

Aus der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventive Zahnheilkunde,

Universitätsklinikum des Saarlandes, Homburg/Saar

Direktor: Prof. Dr. M. Hannig

In-vitro-Untersuchung von Adhäsivapatitpasten als Material für Fissurenversiegelungen

Dissertation zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnheilkunde

der Medizinischen Fakultät

der UNIVERSITÄT DES SAARLANDES

2026

vorgelegt von:

Christina Lutter

geb. am: 16.05.1997 in Lippstadt

Tag der Promotion: 16.06.2026

Dekan: Prof. Dr. M. Hannig

1. Berichterstatter: Prof. Dr. M. Hannig

2. Berichterstatter: Prof. Dr. M.W. Laschke

Widmung

*Diese Arbeit widme ich meinen Eltern Sabine und Heinzdieter,
meinen Geschwistern Maximilian und Charlotte,
meinen Großmüttern Hilde und Ingrid und
meinem Lebensgefährten Sergej*

„Erfolg ist kein Glück, sondern nur das Ergebnis von Blut, Schweiß und Tränen“

- Kontra K, 2015

Inhaltsverzeichnis

1	ZUSAMMENFASSUNG	1
1.1	Deutsche Zusammenfassung	1
1.2	Abstract.....	2
2	EINLEITUNG	4
2.1	Zahnschmelz.....	4
2.2	Zahnkaries.....	4
2.3	Kariesprävention.....	6
2.4	Fissurenversiegelung	7
	2.4.1 Kunststoff-Basis	9
	2.4.2 Glasionomer-Basis.....	10
	2.4.3 Kunststoffmodifizierte Glasionomer-Basis	10
2.5	Schmelzregeneration.....	11
2.6	Adhäsivapatitpasten.....	12
2.7	Ziel der Arbeit.....	13
3	MATERIAL UND METHODE	14
3.1	Material.....	14
	3.1.1 Oberkiefer Weisheitszähne	14
	3.1.2 Clearfil Universal Bond Quick	14
	3.1.3 Nanohydroxylapatit und Nanofluorapatit	14
	3.1.4 Tetric EvoFlow und Heliobond	15
3.2	Methoden	15

3.2.1 Lagerung der Weisheitszähne	15
3.2.2 Reinigung der Weisheitszähne	15
3.2.3 Konditionierung des Schmelzes	16
3.2.4 Herstellung der Adhäsivapatitpasten	16
3.2.5 Applikationstechnik	16
3.2.6 Lichtpolymerisation	16
3.2.7 Politur und Nummerierung	17
3.2.8 Reinigungsprotokoll	17
3.2.9 Thermocycling	17
3.2.10 Prüfkörperherstellung für die mikroskopischen Analysen	18
3.2.11 Rasterelektronenmikroskop	19
3.2.12 Hochauflösende Digitalmikroskopie	19
3.3 Versuchsablauf	19
3.3.1 Versuchsreihe 1: Adhäsivapatitpasten auf humanen Weisheitszähnen als Fissurenversiegelungsmaterial	20
3.3.2 Versuchsreihe 2: Änderung der Mischungsverhältnisse	23
3.3.3 Versuchsreihe 3: Künstlicher Alterungsprozess	24
3.3.4 Versuchsreihe 4: Vergleichsmaterial Tetric EvoFlow	25
4 ERGEBNISSE	29
4.1 Versuchsreihe 1	29
4.1.1 Applikationstechnik	29
4.1.2 Rasterelektronenmikroskop	29
4.1.3 Zusammenfassung der Versuchsreihe 1	33
4.2 Versuchsreihe 2	33
4.2.1 Mischungsverhältnisse	33
4.2.2 Zusammenfassung der Versuchsreihe 2	34

4.3	Versuchsreihe 3	35
4.3.1	Hochauflösende Digitalmikroskopie	35
4.3.2	Hochauflösende Digitalmikroskopie nach dem Thermocycling	37
4.3.3	Zusammenfassung der Versuchsreihe 3	39
4.4	Versuchsreihe 4	39
4.4.1	Hochauflösende Digitalmikroskopie	40
4.4.2	Hochauflösende Digitalmikroskopie nach dem Thermocycling	41
4.4.3	Rasterelektronenmikroskop	44
4.4.4	Zusammenfassung der Versuchsreihe 4	46
4.5	Zusammenfassung aller Versuchsreihen	47
5	DISKUSSION	48
5.1	Material und Methode.....	48
5.1.1	Humane Weisheitszähne.....	48
5.1.2	Konditionierung des Schmelzes	48
5.1.3	Adhäsiv	49
5.1.4	Apatit	51
5.1.5	Hochauflösende Digitalmikroskopie	51
5.1.6	Thermocycling.....	52
5.1.7	Rasterelektronenmikroskop	52
5.2	Ergebnisse.....	53
5.2.1	Versuchsreihe 1	53
5.2.2	Versuchsreihe 2	55
5.2.3	Versuchsreihe 3	56
5.2.4	Versuchsreihe 4	57
5.3	Schlussfolgerungen.....	59

6	LITERATURVERZEICHNIS	61
7	DANKSAGUNG	67
8	LEBENS LAUF	68
9	ANHANG	70
9.1	Abkürzungsverzeichnis	70
9.2	Materialliste	71

1 Zusammenfassung

1.1 Deutsche Zusammenfassung

Fissurenversiegelungen stellen eine etablierte prophylaktische Maßnahme dar, um das Kariesrisiko an den Kauflächen der Seitenzähne zu reduzieren. Aufgrund der spezifischen Anatomie der Fissuren sind diese besonders schwer zu reinigen und anfällig für die Akkumulation von Biofilm, wodurch ideale Bedingungen für die Entstehung einer Karies geschaffen werden. Bei einer Karies kommt es zur Destruktion von Zahnhartsubstanz. Die Ameloblasten, die den Zahnschmelz bilden, haben nach der Entwicklung keine regenerative Kapazität mehr. Vor diesem Hintergrund ist der präventive Erhalt des Zahnschmelzes besonders bedeutsam. Eine Herausforderung für einen Adhäsiven Verbund von Füllungsmaterialien und Zahnschmelz stellen die prismenfreien Bereiche in den Fissuren dar. Für einen langfristig erfolgreichen Verbund der Fissurenversiegelungen an der Schmelzoberfläche gilt die Entfernung der prismenfreien Bereiche als obligat.

Im Rahmen dieser *in-vitro*-Untersuchung wurden Adhäsivapatitpasten (AAP), die zuvor durch Hennrich (2021) getestet worden waren, hinsichtlich ihrer Eignung für Fissurenversiegelungen evaluiert. Hierzu wurden die AAP aus dem Adhäsiv Clearfil Universal Bond Quick entweder mit einem Nanohydroxylapatit oder mit einem Nanofluorapatit kombiniert und zu einer homogenen Paste verarbeitet. Es wurden zwei verschiedene Nanohydroxylapatite mit unterschiedlichen Partikelformen verwendet, sodass drei verschiedene AAP für diese Untersuchung verwendet wurden. Eine Anpassung der Mischungsverhältnisse war nötig, um die Applikation in die Tiefe der Fissur zu ermöglichen. Als Prüfkörper wurden humane, kariesfreie Oberkiefer Weisheitszähne verwendet. Die Schmelzoberfläche wurde zunächst gereinigt und anschließend mit 37,5%iger Phosphorsäure konditioniert. Nachdem die Apatit-Partikel homogen in das Adhäsiv eingearbeitet waren, ließ sich die AAP mithilfe einer Paro-Sonde WHO in die Fissur einbringen. Eine Politur der Oberfläche erfolgte mit Silikonpolieren und Kunststoffbürstchen. Der Schwerpunkt dieser Studie lag darin, den dauerhaften adhäsiven Verbund der AAP zur Schmelzoberfläche zu untersuchen. Dafür durchliefen die Zähne einen künstlichen Alterungsprozess, bei dem die Prüfkörper einer thermischen Wechselbelastung unterzogen wurden und anschließend erfolgte eine rasterelektronenmikroskopische Untersuchung. Eine Beurteilung der Oberflächenintegrität und der Verbundzonen erfolgte mit einem

hochauflösenden Digitalmikroskop. Referenzproben wurden mit Tetric EvoFlow angefertigt und untersucht.

Die Untersuchung von Hennrich (2021) kam zu dem Ergebnis, dass die AAP aus Clearfil Universal Bond Quick und dem Nanofluorapatit oder dem Nanohydroxyapatit einen spaltfreien Verbund zu der Schmelzoberfläche eingeht, der auch nach dem Thermocycling stabil bleibt. In dieser Untersuchung konnten die Ergebnisse bestätigt werden. Der Verbund der AAP zu der Schmelzoberfläche zeigte sich als spaltfrei bei einer maximalen Vergrößerung von 10.000x. Bei der thermischen Wechselbelastung konnte kein signifikanter Materialverlust festgestellt werden. Die Proben mit dem Hydroxyapatit zeigten dabei nur ein geringes Rissverhalten der AAP. Die Referenzproben mit dem Tetric EvoFlow führten zu vergleichbaren Ergebnissen. Da die Menge des Apatits und des Adhäsivs gravimetrisch bestimmt und manuell vermischt wurden, ist es für zukünftige Untersuchungen erforderlich, die Materialverarbeitung weiter zu optimieren, um die klinische Anwendbarkeit des Materials sicherzustellen.

1.2 Abstract

Fissure sealants represent an established prophylactic measure to reduce the risk of caries on the occlusal surfaces of posterior teeth. Owing to the specific anatomy of fissures, these sites are particularly difficult to clean and highly susceptible to biofilm accumulation, thereby creating ideal conditions for the development of carious lesions. Caries leads to the destruction of dental hard tissue. Ameloblasts, which form the enamel, no longer possess regenerative capacity once tooth development is complete. Against this background, the preventive preservation of enamel is of particular importance. A specific challenge for achieving a durable adhesive bond between restorative materials and enamel are the aprismatic areas frequently found in fissures. For longterm adhesion of fissure sealants to the enamel surface, the removal of these aprismatic areas is considered essential.

In this *in-vitro*-study, adhesive apatite pastes (AAP), previously tested by Hennrich (2021), were evaluated regarding their suitability for use in fissure sealants. The AAP were prepared by combining the adhesive Clearfil Universal Bond Quick with either nanohydroxyapatite or nanofluoroapatite and processed into homogeneous pastes. Two different nanohydroxyapatites with distinct particle morphologies were employed, resulting in three different AAP tested in this study. Adjustment of the mixing ratios was necessary to ensure application into the depth of the fissure. Human, caries free maxillary third molars served as test specimens. The

enamel surface was first cleaned and subsequently conditioned with 37.5% phosphoric acid. After homogenous incorporation of the apatite particles into the adhesive, the AAP could be applied into the fissure using a WHO periodontal probe. Surface polishing was performed with silicone polishers and nylon brushes. The primary focus of this study was to investigate the longterm adhesive bond of AAP to the enamel surface. For this purpose, the teeth underwent an artificial aging process by thermo-cycling, followed by scanning electron microscopic analysis. Surface integrity and the adhesive interface were additionally assessed with a high-resolution digital microscope. Reference specimens were prepared and examined using Tetric EvoFlow.

The study by Hennrich (2021) demonstrated that AAP composed of Clearfil Universal Bond Quick and either nanofluoroapatite or nanohydroxyapatite achieved a gap-free bond to the enamel surface, which remained stable after thermocycling. These results were confirmed in the present investigation. The adhesive interface between AAP and enamel appeared gap-free under magnifications up to 10,000×. No significant material loss was observed after thermal cycling. The hydroxyapatite containing specimens showed only minor crack formation within the AAP. The reference samples with Tetric EvoFlow produced comparable results. Since the quantity of apatite and adhesive was determined gravimetrically and mixed manually, further optimization of material processing is required in future studies in order to ensure the clinical applicability of this material.

2 Einleitung

2.1 Zahnschmelz

Die härteste Substanz des menschlichen Körpers ist der ausgereifte Zahnschmelz mit einer durchschnittlichen Härte von 250-400 KHN (Koop-hardness numbers). Gebildet wird der Zahnschmelz von den Ameloblasten. Man unterscheidet die präeruptive und posteruptive Schmelzreifung. Zunächst scheiden die Ameloblasten in der präeruptiven Schmelzreifung eine Schmelzmatrix aus, die mineralisiert und ausreift. Es erfolgt eine Kristallisation von Kalzium-Phosphat-Verbindungen und ein Wachstum der Kristalle. Zwischen den Kristallen verbleiben Mikroporositäten. In der posteruptiven Schmelzreifung werden diese Porositäten nach dem Zahndurchbruch weitgehend aufgefüllt. Es kommt zu einer Aufnahme von Mineralien aus dem Speichel. Nach der Bildung hat der Zahnschmelz keinen zellulären Reparaturmechanismus. Der Schmelz besteht zu 93-98 Gew.% aus anorganischen Verbindungen, zu 1,5-4 Gew.% aus Wasser und zum restlichen Anteil aus organischen Verbindungen wie Proteinen und Lipiden (Hellwig *et. al.*, 2018). Dabei ist Hydroxylapatit (HAP; $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$) die Hauptkomponente des anorganischen Anteils (O'Hagan-Wong *et. al.*, 2022). Die HAP-Kristalle weisen dabei im Querschnitt eine annähernd hexagonale Form auf und erscheinen seitlich wie kleine Stäbe (Hellwig *et. al.*, 2018). Aufgrund dieser dreidimensionalen Struktur ist der Zahnschmelz in der Lage widerstandsfähig gegen Krafteinwirkung zu sein, ermöglicht die Reflektion von Licht und ist in der Lage mikrobiellen Angriffen standzuhalten (O'Hagan-Wong *et. al.*, 2022). Bei der Konditionierung mit Phosphorsäure entsteht ein mikroretentives Relief, wenn entweder die Schmelzprismen oder die zwischenprismatische Substanz angelöst wird. Niedrig visköse Kompositmaterialien oder Haftvermittler dringen in dieses Relief ein und haften mikromechanisch. Bei Milchzähnen und in Fissuren ist der Schmelz prismenfrei (Hellwig *et. al.*, 2018).

2.2 Zahnkaries

Der Prozess der Kariesbildung ist multifaktoriell. Bakterien in der Mundflora verstoffwechseln Kohlenhydrate zu Milchsäure. Es kommt zu einem Abfall des pH-Wertes. Unter einem pH-Wert von 5,5 lösen die H^+ -Ionen die Calcium- und Phosphationen aus dem Hydroxylapatit (O'Hagan-Wong *et. al.*, 2022). In Abbildung 2.1 sind die drei Hauptfaktoren abgebildet, die zu der Entstehung einer Karies beitragen. Darüber hinaus kann eine Kariesentstehung

durch sekundäre Faktoren beeinflusst werden. Zu diesen zählen unter anderem der Speichel, mit der Speichelflussrate und seiner Zusammensetzung, die den pH-Wert und die Pufferkapazität beeinflusst und die Dauer und Häufigkeit der Substratzufuhr. Außerdem können sozioökonomische und genetische Faktor und Zahnfehlstellungen den Prozess beeinflussen (Hellwig *et. al.*, 2018).

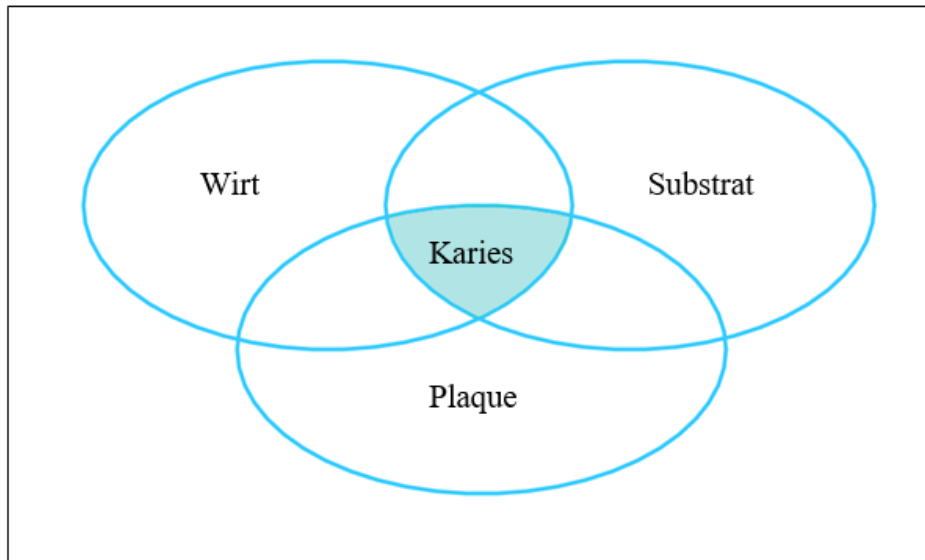


Abb. 2.1: Schematische Darstellung der Hauptfaktoren zur Kariesentstehung. Wirt beschreibt dabei die Zahnhartsubstanz, Substrat sind speziell niedermolekulare Kohlenhydrate und bei Plaque handelt es sich um kariogene Mikroorganismen in der Mundhöhle. Wirken die drei Hauptfaktoren lange genug zusammen, kommt es zu einer Zerstörung der Zahnhartsubstanz (Hellwig *et. al.*, 2018; S. 18).

Bei der Karies kommt es zu einem Ungleichgewicht aus Demineralisierung und Remineralisierung (Herman *et. al.*, 2021). Dabei beschreibt die Demineralisierung den Nettoverlust von Kalzium- und Phosphationen aus dem Zahnschmelz und die Remineralisierung die Wiederaufnahme aus Mundflüssigkeiten (O'Hagan-Wong *et. al.*, 2022). Kann die Demineralisierung nicht gehemmt werden, kommt es zu einer irreversiblen Schädigung der Zahnhartsubstanz. Die minimalinvasive Zahnmedizin sieht vor, diesen Prozess frühzeitig durch ein Wiederherstellen des Ionengleichgewichtes und somit eine Remineralisierung des Zahnschmelzes ohne Chirurgischen Eingriff zu ermöglichen (Herman *et. al.*, 2021).

In Fissuren, im Approximalbereich, in Grübchen und am Zahnhs befinden sich habituell unsaubere Zonen. An diesen lagern sich aus anatomischen und morphologischen Gründen vermehrt Plaquebakterien an (Hellwig *et. al.*, 2018). Durch die retentive Anatomie der Fissuren sind diese besonders schwierig zu reinigen. Kariöse Läsionen treten daher bei Kindern

häufig an den Kauflächen auf (Mezquita-Rodrigo *et. al.*, 2022). Abbildung 2.2 zeigt schematisch die Kariesprädelektionsstellen.

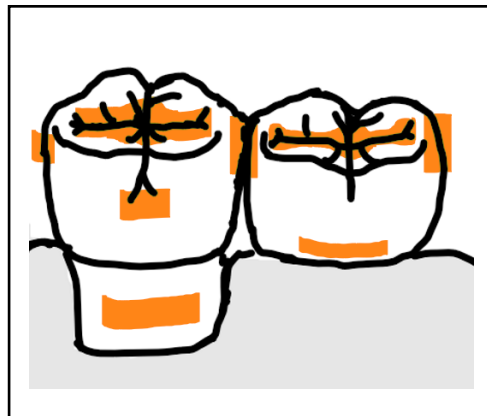


Abb. 2.2: Schematische Darstellung der Kariesprädelektionsstellen (Hellwig *et. al.*, 2018; S19). Die orangefarbenen Bereiche markieren die Stellen, in denen bevorzugt eine Karies entsteht.

2.3 Kariesprävention

Die in den vergangenen Jahrzehnten implementierten Maßnahmen zur Förderung der Mundgesundheit führten offenbar zu einer Reduktion der Karieserfahrung (Jordan *et. al.*, 2025). Deshalb ist die Kariesprävention von großer Bedeutung. Ein Rückgang der Kariesentstehung kann durch präventive Maßnahmen erzielt werden. Diese werden durch die vier tragenden Pfeiler der Kariesprävention beschrieben: Ernährungslenkung, Fissurenversiegelung, Mundhygienemaßnahmen und die Anwendung von fluoridhaltigen Kariostatika (Hellwig *et. al.*, 2018). Der präventive Effekt kann hauptsächlich auf Glattflächen erzielt werden (Mezquita-Rodrigo *et. al.*, 2022). In den ersten Jahren nach Zahndurchbruch ist das Risiko für die Kariesentstehung am größten. Betroffen sind dabei die Okklusal- und die Approximalfächen (Mejäre *et. al.*, 2014). Daher sind die kariespräventiven Maßnahmen vor allem bei Kindern und Jugendlichen von großer Bedeutung. Karies kann im Bereich von Gruben und Fissuren bereits bei noch nicht vollständig durchgebrochenen Zähnen beginnen. Der erste Molar ist wegen seiner Anatomie besonders anfällig für Karies, da seine Form die Ansammlung von Biofilm erleichtert (Ahovuo-Saloranta *et. al.*, 2017).

