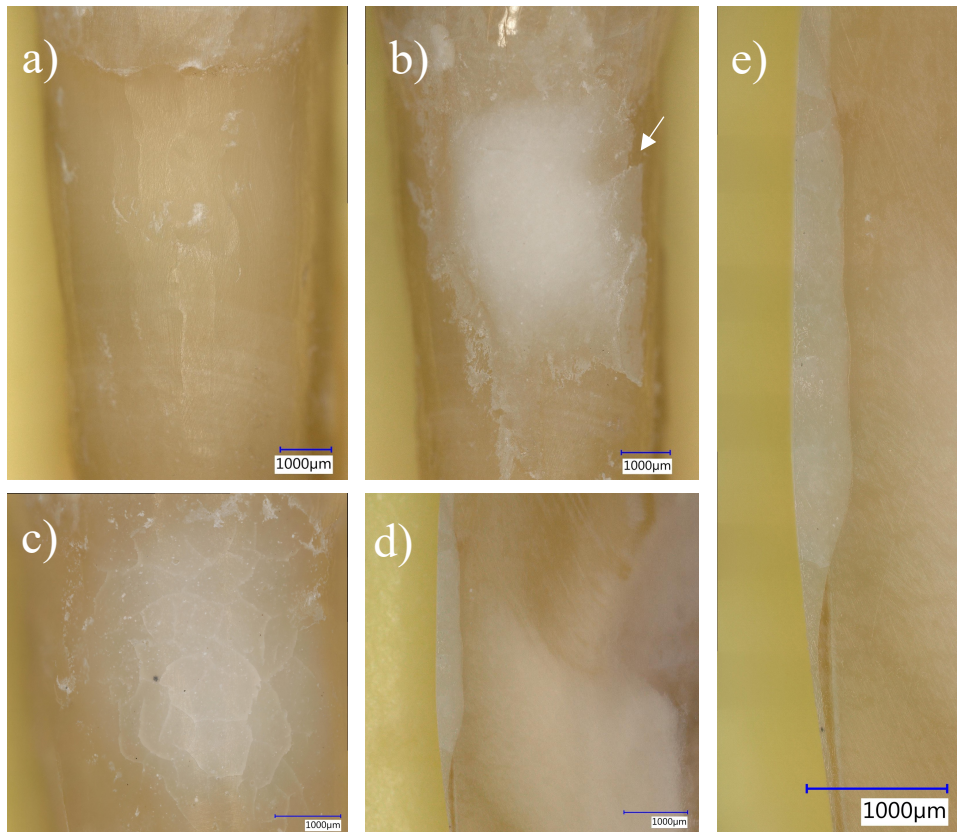


Abb.4.4.6: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + Opti-Bond eXTRa Universal 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzelentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche des Materials weist Porositäten auf und am Rand der applizierten Paste kommt es zu einem Lösen des Verbundes (Pfeil). Zudem ist eine deutliche Rissbildung erkennbar. c) Applizierte AAP nach der Politur. Die Oberflächenbeschaffenheit ist weiterhin porös. Es kam zu einer verstärkten Rissbildung. d) Die applizierte Paste liegt dem Dentin spaltfrei auf. e) Neben der verstärkten Rissbildung zeigt sich ein mikroskopisch erkennbarer Verbund zwischen applizierter AAP und des Dentins. Originalvergrößerungen: 50fach (a) + (b), 100fach (c) + (d), 200fach (e).

4.5 Versuchsreihe 5

HAP 2 + OptiBond eXTRa Universal 10 mg: 30 mg

Bei der mikroskopischen Betrachtung der AAP-Kombination HAP 2 + A 1 und dem Mischungsverhältnis 10 mg Apatit sowie 30 mg Adhäsiv kam es, im Vergleich der Proben des Mischungsverhältnisses 30 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv, zu keiner Rissbildung. Die Oberflächenbeschaffenheit zeigt sich homogen und glatt, jedoch weiterhin porös.

Auch nach der Politur ist keine Rissbildung erkennbar, jedoch weist die Oberflächenbeschaffenheit Porositäten auf (Abb. 4.5.1c). An der Grenzfläche von AAP und Schmelz ist keine Spaltbildung nachweisbar. Ebenso wirkt der Verbund zwischen der AAP-Kombination HAP 2 und A 1 mit dem Dentin intakt (Abb. 4.5.1e).

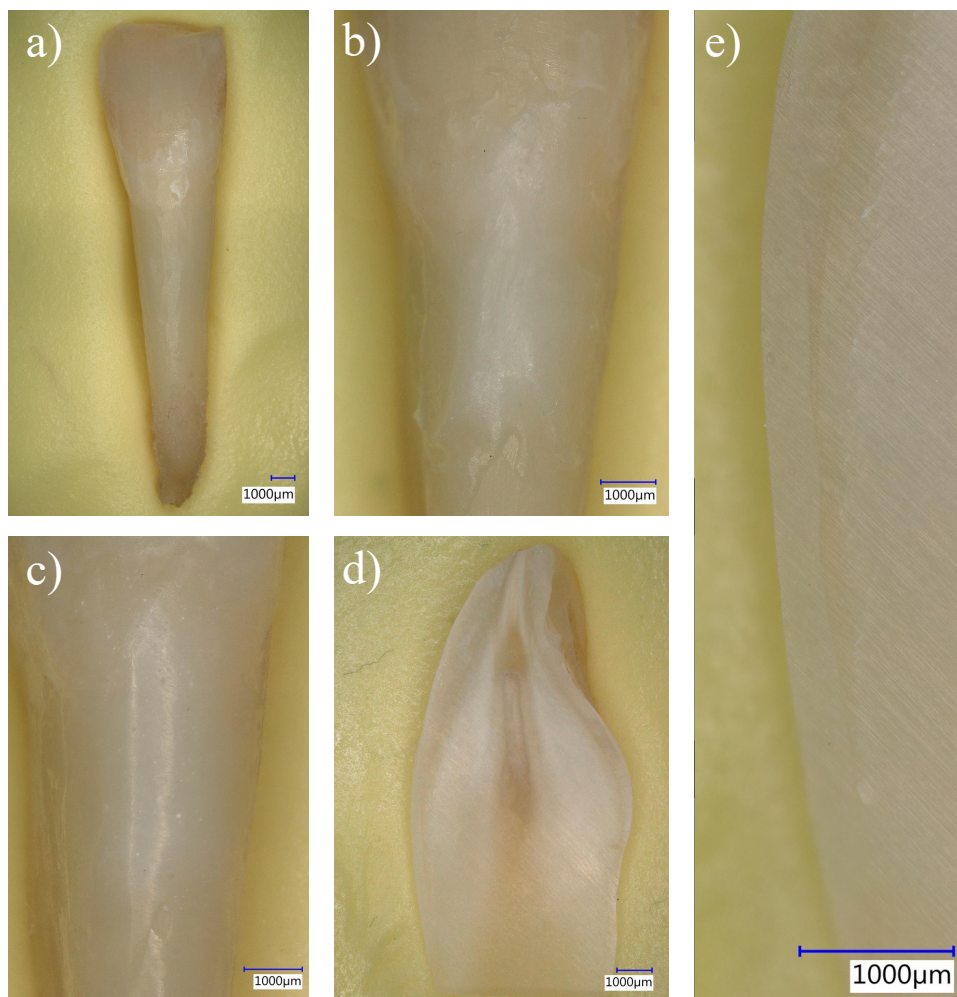


Abb.4.5.1: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + Opti-Bond eXTRa Universal 10 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzeldentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche erscheint homogen und glatt. c) Applizierte AAP nach der Politur. Die Oberflächenbeschaffenheit ist glatt, jedoch porös. d) Die applizierte AAP-Füllung liegt dem Schmelz sowie Dentin spaltfrei auf. e) In der höheren Vergrößerung zeigt sich ein intakter Verbund zwischen AAP und den Zahnhartsubstanzen Schmelz und Dentin. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 50fach (b) + (c) + (d), 200fach (e).

Die zweite Probe dieser Versuchsreihe zeigt die Ergebnisse der vorigen Probe. Die unpolierte Probe weist eine homogene sowie glatte Oberfläche der applizierten Paste auf (Abb. 4.5.2b), während nach der Politur Porositäten zu Vorschein kommen (Abb. 4.5.2c). In der Oberflächenansicht sowie in der Sagittalansicht ist ein spaltfreier Verbund zwischen applizierter Paste zu Dentin und Schmelz zu erkennen (Abb. 4.5.2e).

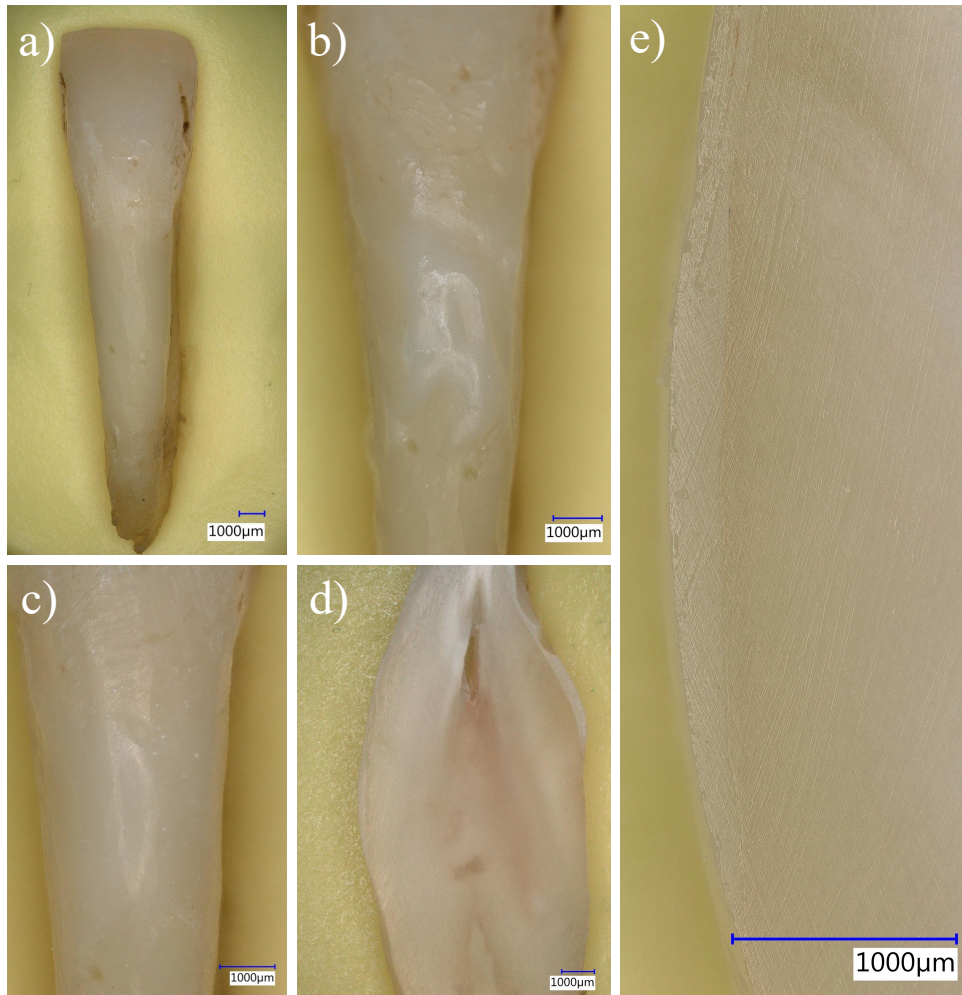


Abb.4.5.2: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 2 + Opti-Bond eXTRa Universal 10 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzeldentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche erscheint homogen und glatt. c) Applizierte AAP nach der Politur. Die Oberflächenbeschaffenheit ist glatt, jedoch porös. d) Die applizierte AAP-Füllung liegt dem Schmelz sowie Dentin spaltfrei auf. e) In der höheren Vergrößerung zeigt sich ein intakter Verbund zwischen AAP und den Zahnhartsubstanzen Schmelz und Dentin. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 50fach (b) + (c) + (d), 200fach (e).

HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick 30 mg: 30 mg

Beide Proben dieser Pastenkombination zeigen übereinstimmende Resultate. Die Untersuchung ergibt nach der Politur eine glatte und homogene Oberflächenbeschaffenheit. In der Frontalan-
sicht laufen die Ränder der applizierten Paste dünn aus und ein Ablösen der Ränder ist nicht
festzustellen. Auch eine Rissbildung des Materials ist nicht nachweisbar. Erst in der Sagittalan-
sicht wird die entstandene Spaltbildung zwischen der AAP und Dentin sichtbar. Der Verbund
zum Schmelz ist intakt (Abb. 4.5.3e).

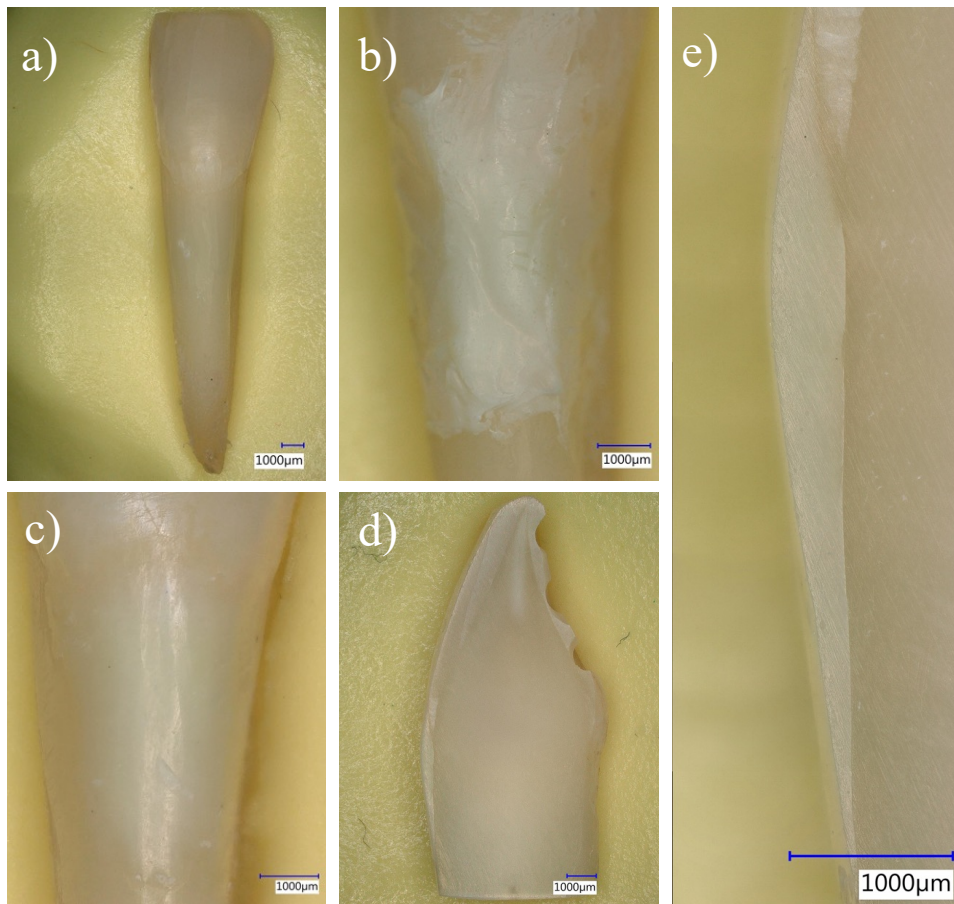


Abb.4.5.3: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzeldentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche erscheint homogen. Aufgrund der Viskosität der Paste ist kein gleichmäßiges Adaptieren möglich. c) Applizierte AAP nach der Politur. Die Oberflächenbeschaffenheit ist glatt ohne Ablösen der Ränder von Schmelz und Dentin. d) In dieser Vergrößerung ist keine Spaltbildung zwischen applizierter AAP und der Zahnhartsubstanz erkennbar. e) In der höheren Vergrößerung zeigt sich ein intakter Verbund zwischen AAP und Schmelz. Der Verbund zum Dentin ist jedoch gelöst und die Spaltbildung ist ersichtlich. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 50fach (b) + (c) + (d), 200fach (e).

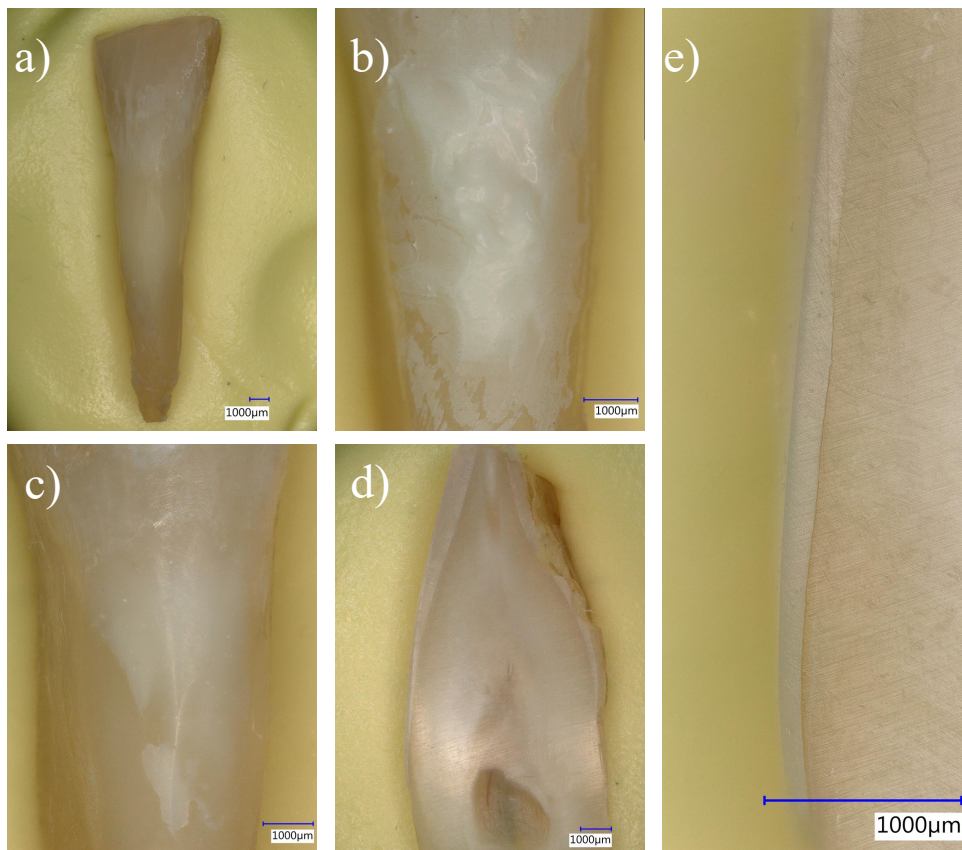


Abb.4.5.4: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzeldentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche erscheint homogen. Aufgrund der Viskosität der Paste ist kein gleichmäßiges Adaptieren möglich. c) Applizierte AAP nach der Politur. Die Oberflächenbeschaffenheit ist glatt ohne Ablösen der Ränder von Schmelz und Dentin. d) In dieser Vergrößerung ist keine Spaltbildung zwischen applizierter AAP und der Zahnhartsubstanz erkennbar. e) In der höheren Vergrößerung zeigt sich ein intakter Verbund zwischen AAP und Schmelz. Der Verbund zum Dentin ist jedoch gelöst und die Spaltbildung ist ersichtlich. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 50fach (b) + (c) + (d), 200fach (e).

HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick 20 mg: 30 mg

Die Analyse des Mischungsverhältnisses 20 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv der AAP-Kombination HAP 1 und A 3 zeigt, dass die Oberfläche nach der Politur glatt und homogen erscheint. Eine Rissbildung ist nicht festzustellen (Abb. 4.5.5c). Der Verbund zum Schmelz ist gegeben, jedoch löst sich dieser am Rand der applizierten Paste vom Dentin. In der Sagittalan-sicht wird der fehlende Verbund zwischen AAP und Dentin bestätigt. Abbildung 4.5.5e verdeutlicht die Spaltbildung im Bereich des Dentins.