Für die Kariesprävention ist eine langfristige, konstante topische Applikation von Fluoridionen vorteilhaft. Um das Kariesrisiko zu minimieren, werden Konzentrationen von 1,5-4 mg/Tag empfohlen. Das Fluorid sorgt dabei sowohl für eine Förderung der antibakteriellen

Aktivität, als auch für eine Hemmung der Demineralisierung und für eine Remineralisierung. Durch die Einlagerung der Fluoridionen wird der Zahnschmelz resistenter gegen Säuren. Daher sollten Dentalprodukte mit Fluoridverbindungen angereichert werden (Herman *et. al.*, 2021).

Eine weitere Maßnahme zur Remineralisierung einer oberflächlichen Schmelzkaries ist die Verwendung von HAP-Zahnpasta. Die in der Zahnpasta befindlichen HAP-Partikel ähneln auf Nano- und Mikroebene dem Apatit des Zahnschmelzes. Diese HAP-Partikel sind in der Lage, an den natürlichen Zahnschmelz zu binden und so die verlorene Oberflächenintegrität wiederherzustellen (O'Hagan-Wong *et. al.*, 2022).

Laut der American Academy of Pediatric Dentistry (AAPD) lässt sich das Kariesrisiko mit einer Fissurenversiegelung um 76% senken (Uzel *et. al.*, 2022). Ein Nachweis der Wirksamkeit der Fissurenversiegelung als kariespräventive Maßnahme erfolgte in den 1980er Jahren. Zuvor wurden in Studien durch sogenannte split-mouth Untersuchungen die Kariesentstehung von Zähnen mit Versiegeln zu ohne Versiegeln in einem Patientenmund verglichen. Dieses Verfahren wird seit den 1980er Jahren als unethisch angesehen (Naaman *et. al.*, 2017).

2.4 Fissurenversiegelung

Fissuren und Grübchen sind aufgrund ihrer Morphologie anfälliger für die Entstehung einer Karies. Der Fissurenboden reicht dabei oft bis nah an die Schmelz-Dentin-Grenze. Das führt zu einer schnellen Ausbreitung der Karies in das Dentin und einem unterminierenden Fortschreiten. Die Fissuren sind für die mechanische Reinigung mit einer Zahnbürste schwer zugänglich, was die Entstehung einer Plaque zur Folge hat (Abbildung 2.3 a). Da das Fluorid nicht durch die Plaque diffundieren kann, können lokale Fluoridierungsmaßnahmen die Kariogenese nur bedingt aufhalten. Durch eine Versiegelung der Fissuren (Abbildung 2.3. b) sind kariogenes Substrat und kariogene Mikroorganismen nicht in der Lage einen Zugang zum Boden der Fissur zu finden (Hellwig *et. al.*, 2018).

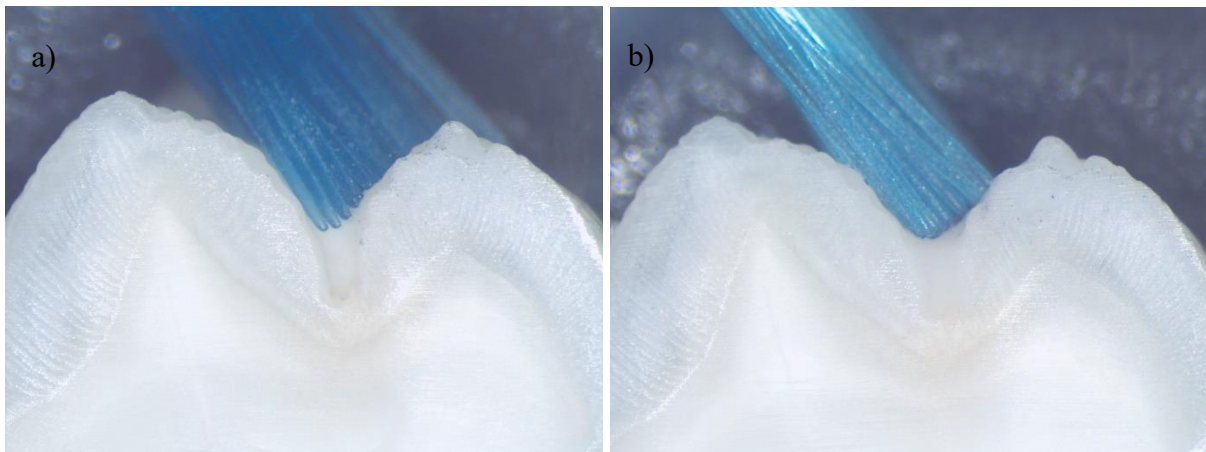


Abb. 2.3: Zahn im Sagittalschnitt. a) Tiefe schmale Fissur ohne Fissurenversiegelung. Die Borsten der Zahnbürste können den Boden der Fissur nicht erreichen. b) Fissur mit Fissurenversiegelungsmaterial gefüllt. Die Gesamte Kaufläche kann mit den Borsten der Zahnbürste erreicht werden. Originalvergrößerung 40 x.

Abbildung 2.4 zeigt einen Überblick über die Formen der Fissuren im Querschnitt. Schmale, tiefe ampullenförmige Fissuren sind relativ gesehen kariesanfälliger als v-förmige, breite und flache Fissuren (Naaman *et. al.*, 2017).

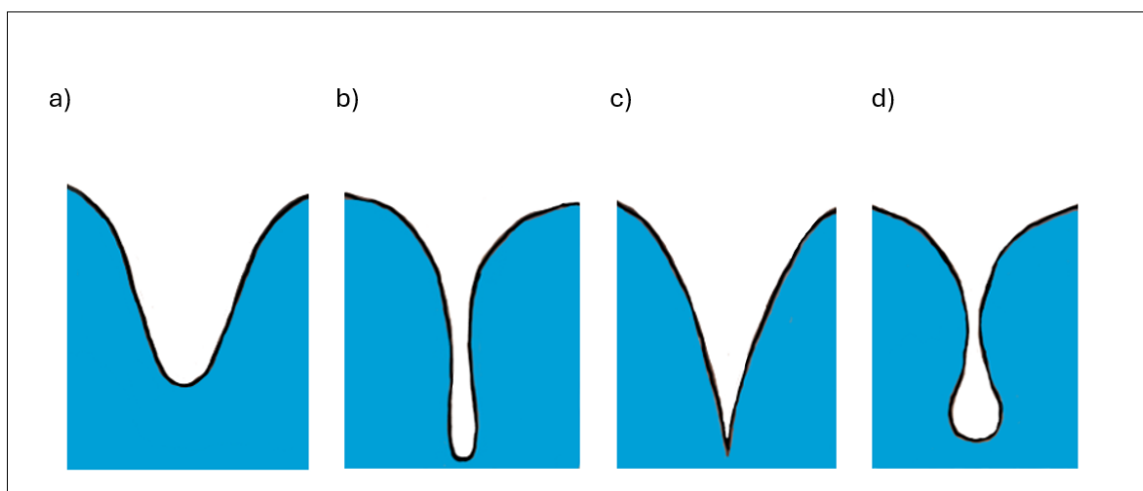


Abb. 2.4: Schematische Darstellung der unterschiedlichen Fissurenformen im Zahnquerschnitt. a) flache und breite Fissur, b) schmale und tiefe Fissur, c) tiefe und v-förmige Fissur, d) ampullenförmige Fissur (Hellwig *et. al.*, 2018; S.153).

In den 1960er Jahren wurden erstmals Fissurenversiegelungen durchgeführt. Dafür wurden zunächst Materialien auf Harzbasis verwendet. Die Versiegelung fungiert als physikalische Barriere und sorgt für einen kariesprophylaktischen Effekt (Amend *et. al.*, 2024).

Bei einer Adhäsiven Fissurenversiegelung wird der Zahn zunächst geätzt, mit Wasser abgespült und luftgetrocknet bevor anschließend die Applikation des Materials erfolgt. Kommt es bei diesem Vorgang zu einer Kontamination der geätzten Schmelzoberfläche durch Speichel, kann dies die Retention des Versieglers beeinträchtigen (Nahvi *et. al.*, 2018). Dafür reicht bereits eine Zeit von 0,5 s aus und macht eine erneute Ätzung der Zahnoberfläche nötig. Ein Kofferdam oder die Verwendung von Watterollen und Speichelsauger können für die Isolierung der Zähne verwendet werden (Naaman *et. al.*, 2017). Alternativ können selbstätzende Fissurenversiegelungsmaterialien verwendet werden, bei denen keine Konditionierung der Schmelzoberfläche erfolgt. In einigen Studien wurden Adhäsive nach der Konditionierung verwendet, um die Retention zu verstärken, oder selbstätzende Adhäsive, um den Herstellungsprozess zu vereinfachen (Nahvi *et. al.*, 2018). Als valider Surrogatendpunkt für den kariespräventiven Effekt von Fissurenversiegelung gilt die Retentionsrate des Materials (Naaman *et. al.*, 2017). Das Auftreten von Mikroleckagen ermöglicht das Eindringen von Ionen, Molekülen, Bakterien und Flüssigkeiten und kann zu einer Karies führen (Nahvi *et. al.*, 2018).

Die Fissurenversiegelungsmaterialien lassen sich in Versiegler auf Glasionomer-Basis, Versiegler auf Kunststoff-Basis und Hybridversiegler einteilen (Amend *et. al.*, 2024).

2.4.1 Kunststoff-Basis

Die Versiegler auf Kunststoff-Basis (Resin-based sealants (RBS)) lassen sich abhängig von der Polymerisation in vier Generationen einteilen. Bei der ersten Generation erfolgt die Polymerisation durch ultraviolettes Licht. Die zweite Generation beinhaltet chemisch aushärtende Dichtstoffe oder selbstpolymerisierende Dichtstoffe auf Kunststoff-Basis (auto-polymerizing resin-based sealants (ARBS)). Der Aktivator ist dabei ein tertiäres Amin, welches einer Komponente zugefügt wird und nach dem Vermischen mit einer anderen Komponente freie Radikale bildet, die die Polymerisation auslösen. Dieser Mischvorgang ist jedoch anfällig für Luftteinschlüsse im Versiegler. Bei der dritten Generation erfolgt die Polymerisation unter sichtbarem Licht (light-polymerizing resin-based sealants (LRBS)). Dabei sind die Photoinitiatoren empfindlich für sichtbares Licht im Wellenbereich von 470 nm (blauer Bereich). Die Aushärtung der LRBS dauert etwa 10-20 s und ist etwa sechs Mal so schnell wie bei den ARBS (60-120 s). Bei der vierten Generation (fluoride-releasing resin-based sealants (FRBS)) sind dem LRBS fluoridfreisetzende Partikel hinzugefügt. Da jedoch die langfristige Freiset-

zung von Fluorid nicht gewährleistet ist, sind die FRBS den LRBS nicht überlegen (Naaman *et. al.*, 2017). Versiegler der ersten Generation sind nicht mehr verfügbar (Ahovuo-Saloranta *et. al.*, 2017).

Die RBS können durch die Zugabe von Füllkörpern hinsichtlich der Viskosität klassifiziert werden. Gefüllte Versiegler weisen eine höhere Viskosität auf und sind im Gegensatz zu den ungefüllten Versiegler verschleißfester. Die ungefüllten Versiegler weisen eine niedrigere Viskosität auf und sind in der Retention und Eindringtiefe den gefüllten Versiegler überlegen. Die Materialien können transluzent oder opak sein. Dabei sind die transluzenten Materialien rosa, klar oder bernsteinfarben und die opaken Materialien weiß oder zahnfarben. Des Weiteren befinden sich auf dem Markt Materialien, die während der Aushärtung oder nach der Polymerisation ihre Farbe ändern (Naaman *et. al.*, 2017).

2.4.2 Glasionomer-Basis

Bei den Glasionomer Versiegler (GI) kommt es aufgrund einer Säure-Base-Reaktion zu einer chemischen Verbindung zum Dentin und Zahnschmelz (Naaman *et. al.*, 2017). Die Retention und Kaukraftresistenz ist geringer als bei den RBS (Uzel *et. al.*, 2022). Eine Einteilung der chemisch gehärteten Glasionomere erfolgt anhand der Viskosität in niedrig- oder hochviskös. Dabei erzielen die hochviskösen Versiegler eine bessere Retention als die niedrigviskösen Materialien (Ahovuo-Saloranta *et. al.*, 2017). Die GI Versiegler sind weniger anfällig für Feuchtigkeit als die harzbasierten Versiegler. Da keine Vorbehandlung der Zahnoberfläche erfolgen muss, ist die Verarbeitung einfacher (Uzel *et. al.*, 2022). Sie sind vor allem bei Kindern mit einer fragliche Feuchtigkeitskontrolle oder bei noch nicht vollständig durchgebrochenen Molaren indiziert. Die GI-Versiegelung dient im allgemeinen als Übergangversiegelung und sollte später durch eine Harzversiegelung ausgetauscht werden (Naaman *et. al.*, 2017).

2.4.3 Kunststoffmodifizierte Glasionomer-Basis

Bei den kunststoffmodifizierten Glasionomer Versiegler (resin-modified glass ionomer (RMGI)) handelt es sich um eine Kombination aus Versiegler aus RBS und auf GI. Es stellt eine Hybridform dar, die die fluoridabgebenden Eigenschaften des GI-Versiegler mit dem Vorteil des lichtpolymerisierenden RBS kombiniert. Bei der Abbindung erfolgt zunächst die Photoaktivierung der Harzkomponente und anschließend die Säure-Base-Reaktion der Ionomerkomponente (Naaman *et. al.*, 2017). Darüber hinaus gibt es Kompomere, bei denen es sich um polyalkensäuremodifizierte Kunststoffkomposite handelt (Amend *et. al.*, 2024).

Kompomere erzielen deutlich geringere Retentionsraten als Versiegler auf Kunststoff-Basis (Kühnisch *et. al.*, 2012). Im Vergleich zu den GI Versiegler ist die Retentionsrate höher. Darüber hinaus sind die RMGI weniger technikempfindlich als die RBS (Naaman *et. al.*, 2017).

Die Entscheidung, welches Material für die Fissurenversiegelung verwendet werden sollte hängt von klinischen Faktoren ab. Bei absolut, trockenen Arbeitsbedingungen sind Versiegler auf Kunststoff-Basis vom Vorteil, während bei fraglicher Trockenlegung der Zähne die Versiegelung mit Materialien auf Glasionomer-Basis erwogen werden sollte (Amend *et. al.*, 2024).

In den zahnärztlichen Kunststoffen sind Bisphenol A (BPA)- Derivate enthalten, die bei der Versiegelung zu BPA hydrolysieren und im Speichel bis zu drei Stunden nach dem Auftragen nachgewiesen werden können. BPA kann eine unerwünschte östrogenähnliche Wirkung auslösen, jedoch ist die Exposition bei Fissurenversiegelungen zu gering, um eine Gesundheitsgefahr darzustellen (Ahovuo-Saloranta *et. al.*, 2017). Die östrogene Wirkung wird dabei durch BPA-dimethacrylat (Bis-DMA) ausgelöst und nicht durch BPA-glycidyl methacrylate (Bis-GMA), welches der häufigere Bestandteil in zahnärztlichen Kunststoffen ist. Durch eine Politur und Spülung der Oberfläche nach der Versiegelung kann die BPA-Exposition reduziert werden (Fleisch *et. al.*, 2010).

2.5 Schmelzregeneration

In der konservativen Zahnmedizin, Parodontologie, Prothetik, Kiefer-Gesichtschirurgie und zur Vorbeugung von Zahnhartgewebserkrankungen werden Nanopartikel verwendet. Diese weisen eine Größe von weniger als 100 nm auf. Bei den verwendeten Materialien handelt es sich oft um Apatite. Synthetischer Hydroxylapatit ist in seiner chemischen Zusammensetzung und Kristallstruktur dem Apatit in der Knochengewebematrix ähnlich. Er weist eine hohe Biokompatibilität auf und ist aufgrund des osteoinduktiven und osteokonduktiven Potentials für die Anwendung in der Zahnmedizin geeignet. Darüber hinaus kann es durch seine ähnliche chemische Struktur in den Zahnschmelz eingebaut werden. Neben dem Hydroxylapatit, mit einer Hydroxylgruppe (OH-), kann durch den Austausch der Hydroxylgruppe durch Fluoridionen (F-) Fluorapatit entstehen (Herman *et. al.*, 2021). Die erste Zahnpasta, die Nanohydroxylapatit enthält wurde 1993 in Japan auf dem Markt gebracht. Diese findet Anwendung bei

der Verringerung von Zahnüberempfindlichkeit und zur Remineralisierung von frühen kariösen Läsionen. Darüber hinaus können die Demineralisierung des Dentins und White-Spot-Läsionen verringert werden (Anil *et. al.*, 2022).

Nanohydroxylapatit weist aufgrund der Größe der Moleküle und der hydrophilen Eigenschaften ein hohes Remineralisierungspotential auf (Herman *et. al.*, 2021). Es ist in der Lage den Zahnschmelz auf molekulare Ebene zu reparieren, indem es verloren gegangene Kalzium- und Phosphationen einbauen kann (Herman *et. al.*, 2021). Der Speichel ist dabei mit Apatitmineralien gesättigt, die für ein Gleichgewicht aus Demineralisierung und Remineralisierung sorgen (Anil *et. al.*, 2022). Darüber hinaus lässt sich durch fluorierten Hydroxylapatit oder Fluorapatit die Konzentration von Fluoridionen in der Mundhöhle steigern (Herman *et. al.*, 2021).

Die durch Herman *et. al.* (2021) durchgeführte Studie ergab *in vitro* eine langfristige Fluoridfreisetzung aus dem Fluorapatit. Wird FAP in der Zukunft den Füllungsmaterialien zugefügt, könnte durch die Langzeitfreisetzung des Fluorids die Entstehung von Sekundärkaries am Füllungsrand minimiert werden (Herman *et. al.*, 2021).

2.6 Adhäsivapatitpasten

Die Regeneration von Zahnschmelz ist derzeit Gegenstand wissenschaftlicher Forschung. Hierbei basieren die Ansätze auf azellulären, biomimetischen sowie bioinspirierten Verfahren. Für die Versorgung kariöser Läsionen im Zahnschmelz ist die Verwendung von schmelzähnlichen Materialien wünschenswert (Hannig und Hannig, 2014).

In der *in-vitro*-Untersuchung von Seidel (2016) wurde die Schmelzregeneration mit Apatitpasten getestet. Es konnten dabei ungeordnete Auflagerungen festgestellt werden, jedoch keine organisierte schmelzähnliche Struktur. Die Entwicklung der AAP basiert auf dem Konzept die Apatite mit einem Adhäsiv zu kombinieren und somit den langfristigen Verbund zur Zahnoberfläche zu gewährleisten. Bei der AAP konnte in der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung eine schmelzähnliche Struktur und ein Verbund zur Schmelzoberfläche festgestellt werden. Diese Erkenntnisse wurden in der *in-vitro*-Untersuchung von Hennrich (2021) weiterentwickelt. Es wurden dabei Materialkombinationen aus verschiedenen Adhäsiven und Nanohydroxyl-, bzw. Nanofluorapatit getestet. Neben dem Verbund zur Schmelzoberfläche, wurde auch der Verbund zum Dentin untersucht. Die AAP wurde einem künstlichen Alterungsprozess durch thermische Wechselbelastung unterzogen und einer Säureexpo-

sition ausgesetzt. Besonders gute Ergebnisse wurden mit dem Adhäsiv Clearfil Universal Bond Quick erzielt, welches als Grundlage dieser Studie dient.

2.7 Ziel der Arbeit

In dieser *in-vitro*-Untersuchung wird eine AAP, die zuvor durch Hennrich (2021) erprobt wurde weiterentwickelt. Die AAP wird dabei als potenzielles Material für eine Fissurenversiegelung getestet. Im Fokus steht dabei der Verbund der AAP mit dem Zahnschmelz. Die AAP wird einem künstlichen Alterungsprozess unterzogen, um die Beständigkeit und Dauerhaftigkeit des Verbundes zu überprüfen. Um die klinische Anwendung zu bewerten, wird die AAP bezüglich der Verarbeitbarkeit und Polierbarkeit des Materials analysiert. Die Grenzfläche zwischen AAP und Schmelz wird rasterelektronenmikroskopisch untersucht, um den Verbund auf mikroskopischer Ebene detailliert zu erfassen. Eine hochauflösende Digitalmikroskopie ermöglicht die Beurteilung der Oberflächenintegrität.

Da Fissurenversiegelungen eine etablierte prophylaktische Maßnahme zur Prävention von okklusaler Karies ist, sind bereits einige Materialien auf dem Markt erhältlich.

Grundlage dieser Studie ist die Überlegung zur Synthese von künstlichem Zahnschmelz. Dabei wird das Ziel verfolgt, AAP als Material für die Fissurenversiegelung umfassend zu evaluieren. Angestrebt wird dabei die Entwicklung eines langlebigen, biologisch kompatiblen Versiegelungsmaterials mit dauerhaftem Verbund am Zahnschmelz.