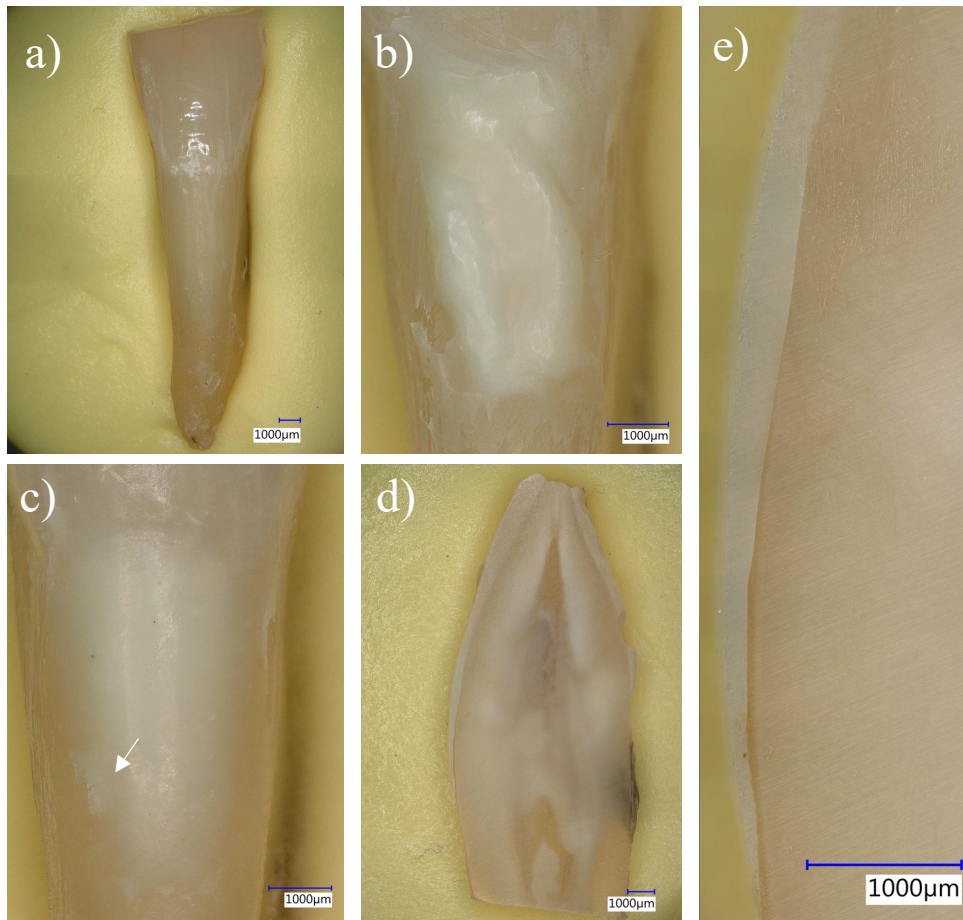


Abb.4.5.5: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick 30 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzeldentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche erscheint homogen. Aufgrund der Viskosität der Paste ist kein gleichmäßiges Adaptieren möglich. c) Applizierte AAP nach der Politur. Die Oberflächenbeschaffenheit ist glatt. Ein Ablösen der Ränder im Bereich des Dentins (Pfeil) ist sichtbar. Der Verbund zum Schmelz jedoch erscheint intakt. d) In dieser Vergrößerung ist keine Spaltbildung zwischen applizierter AAP und der Zahnhartsubstanz erkennbar. e) In der höheren Vergrößerung zeigt sich ein intakter Verbund zwischen AAP und Schmelz. Der Verbund zum Dentin ist jedoch gelöst und die Spaltbildung ist ersichtlich. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 50fach (b) + (c) + (d), 200fach (e).

Auch die zweite Probe zeigt die Ergebnisse der vorigen Probe. So zeigt sich die Oberfläche nach der Politur glatt und homogen. In der Oberflächenaufsicht scheint der Verbund zum Schmelz intakt zu sein, zum Dentin hingegen sind gelöste Ränder zu erkennen (Abb. 4.5.6c). Die Sagittalansicht verdeutlicht den Verbund zum Schmelz und im Dentin ist eine Spaltbildung erkennbar (Abb. 4.5.6e). Wie auch in der vorherigen Probe ist bei diesem Präparat keine Rissbildung festzustellen.

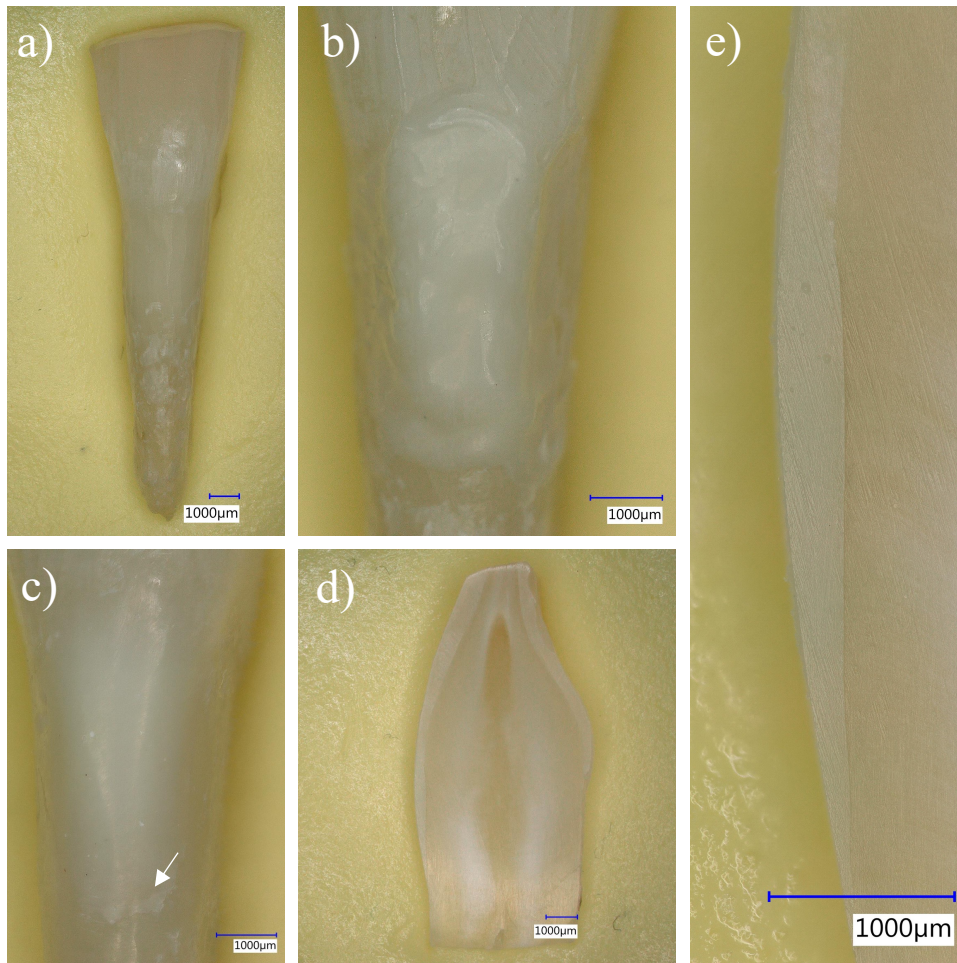


Abb.4.5.6: Digitalmikroskopische Aufnahmen der AAP-Kombination HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick 20 mg: 30 mg. a) Präparat vor der Applikation der Paste. Erkennbar ist das präparierte Wurzeldentin. b) Applizierte AAP vor der Politur. Die Oberfläche erscheint homogen. Aufgrund der Viskosität der Paste ist kein gleichmäßiges Adaptieren möglich. c) Applizierte AAP nach der Politur. Die Oberflächenbeschaffenheit ist glatt. Ein Ablösen der Ränder im Bereich des Dentins (Pfeil) ist sichtbar. Der Verbund zum Schmelz jedoch erscheint intakt. d) In dieser Vergrößerung ist keine Spaltbildung zwischen applizierter AAP und der Zahnhartsubstanz erkennbar. e) In der höheren Vergrößerung zeigt sich ein intakter Verbund zwischen AAP und Schmelz. Der Verbund zum Dentin ist jedoch gelöst und die Spaltbildung ist ersichtlich. Originalvergrößerungen: 20fach (a), 50fach (b) + (c) + (d), 200fach (e).

5 Diskussion

5.1 Material und Methoden

5.1.1 Prüfkörper

Ausgehend von früheren Untersuchungen (Barth, 2023; Hennrich, 2021) wurden deren Ergebnisse für diese Versuchsreihe ausgewertet und vertieft. Die besten Ergebnisse wurden erneut an humanen Frontzähnen, Prämolaren sowie Molaren getestet und analysiert.

Dafür wurden ausschließlich humane Zähne verwendet, welche von Rezessionen betroffen waren. Wie die Untersuchungen von Carli (2011) zeigten, lassen sich signifikante Einflüsse der Lagerungsmedien auf die extrahierten Zähne feststellen. Daher wurden die Zähne in Vorbereitung der Versuchsreihen in lichtundurchlässigen Gläsern mit einer 0,1%igen Thymol-Lösung bei 4°C gelagert. Vor der Prüfkörperherstellung wurden die Zähne für mindestens 24 h in destilliertem Wasser umgelagert. Von entscheidender Bedeutung für den Verbund zu den Adhäsivapatitpasten kann das Lagerungsmedium der extrahierten Zähne sein. Es wird angenommen, dass die Lagerung in einer Thymol-Lösung die geringsten Auswirkungen auf den anorganischen und organischen Gehalt des Dentins hat, dies konnte jedoch die Studie von Goods et al. (1991) widerlegen. In den ersten 2 Tagen nach der Extraktion steigt die Dentinpermeabilität an den in Thymol eingelegten extrahierten Zähnen an, und lässt nach 1-3 Wochen wieder nach. Aufgrund der Aufbewahrung der extrahierten Zähne in unterschiedlichen Zahnarztpraxen ließ sich der genaue Zeitraum zwischen Extraktion und Lagerung in der Thymol-Lösung nicht eindeutig bestimmen. Jedoch wurden die extrahierten Zähne vor der Untersuchung in weitere 0,1%ige Thymol-Lösungen umgelagert und verweilten dort insgesamt länger als 3 Wochen. Daher ist davon auszugehen, dass sich die Dentinpermeabilität stabilisiert hat und die möglichen Dentinveränderungen nicht mehr aufgetreten sind.

Um die Schnittflächen der Prüfkörper darzustellen, wurden die Zähne sagittal angeschliffen. Da dieser Vorgang manuell an einem Poliermotor erfolgte, ist nicht auszuschließen, dass es während des Vorganges, aufgrund von unterschiedlichen manuellen Druckverhältnissen, auch zu Scherkräften auf die Verbundzone von AAP und Zahn und daraus resultierend zum Ablösen der Adhäsivapatitpasten vom Prüfkörper kam.

5.1.2 Konditionierung

Im Vergleich zu den Etch-and-Rinse-Adhäsiven, deren Wirkmechanismus auf der Entfernung von Calcium und somit die Freilegung des Kollagennetzwerkes (Perdigão & Swift, 2015) für einen mikromechanischen Verbund beruht, ist bei den selbstätzenden Universaladhäsiven durch funktionelle Monomere eine chemische Interaktion mit den Zahnhartsubstanzen gegeben. Die funktionellen Monomere bewirken das Herauslösen von Hydroxylapatit, die Entfernung des Smearlayers und eine gesteigerte Monomerinfiltration in die Zahnhartsubstanz. Ein signifikanter Vorteil der selbstätzenden Universaladhäsivsystemen besteht darin, dass der Anwender die Entscheidung treffen kann, ob eine Etch-and-Rinse, Self-Etch oder eine selektive Schmelzätzung durchgeführt werden soll (Carrilho et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2010).

Obwohl die Universal-Adhäsivsysteme eine gesteigerte Popularität erfahren, lässt sich nach wie vor ein stabilerer Verbund zwischen appliziertem Material und der Zahnhartsubstanz erzielen, wenn eine Konditionierung mit 37,5%iger Phosphorsäure vorausgeht. Während sich der Verbund zwischen appliziertem Material und Schmelz als standhaft erweist, ist der Verbund zum Dentin nach wie vor komplizierter. Nakabayashi et al. (1982) zeigte, dass sich eine Hybridschicht am konditionierten Dentin formiert. Bestehend aus freigelegten Kollagenfibrillen infiltriert das Bonding und führt zu einem stabileren Verbund. Während es bei der Konditionierung mit Phosphorsäure zu einer Demineralisationstiefe des Dentins von 5-8 µm kommt (Pashley et al., 2011), ist die Interaktionstiefe der Self-Etch-Adhäsive 1-2 µm (Van Meerbeek et al., 2011). Durch die gesteigerte Freilegungstiefe der Kollagenfibrillen ist besonders zum sklerotisierten Dentin die Interaktionszone zwischen Dentin und appliziertem Material vergrößert.

Zudem zeigt die Studie von Hong et al. (2021), dass es bei der Konditionierung des Schmelzes und des Dentins mit Phosphorsäure zu höheren Retentionsraten und besserer Randadaptation sowie weniger Randverfärbungen kommt. Allerdings ist kein signifikanter Unterschied in der Bildung von Sekundärkaries und postinterventionellen Sensibilitäten zwischen Etch-and-Rinse und Self-Etch-Adhäsiven erkennbar (Hong et al., 2021). Zudem wurde in den Untersuchungen von Shafei et al. (2019) festgestellt, dass sich die Haftung und der Verbund zwischen Zahnhartsubstanz und Universaladhäsiv signifikant verbessern, wenn die Oberfläche zuvor mit Phosphorsäure konditioniert wurde. Cuevas-Suárez et al. (2019) verglich das Etch-and-Rinse-Verfahren sowie das Self-Etch-Verfahren in Bezug zu unterschiedlichen Universal-Adhäsivsystemen und teilte diese nach ihrem pH-Wert ein. Bei den Adhäsiven mit dem milderen pH-Wert wurde im Verbund zum Dentin kein signifikanter Unterschied zwischen Etch-and-Rinse- und Self-Etch-Technik festgestellt. Bei den Adhäsiven mit dem mittelstarken pH-Wert wurde

hingegen die Haftfestigkeit am Dentin verbessert. Die Haftfestigkeit zum Schmelz zeigte keinen signifikanten Unterschied in Bezug zum pH-Wert der Universaladhäsive. Der Verbund erwies sich jedoch als stabiler, wenn eine Konditionierung mit Phosphorsäure vorausging.

Basierend auf der Hypothese, dass eine verlängerte Konditionierung die Penetrationstiefe erhöht (Dörfer et al., 2000), folglich das sklerosierte Dentin entfernt sowie das kollagene Netzwerk freigelegt wird, wurde im Verlauf der Versuchsreihen die Ätzzeit von 15 s auf 30 s verlängert.

5.1.3 Adhäsiv

In Anlehnung an die Vorgängerstudie (Barth, 2023) wurden die Universaladhäsive OptiBond eXTRa Universal, Adhese Universal sowie Clearfil Universal Bond Quick verwendet. Neben dem Etch-and-Rinse-Verfahren wurden zudem die Universaladhäsive auf der angeschliffenen Zahnoberfläche im Bereich der vormaligen Rezession appliziert. Die Universaladhäsive Adhese Universal und Clearfil Universal Bond Quick werden in einem Ein-Flaschensystem verwendet. Von Adhese Universal und Clearfil Universal Bond Quick abzugrenzen ist OptiBond eXTRa Universal. OptiBond eXTRa Universal arbeitet mit einem Zwei-Flaschensystem. Primer und Adhäsiv werden separat appliziert. Die Studie von Frankenberger & Tay (2005) zeigt, dass ein signifikanter Unterschied vorliegt, wenn ein getrenntes Auftragen von Primer und Adhäsiv, unabhängig vom Etch-and-Rinse- oder Self-Etch-Verfahren vorliegt.

OptiBond eXTRa Universal weist einen sauren pH von 1,6 – 1,8 auf, während Adhese Universal mit 2,8 und Clearfil Universal Bond Quick mit 2,3 milder formuliert sind. Diese pH-Werte sind von entscheidender Bedeutung für die Haftkraft der Universaladhäsive. Studien von Cuevas-Suárez et al. (2019) und Papadogiannis et al. (2019) zeigen, dass es einen signifikanten Zusammenhang zwischen Haftfestigkeit von Universaladhäsiven zum Dentin und deren pH-Wert gibt. Dabei wurden Adhese Universal und Clearfil Bond Quick als mild eingestuft, während OptiBond eXTRa Universal mit einem pH-Wert von 1,6-1,8 als mittelmäßig stark klassifiziert werden kann.

Neben der Abhängigkeit der Haftfestigkeit vom pH-Wert ist ebenfalls die Infiltrationstiefe des Adhäsivs in die Zahnhartsubstanz abhängig vom pH-Wert. Bei den Adhäsiven mit dem milderen pH-Wert beträgt die Interaktionstiefe etwa 1 µm und bei den Adhäsivsystemen mit dem mittelstarken pH-Wert zwischen 1 und 2 µm (Van Meerbeek et al., 2011). In dieser Interaktionszone des demineralisierten Dentins kommt es zu einem Herauslösen des Hydroxylapatits (Pashley et al., 2011). Der Mechanismus der Haftung des Dentins zum Adhäsiv beruht auf dem

Austausch des Hydroxylapatits mit den Monomeren des Adhäsivs. Wird jedoch der komplette Hydroxylapatit herausgelöst, erweist sich die chemische Interaktion zwischen appliziertem Material und Dentin schwieriger (Van Meerbeek et al., 2003).

Die in dieser Versuchsreihe verwendeten Universaladhäsive enthalten das Monomer HEMA (2-Hydroxyethylenmethacrylat). HEMA ist ein wasserlösliches Methacrylatmonomer, welches einen positiven Einfluss auf die Haftfestigkeit zu Dentin aufweist. Aufgrund seiner Hydrophilie verbessert es die Mischbarkeit hydrophober und hydrophiler Komponenten und kann leicht in das demineralisierte Kollagennetzwerk infiltrieren. Nachteilig jedoch ist, dass das Monomer aufgrund seines geringen Molekulargewichts einen erhöhten Polymerisationsstress aufweist. Dies resultiert in stärkere Volumenkontraktionen. Gemäß Soares et al. (2017) korreliert das Molekulargewicht mit dem Ausmaß der Volumenkontraktionen.

Das in Clearfil Universal Bond Quick und Adhese Universal enthaltene funktionelle Monomer 10-MDP (10-Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphat) stellt einen stabilen und dauerhaften Verbund zur Zahnhartsubstanz her (Brkanović et al., 2023; Papadogiannis et al., 2019), schützt das Kollagennetzwerk und bildet über Ionenbindungen wasserunlösliche MDP-Calciumsalze aus (Carrilho et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2010). 10-MDP bindet elektrostatisch an das verbliebene Hydroxylapatit im Kollagen des Dentins und bildet so über MDP-Calciumsalze eine Nanoschichtstruktur aus (Yoshihara et al., 2011). Studien haben gezeigt, dass MDP aufgrund der geringeren Empfindlichkeit gegenüber der Feuchtigkeit eine wasserstabile Grenzfläche ausbildet, die für eine langlebige Haftung sorgt (Yoshida et al., 2012).

Zudem enthalten OptiBond eXTRa Universal und Clearfil Universal Bond Quick Fluoride. Aufgrund der Tatsache, dass Fluoride zur Remineralisierung beitragen und antikariogene sowie antibakterielle Eigenschaften aufweisen (Aoun et al., 2018), können fluoridhaltige Adhäsive die Demineralisierung der Zahnhartsubstanz und somit die Entwicklung von Sekundärkaries minimieren (Alsaadawi et al., 2023).

In dem Universaladhäsiv Adhese Universal sowie Clearfil Universal Bond Quick ist zudem Bis-GMA enthalten. Bis-GMA reduziert die Polymerisationsschrumpfung, erhöht die Reaktivität des Adhäsivs (Chen et al., 2012) und sorgt für Festigkeit und Stabilität im Polymernetzwerk. Hydrophobe aliphatische Dimethacrylate erhöhen die Elastizität und verbessern die Vernetzung zum hydrophoben Kunststoff (Papadogiannis et al., 2019).

5.1.4 Apatit

In der vorliegenden Versuchsreihe wurden die aus den Vorgängerstudien (Barth, 2023; Hennrich, 2021) verwendeten Apatite übernommen und an rezessionsbedingt freiliegenden Wurzeloberflächen getestet. Die Apatite, die in dieser Versuchsreihe zum Einsatz kamen, sind in Pulverform vorliegend und unterscheiden sich in ihrer Morphologie. In der 1:1 Kombination aus Apatit und Adhäsiv liegen die Nanopartikel homogen in der Paste verteilt vor, während sich in den Mischungsverhältnissen niedriger Viskosität Konglomerate aus Apatitpartikeln zeigen. FAP weist eine stäbchenförmige Struktur auf und hat laut Herstellerangaben eine Länge von etwa 320 nm. HAP 1 hingegen weist eine sphärische, pseudokristalline Struktur mit einer Partikelgröße von < 200 nm auf. HAP 2 zeigt eine amorphe Struktur und hat nach Angaben von Barth (2023) eine Variation der Größe von unter 100 nm bis hin zu Agglomeraten mit einer Größe von 10 µm.

Der Ansatz der Herstellung von Nanopartikeln besteht darin, das fehlende Hydroxylapatit des demineralisierten Dentins mit synthetisch hergestelltem Hydroxylapatit zu remineralisieren. Darüber hinaus wurde nachgewiesen, dass die Nanopartikel in die Dentintubuli eindringen und diese verschließen können (Earl et al., 2009). In einer weiteren Studie wurde die künstliche Wiederherstellung von Kristallisationskeimen im Kollagen und das Eindringen von Nanopartikeln erforscht, um einen Mineralisierungsprozess zu induzieren (Besinis et al., 2014). Die Untersuchung ergab eine Remineralisierung des vollständig demineralisierten Dentins unter Verwendung von Hydroxylapatit. Zudem konnten in den Untersuchungen von Tay & Pashley (2009) eine Remineralisierung sowohl intra- als auch interfibrillär von 5 µm demineralisierten Dentins erreicht werden.