3 Material und Methode

3.1 Material

3.1.1 Oberkiefer Weisheitszähne

Für die Versuchsreihe wurden humane, kariesfreie Weisheitszähne aus dem Oberkiefer verwendet. Das Wurzelwachstum einiger Zähne war noch nicht abgeschlossen und es konnte keine Aussage darüber getroffen werden, ob die Zähne bereits Kontakt zur Mundhöhle hatten. Die Kauflächen der Zähne wiesen keine Füllungsmaterialien auf. Die Zähne wurden in diversen Zahnarztpraxen extrahiert und anonym der Universität des Saarlandes für Forschungszwecke zur Verfügung gestellt. Dabei blieben Alter und Geschlecht der Patienten unbekannt. Zudem konnte keine Aussage über den Zeitpunkt der Extraktion getroffen werden.

3.1.2 Clearfil Universal Bond Quick

Als selbstätzendes Adhäsiv wurde Clearfil Universal Bond Quick verwendet. Dieses wird von Kuraray (Hattersheim, Deutschland) hergestellt und ist laut Herstellerangaben 2017 erschienen. Es besteht unter anderem aus Ethanol (10-25%), Bisphenol A-diglycidylmethacrylat (10-25%), 2-Hydroxyethylmethacrylat (2,5-10%), Natriumfluorid und Wasser. Zudem weist das Präparat 10 MDP Monomere auf. Der pH-Wert liegt bei 2,3.

3.1.3 Nanohydroxylapatit und Nanofluorapatit

In der Versuchsreihe werden drei verschiedene Hydroxylapatite untersucht. Bei diesen handelt es sich zum einen um ein Nanofluorapatit (FAP von S&C Polymer; Elmshorn, Deutschland) und zum anderen um zwei Nanohydroxylapatite (HAP von Sigma Aldrich (HAP 1); Darmstadt, Deutschland und Kalident first von Kalichem (HAP 2); Brescia, Italien). Die Apatitpartikel unterscheiden sich in Größe und Form. FAP ist stäbchenförmig und enthält als einziges Apatit Fluorid. HAP 1 weist eine kugelförmige Struktur auf, bei der die Partikelgröße stark variiert. Als Apatit mit den größten Partikeln handelt es sich bei HAP 2 um eine amorphe Struktur. Die drei Apatite lagen in Pulverform vor.

3.1.4 Tetric EvoFlow und Heliobond

Zu Referenzzwecken wurden Fissurenversiegelungen mit Tetric EvoFlow (Ivoclar Vivadent AG) angefertigt. Es besteht unter anderem aus Bis-GMA (10-25%), Urethandimethacrylat (≥ 10 - $< 25\%$), Ytterbiumtrifluorid (≥ 10 - $< 20\%$), 1,10-Decandiol-dimethacrylat ($\geq 2,5$ - $< 10\%$), Diphenyl-trimethylbenzoyl-phosphinoxide ($< 2,5\%$) und 2-(2-Hydroxy-5-methylphenyl)-benzotriazol; 2-(2H-Benzotriazol-2-yl)-p-kresol ($\geq 0,1$ - $< 0,25\%$). Der Anteil der anorganischen Füller beträgt bei einer mittlere Korngröße von 550 nm 30.7 Vol.%. Der Hersteller empfiehlt die Verwendung eines Haftvermittlers. In diesem Fall wurde Heliobond (Ivoclar Vivadent AG) verwendet, ein lichthärtender Einkomponenten-Haftvermittler mit einer Zusammensetzung aus Bis-GMA (60 Gew.%) und Triethylenglycoldimethacrylat (40 Gew.%).

3.2 Methoden

3.2.1 Lagerung der Weisheitszähne

Die Weisheitszähne wurden in 0,1%igem Thymol (Carl Roth GmbH & Co KG) im Kühlschrank (Liebherr GmbH) bei 4 °C gelagert. Einen Tag vor Versuchsbeginn wurden die Zähne mit einer Drucksprühflasche (Bürkle GmbH & Co KG) mit sterilem Wasser (Ampuwa Fresenius Kabi Deutschland GmbH) gespült und anschließend in Eppendorf Tubes 5.0 ml (Eppendorf SE) in sterilem Wasser im Kühlschrank (4 °C) gelagert. Vor und nach der raster-elektronenmikroskopischen Untersuchung wurden die Zähne in einer 24-Well-Platte (Greiner Bio-One GmbH) luftdicht verschlossen und trocken gelagert.

3.2.2 Reinigung der Weisheitszähne

Die Wurzeln der humanen Weisheitszähne wurden mit einem Scaler (Carl Martin GmbH) von Parodontalfasern und Konkrementen befreit. Mit einer Einmalzahnbürste (Hager Werken GmbH) wurden weitere Verschmutzungen von den Zähnen entfernt. Anschließend wurden die Zähne in destilliertem Wasser (Carl Roth GmbH & Co KG) im Ultraschallbad (Bandelin electronic) für 10 min gereinigt.

3.2.3 Konditionierung des Schmelzes

Die Fissuren der Weisheitszähne wurden mit 37,5%iger Phosphorsäure (Kerr Hawe SA) für 60 s konditioniert. Anschließend wurden die Zähne mit einer Drucksprühflasche mit destilliertem Wasser für 60 s abgesprüht.

3.2.4 Herstellung der Adhäsivapatitpasten

Für die Herstellung der Adhäsivapatitpasten wurden die Apatite mit einem Mikropulverspatel (VWR International GmbH) auf eine gläserne Anmischplatte (ORBIS Dental Handelsgesellschaft mbH) gegeben. Die Verwendung einer Waage (Sartorius CP 423 S, Sartorius Werkzeuge GmbH & Co KG) ermöglichte die genaue Kontrolle der Materialmenge. Dem Apatit wurde Clearfil Universal Bond Quick hinzugefügt. Mit einem Zementspatel (Carl Martin GmbH) erfolgte der Mischvorgang der Masse zu einer homogenen Paste.

3.2.5 Applikationstechnik

Mithilfe einer Paro-Sonde WHO (Carl Martin GmbH) konnte die Adhäsivapatitpaste appliziert werden. Bei der Vergleichsprobe mit Tetric Evo Flow (Ivoclar Vivadent AG) wurde zunächst ein Haftvermittler (Heliobond, Ivoclar Vivadent AG) mit einem Microbrush (Kerr Hawe SA) aufgetragen, 15 s einwirken gelassen und der Materialüberschuss verpustet. Tetric Evo Flow konnte direkt aus der dafür vorgesehenen Kartusche appliziert werden und mithilfe einer Paro-Sonde WHO (Carl Martin GmbH) blasenfrei eingearbeitet werden.

3.2.6 Lichtpolymerisation

Die Lichthärtung der AAP erfolgte für 40 s mit einer 5 W LED Polymerisationslampe (Dentsply Smartlite PS, 950 mW/cm²). Diese wurde zum Aushärtungsvorgang senkrecht und unmittelbar über der Zahnoberfläche gehalten. Bei den Vergleichsproben wurde die Schicht aus Heliobond 10 s und das Tetric Evo Flow für 40 s mit der Polymerisationslampe gehärtet.

3.2.7 Politur und Nummerierung

Für die Politur wurde ein grünes Winkelstück (KaVo Dental GmbH, Deutschland) mit Wasserkühlung (50 ml/min) verwendet. Zur Vorpolitur der Proben wurde zunächst ein brauner Silikonpolierer (Brownie, Komet, Deutschland) und für die Hochglanzpolitur ein grüner Silikonpolierer (Greenie, Komet, Deutschland) sowie eine Kunststoff Politurbürste (Komet, Deutschland) verwendet. Anschließend wurde in die Zähne mit einem roten Winkelstück (KaVo Dental GmbH, Deutschland) unter Wasserkühlung (50 ml/min) eine Nummer mit einer Diamantkugel (Komet, Deutschland) eingraviert, damit eine genaue Zuordnung der Zähne gewährleistet war.

3.2.8 Reinigungsprotokoll

Zur Reinigung der Proben wurden diese für 10 min in destilliertes Wasser in ein Ultraschallbad gegeben.

3.2.9 Thermocycling

Das Thermocycling dient zur Nachahmung eines künstlichen Alterungsprozesses. Die Proben wurden dabei abwechselnd je 30 s in einem Kaltbad (5 °C) und in einem Warmbad (55 °C) mit destilliertem Wasser eingetaucht (Willeytec Thermocycler V 2.8, SD Mechatronik GmbH). Dieser Vorgang umfasst 3000 Zyklen. Zwischen den einzelnen Zyklen im Warm- und Kaltbad wurden die Proben 5 s zum Abtropfen in der Luft gehalten. Nach Beendigung der 3000 Zyklen verweilten die Proben im Kaltbad.



Abb. 3.1: Willeytec Thermocycler V 2.8, SD Mechatronik GmbH. Das linke Becken ist das Kaltbad (5 °C) und das rechte das Warmbad (55 °C).

3.2.10 Prüfkörperherstellung für die mikroskopischen Analysen

Die Wurzeln der Weisheitszähne wurden mit einer Polier- und Schleifmaschine (Phoenix 3000, Buehler ITW Test & Measurement GmbH) abgeschliffen und die Zahnkrone in bukkoraler Ebene getrennt. Die Schnittfläche verlief dabei durch die AAP. Dafür wurde ein Schleifpapier mit der Körnung 240 (Buehler ITW Measurement GmbH, 100-250 Umdrehungen) verwendet. Die Schnittfläche wurde mit der Körnung 4000 poliert. In Abbildung 3.2 wird die Schnittführung schematisch dargestellt.

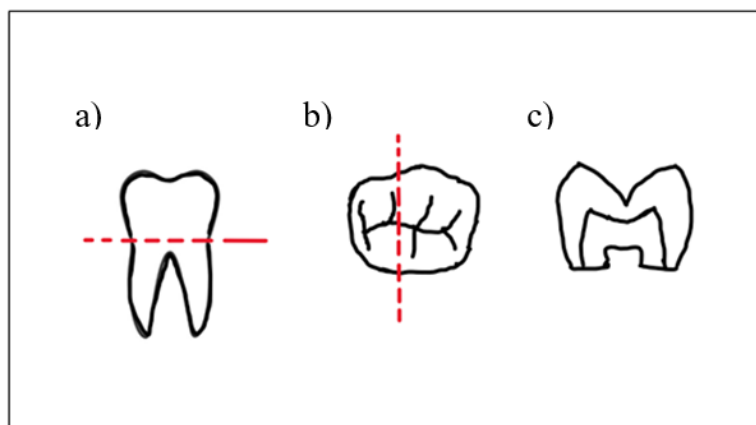


Abb. 3.2 Schematische Darstellung der Schnittführung für die Herstellung der Prüfkörper. Die gestrichelte Linie veranschaulicht dabei die Schnittebene. Als erstes wurde die Wurzel entfernt (a), anschließend erfolgte die Trennung der Zahnkrone in der bukkororalen Ebene (b) und zuletzt wurde die Aufsicht der polierten Schnittfläche dargestellt (c).

Für die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden die Prüfkörper mittels Klebestreifen auf REM Teller fixiert. Dies gewährleistet die optimale Ausrichtung der Proben und somit die senkrechte Betrachtung der Verbundfläche zwischen AAP und Schmelz (Abbildung 3.3).

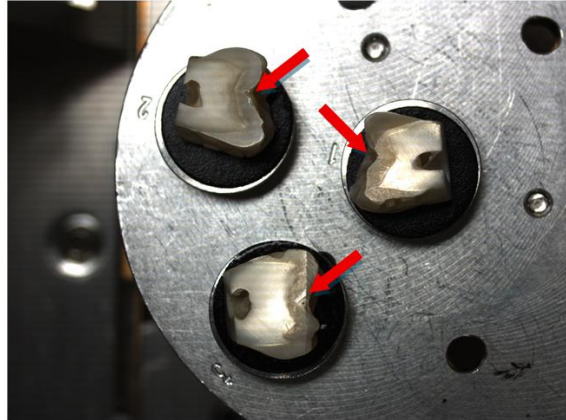


Abb. 3.3 Positionierung der Prüfkörper auf den REM Tellern. Die Pfeile zeigen dabei auf die AAP, die sich im Sinne einer Fissurenversiegelung in der Fissur des Zahnes befindet.

3.2.11 Rasterelektronenmikroskop

Im Rasterelektronenmikroskop (FEI XL 30 ESEM FEG, FEI) wurde die Verbundzone von der AAP zum Schmelz untersucht. Hierzu wurden unterschiedliche Vergrößerungen (100x, 1.000x, 5.000x, 10.000x) verwendet.

3.2.12 Hochauflösende Digitalmikroskopie

Die fotografische Dokumentation der Zähne erfolgte mit einem hochauflösenden Digitalmikroskop (Keyence, VHX-5000). Für diese Untersuchung wurden verschiedene Vergrößerungen verwendet (20x, 50x und 100x).

3.3 Versuchsablauf

Diese *in-vitro*-Untersuchung gliederte sich in vier Versuchsreihen. In Tabelle 3.1 erfolgt eine Übersicht über die Inhalte der Versuchsreihen.

Versuchsreihe	Inhalt	Anzahl der Prüfkörper
1	Adhäsivapatitpasten auf humanen Weisheitszähnen als Fissurenversiegelungsmaterial	6
2	Änderung der Mischungsverhältnisse	9
3	künstlicher Alterungsprozess	18
4	Vergleichsmaterial Tetric EvoFlow	18

Tab. 3.1: Übersicht der Inhalte von den Versuchsreihen 1-4.

3.3.1 Versuchsreihe 1: Adhäsivapatitpasten auf humanen Weisheitszähnen als Fissurenversiegelungsmaterial

Es wurden aus drei Apatiten (n=3) und einem Adhäsiv (n=1) AAP hergestellt. Diese wurden an humanen Zähnen *in vitro* als Material für Fissurenversiegelungen verwendet.

In Tabelle 3.2 sind die Materialien und die Zusammensetzung für die Herstellung der AAP der ersten Versuchsreihe aufgelistet. Es wurden jeweils zwei Zähne (n=2) pro Kombination verwendet, sodass in Versuchsreihe 1 sechs Zähne verwendet wurden (n=6).

Adhäsiv	Apatit	Mengenangabe (Adhäsiv : Apatit)
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 2	30 mg : 30 mg
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 1	30 mg : 30 mg
Clearfil Universal Bond Quick	FAP	30 mg : 30 mg

Tab. 3.2: Übersicht über die Zusammensetzung der Adhäsivapatitpasten.

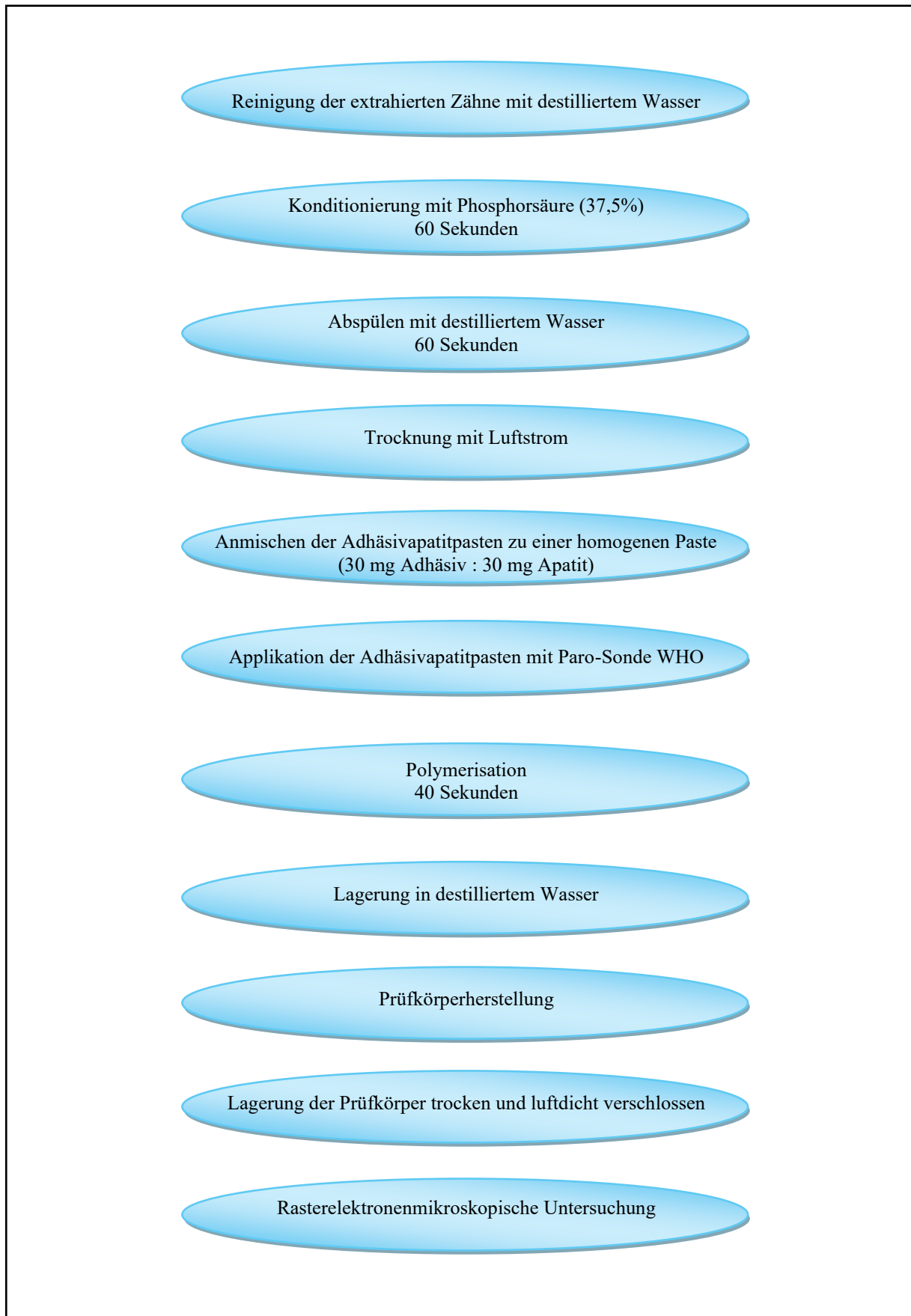


Abb. 3.4: Flussdiagramm zur Abfolge der Versuchsschritte der ersten Versuchsreihe.

Die extrahierten Oberkiefer Weisheitszähne wurden unmittelbar nach Extraktion in 0,1%igem Thymol im Kühlschrank bei 4 °C gelagert. Anschließend wurden die Zähne von Verschmutzung und Konkrementen befreit und in destilliertem Wasser im Kühlschrank gelagert. 24 Stunden nach der Lagerung der Zähne im destillierten Wasser erfolgte die Applikation der AAP.

Zunächst wurden die Zähne mittels einer Sprühflasche mit sterilem Wasser abgesprüht. Mit einem Tuch (VWR International GmbH) wurde der Zahn von Wassertropfen befreit.

Anschließend erfolgte die Konditionierung mit 37,5%iger Phosphorsäure für 60 s. Die Phosphorsäure wurde mit destilliertem Wasser aus der Sprühflasche für 60 s abgespült. Mit einem Luftstrom aus einer Druckluftflasche (Falcon Safety) wurde der Zahn getrocknet.

Für die Herstellung der AAP wurden 30 mg des Apatits mit einem Mikropulverspatel auf eine Glasanmischplatte gegeben und 30 mg Clearfil Universal Bond Quick hinzugefügt. Mit einem Zementspatel wurden das Apatit und das Adhäsiv zu einer homogenen Paste vermischt. Die Applikation der Paste erfolgte mit einer Paro-Sonde WHO. Dabei wurde das Material in die Fissur eingebracht und mit der Sonde verstrichen. Das Material wurde so appliziert, dass es an den Rändern dünn auslief. Die Schichtstärke der Fissurenversiegelung war abhängig von der Tiefe der Fissur.

Die Aushärtung der AAP erfolgte durch eine Polymerisationslampe für 40 s. Die Lampe wurde dabei senkrecht und unmittelbar über der Oberfläche positioniert.

Um mögliche Kontaminationen und Wechselwirkungen zu vermeiden, wurde nach der Herstellung einer Fissurenversiegelung alle Instrumente und der Arbeitsplatz mit 70%igem Ethanol (Carl Roth GmbH & Co KG) gereinigt.

Alle Zähne wurden in Eppendorf Tubes (5ml, Eppendorf SE) in Aqua dest. im Kühlschrank bei 4 °C gelagert.

Für die Herstellung der Prüfkörper erfolgte die Abtrennung der Wurzeln an einer Schleifmaschine mit grobem Schleifpapier (p 120). Die Zahnkrone wurde in bucco-oraler Ebene bis zur AAP angeschliffen, sodass der Übergang von Material und Schmelz untersucht werden konnte. Diese Fläche wurde mit Nassschleifpapier der Körnung p 2500 poliert. Damit der Prüfkörper auf dem REM-Teller eine ausreichende Klebefläche hatte, wurde die Rückseite des Prüfkörpers angeschliffen (p 120). Die Prüfkörper wurden mit der Rückseite mit einem doppelseitigen Klebestreifen auf die REM-Teller geklebt und in einer 24-Well-Platte luftdicht und trocken gelagert.

Für die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung des Verbunds zwischen der Adhäsivapatitpaste und dem Schmelz wurden verschiedene Vergrößerungen verwendet (100x, 500x, 5.000x und 10.000x). Nach der Untersuchung wurden die Prüfkörper wieder trocken und luftdicht in der 24-Well-Platte gelagert.