Neben Hydroxylapatit konnte auch das Fluorapatit eine Remineralisierungsfunktion aufweisen. In Hinblick auf die Rezessionen können Dentinüberempfindlichkeiten auftreten, welche durch Fluorapatit reduziert werden können. Zudem wurde in der Studie von Wiglusz et al. (2023) dargelegt, dass Fluorapatit zudem eine okklusive Wirkung aufweisen kann, was zu einem Verschluss der Dentintubuli führt.

5.1.5 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Um den Verbund zwischen applizierter Paste und der Zahnhartsubstanz mit den Studien der Vorgängerstudien (Barth, 2023; Hennrich, 2021) vergleichen zu können, wurde auch in dieser Versuchsreihe das Rasterelektronenmikroskop (REM) zur Analyse der Haftmechanismen von applizierter Paste und Zahnhartsubstanz gewählt. Hochauflösende Oberflächenbilder mit einer präzisen Tiefenschärfe ermöglichen eine detaillierte Analyse der Strukturen auf mikroskopischer Ebene. Durch eine bis zu 20.000-fache Vergrößerung in der vorliegenden Studie ist die Elektronenmikroskopie eine unverzichtbare Methode, um Nanopartikel zu betrachten. Somit kann das Präparat präzise begutachtet und mit verschiedenen Modi SE, BSE und MIX analysiert werden.

5.1.6 Hochauflösende Digitalmikroskopie

Ein Vorteil des hochauflösenden Mikroskops Keyence VHX 5000 ist die direkte Betrachtung der applizierten Füllungen aus AAP, ohne die Zähne vorher einer längeren Trocknungszeit auszusetzen. Somit können trocknungsbedingte Rissbildungen verringert werden, wobei es subjektiv betrachtet, während der Aufnahmen bereits zu Rissbildungen kam.

5.1.7 Thermocycling

In-vitro Untersuchungen dentaler Materialien hinsichtlich ihrer Tauglichkeit in der Mundhöhle bedürfen einer thermischen Wechselbelastung, die als unabdingbare Methode in der Zahnmedizin zu betrachten ist (Morresi et al., 2014). Der thermische Prozess simuliert die Wechselbelastung von heißen und kalten Nahrungsmitteln in der Mundhöhle (Cenci et al., 2008). Obwohl die Simulation der thermischen Zyklen die Bedingungen der Mundhöhlen nicht exakt nachahmen kann, ermöglicht sie dennoch die Simulation einer physiologischen Alterung. Infolgedessen kann der Verbund zwischen applizierter AAP und der Zahnhartsubstanz im Durchlauf des Thermocyclings eine künstliche Alterung imitieren. Demzufolge ist es möglich, dass 10.000 Zyklen des Thermocyclings das Material in vivo etwa um ein Jahr altern lassen (De Munck et al., 2005). Die in dieser Versuchsreihe ausgewählten 3.000 Zyklen der thermischen Wechselbelastung entsprechen somit einer in vivo Belastungszeit von etwa vier Monaten. Gente et al. (1986) zeigen in ihrer Studie, dass Temperaturunterschiede zu thermischen Expansionen von Schmelz und Dentin führt. An der Schmelz-Dentin-Grenze, welche gerade bei Rezessionen

besonders thermischen Unterschieden ausgesetzt ist, konnte Roydhouse & Paxon (1970) Deformitäten von Schmelz und Dentin feststellen. Mit jeder thermischen Wechselbelastung kommt es zu thermischen Spannungen der Zahnhartsubstanz und der applizierten Paste. Dieser Effekt beeinflusst den Verbund zwischen AAP und Zahnhartsubstanz und führt zu marginaler Spaltbildung sowie zu Mikrorissen.

Die vorliegenden Untersuchungen zeigen, dass die Feuchtigkeit und die Belastungen, denen die Materialien ausgesetzt sind, in der Mundhöhle durch künstliche Alterungsprozesse der Zähne und der Materialien nachgeahmt werden können. Die während der Nahrungsaufnahme auftretenden Temperaturschwankungen führen zu schnellen Veränderungen der Mundhöhlentemperatur, während der Rückgang zur normalen Körpertemperatur langsamer erfolgt. Infolgedessen kann die Haftfestigkeit zwischen des applizierten Materials und des Zahnes so belastet werden, dass die marginale Integrität beeinträchtigt wird und es somit zu Mikroleckagen kommen kann. Diese können zu Randverfärbungen, Spaltbildungen und Überempfindlichkeiten führen (Cenci et al., 2008; Khoroushi & Mansoori, 2012; Moore et al., 1999).

5.2 Ergebnisse

5.2.1 Versuchsreihe 1

Die Kombinationen der applizierten Adhäsivapatitpasten ergaben unterschiedlich mikroskopisch sichtbare Eigenschaften. Während die Materialproben des Mischungsverhältnisses 30 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv homogen in der applizierten Matrix eingebettete Apatitpartikel aufwiesen, zeigten die Pasten niedrigerer Konsistenzen sowohl der Kombinationen mit Hydroxylapatit als auch mit Fluorapatit hingegen Agglomerate von Apatitpartikeln. Gemäß den Untersuchungen von Besinis et al. (2012) zeigt synthetisch hergestelltes Hydroxylapatit in Pulverform eine Tendenz zur Agglomeratbildung.

Im Bereich des Schmelzes wurde in der Mehrheit der Proben ein adäquater Verbund festgestellt, obwohl in einigen Fällen Rissbildungen und Materialverluste zu verzeichnen waren. Die Rissbildungen könnten auch auf eine hohe mechanische Belastung bei der Politur der Proben zurückgeführt werden.

In dieser Versuchsreihe weist lediglich OptiBond eXTRa Universal eine Hybridschicht auf, die, sofern Dentintubuli erkennbar, mikromechanisch mit der Zahnhartsubstanz verzapft ist (Abb. 4.1.12 und Abb. 4.1.14). Im Gegensatz zu den früheren Untersuchungen (Barth, 2023) ist keine

Infiltration der AAP in Dentintubuli sichtbar. Aufgrund des Vorhandenseins sklerosierten Dentins und somit dem Fehlen der Dentintubuli an der Wurzeloberfläche, zeigte sich an Stellen des verbliebenen Materials dennoch ein chemischer Verbund zwischen applizierter AAP und des Dentins. Zudem erschwert sklerosiertes Dentin die Ausbildung einer Hybridschicht und verhindert somit den stabilen Verbund zwischen appliziertem Material und des Dentins (De Munck et al., 2005). Obwohl die Mehrheit der Präparate der Materialkombinationen OptiBond eXTRA Universal eine Hybridschicht trotz des sklerosierten Dentins aufweisen, ist in einem Präparat (Abb. 4.1.3) keine Hybridschicht erkennbar. Aufgrund dessen ist der Verbund zwischen AAP und Dentin vermindert und es kam teilweise zu einem Herausbrechen des Materials.

In Abbildung 4.1.6 ist eine auf dem Dentin und an der Schmelz-Dentin-Grenze aufgelagerte Apposition erkennbar. Zwar durchziehen mehrere Risse diese Apposition, jedoch besteht ein stabiler Verbund zwischen applizierter Paste und der Apposition mit ausgebildeter Hybridschicht zum Dentin. Gemäß den Forschungsergebnissen von Walter et al. (2014) manifestieren sich in 52% der Fälle Appositionen im Sinne von mineralisierter Plaque im Bereich des freiliegenden Dentins. Obwohl die Proben vor Beginn der Versuchsreihen einer Säuberung durch Kürettage unterzogen wurden, waren solche Appositionen makroskopisch nicht sichtbar. Die von Walter et al. (2014) durchgeführten Untersuchungen ergaben zudem, dass bei 15% der Proben diese Appositionen lediglich im Fluoreszenz-Scan-Modus, jedoch nicht in der Lichtmikroskopie erkennbar waren.

Bei der rasterelektronenmikroskopischen Analyse der Prüfkörper der Materialkombinationen mit FAP und Adhese Universal zeigen sich an der Grenzfläche der AAP und des Dentins Quellphänomene. Diese wurden bereits in den vorherigen Untersuchungen von Barth (2023) beobachtet und beschrieben. Als mögliche Ursache wurde dort das unzureichend evaporierte Lösungsmittel des Adhäsivs genannt. Dort kann es bei Anschleifen der Proben und später im Rasterelektronenmikroskop zu einem Aufquellen der Hybridschicht kommen. Eine weitere mögliche Ursache kann durch das zu lange Bestrahlen eines Materialabschnittes im Rasterelektronenmikroskop sein (Holtmannspötter et al., 2013).

5.2.2 Versuchsreihe 2

Die Analyse der Proben unter Verwendung eines hochauflösenden Digitalmikroskops ergab eine verstärkte Rissbildung und partielles Herauslösen der applizierten Pasten in der AAP-Kombination mit Fluorapatit. Die Rissbildung des Materials lässt sich durch eine unzureichende Infiltration der Partikel in die Dentintubuli zurückführen. Bei einer Partikelgröße von 30 bis 145 nm wurde eine erhöhte Dentintubuli-Infiltration beobachtet (Earl et al., 2009). Demgegenüber lassen sich in den Untersuchungen von Barth (2023) stäbchenförmige Partikel des Fluorapatits mit einer Länge von etwa 320 nm messen. Die Partikel des Hydroxylapatits von Sigma Aldrich hingegen weisen eine Partikelgröße von < 200 nm auf, was eine gute Infiltration der Partikel in das Dentin ermöglichte.

Zudem kann das Materialversagen auf den Polymerisationsstress zurückgeführt werden. Volumenkontraktionen während der Polymerisation der AAP resultieren in Spannungen im Material. Untersuchungen zeigen, dass die Volumenkontraktionen einen Umfang von bis zu 6 % erreichen können (Soares et al., 2017). Im Rahmen des Polymerisationsvorgangs kommt es zur Bildung von Kohlenstoffdoppelbindungen aus Dimethacrylatmonomeren, was zu einer Verringerung des Raumes zwischen den Ketten führt. Diese können Spalt- und Rissbildungen begünstigen und die bakterielle Kontamination fördern. Des Weiteren können postinterventionelle Sensibilitäten, Verfärbungen oder Sekundärkaries beobachtet werden (Oliveira et al., 2012; Soares et al., 2017).