3.3.2 Versuchsreihe 2: Änderung der Mischungsverhältnisse

Für eine Verbesserung der Applikationsfähigkeit wurden die Mischungsverhältnisse geändert. Die drei Apatite (n=3) wurden in drei verschiedenen Mengen (n=3) mit dem Adhäsiv (n=1) zu verschiedenen Adhäsivapatitpasten angemischt (n=9) und an je einen Zahn getestet. Tabelle 3.3 zeigt die Mischungsverhältnisse der Adhäsivapatitpasten der Versuchsreihe 2.

Adhäsiv	Apatit	Mengenangabe (Adhäsiv : Apatit)
Clearfil Universal Bond Quick	FAP	30 mg : 10 mg
Clearfil Universal Bond Quick	FAP	30 mg : 15 mg
Clearfil Universal Bond Quick	FAP	30mg : 20 mg
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 2	30 mg : 5 mg
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 2	30 mg : 10 mg
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 2	30 mg : 15 mg
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 1	30 mg : 5 mg
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 1	30 mg : 10 mg
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 1	30 mg : 15 mg

Tab. 3.3: Übersicht über die Mischungsverhältnisse der Adhäsivapatitpasten der Versuchsreihe 2.

Der Versuchsablauf entspricht dem aus Versuchsreihe 1. Die Zähne wurden mit destilliertem Wasser gereinigt, konditioniert und getrocknet. Für die Herstellung der AAP wurde entsprechend den Mischungsverhältnissen aus Tabelle 3.3 die Menge des Apatits angepasst. Die Applikation erfolgte mit der Paro-Sonde WHO.

3.3.3 Versuchsreihe 3: Künstlicher Alterungsprozess

In Versuchsreihe 3 wurden die AAP einem künstlichen Alterungsprozess unterzogen. Hierfür wurden je sechs Zähne (n=6) mit drei verschiedenen AAP (n=3) verwendet. Die dafür verwendeten Mischungsverhältnisse der AAP wurden aus den Ergebnissen von Versuchsreihe 2 ermittelt. Tabelle 3.4 zeigt die Kombination der Adhäsivapatitpasten für Versuchsreihe 3.

Adhäsiv	Apatit	Mengenangabe Adhäsiv : Apatit
Clearfil Universal Bond Quick	FAP	30 mg : 15 mg
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 2	30 mg : 10 mg
Clearfil Universal Bond Quick	HAP 1	30 mg : 5 mg

Tab. 3.4: Übersicht über das Mischungsverhältnis der Adhäsivapatitpasten für die Untersuchung des künstlichen Alterungsprozesses.

Die Weisheitszähne wurden vor der Applikation der Adhäsivapatitpasten mikroskopisch untersucht, um die Anatomie der Fissur zu begutachten. Hierzu wurden Aufnahmen mit der Vergrößerung 20x und 50x angefertigt. Anschließend erfolgte die Herstellung der Fissurenversiegelung wie in Versuchsreihe 1. Die Zähne wurden in Eppendorf Tubes (5 ml) in destilliertem Wasser im Kühlschrank (4 °C) gelagert. Um eine Austrocknung der Zähne zu vermeiden, wurden die Zähne nur für die mikroskopische Untersuchung aus dem destillierten Wasser genommen und umgehend nach der Untersuchung zurück in die Eppendorf Tubes (5 ml) mit destilliertem Wasser gegeben.

Die Adhäsivapatitpasten wurden an einer Behandlungseinheit poliert. Hierfür wurde ein grünes Handstück verwendet. Die Vorpolitur erfolgte mit einem Silikonpolierer (Brownie) und die Hochglanzpolitur mit einem Silikonpolierer (Greenie) und einer Kunststoffbürste.

Die Zähne wurden einer Reinigung unterzogen. Dafür wurden sie in einem Ultraschallbad mit destilliertem Wasser für 10 min gereinigt, um die Zähne von möglichen Verschmutzungen zu befreien.

Für die Untersuchung des künstlichen Alterungsprozesses wurden die Zähne einer thermischen Wechselbelastung unterzogen. Hierfür wurden die Zähne abwechselnd in ein Kaltbad

(5 °C) und ein Warmbad (55 °C) mit destilliertem Wasser eingetaucht. Abbildung 3.5 zeigt eine Schematische Darstellung der Zyklen des Thermocyclings.

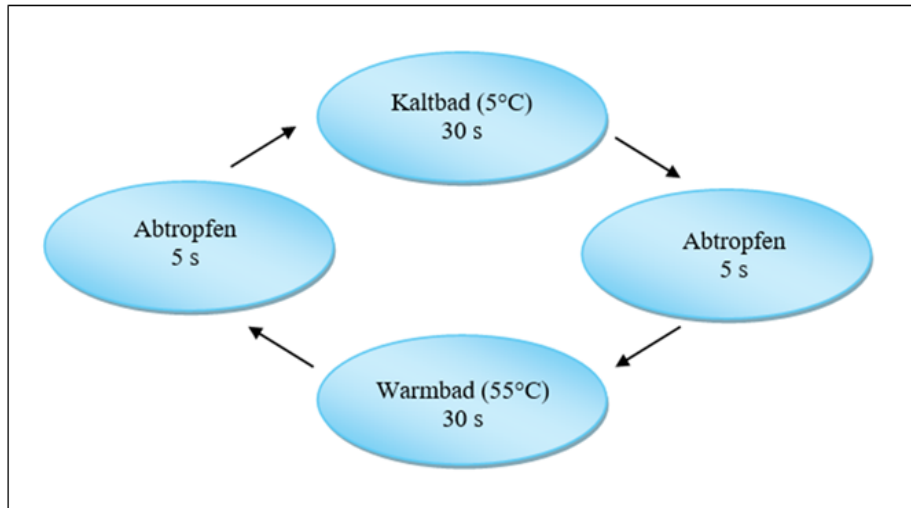


Abb. 3.5: Schematische Darstellung der Zyklen des Thermocyclings.

Unter dem hochauflösenden Digitalmikroskop wurden die Veränderungen der AAP nach thermischer Wechselbelastung untersucht. Hierfür wurden verschiedene Vergrößerungen (20x, 50x und 100x) verwendet. Zusätzlich wurden dreidimensionale Aufnahmen in 100x Vergrößerung angefertigt.

3.3.4 Versuchsreihe 4: Vergleichsmaterial Tetric EvoFlow

In der vierten Versuchsreihe wurden die AAP mit einem auf dem Markt verfügbaren Material für Fissurenversiegelungen verglichen. Bei diesem handelt es sich um Tetric EvoFlow. Es wurden in Versuchsreihe 4 jeweils sechs Zähne mit Clearfil Universal Bond Quick und HAP 1 30 mg : 5 mg (n=6), Tetric EvoFlow mit Heliobond (n=6) und Tetric EvoFlow ohne Heliobond (n=6) verwendet.

Clearfil Universal Bond Quick + HAP 1 (30 mg : 5 mg)
Tetric EvoFlow mit Heliobond
Tetric EvoFlow ohne Heliobond

Tab. 3.5: Übersicht über die Materialien der Fissurenversiegelungen in Versuchsreihe 4.

Bei der hochauflösenden Digitalmikroskopie wurden Aufnahmen der Zähne vor der Fissurenversiegelung (20x und 50x), mit der Fissurenversiegelung vor der Politur (20x und 50x) und nach der Politur (20x, 50x, 100x und 100x3D) angefertigt.

Die Fissurenversiegelungen mit der AAP aus 30 mg Clearfil Universalbond Quick und 5 mg HAP 1 wurde hergestellt wie in Versuchsreihe 1.

Für die Fissurenversiegelungen mit Tetric EvoFlow wurden die Zähne mit destilliertem Wasser gereinigt. Die Konditionierung erfolgte mit 37,5%iger Phosphorsäure für 60 s. Nachdem die Phosphorsäure mit destilliertem Wasser aus einer Sprühflasche 60 s abgespült wurde, wurden die Zähne mit einem Tuch von Wassertropfen befreit und mit einem Luftstrom getrocknet.

In Abbildung 3.6 wird die Arbeitsfolge zur Herstellung der Fissurenversiegelung mit Tetric EvoFlow mit und ohne Heliobond gegenübergestellt.

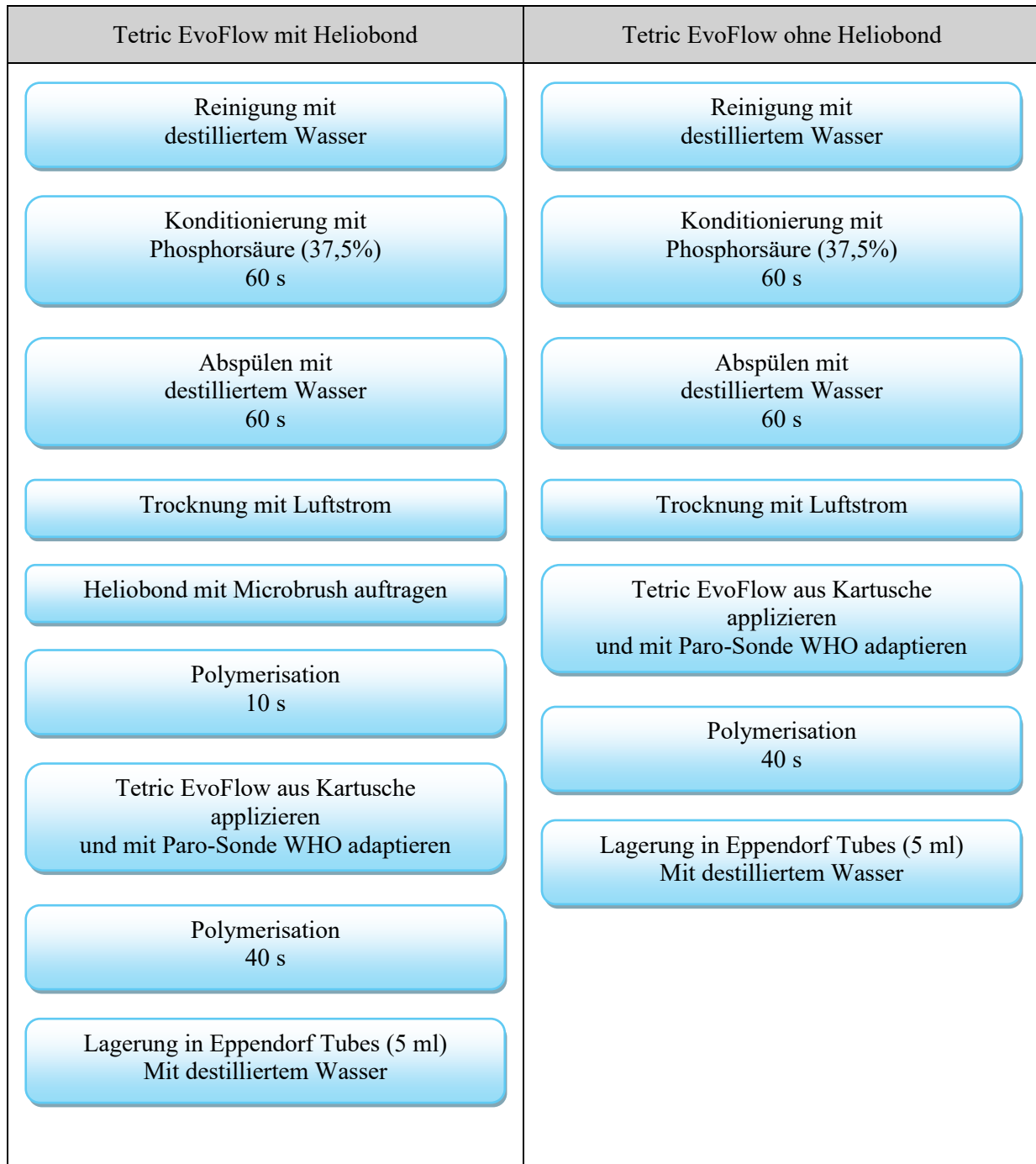


Abb. 3.6: Flussdiagramm zum Ablauf der Fissurenversiegelung mit Tetric EvoFlow mit und ohne Heliobond.

Bei sechs Zähnen (n=6) wurde eine Schicht Heliobond mit einem Microbrush in der Fissur aufgetragen. Mit einem Luftstrom wurden die Überschüsse verpustet. Es folgte eine Lichthärtung mit der Polymerisationslampe für 10 s.

Tetric Evo Flow wurde direkt aus der Kartusche auf das Heliobond in die Fissuren der Zähne eingebracht. Mit einer Paro-Sonde WHO wurde das Tetric EvoFlow an den Rändern dünn adaptiert. Zum Aushärten wurde mit einer Polymerisationslampe für 40 s polymerisiert.

Alle Zähne wurden einzeln in Eppendorf Tubes (5 ml) mit destilliertem Wasser im Kühlschrank (4 °C) gelagert.

Die Fissurenversiegelungen mit Tetric EvoFlow mit und ohne Heliobond wurden wie auch zuvor die Fissurenversiegelungen mit Clearfil Universal Bond Quick mit Silikonpolierern (Brownie und Greenie) und einer Kunststoffbürste poliert.

Alle Zähne sind, wie in Versuchsreihe 3, gereinigt worden.

Für den künstlichen Alterungsprozess wurden die Zähne, wie in Versuchsreihe 3, einer thermischer Wechselbelastung über 3000 Zyklen ausgesetzt.

Anschließend wurden die Fissurenversiegelungen unter einem hochauflösenden Digitalmikroskop (Vergrößerungen von 20x, 50x und 100x) auf Materialrisse untersucht.

Für die Prüfkörper Herstellung wurden die Wurzeln der Zähne abgeschliffen (p 120) und der Zahn bis zum Tetric EvoFlow in bucco-oraler Ebene angeschliffen (p 120) und anschließend mit feiner Körnung poliert (p 4.000). Danach wurden die Prüfkörper auf die REM-Teller geklebt und trocken und luftdicht verschlossen in einer 24-Well-Platte gelagert.

Bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung wurde der Verbund der Fissurenversiegelung zum Schmelz untersucht. Hierzu wurden verschiedene Vergrößerungen verwendet (100x, 500x, 5.000x und 10.000x).

4 Ergebnisse

4.1 Versuchsreihe 1

4.1.1 Applikationstechnik

Bei der Herstellung der AAP wurden die drei Apatite (FAP, HAP 2 und HAP 1) mit einem Zementspatel in das Adhäsiv (Clearfil Universal Bond Quick) eingemischt. Dabei wurde ein Mischungsverhältnis von 1:1 eingehalten (30mg Adhäsiv + 30mg Apatit). Die Apatite lagen in Pulverform vor und das Adhäsiv als Flüssigkeit. Durch die unterschiedliche Apatitgröße erhielten die homogen vermischten AAPs eine unterschiedliche Viskosität. Dabei wurde mit steigender Viskosität die Applikation in die Tiefe der Fissur erschwert. Besonders die AAP aus HAP 2 und Clearfil Universal Bond Quick wies eine hohe Viskosität auf. Durch die besondere Form der Paro-Sonde WHO eignete sich diese gut für die Applikation der AAP (Abbildung 4.1). Mit der kleinen Kugel am Ende der Sonde ließ sich das Material in die Tiefe der Fissur einbringen und an den Rändern dünn adaptieren.



Abb. 4.1 Abbildung einer Paro-Sonde WHO.

4.1.2 Rasterelektronenmikroskop

In der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung wurden die AAP mit den Apatiten FAP, HAP 2 und HAP 1 unter besonderer Berücksichtigung des Verbunds der AAP und dem Zahnschmelz untersucht. Zudem wurde die Verteilung der Apatit-Partikel in der AAP beurteilt.

FAP + Clearfil Universal Bond Quick (30 mg : 30 mg)

Abbildung 4.2 zeigt die Ergebnisse der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen der AAP aus FAP und Clearfil Universal Bond Quick in den Vergrößerungen 100x, 500x, 5.000x und 10.000x. Es kam zu einer Rissbildung, die sich über eine längere Strecke im Bereich der Grenzfläche von Material und Schmelz befindet. Bei einer 500-fachen Vergrößerung ist zu erkennen, dass sich der Riss eher im Schmelz befindet als an der Verbundfläche. Bei 5.000-facher und 10.000-facher Vergrößerung ist gut zu erkennen, dass die AAP zu einer homogenen Paste verarbeitet wurde und sich die FAP-Partikel gleichmäßig im Adhäsiv verteilt haben. Die Apatitpartikel weisen dabei eine stäbchenförmige Struktur auf. An der Verbundfläche ist in 10.000-facher Vergrößerung deutlich die Verzäpfung von der AAP und dem Schmelz zu erkennen.

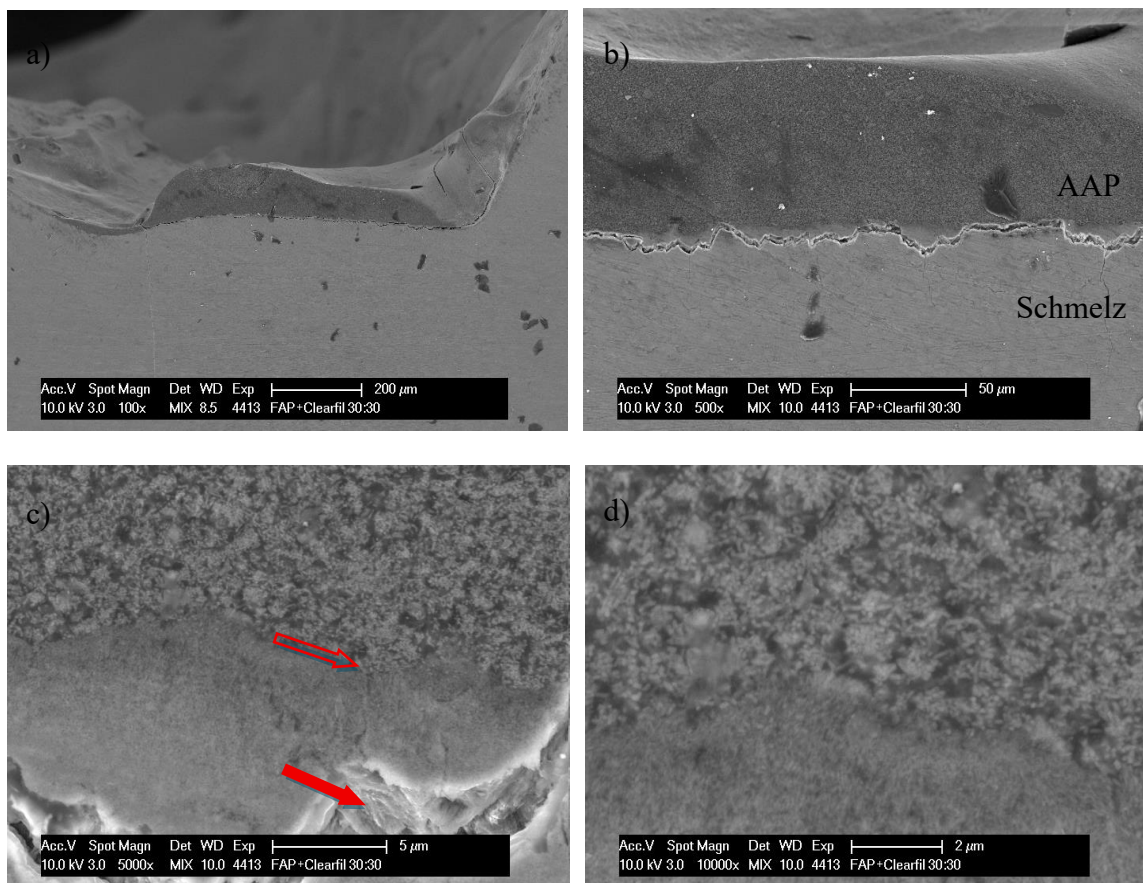


Abb. 4.2: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, FAP + Clearfil Universal Bond Quick (30 mg : 30 mg) a)-d). Es ist eine homogene Paste zu erkennen, die einen spaltfreien Verbund zum Schmelz eingeht. c) der gefüllte Pfeil ist auf den Riss im Schmelz gerichtet. Der ungefüllte Pfeil zeigt auf den Verbundbereich, der als spaltfrei angesehen werden kann. Originalvergrößerungen: a) 100x, b) 500x, c) 5.000x, d) 10.000x.

HAP 2 + Clearfil Universal Bond Quick (30 mg : 30 mg)

In Abbildung 4.3 sind die Ergebnisse der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen der AAP aus HAP 2 und Clearfil Universal Bond Quick in den Vergrößerungen 100x, 500x, 5.000x und 10.000x abgebildet. Bei 100-facher Vergrößerung ist ein senkrechter Riss in der AAP zu erkennen. Die HAP 2 Partikel sind gleichmäßig und homogen in der AAP verteilt. Die Form der Partikel kann als amorph beschrieben werden. In der 5.000 und 10.000-fachen Vergrößerung ist an der Verbundfläche im Schmelz ein gutes Ätzmuster zu erkennen und die AAP hat die Schmelzprismen gut penetriert.