Die Materialkombination HAP 2 und OptiBond eXTRA Universal weist eine poröse Oberfläche auf. Porositäten entstehen demnach bei der unvollständigen Umwandlung von Monomeren in Polymere. Die Anwesenheit von Sauerstoff führt zu einer Hemmung der Polymerisation durch Bindung an freie Radikale (Balthazard et al., 2014; Sarna-Boś et al., 2021). Es konnte festgestellt werden, dass neben einer verringerten Zugfestigkeit und Abrasionsbeständigkeit zudem eine Reduktion der Druckfestigkeit zu beobachten ist. Dazu können Poren als Sollbruchstellen fungieren und mit einer initialen Rissbildung der applizierten Paste zusammenhängen (Murray et al., 2007). In die vorhandenen Poren kann sich Plaque anlagern und die Entstehung von Sekundärkaries begünstigen, wenn sich die Poren an der Grenze der applizierten Paste und der Zahnhartsubstanz befinden (Maske et al., 2019). Die Annahme, dass eine Korrelation zwischen Porenbildung und der Herstellungsweise sowie der Applikationsart besteht, wird durch Studien von Balthazard et al. (2014) gestützt. Diese zeigen auf, dass die Anwendungstechnik einen signifikanten Einfluss auf die Porenbildung hat. Die inkrementelle Applikation, wie sie bei der

AAP-Kombination mit HAP 2 praktiziert wurde, resultiert in einer erhöhten Porositätsrate im Vergleich zu den niedrigviskosen Materialien.

5.2.3 Versuchsreihe 3

Aufgrund des in den vorherigen Versuchsreihen festgestellten unzureichenden Verbundes der Materialproben mit der Zahnhartsubstanz wurde in der aktuellen Versuchsreihe eine Anpassung des Versuchsprotokolls vorgenommen. Sobald Dentin der oralen Umgebung ausgesetzt ist, kommt es zu peri- und intertubulären Dentinappositionen, die zu einem Verschluss der Dentintubuli führen. Die Sklerose des Dentins ist eine physiologische Alterserscheinung, die zum Schutz der Pulpa vor externen Einflüssen dient. Die dadurch hervorgerufene Hypermineralisation und Dentintubuli-Apposition resultieren in einem verminderten Verbund des Adhäsivs zur Zahnhartsubstanz Dentin (Duke & Lindemuth, 1990; Mjör, 2009).

Untersuchungen von Van Meerbeek et al. (1994) stellten die Adhäsion der Komposite am normalen Dentin dem sklerosierten Dentin gegenüber. Dabei zeigten sich bei den Proben sklerosierten Dentins eine unzuverlässige Haftung der Adhäsive zum Dentin. Die Studie ergab, dass eine vorangegangene Konditionierung nicht ausreichend ist, um die verschlossenen Dentintubuli zu eröffnen, und dass lediglich kurze oder gar keine Resin-Tags ausgebildet werden. Zudem wurde festgestellt, dass die Hybridschicht signifikant schmaler ist als die des normalen Dentins. Das hypermineralisierte, sklerosierte Dentin weist eine erhöhte Resistenz gegenüber Demineralisation auf, sodass eine kurze Konditionierung des Dentins nicht ausreichend ist, um einen stabilen Verbund zu gewährleisten. Nach der Konditionierung verbleibt zudem weiterhin organisches Material in den sklerosierten Dentintubuli. In der Folge ist eine ausreichende Öffnung der Dentintubuli nicht möglich, sodass ein stabiler Verbund nicht gewährleistet werden kann (Nalbandian et al., 1960).

Um eine ausreichende Retention zu erzeugen, wurde bei einem Anteil der Materialproben die Zeit der Konditionierung von 15 s auf 30 s verlängert und der weitere Anteil einer Präparation des Wurzel dentins unterzogen. Untersuchungen belegen, dass eine verlängerte Konditionierung oder das Entfernen des sklerosierten Dentins durch Präparation die Infiltration des Materials in die Zahnhartsubstanz Dentin verstärkt und folglich zu einem stabileren Verbund führt (Van Meerbeek et al., 1994). Die Ergebnisse nach der thermischen Wechselbelastung dieser Versuchsreihe zeigten jedoch, dass bei allen Materialproben eine verlängerte Konditionierung sowie das Entfernen des sklerosierten Dentins mittels einer Präparation nicht ausreichend ist, um

einen stabilen Verbund sicherzustellen. Neben Rissbildungen kam es vermehrt zu adhäsiven Verbundversagen sowie zu teilweise vollständigem Ablösen der AAP. Bereiche, in denen es zu keiner Rissbildung oder adhäsiven Versagens kam, zeigten jedoch einen intakten Verbund. In Folge des Thermocyclings konnten einige Untersuchungen die verminderte Haftfestigkeit zwischen des applizierten Materials und der Zahnhartsubstanz belegen. Die Beeinträchtigung der marginalen Integrität kann zu Mikroleckagen führen, die zu Randverfärbungen, Spalt- sowie Rissbildungen führen können (Cenci et al., 2008; Khoroushi & Mansoori, 2012; Moore et al., 1999).

5.2.4 Versuchsreihe 4

Auffällig ist eine verstärkte Rissbildung der AAP entlang der Schmelz-Dentin-Grenze. Infolge der Tatsache, dass während des Thermocyclings Schmelz und Dentin zu unterschiedlichen thermischen Expansionen neigen und es folglich zu Deformitäten in der applizierten Paste kommt (Roydhouse & Paxon, 1970; Gente et. al, 1986), wurden in der nachfolgenden Versuchsreihe die AAP lokal im freiliegenden Dentin appliziert und der Schmelz ausgelassen. Zudem befindet sich an der Schmelz-Dentin-Grenze eine weniger mineralisierte äußere Schicht, das sogenannte Manteldentin. Das Manteldentin, das auch als Korff Dentin bezeichnet wird (Gängler et al., 2010), weist weniger bis keine Dentintubuli auf, ist elastischer und kann Druck und Kräfte ableiten, um Schmelzrisse oder das Herausbrechen des Schmelzes zu verhindern (Goldberg et al., 2011). Daraus lässt sich ableiten, dass neben den unterschiedlichen Expansionen der Zahnhartsubstanzen Schmelz und Dentin, auch die unterschiedliche Elastizitätsmodule beider Substanzen zu Rissbildungen und adhäsiven Versagen führen können.

Die vorliegenden mikroskopischen und rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigen trotz der dentinbegrenzten Applikation Rissbildungen und einen mangelnden Verbund der AAP zum Dentin. Dies lässt den Schluss zu, dass die Rissbildung zudem aufgrund des Polymerisationsstresses entstanden ist. Diese Polymerisationsschrumpfung entsteht dadurch, dass Monomere in ein Polymer umgewandelt werden und folglich van-der-Waals-Kräfte gegen kovalente Bindungen ausgetauscht werden (Al Sunbul et al., 2016; Kleverlaan & Feilzer, 2005). Der reduzierte Inter molekularabstand führt durch Schrumpfung während der Aushärtung zu Kontraktionsspannungen. Diese Polymerisationsschrumpfung kann zu adhäsiven Versagen, Sekundärkaries oder Zahnfrakturen führen (Szczesio-Wlodarczyk et al., 2024).

5.2.5 Versuchsreihe 5

In der letzten Versuchsreihe wurde die AAP-Kombination HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick aus den Untersuchungen von Hennrich (2021) und Barth (2023) erneut aufgegriffen. Nach aussagekräftigen Ergebnissen des Clearfil Universal Bond Quick am Schmelz in den Untersuchungen von Hennrich (2021) kam es in diesen Untersuchungen, wie auch in den Untersuchungen von Barth (2023), zu einem adhäsiven Verbundversagen am Dentin. Die Entstehung einer Rissbildung ist jedoch nicht erkennbar. Der Verbund zum Schmelz dagegen scheint intakt.

Aufgrund der verstärkten Rissbildung und des adhäsiven Versagens der Proben aus der vorangegangenen Versuchsreihe, wurde die AAP-Kombination HAP 2 + A 1 mit einem Mischungsverhältnis 10 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv weiter untersucht. Infolge der Materialverluste und der verstärkten Rissbildung in der ersten Versuchsreihe dieser AAP-Kombination wurde im Verlauf der Untersuchung das Versuchsprotokoll modifiziert und in dieser Versuchsreihe erneut aufgegriffen. Daraus folgend wurden auch in dieser Versuchsreihe die Präparate im Wurzel-dentin angeschliffen. Die Analyse ergab, dass die Präparate nach der Politur keine Rissbildungen aufwiesen. Die Untersuchungen von Al Sunbul et al. (2016) zeigen, dass Polymerisationsstress tendenziell bei weniger viskösen Materialien zu verzeichnen ist. Obwohl das Mischungsverhältnis von 10 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv im Vergleich der Kombination von 30 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv eine niedrigere Viskosität aufweist, lässt sich aufgrund der mittleren Viskosität von geringeren Polymerisationsschrumpfungen ausgehen.

Im Vergleich zur ersten Versuchsreihe kam es zudem zu keinen Materialverlusten. Die präparierte Oberfläche, somit das Entfernen sklerosierten Dentins, führte zu einem verbesserten adhäsiven Verbund zwischen AAP und Zahnhartsubstanz. Dies stützt die Ergebnisse der Studie von Van Meerbeek et al. (1994). Dennoch ist eine poröse Oberfläche weiterhin erkennbar, was auf eine unzureichende Polymerisation der Monomere durch die Anwesenheit von Sauerstoff schließen lässt (Balthazard et al., 2014; Sarna-Boś et al., 2021). Gemäß den Forschungsergebnissen von Murray et al. (2007) fungieren diese Poren als Sollbruchstellen und stehen im Zusammenhang mit einer initialen Rissbildung der AAP.

5.3 Schlussfolgerungen

Die vorliegenden Untersuchungen verdeutlichen die Wechselwirkungen zwischen Adhäsiven, Apatitpartikeln und sklerosiertem Dentin auf freiliegenden Wurzeloberflächen bei Rezessionen. Trotz der vielversprechenden Untersuchungen von Hennrich (2021) und Barth (2023) bleibt die Verwendung von Universaladhäsiven in Kombination mit Hydroxyl- oder Fluorapatiten eine Herausforderung hinsichtlich des adhäsiven Verbundes zum Dentin. In Bezug auf die Polymerisationsstabilität und die Langzeitbeständigkeit nach thermischer Wechselbelastung ist der adhäsive Verbund der Adhäsivapatitpasten zum Dentin weiterhin stellenweise instabil.