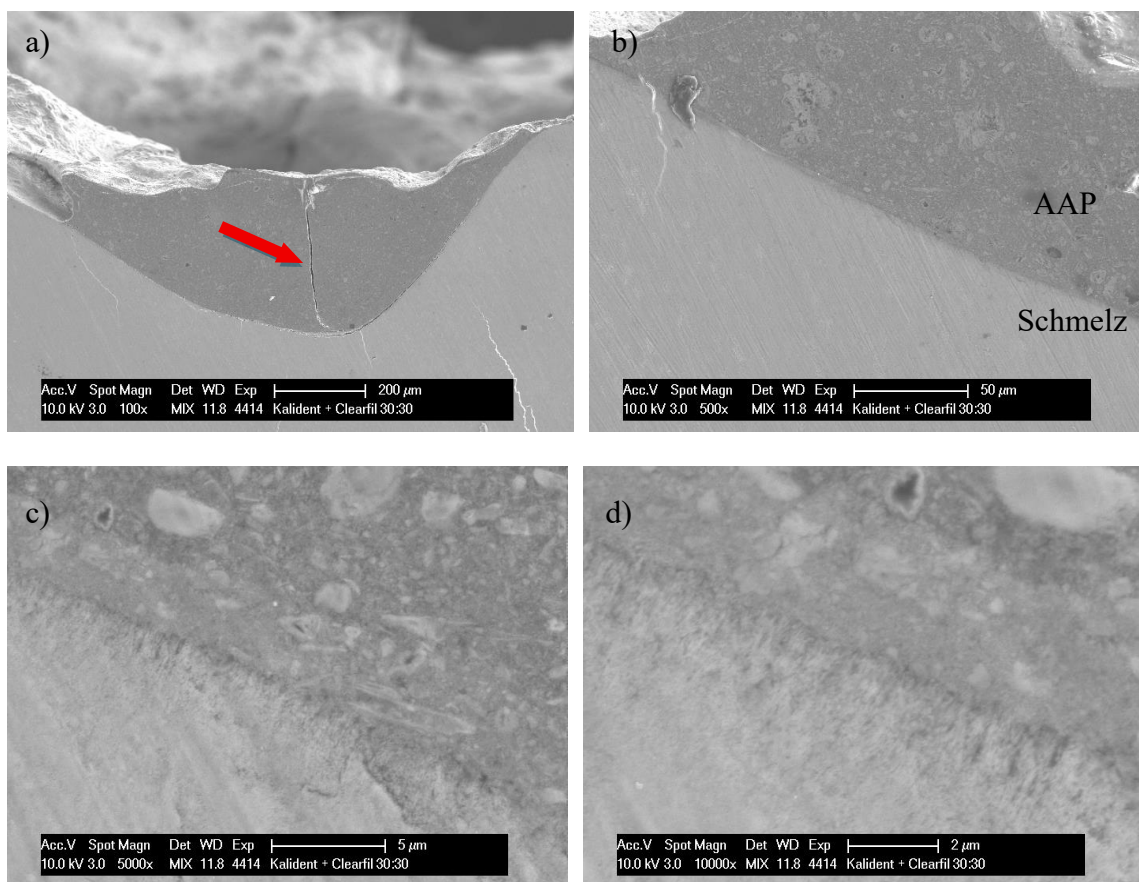


Abb. 4.3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, HAP 2 + Clearfil Universal Bond Quick (30 mg : 30 mg) a)-d). Die Paste ist homogen gemischt. a) der Pfeil ist auf den Riss im Material gerichtet. c) Es zeigen sich Partikel mit unterschiedlichem Volumen. d) der Verbund zur Schmelzoberfläche erweist sich als spaltfrei. Originalvergrößerungen: a) 100x, b) 500x, c) 5.000x, d) 10.000x.

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

Abbildung 4.4 zeigt die Ergebnisse der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen der AAP aus HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick in den Vergrößerungen 100x, 500x, 5.000x und 10.000x. In 100-facher Vergrößerung ist zu erkennen, dass die AAP nicht bis in die Tiefe der Fissur appliziert wurde. Zudem kam es zu einer Rissbildung an einer Fissurenwand am Übergang von Schmelz und AAP. Die HAP 1-Partikel sind im Clearfil Universal Bond Quick homogen und gleichmäßig verteilt. Die Form der Partikel ist rund und variiert in der Größe. Bei der 5.000-fachen Vergrößerung ist ein dunkler Streifen zwischen AAP und Schmelz zu erkennen. Es handelt sich hierbei um ein lokales Entmischungsphänomen der AAP. Die Aufnahme in 10.000x Vergrößerung zeigt, dass zwischen AAP und Schmelz ein guter Verbund entstand.

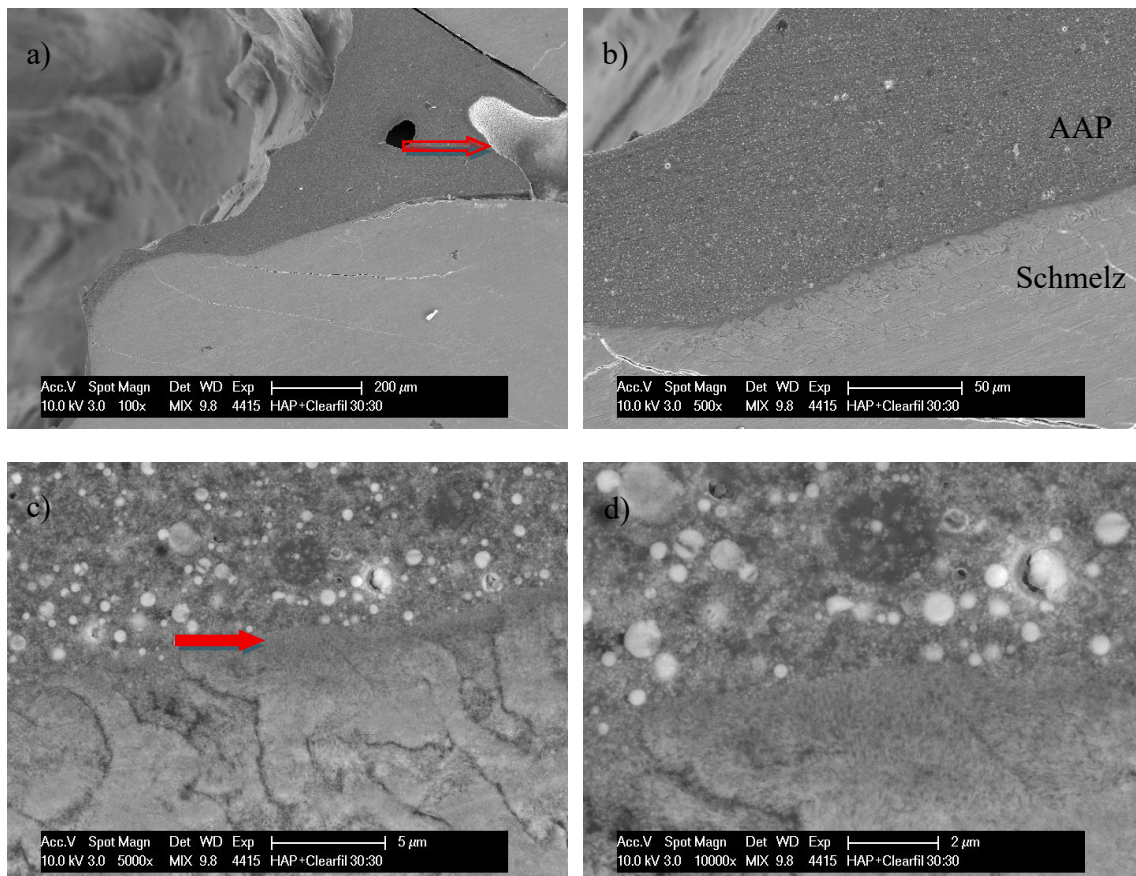


Abb. 4.4: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick (30 mg : 30 mg) a)-d). Es zeigt sich eine homogene Paste, die einen spaltfreien Verbund zur Schmelzoberfläche aufweist. a) Die AAP gelangt nicht bis in die Tiefe der Fissur (ungefüllter Pfeil) c) an der Grenzfläche kommt es zu einem Entmischungsphänomen (gefüllter Pfeil). Originalvergrößerungen: a) 100x, b) 500x, c) 5.000x, d) 10.000x.

4.1.3 Zusammenfassung der Versuchsreihe 1

In allen drei Pasten waren die Apatite gleichmäßig und homogen im Adhäsiv verteilt. Die Partikel wiesen alle eine unterschiedliche Form und Größe auf. Dabei waren die HAP 2-Partikel am größten und hatten eine amorphe Form. Die runden Partikel vom HAP 1 variierten in der Größe. FAP war stäbchenförmig und hatte die kleinsten Partikel.

Nur die AAP mit HAP 1 wies an der Grenzschicht zum Zahnschmelz ein Entmischungphänomen auf.

Da die Pasten eine hohe Viskosität aufwiesen, war die Applikation erschwert. Deshalb wurde in Versuchsreihe 2 die Menge der Apatite in der AAP gesenkt, sodass eine geringere Viskosität erreicht werden konnte.

4.2 Versuchsreihe 2

4.2.1 Mischungsverhältnisse

Um die Applikation der AAP zu erleichtern, wurde die Menge der Apatite in den AAP gesenkt. Wie in Versuchsreihe 1 wurden die Apatite (FAP, HAP 2 und HAP 1) und das Adhäsiv (Clerafil Universal Bond Quick) mit einem Zementpatel zu einer homogenen Masse verarbeitet. Die Applikation erfolgte mit einer Paro-Sonde WHO. Vorteilhaft zeigten sich vor allem AAPs mit einer niedrigen Viskosität bei der Applikation bis in die Tiefe der Fissur.

Zunächst wurde mit einem Mischungsverhältnis von 1:2 begonnen. Dies entsprach einer Menge von 15 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv. Anhand der Viskosität wurden dann zwei weitere Kombinationen getestet. Bei der AAP aus FAP und Clearfil Universal Bond Quick wurde das Mischungsverhältnis einmal um 5 mg Apatit gesteigert und einmal um 5 mg Apatit gesenkt. Daraus resultierten die Kombinationen 10 mg / 15 mg / 20 mg Apatit : 30 mg Adhäsiv. Bei HAP 1 und HAP 2 wurde für die beiden weiteren Kombinationen die Apatitmenge weiter reduziert (5 mg und 10 mg). Es wurden aus den drei Apatiten (n=3) und jeweils drei Mengen (n=3) neun AAPs getestet (n=9). In Tabelle 3.3 sind die Mischungsverhältnisse aus Versuchsreihe 2 dargestellt.

In der Tabelle 4.1 sind die Eigenschaften der verschiedenen Mischungsverhältnisse aufgelistet. Diese Einteilung erfolgte subjektiv. Die Viskosität wurde von hoch viskös, welches in der Bewertung ein Stern ergibt bis sehr niedrig viskös, welches in der Bewertung vier Sterne ergibt eingeteilt. Je dünnflüssiger die AAP ist, desto besser schien diese die tieferen Bereiche

der Fissur zu erreichen. Die Applikation wurde von schlecht (ein Stern) bis sehr gut (vier Sterne) bewertet. Dabei ging es darum, wie gut sich das Material in die Fissur einbringen ließ. Bei der Oberflächenbeschaffenheit wurde das Oberflächenrelief beurteilt und von sehr rau (ein Stern) bis sehr glatt (vier Sterne) eingeteilt. Das Adaptationsvermögen wurde von gering (ein Stern) bis sehr gut (vier Sterne) eingeteilt. Diese beschrieben wie gut sich das Material in den Randbereichen, also am Übergang des Fissurenversiegelungsmaterials zum Schmelz anlegt. Die Schichtstärke gab Auskunft darüber, wie dick sich das Material auftragen ließ, von gering (ein Stern) bis sehr dick (vier Sterne). Bei dem Ergebnis wurden alle Sterne addiert.

AAP	Viskosität	Applikation	Oberflächenbeschaffenheit	Adaptationsvermögen	Schichtstärke	Ergebnis
1	***	***	***	***	*	13
2	***	***	**	***	***	14
3	**	**	*	*	****	9
4	***	***	***	***	*	13
5	***	***	***	**	***	14
6	**	*	*	**	****	10
7	****	****	**	***	**	15
8	***	**	*	**	**	10
9	**	**	*	*	***	9

Tab. 4.1: Verarbeitungskriterien der AAP; Viskosität (* = hoch viskös, ** = mittelmäßig viskös, *** = niedrig viskös, **** = sehr niedrig viskös), Applikation (* = schlecht, ** = mittelmäßig, *** = gut, **** = sehr gut), Oberflächenbeschaffenheit (* = sehr rau, ** = rau, *** = glatt, **** = sehr glatt), Adaptationsvermögen (* = gering, ** = mittelmäßig, *** = gut, **** = sehr gut), Schichtstärke (* = gering, ** = mittelmäßig, *** = dick, **** = sehr dick). 1-3: FAP + Clearfil Universal Bond Quick. 4-6: HAP 2 + Clearfil Universal Bond Quick. 7-9: HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick.

4.2.2 Zusammenfassung der Versuchsreihe 2

Für die AAP mit FAP hat die Kombination aus 15 mg FAP und 30 mg Clearfil Universal Bond Quick das beste Ergebnis erzielt. Bei der AAP mit HAP 2 konnte das Mischungsverhältnis mit 10 mg Apatit und 30 mg Adhäsiv am besten abschneiden. Das beste Ergebnis er-

zielte die AAP mit 5 mg HAP 1 und 30 mg Clearfil Universal Bond Quick. Diese zeichnete sich vor allem mit einer sehr niedrigen Viskosität aus.

Von den neun getesteten AAP (n=9) wurde jeweils das beste Mischungsverhältnis der jeweiligen Apatite (n=3) für Versuchsreihe 3 verwendet (Kombination 2, 5 und 7).

4.3 Versuchsreihe 3

In Versuchsreihe 3 wurden die jeweils besten Mischungsverhältnisse der Apatite FAP, HAP 2 und HAP 1 aus Versuchsreihe 2 verwendet (Tabelle 4.2).

Clearfil Universal Bond Quick + FAP (30 mg : 15 mg)
Clearfil Universal Bond Quick + HAP 2 (30 mg : 10 mg)
Clearfil Universal Bond Quick + HAP 1 (30 mg : 5 mg)

Tab. 4.2: Übersicht über die AAP der dritten Versuchsreihe.

Die Herstellung der AAP erfolgte wie in Versuchsreihe 1. Anschließend erfolgte eine Politur der AAP mit Silikonpolierern (Brownie und Greenie) und Kunststoffbürstchen. Die versiegelten Zähne wurden danach einer thermischen Wechselbelastung ausgesetzt.

Es erfolgte zudem eine mikroskopische Untersuchung vor der Applikation der AAP, nach der Politur und nach der thermischen Wechselbelastung. Für eine bessere Übersichtlichkeit wird für die jeweiligen AAP nur eine Bilderfolge aufgeführt.

4.3.1 Hochauflösende Digitalmikroskopie

Nachdem die Fissurenversiegelung appliziert und poliert waren, wurden die Zähne im hochauflösenden Digitalmikroskop in verschiedenen Vergrößerungen untersucht (20x und 50x). Die Oberflächen der AAPs zeigten sich glatt und glänzend und wiesen keine größeren Riefen oder Blasen auf. Zwischen den drei verschiedenen AAPs konnten keine Unterschiede der Polierfähigkeit beobachtet werden. Die Abbildungen 4.5, 4.6 und 4.7 zeigen die polierten Fissurenversiegelungen mit den AAPs aus FAP, HAP 2 und HAP 1, jeweils mit Clearfil Universal Bond Quick.

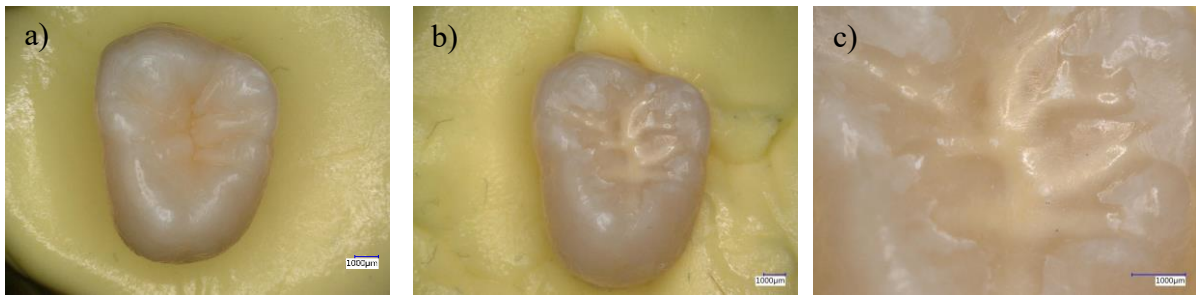


Abb. 4.5: Mikroskopische Aufnahme, FAP + Clearfil Universal Bond Quick (15 mg : 30 mg), a) Übersicht ohne Material, b) Übersicht mit polierter Fissurenversiegelung, c) Ausschnittvergrößerung der polierten Fissurenversiegelung. Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 20x, c) 50x.



Abb. 4.6: Mikroskopische Aufnahme, HAP 2 + Clearfil Universal Bond Quick (10 mg : 30 mg), a) Übersicht ohne Material, b) Übersicht mit polierter Fissurenversiegelung, c) Ausschnittvergrößerung der polierten Fissurenversiegelung. Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 20x, c) 50x.

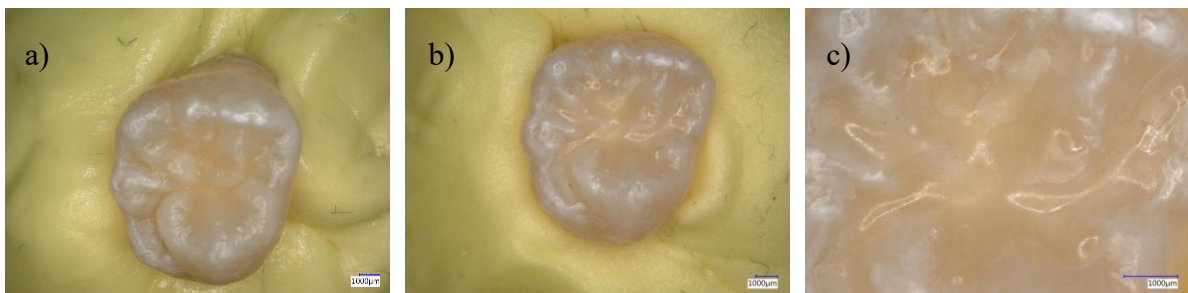


Abb. 4.7: Mikroskopische Aufnahme, HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick (5 mg : 30 mg), a) Übersicht ohne Material, b) Übersicht mit polierter Fissurenversiegelung, c) Ausschnittvergrößerung der polierten Fissurenversiegelung. Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 20x, c) 50x.

4.3.2 Hochauflösende Digitalmikroskopie nach dem Thermocycling

In den Abbildungen 4.8, 4.9 und 4.10 sind die Zähne nach der thermischen Wechselbelastung abgebildet. Hierbei wurden die Fissurenversiegelungen auf Rissbildungen untersucht. Die Tabelle 4.3 gibt einen Überblick über das Rissverhalten der einzelnen Fissurenversiegelungen. In dieser Versuchsreihe wurden die AAP in leicht, mittelstark und stark gerissen eingeteilt. Diese Einteilung erfolgte subjektiv und anhand von Vergleichen der jeweiligen Fissurenversiegelungen. Keine AAP hat sich nach der thermischen Wechselbelastung komplett von dem Zahn gelöst.



Abb. 4.8: Mikroskopische Aufnahme, FAP + Clearfil Universal Bond Quick (15 mg : 30 mg) nach dem Thermocycling, Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 50x, c) dreidimensionale Aufnahme 100x.



Abb. 4.9: Mikroskopische Aufnahme, HAP 2 + Clearfil Universal Bond Quick (10 mg : 30 mg) nach dem Thermocycling, Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 50x, c) dreidimensionale Aufnahme 100x.

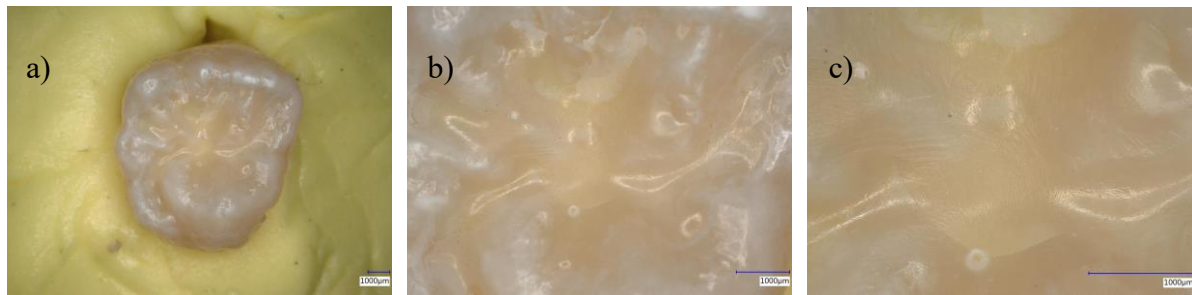


Abb. 4.10: Mikroskopische Aufnahme, HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick (5 mg : 30 mg) nach dem Thermocycling, Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 50x, c) dreidimensionale Aufnahme 100x.

Probe	Apatit	Stark gerissen	Mittel stark gerissen	Leicht gerissen
1	FAP		X	
2	FAP	X		
3	FAP	X		
4	FAP	X		
5	FAP	X		
6	FAP			X
7	HAP 2		X	
8	HAP 2			X
9	HAP 2		X	
10	HAP 2			X
11	HAP 2	X		
12	HAP 2			X
13	HAP 1			X
14	HAP 1			X
15	HAP 1			X
16	HAP 1			X
17	HAP 1			X
18	HAP 1			X

Tab. 4.3: Übersicht über die Rissbildung der AAP nach thermischer Wechselbelastung.

Die AAP mit FAP und Clearfil Universal Bond Quick zeigte mit vier stark gerissenen Fissurenversiegelungen das schlechteste Ergebnis. Bei den Fissurenversiegelungen mit HAP 2 kam es zu einem inhomogenen Ergebnis mit drei leicht gerissenen, zwei mittelstark gerissenen und einer stark gerissenen Fissurenversiegelung. Am besten schnitten die Fissurenversiegelungen mit HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick ab. Bei diesem sind alle Proben nur leicht gerissen.

4.3.3 Zusammenfassung der Versuchsreihe 3

Bei keiner Probe konnte ein kompletter Verlust des Materials beobachtet werden. Die verschiedenen AAP reagierten unterschiedlich stark auf die thermische Wechselbelastung. Dabei war vor allem die AAP mit HAP 1 stabil gegenüber thermischer Wechselbelastung. Bei der AAP mit FAP kam es vermehrt zur Rissbildung. Bei der AAP mit HAP 2 kam es zu einer breiteren Streuung der Ergebnisse als bei den AAP mit FAP und HAP 1.

Für die weitere Untersuchung wird die AAP mit HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick verwendet.

4.4 Versuchsreihe 4

In der Versuchsreihe 4 wurde die AAP aus 5 mg HAP 1 und 30 mg Clearfil Universal Bond Quick mit Tetric EvoFlow mit und ohne Heliobond verglichen. Exemplarisch wird jeweils eine Probe pro Materialkombination aufgeführt.

Die Applikation der AAP erfolgte wie in Versuchsreihe 1. Bei den Proben mit dem Tetric EvoFlow erfolgte die Applikation direkt aus der Kartusche und ein anschließendes Adaptieren mit der Paro-Sonde WHO.

Tetric EvoFlow sowie die AAP mit HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick wurden mit Silikonpolieren (Brownie und Greenie) und Kunststoffbürste poliert.

Von den Proben wurden vor und nach dem Thermocycling mikroskopische Aufnahmen angefertigt und im Anschluss wurden sie rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Bei der mikroskopischen Untersuchung wurde der Fokus auf das Rissverhalten der Fissurenversiegelung nach dem Thermocycling gelegt und bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung wurde vor allem der Verbund zwischen Material und Schmelz untersucht.

4.4.1 Hochauflösende Digitalmikroskopie

Die Abbildungen 4.11, 4.12 und 4.13 zeigen die Fissurenversiegelungen mit HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick und Tetric EvoFlow mit und ohne Heliobond vor dem Thermocycling. Dafür wurden die Fissuren mit einer Vergrößerung von 20fach und 50fach analysiert.

Die Fissurenversiegelungen zeigten sich alle glatt und glänzend. Es konnten keine tiefen Riefen beobachtet werden.

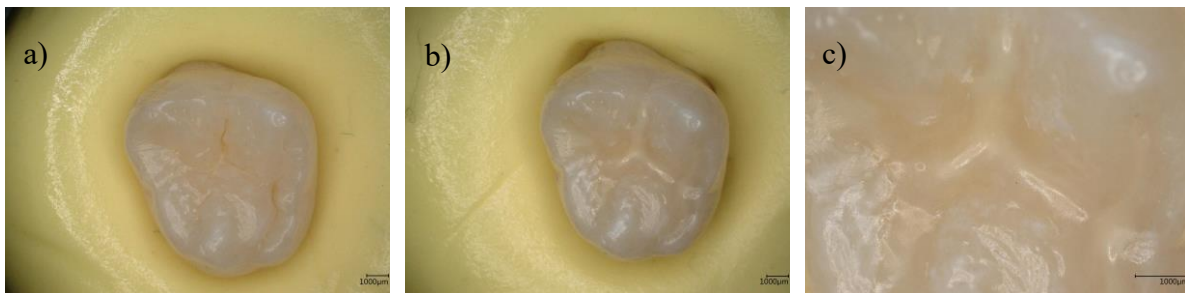


Abb. 4.11: Mikroskopische Aufnahme, HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick (5 mg : 30 mg): a) Übersicht ohne Material, b) Übersicht mit polierter Fissurenversiegelung, c) Ausschnittvergrößerung der polierten Fissurenversiegelung. Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 20x c) 50x.

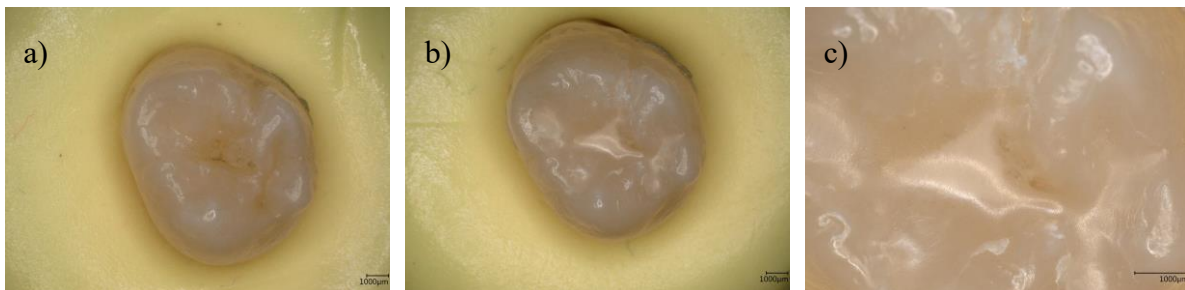


Abb. 4.12: Mikroskopische Aufnahme, Tetric EvoFlow ohne Heliobond, a) Übersicht ohne Material, b) Übersicht mit polierter Fissurenversiegelung, c) Ausschnittvergrößerung der polierten Fissurenversiegelung. Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 20x c) 50x.

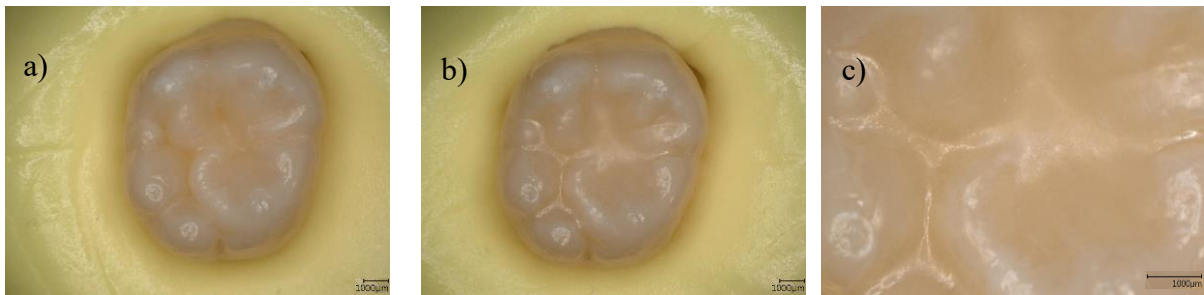


Abb. 4.13: Mikroskopische Aufnahme, Tetric EvoFlow mit Heliobond, a) Übersicht ohne Material, b) Übersicht mit polierter Fissurenversiegelung, c) Ausschnittvergrößerung der polierten Fissurenversiegelung. Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 20x c) 50x.

4.4.2 Hochauflösende Digitalmikroskopie nach dem Thermocycling

Die Proben wurden einer thermischen Wechselbelastung unterzogen. Der Versuchsablauf erfolgte dabei wie in Versuchsreihe 3. Nach dem Thermocycling wurden die Proben mit einer Vergrößerung von 20x, 50x und 100x mikroskopisch auf mögliche Risse im Material untersucht.

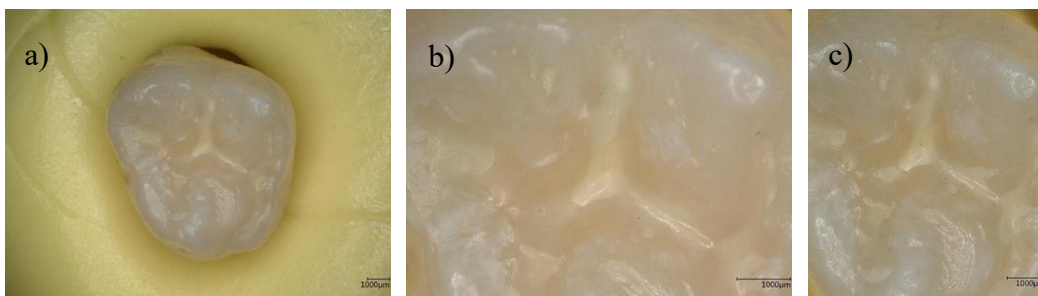


Abb. 4.14: Mikroskopische Aufnahme, HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick (5 mg : 30 mg) nach dem Thermocycling (a-c), Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 50x, c) 100x.

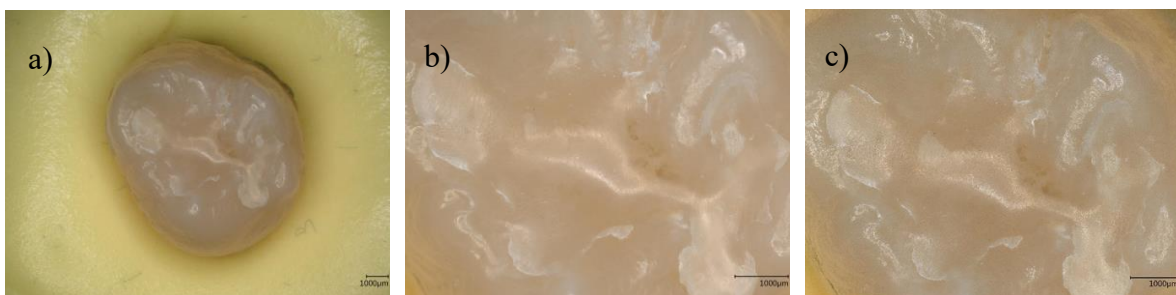


Abb. 4.15: Mikroskopische Aufnahme, Tetric EvoFlow ohne Heliobond nach dem Thermocycling (a-c), Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 50x, c) 100x.

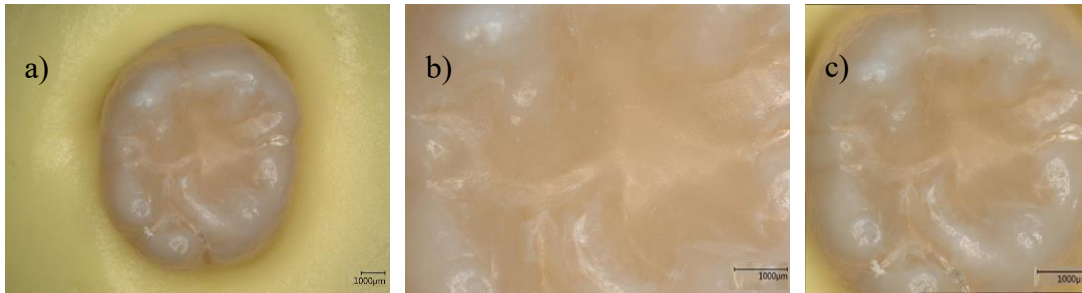


Abb. 4.16: Mikroskopische Aufnahme, Tetric EvoFlow mit Heliobond nach dem Thermocycling (a-c), Originalvergrößerungen: a) 20x, b) 50x, c) 100x.

Für die Beurteilung der thermischen Wechselbelastung wurden die Fissurenversiegelungen in stark- mittelstark-, leicht- und nicht gerissen eingeteilt. Diese Einteilung erfolgte subjektiv anhand der Vergleiche der Proben untereinander. Tabelle 4.4 zeigt die Übersicht zum Rissverhalten der Materialien.

Fissurenversiegelungsmaterialien der Versuchsreihe 4:

- a) Clearfil Universal Bond Quick + HAP 1 (30 mg : 5 mg)
- b) Tetric EvoFlow ohne Heliobond
- c) Tetric EvoFlow mit Heliobond

Fissurenversiegelungs- material	Stark gerissen	Mittel stark gerissen	Leicht gerissen	Nicht gerissen
a			x	
a				x
a		x		
a				x
a			x	
a				x
b		x		
b			x	
b				x
b			x	
b			x	
b			x	
c				x
c				x
c			x	
c		x		
c				x
c			x	

Tab. 4.4: Darstellung über das Rissverhalten der Fissurenversiegelungsmaterialien.

Die Fissurenversiegelungen mit Tetric Evo Flow ohne den Haftvermittler Heliobond bildeten im Vergleich zu den Fissurenversiegelungen mit dem Haftvermittler häufiger Risse nach der thermischen Wechselbelastung. Das Rissverhalten der AAP nach dem Thermocycling war vergleichbar mit dem Tetric Evo Flow mit dem Haftvermittler.

4.4.3 Rasterelektronenmikroskop

Bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung wurde besonders der Verbund zwischen Material und Zahnschmelz untersucht. Die Proben werden mit einer Vergrößerung von 100x, 500x, 5.000x und 10.000x untersucht.

HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick (5 mg : 30 mg)

Der Verbund der AAP zum Schmelz ist spaltfrei. Bei allen Proben (n=3) konnte eine Verzäpfung mit dem Schmelz beobachtet werden. Die AAP konnte zu einer homogenen Paste vermischt werden.

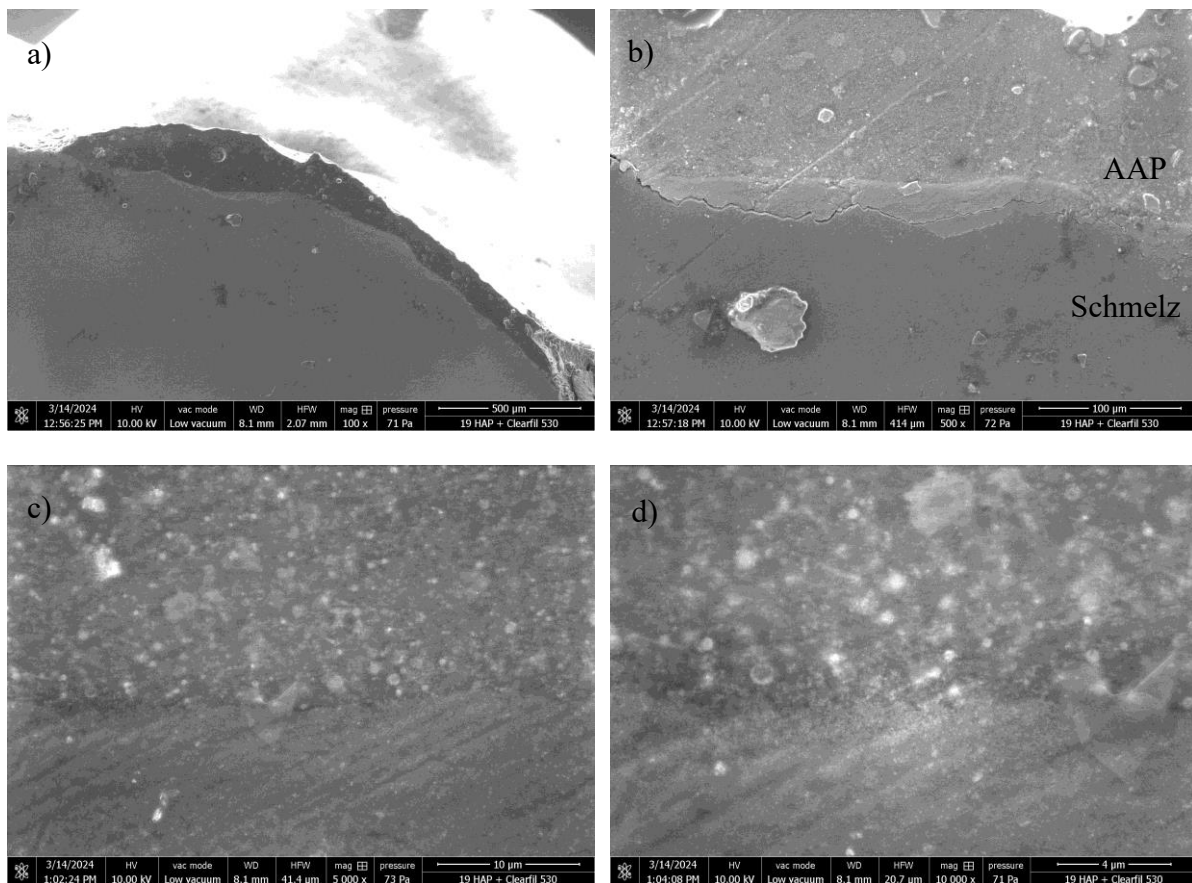


Abb. 4.17: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, HAP 1 + Clearfil Universal Bond Quick (5 mg : 30 mg) a)-d). Originalvergrößerungen: a) 100x, b) 500x, c) 5.000x, d) 10.000x.

Tetric EvoFlow ohne Heliobond

Der Verbund von Tetric EvoFlow zum Schmelz ist teilweise unterbrochen. Bei allen Proben (n=3) kam es zu einem partiellen Verlust des Verbundes. Die Füllkörper des Tetric Evo Flow sind homogen verteilt und haben eine runde bis amorphe Form bei einer variablen Partikelgröße.

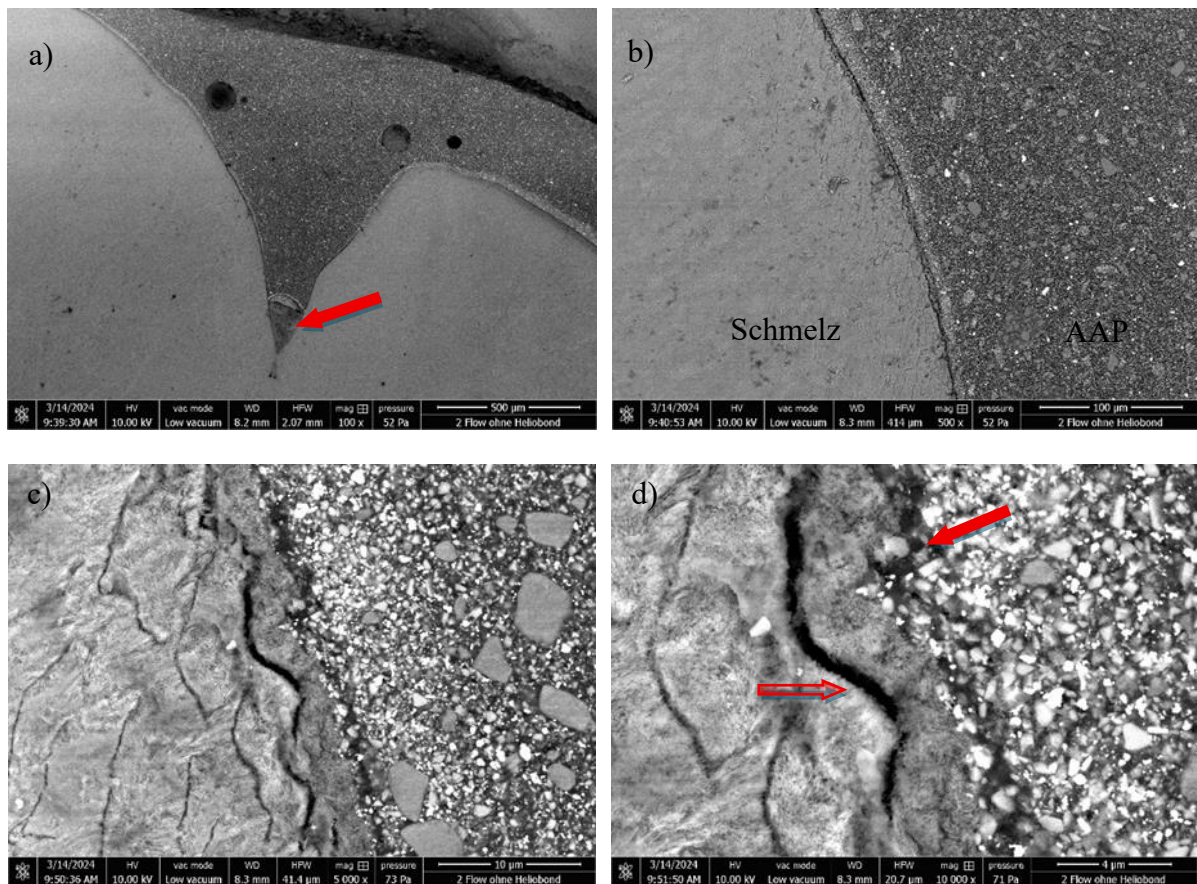


Abb. 4.18: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, Tetric EvoFlow ohne Heliobond a)-d). a) Das Material erreicht nicht die Tiefe der Fissur. d) Es ist ein Schmelzriss vorhanden (ungefüllter Pfeil). Zudem kommt es zum Verbundverlust der Material-Schmelz Verbindung (gefüllter Pfeil). Originalvergrößerungen: a) 100x, b) 500x, c) 5.000x, d) 10.000x.