Sklerosiertes Dentin stellt eine Barriere für die Infiltration und dadurch die Adhäsion der applizierten AAP-Füllung dar. Dieser verminderte Verbund ist auf die verminderte Anzahl oder das Fehlen von Dentintubuli zurückzuführen. Die Verlängerung der Konditionierung führte lediglich zu gering verbesserten Ergebnissen. Die mechanische Präparation des Wurzeldentins hingegen verbesserte die Adhäsion der AAP zur Zahnhartsubstanz, konnte jedoch das Risiko für Rissbildung, Porositäten und adhäsives Verbundversagen nicht verhindern. Die Materialkombination OptiBond eXTRa Universal erwies sich dabei insbesondere in Kombination mit HAP 2 bei präparierter Oberfläche als stabiler. Im Vergleich zu den restlichen Adhäsiven schnitt das 2-Flaschen-System OptiBond eXTRa Universal mit allen Apatiten besser ab, zeigte dennoch partielles adhäsives Versagen sowie Rissbildungen. Entgegen der vielversprechenden Ergebnissen aus den Untersuchungen der Kombination Clearfil Universal Bond Quick mit HAP 2 von Hennrich (2021), stimmten die Ergebnisse dieser Versuchsreihe mit den Resultaten von Barth (2023) überein. Aufgrund des adhäsiven Verbundversagens zum Dentin konnte kein ausreichender Verbund generiert werden.

6 Literaturverzeichnis

1. Al Sunbul, H., Silikas, N., & Watts, D. C. (2016). Polymerization shrinkage kinetics and shrinkage-stress in dental resin-composites. *Dental Materials*, 32(8), 998–1006. <https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2016.05.006>
2. Alsaadawi, A., Felemban, O., Nassar, H. M., & Abdelbaki, M. (2023). Shear Bond Strength and Fluoride Release of a Universal Adhesive: An In-Vitro Study on Primary Teeth. *Materials*, 16(7), 2573. <https://doi.org/10.3390/MA16072573>
3. Aoun, A., Darwiche, F., Al Hayek, S., & Doumit, J. (2018). The Fluoride Debate: The Pros and Cons of Fluoridation. *Preventive Nutrition and Food Science*, 23(3), 171. <https://doi.org/10.3746/PNF.2018.23.3.171>
4. Balthazard, R., Jager, S., Dahoun, A., Gerdolle, D., Engels-Deutsch, M., & Mortier, E. (2014). High-resolution tomography study of the porosity of three restorative resin composites. *Clinical Oral Investigations*, 18(6), 1613–1618. <https://doi.org/10.1007/S00784-013-1139-4/FIGURES/3>
5. Barth, L. (2023). In-vitro-Untersuchung von Adhäsivapatitpasten im Verbund zum Dentin. *Med. Dissertation, Homburg/Saar*. <https://doi.org/10.22028/D291-39636>
6. Besinis, A., Van Noort, R., & Martin, N. (2012). Infiltration of demineralized dentin with silica and hydroxyapatite nanoparticles. *Dental Materials*, 28(9), 1012–1023. <https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2012.05.007>
7. Besinis, A., Van Noort, R., & Martin, N. (2014). Remineralization potential of fully demineralized dentin infiltrated with silica and hydroxyapatite nanoparticles. *Dental Materials*, 30(3), 249–262. <https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2013.11.014>
8. Brkanović, S., Sever, E. K., Vukelja, J., Ivica, A., Miletić, I., & Krmek, S. J. (2023). Comparison of Different Universal Adhesive Systems on Dentin Bond Strength. *Materials*, 16(4), 1530. <https://doi.org/10.3390/MA16041530>
9. Carli, J. (2011). Einfluss des Lagerungsmedium auf die Scherfestigkeitswerte mittels „Etch & Rinse“-Technik an humanen und bovinen Schmelz-und Dentinflächen applizierter Komposite. *Med. Dissertation, Hamburg Eppendorf*.
10. Carrilho, E., Cardoso, M., Ferreira, M. M., Marto, C. M., Paula, A., & Coelho, A. S. (2019). 10-MDP Based Dental Adhesives: Adhesive Interface Characterization and Adhesive Stability—A Systematic Review. *Materials*, 12(5), 790. <https://doi.org/10.3390/MA12050790>

11. Cenci, M. S., Pereira-Cenci, T., Donassollo, T. A., Sommer, L., Strapasson, A., & Demarco, F. F. (2008). Influence of thermal stress on marginal integrity of restorative materials. *Journal of Applied Oral Science*, 16(2), 106. <https://doi.org/10.1590/S1678-77572008000200005>
12. Chen, Q., Zhao, Y., Wu, W., Xu, T., & Fong, H. (2012). Fabrication and evaluation of Bis-GMA/TEGDMA dental resins/composites containing halloysite nanotubes. *Dental Materials*, 28(10), 1071. <https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2012.06.007>
13. Claire, S., Walmsley, A. D., Ginton, S., Floyd, H., Sammons, R., & Pikramenou, Z. (2015). The deposition and imaging of silica sub-micron particles in dentine. *Journal of Dentistry*, 43(10), 1242–1248. <https://doi.org/10.1016/J.JDENT.2015.08.002>
14. Cuevas-Suárez, C. E., Luiz De Oliveira Da Rosa, W., Rafael, /, Lund, G., Fernandes Da Silva, A., & Piva, E. (2019). Bonding Performance of Universal Adhesives: An Updated Systematic Review and Meta-Analysis. *Journal of Adhesive Dentistry*, 21(1), 7–26. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a41975>
15. De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. (2005). A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results. *Journal of Dental Research*, 84(2), 118–132. <https://doi.org/10.1177/154405910508400204>
16. Dörfer, C. E., Staehle, H. J., Wurst, M. W., Duschner, H., & Pioch, T. (2000). The nanoleakage phenomenon: influence of different dentin bonding agents, thermocycling and etching time. *European Journal of Oral Sciences*, 108(4), 346–351. <https://doi.org/10.1034/J.1600-0722.2000.108004346.X>
17. Duke, E. S., & Lindemuth, J. (1990). Polymeric adhesion to dentin: contrasting substrates. *American Journal of Dentistry*, 3(6), 264–270.
18. Earl, J. S., Wood, D. J., & Milne, S. J. (2009). Nanoparticles for dentine tubule infiltration: an in vitro study. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 9(11), 6668–6674. <https://doi.org/10.1166/JNN.2009.1330>
19. Eickholz, P., & Dannewitz, B. (2018). Wenn die Zahnhäse frei liegen! Ätiologie und Diagnostik fazialer/oraler Rezessionen. *Parodontologie*, 29(2), 115–126.
20. Fageeh, H. I., Fageeh, H. N., Bhati, A. K., Thubab, A. Y., Sharrahi, H. M. H., Aljabri, Y. S., & Alotaibi, F. I. (2024). Assessing the Reliability of Miller's Classification and Cairo's Classification in Classifying Gingival Recession Defects: A Comparison Study. *Medicina*, 60(2), 205. <https://doi.org/10.3390/MEDICINA60020205>

21. Frankenberger, R., & Tay, F. R. (2005). Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: Effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dental Materials*, 21(5), 397–412. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2004.07.005>
22. Gängler, P., Hoffmann, T., Willershausen, B., Schwenzer, N., & Ehrenfeld, M. (2010). *Konservierende Zahnheilkunde und Parodontologie*. 34.
23. Gente M, Sondermann U, Lehmann KM. (1986). Untersuchungen zur Krümmung von Schmelz-Dentin-Streifen bei Temperaturänderungen [Curvature of enamel-dentin strips during temperature changes]. *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift*, 41(9), 847-852.
24. Goldberg, M., Kulkarni, A. B., Young, M., & Boskey, A. (2011). Dentin: Structure, Composition and Mineralization: The role of dentin ECM in dentin formation and mineralization. *Frontiers in Bioscience (Elite Edition)*, 3(2), 711. <https://doi.org/10.2741/E281>
25. Goods, H. E., Jr', G. W. M., & Whiter, J. M. (1991). The effects of storage after extraction of the teeth on human dentine permeability in vitro. *Archives of Oral Biology*, 36(8), 561–566.
26. Hannig C., Hannig M. (2014). Possibilities and limitations of enamel regeneration – an up-to-date overview. *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift*, 69(3), 131-142.
27. Hennrich, K. A. M. (2021). In vitro Untersuchungen von Adhäsivapatitpasten an Schmelz und Dentin. *Med. Dissertation, Homburg/Saar*. <https://doi.org/10.22028/D291-34545>
28. Holtmannspötter, J., Wetzel, M., von Czarnecki, J., & Brucksch, R. (2013). Hochauflösende Darstellung von Grenzflächen. *Adhäsion Kleben & Dichten*, 57(7), 22–27. <https://doi.org/10.1365/s35145-013-0345-1>
29. Hong, X., Huang, Z., Tong, Z., Jiang, H., & Su, M. (2021). Clinical effects of different etching modes for universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. *Annals of Palliative Medicine*, 10(5), 5462–5473. <https://doi.org/10.21037/APM-21-890>
30. Khoroushi, M., & Mansoori, M. (2012). Marginal Sealing Durability of Two Contemporary Self-Etch Adhesives. *ISRN Dentistry*, 2012, 204813. <https://doi.org/10.5402/2012/204813>
31. Kleverlaan, C. J., & Feilzer, A. J. (2005). Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. *Dental Materials*, 21(12), 1150–1157. <https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2005.02.004>
32. Li L., Pan H., Tao J., Xu X., Mao C., Gu X., Tang R. (2008). Repair of enamel by using hydroxyapatite nanoparticles as the building blocks. *Journal of Materials Chemistry*, 18(34), 4079.
33. Liu, X. X., Tenenbaum, H. C., Wilder, R. S., Quock, R., Hewlett, E. R., & Ren, Y. F. (2020). Pathogenesis, diagnosis and management of dentin hypersensitivity: an evidence-based