Tetric EvoFlow mit Heliobond

Bei den Proben mit Tetric EvoFlow und Heliobond war bei allen Proben (n=3) ein spaltfreier Verbund zwischen dem Hafvermittler Heliobond und dem Schmelz und zum Tetric EvoFlow zu beobachten.

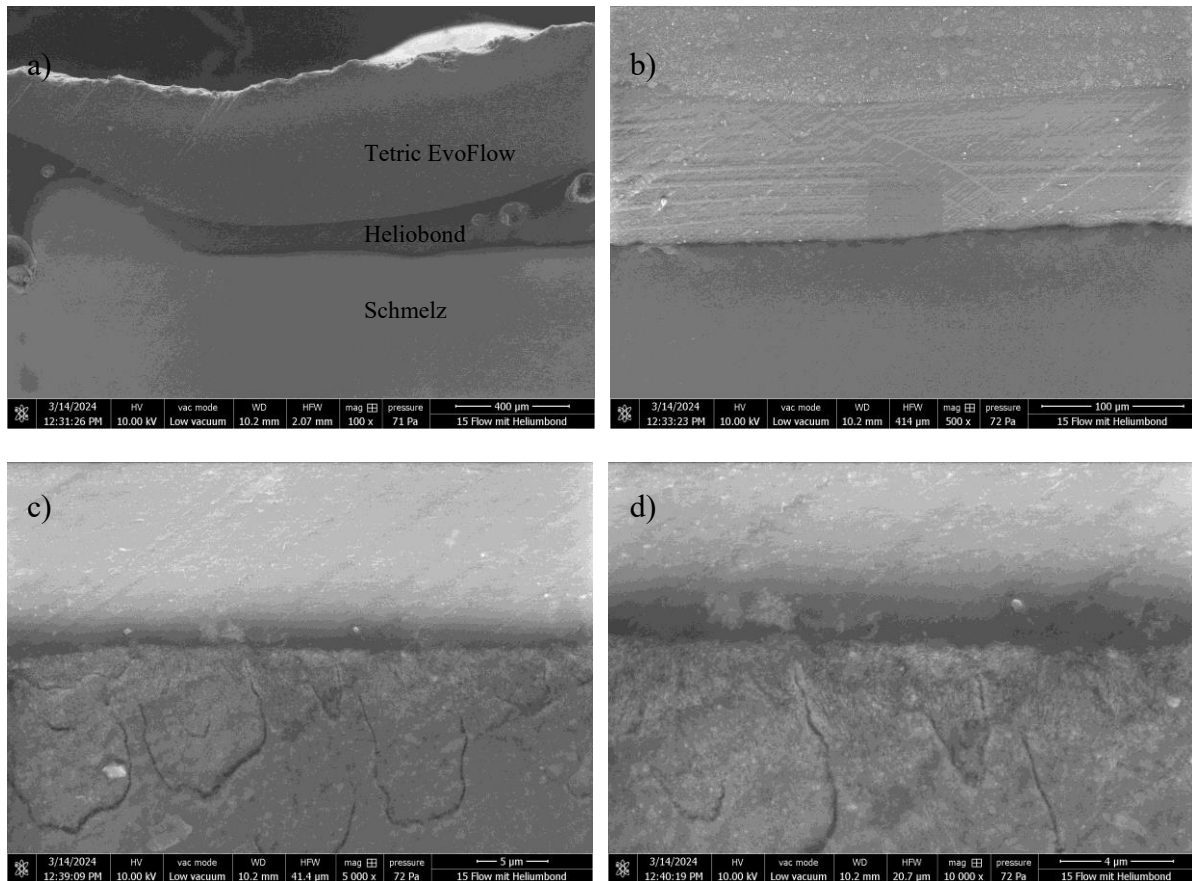


Abb. 4.19: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, Tetric EvoFlow mit Heliobond a)-d). d) Es ist ein spaltfreier Verbund vom Heliobond zum Schmelz entstanden. Originalvergrößerungen: a) 100x, b) 500x, c) 5.000x, d) 10.000x.

4.4.4 Zusammenfassung der Versuchsreihe 4

Bei dem Verbund von Tetric EvoFlow und Schmelz, ohne die Verwendung eines Haftvermittlers, kam es teilweise zum Verlust des Verbundes. Zudem kam es bei thermischer Wechselbelastung häufiger zu einer Rissbildung als bei der Verwendung mit einem Haftvermittler.

Das Verbundsystem von Tetric EvoFlow in Kombination mit dem Haftvermittler Heliobond zeigte bei thermischer Wechselbelastung ein geringes Rissverhalten und bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung konnte ein spaltfreier Verbund mit der Schmelzoberfläche beobachtet werden.

Die AAP aus 5 mg HAP 1 und 30mg Clearfil Universal Bond Quick erzielte vergleichbare Ergebnisse wie das auf dem Markt verfügbare Verbundsystem aus Tetric EvoFlow und Heliobond. Es zeigte bei thermischer Wechselbelastung ein geringes Rissverhalten. In der raster-

elektronenmikroskopischen Untersuchung konnte ein spaltfreier Verbund zur Schmelzoberfläche beobachtet werden.

4.5 Zusammenfassung aller Versuchsreihen

Die durchgeführten Untersuchungen zur Weiterentwicklung von AAP zeigten, dass sich die hergestellten Formulierungen zu einer homogenen Paste verarbeiten ließen. Analysen im Rasterelektronenmikroskop bestätigten die gleichmäßige Verteilung der Apatit-Partikel innerhalb der Matrix. Durch eine Anpassung der Mischungsverhältnisse konnten Konsistenzen erzielt werden, die eine Applikation in die Tiefe der Fissur ermöglichten. Der Verbund der AAP zur Schmelzoberfläche erwies sich als stabil bei thermischer Wechselbelastung und zeigte sich bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung als spaltfrei. Das Rissverhalten der AAP zeigte sich im hochauflösenden Digitalmikroskop für die AAP mit HAP 2 und FAP nach thermischer Wechselbelastung ausgeprägter als bei HAP 1. Die Referenzproben aus Tetric EvoFlow unter der Verwendung eines Haftvermittlers erzielten bei den Analysen ähnliche Ergebnisse bezüglich des Rissverhaltens nach thermischer Wechselbelastung und des spaltfreien Verbundes bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung, wie die AAP mit HAP 1.

5 Diskussion

5.1 Material und Methode

5.1.1 Humane Weisheitszähne

Für die Untersuchung wurden humane, kariesfreie Oberkieferweisheitszähne verwendet. Diese haben eine morphologische Ähnlichkeit zu den ersten und zweiten Molaren, die üblicherweise mit Fissurenversiegelungen versehen werden. Es konnte keine Aussage darüber getroffen werden, ob die Zahnkrone bereits Kontakt zur Mundhöhle hatte, oder ob es sich bei den extrahierten Zähnen um retinierte Weisheitszähne handelte. Das Wurzelwachstum einiger Zähne war noch nicht abgeschlossen. Für diese Untersuchung ist das nicht abgeschlossene Wurzelwachstum oder der mögliche Kontakt zur Mundhöhle für die Ergebnisse irrelevant. Makroskopisch waren die Fissuren der Zähne intakt, ohne vorhandene Demineralisierungen. Die Zähne wurden im Ultraschallbad und zusätzlich mit einer Handzahnbürste gereinigt, sodass Plaque und andere Verunreinigungen entfernt wurden, die die Haftung des Materials beeinträchtigen könnten. Die Schmelzoberfläche der Zähne wurde vor dem Auftragen des Materials nicht beschliffen.

Bei Zähnen der zweiten Dentition befindet sich an der Schmelzoberfläche prismenfreier Schmelz. Diese Schicht ist 20-30µm dick (Hellwig *et. al.*, 2018). Um einen Verbund des Versiegelungsmaterials zu der Schmelzoberfläche zu erhalten, muss die aprismatische Schmelzschicht bearbeitet werden. Die aktuelle Leitlinie (S3-Leitlinie „Fissuren- und Grübchenversiegelung“, AWMF-Registernummer: 083-002; Gültigkeit: 30. Juni 2024 bis: 29. Juni 2029) gibt dafür mehrere Möglichkeiten an. Neben dem mechanischen Abtrag durch rotierende Instrumente kann auch der chemische Abtrag durch die Konditionierung mit Phosphorsäure für eine mikroretentive Schmelzoberfläche sorgen. Darüber hinaus kann durch Self-Etch-Adhäsive die Herstellung eines chemischen Verbundes erreicht werden.

5.1.2 Konditionierung des Schmelzes

Als Goldstandard gilt die Ätzung mit Phosphorsäure vor dem Auftragen von Dentaladhäsiven auf die Schmelzoberfläche (Sato *et. al.*, 2023). Durch das Ätzen mit Phosphorsäure auf intakter Schmelzoberfläche kommt es zur Auflösung der äußersten Schmelzschicht (Kanemura *et.*

al, 1999). Dies führt zu einer partiellen Demineralisierung des Hydroxylapatits. Die so freigelegten Schmelzprismen ermöglichen eine Mikroretention (Jäggi *et. al.*, 2024). Eine ausreichend geätzte Schmelzoberfläche hat im trockenen Zustand ein weiß-opakes Erscheinungsbild (Hellwig *et. al.*, 2018). Für die Herstellung einer hochretentiven Fissurenversiegelung ist es entscheidend, dass das Adhäsiv adäquat in die geätzte Schmelzoberfläche eindringt (Kanemura *et. al.*, 1999).

Bei der Verwendung von Adhäsivsystemen lassen sich drei grundsätzliche Vorgehensweisen für die Konditionierung unterscheiden. Dabei handelt es sich um die selektive Schmelzätzung, die Etch-and-Rinse-Technik (Total-etch-Technik) und die No-Rinse-Technik. Bei der selektiven Schmelzätzung wird nur der Schmelz mit Phosphorsäure konditioniert und das Dentin mit einem selbstätzenden Primer bearbeitet. Die Etch-and-Rinse-Technik umfasst eine Konditionierung von Schmelz (30 s) und Dentin (15-20 s) mit Phosphorsäure in einer Anwendung und einem gemeinsamen Abspülvorgang. Bei der No-Rinse-Technik erfolgt keine separate Ätzung mit Phosphorsäure (Hellwig *et. al.*, 2018).

Die Haftwerte auf Schmelz bei zuvor mit Phosphorsäure geätzter Oberfläche ergeben für die intakte Schmelzoberfläche und die geschliffene Schmelzoberfläche keinen signifikanten Unterschied (Kanemura *et. al.*, 1999). In der vorliegenden Arbeit wurde die nicht beschliffene Schmelzoberfläche für 60 s mit 37,5%iger Phosphorsäure konditioniert.

5.1.3 Adhäsiv

Die Verwendung des Clearfil Universal Bond Quick beruht auf früheren Forschungserkenntnissen (Henrich, 2021). Ergebnisse dieser Untersuchung ergaben, dass sich vor allem die AAP mit Clearfil Universal Bond Quick und HAP 1 bzw. FAP besonders gut für die Anwendung auf Schmelz eignen.

Clearfil Universal Bond Quick ist ein Universaladhäsiv. Diese wurden entwickelt, um die klinische Anwendung zu vereinfachen, ohne die Haftfestigkeit zu beeinträchtigen (Ren *et. al.*, 2024). Die Konditionierung der Zahnoberfläche kann durch die selektive Schmelzätzung, die Etch-and-Rinse-Technik oder durch die No-Rinse-Technik vorbereitet werden (Hellwig *et. al.*, 2018). Abzugrenzen sind diese von den selbstätzenden Adhäsiven. Sowohl selbstätzende Adhäsive als auch Universaladhäsive sind in der Lage, Dentin und Schmelz zu ätzen und diese zu durchdringen (Ren *et. al.*, 2024). Die Einteilung der selbstätzenden Adhäsive erfolgt anhand der Säuredissoziationskonstante (pKa-Wert) und wird in ultramild ($\geq 2,5$), mild (≈ 2),

mittel stark ($\approx 1,5$) und stark (< 1) eingeteilt. Der Grad der Demineralisierung der Zahnoberfläche hängt mit der Stärke des Systems zusammen. Je niedriger der pH-Wert, desto größer ist die Demineralisierung (de Oliveira *et. al.*, 2021). Diese selbstätzenden Adhäsive haben einen höheren pH-Wert als herkömmliche Ätzmittel und zeigen schwächere Haftwerte an Schmelz (Ren *et. al.*, 2024). „Milde“ selbstätzende Adhäsive scheinen unzureichend für die Konditionierung der Schmelzoberfläche zu sein. Bei ungeschliffener Oberfläche ist die Wirksamkeit noch kritischer (Kumagai *et. al.*, 2023). Für einen optimalen Verbund an die Schmelzoberfläche wird eine zusätzliche Ätzung mit Phosphorsäure empfohlen (Rosa *et. al.*, 2015).

Das für diese Untersuchung verwendete Adhäsiv Clearfil Universal Bond Quick basiert auf dem Monomer 10-MDP. Durch das Einbringen einer funktionellen Gruppe in das Monomer kann eine chemische Interaktion mit der Zahnoberfläche eingegangen werden. Dies führt zu einer Verbesserung der Adhäsionskräfte (Carriloh *et. al.*, 2019). 10-MDP bindet ionisch an Hydroxylapatit. Es kommt zu der Bildung eines unlöslichen MDP-Calciumsalz und folglich zu einer langzeitstabilen Bindung (de Oliveira *et. al.*, 2021).

Die Einwirkdauer von Clearfil Universal Bond Quick auf die Schmelzoberfläche hat laut Nagura *et. al.* keinen Einfluss auf die Eindringtiefe. Clearfil Universal Bond Quick verfügt über ein hydrophiles Amidmonomer, welches der Grund für das schnelle Eindringen in den Zahnschmelz ist. Zudem enthält es eine neue Photoinitiatorchemie, die wahrscheinlich aufgrund von mehr freien Radikalen zu einer höheren Monomerumwandlungsrate führt, welches folglich eine verkürzte Anwendungszeit möglich macht (Nagura *et. al.*, 2019). Laut dem British Dental Journal (2017) enthält das Clearfil Universal Bond Quick wegen der hydrophilen Amidmonomere eine höhere Hydrophilie als HEMA (Hydroxyethylmethacrylat). HEMA wird alternativ als hydrophile Substanz für die Penetration in die Zahnoberfläche eingesetzt. Zudem sind die Amidmonomere in der Lage ein Polymernetzwerk während der Lichthärtung zu bilden, welches feuchtigkeitsresistent ist und somit die Hydrolyse minimiert.

Die Universaladhäsive sind den klassischen Etch-and-Rinse-Systemen nicht unterlegen, dennoch sollte eine Ätzung des Schmelzes mit Phosphorsäure erfolgen, da ohne Ätzung die Haftung an Schmelz herabgesetzt ist (Hellwig *et. al.*, 2018). In der vorliegenden Arbeit wurde vor der Verwendung des Clearfil Universal Bond Quick die Zahnoberfläche mit 37,5%iger Phosphorsäure geätzt.

5.1.4 Apatit

Bei den in dieser *in-vitro*-Untersuchung verwendeten Apatiten handelt es sich zum einen um ein Nanofluorapatit (FAP von S&C Polymer; Elmshorn, Deutschland) und zum anderen um zwei Nanohydroxyapatite (Kalident first von Kalichem; Brescia, Italien und HAP von Sigma Aldrich; Darmstadt, Deutschland). Alle verwendeten Apatite lagen in Pulverform vor. Form und Größe der Partikel variieren. FAP ist stäbchenförmig, HAP 2 ist amorph und HAP 1 ist sphärisch bei variierender Partikelgröße (Henrich, 2021).

Die drei Apatite ließen sich bei allen getesteten Mischungsverhältnissen homogen in das Adhäsiv einmischen. Dabei wiesen die AAP je nach Mischungsverhältnis unterschiedliche Viskositäten auf.

Bei Nanohydroxyapatiten handelt es sich um biokompatible synthetische Materialien. Diese ähneln den Hydroxyapatit-Kristallen im Zahnschmelz (Alajlan, und Baysan, 2024). Nanohydroxyapatite konnten bereits erfolgreich für die Remineralisierung der Schmelzoberfläche eingesetzt werden. Darüber hinaus kann infolge der kleineren Partikelgröße und der somit verbundenen vergrößerten Oberfläche eine höhere Affinität und Anpassungsfähigkeit auf der Schmelzoberfläche, im Gegensatz zu anderen Apatiten, erreicht werden. Das auf dem Zahnschmelz aufgelagerte Nanohydroxyapatit kann bedingt durch die Resistenz gegen Säuren den Zahn vor einer weiteren Demineralisierung schützen (Verma *et. al.*, 2021).

Nanohydroxyapatit ist in der Lage Zahnschmelz auf molekularer Ebene zu reparieren. Dies geschieht durch den Einbau von Calcium- und Phosphationen, die als Folge der Demineralisierung verloren gegangen waren. Darüber hinaus sollten Fluoridionen in der Mundhöhle aufrechterhalten werden. Durch den Einbau von Fluorapatit ist das möglich (Hermann, *et. al.*, 2021).

5.1.5 Hochauflösende Digitalmikroskopie

Für die mikroskopische Untersuchung der Proben wurde die hochauflösende Digitalmikroskopie verwendet. Ziel hierbei war es vergleichbare Bilder der Proben zu erhalten. Dafür wurden die Bilder in den Vergrößerungen 20x, 50x und 100x erstellt. Die Proben wurden mit Knete auf dem Objektträger platziert, damit eine Sicherung der Position gewährleistet werden konnte. Um ein optimales Bild zu erhalten, wurde der Zahn vor der Analyse getrocknet. Bei diesem Vorgang konnte es zu Trocknungsrissen im Material oder im Zahnschmelz kommen. Dies erschwerte die Zuordnung, ob der Riss trockenbedingt oder auf ein adhäsives oder

kohäsives Versagen des Materials zurückzuführen war. Dennoch ist die Mikroskopie weniger anfällig für trocknungsbedingte Rissbildung als die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung und dient somit als Mittel der Wahl für die Analyse der Oberfläche des Versieglers.

5.1.6 Thermocycling

Entscheidend für den Erfolg eines Adhäsiven Verbundes ist die Dauerhaftigkeit. In der Mundhöhle kommt es bei Nahrungsaufnahme zu Schwankungen der Temperatur. Das Restaurationsmaterial und der Zahn haben dabei einen unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten. Dies kann potenziell einen negativen Einfluss auf die Haftfestigkeit haben (Korkmaz *et. al.*, 2010). Die entstehende Spannung kann zu einer Rissbildung führen. Nachfolgend kann in diese Risse Flüssigkeit eindringen (Kumagai *et. al.*, 2023).

Eine weit verbreitete Methode zur Testung der adhäsiven Verbindung von Zahn zu Restaurationsmaterial ist das Thermocycling. Dieses in der zahnmedizinischen Forschung verwendete Verfahren dient der Simulation der im Mund herrschenden Temperaturschwankungen (Prabaker *et. al.*, 2018).

Das Thermocycling dient der Nachahmung eines künstlichen Alterungsprozesses. Hierfür wird eine thermische Wechselbelastung aus Kalt und Warm erzeugt. Die Proben befinden sich dabei in destilliertem Wasser. Laut Korkmaz *et. al.* (2010) eignen sich mindestens 500 Zyklen für den künstlichen Alterungsprozess. Dabei befinden sich die Proben im Wasser zwischen 5-55 °C. 10.000 thermische Zyklen entsprechen schätzungsweise einer Auswirkung von einem Jahr thermischer Belastung *in vivo* (Kumagai *et. al.*, 2023). Dementsprechend ist eine thermische Wechselbelastung von 3000 Zyklen mit einem Alterungsprozess von etwa dreieinhalb Monaten anzunehmen.

5.1.7 Rasterelektronenmikroskop

Die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung eignet sich für die Analyse des Verbundes von Zahnhartsubstanz und Material. Für diese *in-vitro*-Untersuchung wurden die Vergrößerungen 100x, 1.000x, 5.000x, 10.000x verwendet. Zur Fixierung der Proben auf dem Objektträger wurde ein Klebestreifen verwendet. Dieser sorgte dafür, dass sich die Proben nicht auf dem Objektträger bewegen konnten. Somit konnte eine vergleichbare Bildqualität erreicht werden.

Für die Untersuchung musste ein Vakuum gezogen werden. Dies ist ein großer Stressfaktor für die Proben. Es kann zu einer Rissbildung in der Zahnhartsubstanz oder im Material führen und somit zu einer Verfälschung der Ergebnisse.