- overview for dental practitioners. *BMC Oral Health*, 20(1), 220. <https://doi.org/10.1186/S12903-020-01199-Z>
34. Maske, T. T., Hollanders, A. C. C., Kuper, N. K., Bronkhorst, E. M., Cenci, M. S., & Huysmans, M. C. D. N. J. M. (2019). A threshold gap size for in situ secondary caries lesion development. *Journal of Dentistry*, 80, 36–40. <https://doi.org/10.1016/J.JDENT.2018.10.014>
35. Mjör, I. A. (2009). Dentin permeability: the basis for understanding pulp reactions and adhesive technology. *Brazilian Dental Journal*, 20(1), 3–16. <https://doi.org/10.1590/S0103-64402009000100001>
36. Moore, R. J., Watts, J. T. F., Hood, J. A. A., & Burritt, D. J. (1999). Intra-oral temperature variation over 24 hours. *European Journal of Orthodontics*, 21(3), 249–261. <https://doi.org/10.1093/EJO/21.3.249>
37. Morresi, A. L., D'Amario, M., Capogreco, M., Gatto, R., Marzo, G., D'Arcangelo, C., & Monaco, A. (2014). Thermal cycling for restorative materials: Does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 29, 295–308. <https://doi.org/10.1016/J.JMBBM.2013.09.013>
38. Murray, P. E., Godoy, C. G., & Godoy, F. G. (2007). How is the biocompatibility of dental biomaterials evaluated? *Medicina Oral Patologia Oral Y Cirurgia Bucal*, 12, 258–266.
39. Nakabayashi, N., Kojima, K., & Masuhara, E. (1982). The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of Biomedical Materials Research*, 16(3), 265–273. <https://doi.org/10.1002/JBM.820160307>
40. Nalbandian, J., Gonzales, F., & Sognnaes, R. F. (1960). Sclerotic Age Changes in Root Dentin of Human Teeth as Observed by Optical, Electron, and X-Ray Microscopy. *Journal of Dental Research*, 39(3), 598–607. <https://doi.org/10.1177/00220345600390032101/ASSET/1A60C2AD-2379-4D2A-BF6B-0F8284140807/ASSETS/00220345600390032101.FP.PNG>
41. Niemczyk, W., Niemczyk, S., Prokurat, M., Grudnik, K., Migas, M., Wągrowiska, K., Lau, K., & Kasperczyk, J. (2024). Etiology of gingival recession - a literature review. *Wiadomości lekarskie (Warsaw, Poland : 1960)*, 77(5), 1080–1085. <https://doi.org/10.36740/WLEK202405131>
42. Oliveira, K. M. C., Consani, S., Gonçalves, L. S., Brandt, W. C., & Ccahuana-Vásquez, R. A. (2012). Photoelastic evaluation of the effect of composite formulation on polymerization shrinkage stress. *Brazilian Oral Research*, 26(3), 202–208. <https://doi.org/10.1590/S1806-83242012000300004>

43. Papadogiannis, D., Dimitriadi, M., Zafiropoulou, M., Gaintantzopoulou, M. D., & Eliades, G. (2019). Universal Adhesives: Setting Characteristics and Reactivity with Dentin. *Materials*, 12(10), 1720. <https://doi.org/10.3390/MA12101720>
44. Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 1–16. <https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2010.10.016>
45. Perdigão, J., & Swift, E. J. (2015). Universal Adhesives. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 27(6), 331–334. <https://doi.org/10.1111/JERD.12185>
46. Roydhouse, R. H., & Paxon, P. R. (1970). Thermal Changes in Dimension of Restorative Cavities. *Journal of Dental Research*, 49(3), 567–571. <https://doi.org/10.1177/00220345700490031701/ASSET/F0CE8742-4170-47C3-9CBB-A8FBA6C806EB/ASSETS/00220345700490031701.FP.PNG>
47. Sakoolnamarka, R., Burrow, M. F., Prawer, S., & Tyas, M. J. (2005). Raman spectroscopic study of noncarious cervical lesions. *Odontology*, 93(1), 35–40. <https://doi.org/10.1007/S10266-005-0052-Y/METRICS>
48. Sanz, M., Bäumer, A., Buduneli, N., Dommisch, H., Farina, R., Kononen, E., Linden, G., Meyle, J., Preshaw, P. M., Quirynen, M., Roldan, S., Sanchez, N., Sculean, A., Slot, D. E., Trombelli, L., West, N., & Winkel, E. (2015). Effect of professional mechanical plaque removal on secondary prevention of periodontitis and the complications of gingival and periodontal preventive measures. *Journal of Clinical Periodontology*, 42(16), 214–220. <https://doi.org/10.1111/JCPE.12367>
49. Sarna-Boś, K., Skic, K., Sobieszczański, J., Boguta, P., & Chałas, R. (2021). Contemporary Approach to the Porosity of Dental Materials and Methods of Its Measurement. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(16), 8903. <https://doi.org/10.3390/IJMS22168903>
50. Schilke, R., Lisson, J. A., Bauß, O., & Geurtsen, W. (2000). Comparison of the number and diameter of dentinal tubules in human and bovine dentine by scanning electron microscopic investigation. *Archives of Oral Biology*, 45(5), 355–361. [https://doi.org/10.1016/S0003-9969\(00\)00006-6](https://doi.org/10.1016/S0003-9969(00)00006-6)
51. Seidel A. (2016). Untersuchungen zur Schmelzregeneration mit Apatitpasten und Adhäsiv-Apatitpasten. *Med. Dissertation, Homburg/Saar*.
52. Shafiei F., Fattah Z., Barati S. (2019). Effect of operator skill on the dentin bonding ability of a self-adhesive resin cement after different adhesive treatments. *General Dentistry*, 67(5), 1-6.

53. Soares, C. J., Faria-E-Silva, A. L., Rodrigues, M. de P., Fernandes Vilela, A. B., Pfeifer, C. S., Tantbirojn, D., & Versluis, A. (2017). Polymerization shrinkage stress of composite resins and resin cements – What do we need to know? *Brazilian Oral Research*, 31(62), 49–63. <https://doi.org/10.1590/1807-3107BOR-2017.VOL31.0062>
54. Stape, T. H. S., Viita-aho, T., Sezinando, A., Wik, P., Mutluay, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2021). To etch or not to etch, Part I: On the fatigue strength and dentin bonding performance of universal adhesives. *Dental Materials*, 37(6), 949–960. <https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2021.02.016>
55. Susin, C., Haas, A. N., Oppermann, R. V., Haugejorden, O., & Albandar, J. M. (2004). Gingival Recession: Epidemiology and Risk Indicators in a Representative Urban Brazilian Population. *Journal of Periodontology*, 75(10), 1377–1386. <https://doi.org/10.1902/JOP.2004.75.10.1377>
56. Szczesio-Wlodarczyk, A., Garoushi, S., Vallittu, P., Bociong, K., & Lassila, L. (2024). Polymerization shrinkage stress of contemporary dental composites: Comparison of two measurement methods. *Dental Materials Journal*, 43(2), 155–163. <https://doi.org/10.4012/DMJ.2023-192>
57. Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2009). Biomimetic remineralization of resin-bonded acid-etched dentin. *Journal of Dental Research*, 88(8), 719–724. https://doi.org/10.1177/0022034509341826/SUPPL_FILE/JDR341826_ONLINE_APPENDIX.PDF
58. Van Dijken, J. W. V. (2000). Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-carious lesions. *Dental Materials*, 16(4), 285–291. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(00\)00019-1](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(00)00019-1)
59. Van Meerbeek, B., Braem, M., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (1994). Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentine. *Journal of Dentistry*, 22(3), 141–146. [https://doi.org/10.1016/0300-5712\(94\)90197-X](https://doi.org/10.1016/0300-5712(94)90197-X)
60. Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (2003). Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative Dentistry*, 28(3), 215–235.
61. Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials*, 26(2), 100–121. <https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2009.11.148>

62. Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 17–28. <https://doi.org/10.1016/J.DENTAL.2010.10.023>
63. Walter, C., Kress, E., Götz, H., Taylor, K., Willershausen, I., & Zampelis, A. (2014). The anatomy of non-carious cervical lesions. *Clinical Oral Investigations*, 18(1), 139–146. <https://doi.org/10.1007/S00784-013-0960-0/FIGURES/8>
64. Weatherell, J. A. (1975). Composition of dental enamel. *British Medical Bulletin*, 31(2), 115–119. <https://academic.oup.com/bmb/article/31/2/115/345945>
65. West, N. X., Lussi, A., Seong, J., & Hellwig, E. (2013). Dentin hypersensitivity: pain mechanisms and aetiology of exposed cervical dentin. *Clinical Oral Investigations*, 17(1), 9–19. <https://doi.org/10.1007/s00784-012-0887-x>
66. Wiglusz, K., Dobrzynski, M., Gutbier, M., & Wiglusz, R. J. (2023). Nanofluorapatite Hydrogels in the Treatment of Dentin Hypersensitivity: A Study of Physiochemical Properties and Fluoride Release. *Gels*, 9(4), 271. <https://doi.org/10.3390/GELS9040271/S1>
67. Yoshida, Y., Yoshihara, K., Nagaoka, N., Hayakawa, S., Torii, Y., Ogawa, T., Osaka, A., & Meerbeek, B. Van. (2012). Self-assembled nano-layering at the adhesive interface. *Journal of Dental Research*, 91(4), 376–381. https://doi.org/10.1177/0022034512437375/SUPPL_FILE/DS_10.1177_0022034512437375.PDF
68. Yoshihara, K., Yoshida, Y., Hayakawa, S., Nagaoka, N., Irie, M., Ogawa, T., Van Landuyt, K. L., Osaka, A., Suzuki, K., Minagi, S., & Van Meerbeek, B. (2011). Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on enamel and dentin. *Acta Biomaterialia*, 7(8), 3187–3195. <https://doi.org/10.1016/J.ACTBIO.2011.04.026>

7 Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die mich während meiner Dissertation begleitet und unterstützt haben. Ein besonderer Dank gilt der AG Hannig, die mir neben einem inspirierenden Umfeld auch wertvolle wissenschaftliche Impulse gegeben hat. Besonders möchte ich aus der AG Hannig bei Johanna Dudek bedanken, die mir stets zur Seite stand und mir mit ihrem Einsatz und ihrer Hilfsbereitschaft bei meiner Forschungsarbeit geholfen hat.

Ein weiteres Dankeschön geht an Herrn Norbert Pütz, der mir am Rasterelektronenmikroskop immer hilfsbereit zur Seite stand. Seine Expertise und Geduld haben mir geholfen, die technischen Herausforderungen zu meistern.

Mein herzlicher Dank geht an Prof. Dr. Hannig, der sich jedes Zwischenergebnis angeschaut hat und jederzeit für mich erreichbar war. Diese Unterstützung und konstruktiven Rückmeldungen waren für mich von unschätzbarem Wert.

Zum Schluss möchte ich besonders meiner Familie danken, die mir stets inspirierende Tipps, sowie in Form von Korrekturlesungen zur Seite standen.

Vielen Dank an alle, die zu diesem Projekt beigetragen haben!

8 Lebenslauf

Aus datenschutzrechtlichen Gründen wird der Lebenslauf in der elektronischen Fassung der Dissertation nicht veröffentlicht.