5.2 Ergebnisse

5.2.1 Versuchsreihe 1

Konditionierung

Vor dem Auftragen der AAP wurde die Schmelzoberfläche mit 37,5%iger Phosphorsäure konditioniert. Bei der Verwendung von Phosphorsäure ergeben Konzentrationen zwischen 30 und 70% keinen Unterschied in der Haftfestigkeit von Fissurenversiegelungsmaterialien (Williams und von Fraunhofer, 1977). Lo *et. al.* (2020) fanden heraus, dass es keinen signifikanten Unterschied in der Scherhaftfestigkeit bei der Anwendung auf aprismatischen und prismatischen Schmelz gibt. Allerdings bedingt der Einfluss der Ätzzeit einen signifikanten Unterschied. Dabei hat eine Ätzzeit von 60 s einen positiven Effekt auf die Erhöhung der Scherhaftfestigkeit. Darüber hinaus ergab sich für eine Verlängerung der Ätzzeit ein Rückgang der Mikroleckagen bei aprismatischen Schmelz, allerdings eine Zunahme bei prismatischem Schmelz. Lo *et. al.* (2020) deutet dieses Phänomen als Überätzung des Zahnschmelzes. In der vorliegenden Dissertation erfolgte die Konditionierung der Schmelzoberfläche für 60 s mit 37,5%iger Phosphorsäure.

Applikationstechnik

Die AAP wurden aus dem Apatit Pulver und dem Adhäsiv mithilfe eines Zementspatels manuell zu einer homogenen Paste angemischt. Für die Applikation des Materials wurde eine Paro-Sonde WHO verwendet. Das Material wurde entsprechend der Anatomie der Fissur aufgetragen. Es befanden sich makroskopisch keine Blasen im Material und die Ränder waren dünn adaptiert. Durch die Viskosität des Materials ist es jedoch nicht möglich, eine glatte Materialoberfläche zu erzielen (siehe Abb. 4.2 a, 4.3 a, 4.4 a). Eine Politur des Materials könnte zu einer Optimierung des Oberflächenreliefs beitragen. Für die erste Versuchsreihe ist dieser Aspekt jedoch unerheblich, da hier der Schwerpunkt auf dem Verbund zwischen AAP und Schmelz lag. In der dritten Versuchsreihe folgte die Testung der Polierfähigkeit der AAP.

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung

In der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung konnte die homogene Verteilung der Apatit-Partikel bestätigt werden. Die Apatitbestandteile konnten anhand der EDX-Analyse (energy dispersive X-ray spectroscopy) von Hennrich (2021) in der AAP nachgewiesen werden.

Bei allen untersuchten Proben kam es zu einer Rissbildung im Material. Die Lokalisation war dabei unterschiedlich. Vor der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung wurden die Zähne bereits trocken gelagert und für die Untersuchung wurde zusätzlich ein Vakuum gezogen. Somit kommt es zu einer Dehydration der Proben. Bei der Dehydration des Zahnes kommt es folglich zu einer Volumenänderung. Diese ist für Dentin und Schmelz unterschiedlich. Bei einstündiger Konvektion beträgt die Gesamtschrumpfung von Schmelz 0,03% und die von Dentin 0,5%. Die entstandene Spannung kann zu Mikrorissen führen (Zhang *et. al.*, 2009). Bei höherer Vergrößerung konnte über weite Strecken der Verbund von Material und Zahnschmelz als spaltfrei angesehen werden. Daher werden diese Risse als Trocknungsartefakt eingestuft und sind für die Beurteilung irrelevant.

Die Schmelzoberfläche weist ein ausgeprägtes Ätzmuster auf (Abb. 4.2 d, 4.3 d, 4.4 d). Dieses wurde von den AAPs infiltriert und somit entstand ein spaltfreier Verbund von Material und Zahnschmelz. Die Abbildungen 4.2 d und 4.3 d zeigen, dass die Apatit-Partikel bis an die Schmelzoberfläche reichten. Bei der AAP aus HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick kam es zu einem Entmischungsphänomen an der Grenzfläche (siehe Abb. 4.4c). Diese Phasentrennung entsteht durch die komplexe Mischung aus Lösungsmittel, Wasser und hydrophilen/hydrophoben Bestandteilen. Die selbstätzenden Adhäsive fungieren dabei als eine semipermeable Membran und lassen Flüssigkeiten durchtreten. Dieses Phänomen kann zu einer geringeren Haftkraft führen (Van Landuyt *et. al.*, 2005).

In Abbildung 4.4a ist zu erkennen, dass die AAP nicht den Boden der Fissur erreicht hat. Ein möglicher Grund dafür ist die hohe Viskosität des Materials mit der damit verbundenen schlechteren Fließeigenschaft. Die chemisch-physikalischen Eigenschaften des Fissurenversieglers müssen ein Eindringen in den geätzten Zahnschmelz ermöglichen, um eine ausreichende Retention zu schaffen. Dafür wird der „Penetrationskoeffizient“ verwendet. Dieser ist indirekt proportional zu der Viskosität und direkt proportional zu der Oberflächenspannung der Flüssigkeit. Somit ist dieser Koeffizient größer, wenn die Viskosität niedriger ist (Prabaker *et. al.*, 2018).

Eine Anpassung der Mischungsverhältnisse und somit der Viskosität sind deshalb unerlässlich, um eine Verbesserung der Applikation zu ermöglichen.

5.2.2 Versuchsreihe 2

Fragestellung dieser *in-vitro*-Untersuchung ist es, ob sich die durch vorherige Forschung (Henrich, 2021) entwickelte AAP für die Verwendung als Fissurenversiegelungsmaterial eignet. Nach den Erkenntnissen aus Versuchsreihe 1 war eine Anpassung der Mischungsverhältnisse nötig, um die Verarbeitbarkeit der AAP zu optimieren.

Die Bewertung der AAP mit den veränderten Mischungsverhältnissen in Bezug auf ihre Verarbeitungskriterien erfolgt subjektiv und durch den Vergleich der AAP untereinander. Als Kriterien für die Eignung der AAP als Material für eine Fissurenversiegelung wurden diese auf die Viskosität, Applikation, Oberflächenbeschaffenheit, Adaptationsvermögen und Schichtstärke analysiert. Eine niedrige Viskosität wurde dabei als vorteilhaft angesehen. Je niedriger die Viskosität, desto besser ließ sich die AAP applizieren. Zudem zeigten die Proben mit einer niedrigen Viskosität ein glatteres Oberflächenrelief und ließen sich im Randbereich besser adaptieren. Nur die Schichtstärke, die mit der AAP aufgetragen werden konnte, wird geringer bei geringerer Viskosität. Nach Addition der Punkte wurde jeweils das beste Mischungsverhältnisse je AAP für die weitere Untersuchung verwendet (Siehe Abbildung 4.6).

Ziel einer Fissurenversiegelung ist es, neben einer guten Haftung des Materials auf der Zahnoberfläche, eine Applikation bis in die Tiefe der Fissur zu ermöglichen. Laut der S3-Leitlinie „Fissuren- und Grübchenversiegelung“ (AWMF-Registernummer: 083-002; Gültigkeit: 30. Juni 2024 bis: 29. Juni 2029) werden wegen des besseren Fließverhaltens vor allem niedrig visköse Materialien für die Fissurenversiegelung verwendet.

Die Zunahme der Menge des Apatits in der AAP korrelierte mit einer Steigerung der Viskosität. Subjektiv betrachtet ließ sich ein niedrig visköseres Material besser in die Tiefe der Fissur applizieren. Um die Viskosität der AAP zu senken, wurde die Menge des Apatits reduziert.

Neben der Viskosität der AAP ist die Applikationstechnik entscheidend für den Erfolg einer Fissurenversiegelung. Dank ihrer Form war die Paro-Sonde WHO für diesen Zweck besonders geeignet. Durch die kleine Kugel am Ende der Sonde ließ sich das Material in ausreichender Schichtstärke auftragen, ohne dass das Material über die gesamte Kauffläche aufge-

tragen wurde. Ein Materialüberschuss könnte zu einem Okklusionshinderniss führen. Das blasenfreie Auftragen wird durch lichtpolymerisierende Einkomponentenmaterialien erleichtert, da der Vorgang des Anmischens entfällt (S3-Leitlinie „Fissuren- und Grübchenversiegelung“; AWMF-Registernummer: 083-002; Gültigkeit: 30. Juni 2024 bis: 29. Juni 2029). Darüber hinaus ist ein Anmischvorgang zeitintensiver als eine direkte Applikation aus der Kartusche.

5.2.3 Versuchsreihe 3

Applikation

In Versuchsreihe 3 wurden die Fissurenversiegelungen analog zu Versuchsreihe 1 hergestellt. Die Mischungsverhältnisse wurden aus Versuchsreihe 2 verwendet. Die Applikation der AAP war im Gegensatz zu Versuchsreihe 1 leichter. Makroskopisch betrachtet war das Oberflächenrelief flacher und die AAP ließ sich besser an die Randbereiche adaptieren.

Politur

Die Politur der AAP erfolgte mit Silikonpolierern (Brownie und Greenie) und anschließend mit einem Kunststoffbürstchen. Durch die Politur wird die Oberfläche glänzend und ähnelt dem Schmelz. Eine nicht glatte Oberfläche kann zu Verfärbungen, Anlagerung von Plaque und Karies führen. Für die Langlebigkeit der Restauration und für die Mundgesundheit ist daher eine Politur notwendig (Kaminedi *et. al.*, 2014). Es wurde dafür ein grünes Winkelstück mit der üblichen Wasserkühlung verwendet (50ml/min, Herstellerangabe). Ohne Wasserkühlung würde bei der Politur Wärme entstehen, die neben der Beeinträchtigung des Verbundes des Materials auf der Zahnoberfläche auch negativen Einfluss auf die Verbindung der Partikel in der Matrix hat. Daher wird bei der Politur eine Wasserkühlung empfohlen (Kaminedi *et. al.*, 2014). Die Dauer der Politur hängt von der Anatomie der Fissur und dem Oberflächenrelief ab. In der hochauflösenden Digitalmikroskopie wurde die Oberfläche der polierten AAP untersucht (Abbildung 4.6 b-c, 4.7 b-c, 4.8 b-c). Alle AAP ließen sich subjektiv gut polieren. Die AAPs waren nach der Politur glatt und glänzend und im Randbereich dünn adaptiert.

Thermocycling

Die Proben wurden einer thermischen Wechselbelastung ausgesetzt. In der hochauflösenden Digitalmikroskopie wurden die Proben auf Rissbildungen untersucht. Die Einteilung über das Rissverhalten in „leicht“, „mittel“ und „stark“ gerissen erfolgte subjektiv anhand der Verglei-

che untereinander. Der künstlich erzeugte Alterungsprozess durch thermische Wechselbelastung führte nicht zu einem kompletten Verlust des Verbundsystems. Jäggi. *et. al.* kommen zu ähnlichen Ergebnissen und stufen die Bindung an Schmelz als stabil bei thermischer Alterung ein.

Das Rissverhalten der jeweiligen AAP war unterschiedlich (siehe Abb. 4.12). Die AAP mit FAP wies dabei das stärkste Rissverhalten auf. Die Proben mit HAP 2 erzielten inhomogene Ergebnisse und die Proben mit HAP 1 zeigten das geringste Rissverhalten. Bei der thermischen Wechselbelastung werden an der Grenzfläche von Zahn und Kunststoff Expansions- und Kontraktionsspannungen erzeugt, die zu einer Rissbildung führen können. Der Expansions- und Kontraktionskoeffizient ist dabei für den Zahn kleiner als für Kunststoff (Koyuturk *et. al.*, 2008).

Bei einigen Proben kam es im Randbereich scheinbar zu einer Ablösung der AAP (siehe Abb. 4.10 b). Ein Verlust der marginalen Integrität von Versiegler und Zahnoberfläche kann auf den unterschiedlichen Wärmeausdehnungseffekt von Material und Zahnschmelz zurückzuführen sein. Entscheidend für den erfolgreichen Verbund ist eine enge Haftung des Versieglers auf der Schmelzoberfläche (Simmons *et. al.*, 1976). Ein weiterer Grund für die Ablösung im Randbereich könnte eine unzureichende Ausdehnung der Phosphorsäure auf der Schmelzoberfläche sein. Die Ätzung mit Phosphorsäure muss über die Bereiche, die mit Füllungsma-terial versehen werden, ausgedehnt werden, um in den Randbereichen die Bildung von Mikro-leckagen zu verhindern. Auf ungeätzttem Schmelz führen diese Leckagen über die Zeit zu einem Ablösen des Materials im Randbereich und zu Verfärbungen der Füllungs-ränder (Kanemura *et. al.*, 1999).

5.2.4 Versuchsreihe 4

In Versuchsreihe 4 wurde die AAP aus HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick, die in Versuchsreihe 3 am besten abgeschnitten hat, mit einem für die klinische Anwendung bereits etablierten Material verglichen. Hierfür wurde Tetric EvoFlow verwendet. Ein Teil der Proben erhielt zusätzlich einen Haftvermittler.

Applikation und Politur

Die Herstellung der AAP mit HAP 1 erfolgt analog zu Versuchsreihe 3. Tetric EvoFlow ist ein fließfähiges Komposit und wurde direkt aus der Kartusche appliziert. Mit der Paro-Sonde

WHO wurde das Material in der Fissur verteilt. Bei der Verwendung des Haftvermittlers kommt es zu einer Bildung von tags auf der geätzten Zahnoberfläche. Dies sorgt für eine erhöhte Retention. Die Füllstoffpartikel im Tetric EvoFlow sorgen für eine Verschleißfestigkeit und eine geringe Oberflächenporosität. Die Fließeigenschaft wird durch eine Steigerung der Füllkörper eingeschränkt (Erdemir *et. al.*, 2014). Bei der Verwendung von Heliobond kam es zu einem zusätzlichen Zeitaufwand bei der Applikation und der Polymerisation. Eine geringere Technikempfindlichkeit und bessere Effizienz können mit „All-in-One“-Systemen erreicht werden. Bei diesen erfolgten Konditionierung, Priming und Bonding in einem Schritt (Jalanavar, *et. al.*, 2024).

Tetric EvoFlow wurde, wie auch die AAP, mit Silikonpolierern (Brownie und Greenie) und einem Kunststoffbürstchen poliert. Die Oberfläche schien subjektiv glatt und glänzend und die Randbereiche wurden dünn adaptiert (siehe Abbildung 4.14 b-c und 4.15 b-c). Im Vergleich dazu erschien die Oberfläche der polierte AAP aus HAP 1 ähnlich glatt und glänzend (siehe Abbildung 4.13 b-c).

Thermocycling

Für den künstlichen Alterungsprozess wurden die Proben 3000 Zyklen thermischer Wechselbelastung ausgesetzt. Das Rissverhalten der Fissurenversiegelung wurde mit einem hochauflösenden Digitalmikroskop analysiert. Dabei erfolgte die Einteilung des Schweregrades der Rissbildung anhand von Vergleichen der Proben untereinander. Das Rissverhalten der AAP war vergleichbar mit dem von Tetric EvoFlow bei der Verwendung des Heliobonds. Wurde Tetric EvoFlow ohne den Haftvermittler verwendet, kam es während des Thermocyclings vermehrt zu Rissbildungen.

Bei dem Vergleich von Abbildung 4.17 b-c (Tetric EvoFlow ohne Heliobond) und 4.18 b-c (Tetric EvoFlow mit Heliobond) ist auffällig, dass sich die Fissurenversiegelung ohne Heliobond im Randbereich teilweise gelöst hatte. Undichte Randbereiche können zu Sekundärkaries führen (Ozan *et. al.*, 2022). Ein weiterer möglicher Fehler in der Anwendung könnte eine unzureichende Benetzung mit Phosphorsäure bei der Konditionierung gewesen sein (Kanemura *et. al.*, 1999). Ozan *et. al.* (2022) kam zu dem Ergebnis, dass sich Tetric EvoFlow für die Verwendung von Fissurenversiegelungen eignet. Dafür ist eine Konditionierung mit Phosphorsäure und die Verwendung eines Adhäsives nötig. In der klinischen Studie sind nach 36 Monaten 80,2% der Fissurenversiegelungen unbeschädigt und 12,5% teilweise verloren gegangen. Dieses Ergebnis stuft Ozan *et. al.* (2022) als klinisch akzeptabel im Vergleich zu

den Daten in der Literatur ein. Bei der klinischen Studie von Kucukyilmaz und Savas (2015) waren nach 24 Monaten sogar 95,7% der Fissurenversiegelungen mit Tetric EvoFlow unbeschädigt und nur 4,3% teilweise gelöst. Eine niedrigere Retentionsrate von fließfähigen Kompositen könnte durch eine unsachgemäße Anwendung des Adhäsivsystems bedingt sein (Kucukyilmaz und Savas, 2015).

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung

In Abbildung 4.21 d ist zu erkennen, dass sich das Tetric EvoFlow von der Schmelzoberfläche abgelöst hatte. Die Haftung an der Schmelzoberfläche bei der Verwendung mit Heliobond kam zu einem besseren Ergebnis als ohne die Verwendung des Haftvermittlers (siehe Abb. 4.22 d). Der Verbund von der Schmelzoberfläche zum Heliobond war spaltfrei und auch die Verbindung von dem Heliobond zu dem Tetric EvoFlow war spaltfrei.

Daher kommt diese *in-vitro*-Untersuchung zu dem Ergebnis, dass sich Tetric EvoFlow für die Verwendung als Material für Fissurenversiegelungen eignet, jedoch der Einsatz eines Haftvermittlers dabei notwendig ist.

Bei der Verwendung von der AAP aus HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick als Material für die Fissurenversiegelung konnten vergleichbare Ergebnisse wie bei Tetric EvoFlow mit Heliobond erzielt werden. Es zeigte sich eine spaltfreie Adhäsion an der Schmelzoberfläche mit Penetration des Materials in das Ätzrelief. Auch nach Anpassung der Mischungsverhältnisse im Vergleich zu Versuchsreihe 1 zeigte sich die AAP als homogen gemischte Paste (Abbildung 4.20 b-d).

Dadurch, dass die AAP ohne einen Haftvermittler ein gutes Verbundsystem bildete, kann der so entstandene Zeitgewinn als Vorteil angesehen werden.

5.3 Schlussfolgerungen

Die Verwendung der AAP als Material für die Fissurenversiegelung wurde in dieser *in-vitro*-Untersuchung erstmalig untersucht. Es wurden positive Resultate in Bezug auf den Verbund der AAP zur Schmelzoberfläche erreicht. Hervorzuheben ist vor allem die Nutzung der Paste mit HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick, die weitgehend überzeugende Resultate erzielte. Somit konnten die Ergebnisse von Hennrich (2021) bestätigt werden.

Eine Anpassung der Mischungsverhältnisse durch eine Senkung der Viskosität sorgte subjektiv für eine Verbesserung in der Anwendung. Es konnte eine gute Polierbarkeit sowie eine

überwiegende thermische Stabilität bei den AAP festgestellt werden. Die rasterelektronenmikroskopische Analyse zeigte bei sämtlichen AAP-Formulierungen eine homogene Verteilung der Apatit-Partikel und eine weitgehend lückenlose Randadaptation ohne erkennbare Spaltbildung. Vergleichbare Resultate zum handelsüblichen dünnfließenden Komposit konnten insbesondere mit der AAP auf Basis von HAP 1 und Clearfil Universal Bond Quick erreicht werden.

Die Reduktion der Anmischdauer stellt einen entscheidenden Faktor dar, um die zeitliche Effizienz zu steigern und die klinische Implementierbarkeit der AAP zu gewährleisten. Der manuelle Anmischvorgang sowie die gravimetrische Mengenbestimmung des Apatits und des Adhäsivs erwiesen sich als zeitaufwendig und waren mit einem erhöhten Risiko für die Entstehung von Lufteinschlüssen verbunden. Die Möglichkeit einer vereinfachten Applikation mittels Kartuschensystem sollte in weiterführenden Untersuchungen geprüft werden. Ein weiterer interessanter Aspekt ist, wie die AAP auf mechanische Belastung reagiert. Die Fissurenversiegelungen müssen dem Okklusionskontakt des Antagonisten standhalten. Eine Testung im Kausimulator könnte hier zu neuen Erkenntnissen führen. Der hier getestete Ätzvorgang betrug 60 s. Auch dies konnte als sehr zeitintensiv eingestuft werden. Die Möglichkeit diese Zeit zu reduzieren, sollte getestet werden. Eine anschließende Untersuchung auf Mikroleckagen sollte dabei durchgeführt werden.

Eine weiterführende Forschung der AAP sollte erfolgen, um einen klinischen Einsatz zu ermöglichen. Die Generierung von künstlichem Zahnschmelz könnte einen weiteren Schwerpunkt zukünftiger Forschungsarbeiten bilden. Die vorliegende wissenschaftliche Studie liefert eine Grundlage für die Entwicklung einer Alternative zu konventionellen Fissurenversiegelungsmaterialien.

6 Literaturverzeichnis

1. Ahovuo-Saloranta, A., Forss, H., Walsh, T., Nordblad, A., Mäkelä, M., & Worthington, H. v. (2017). Pit and fissure sealants for preventing dental decay in permanent teeth. *Cochrane Database of Systematic Reviews*, 7(7):CD001830. <https://doi.org/10.1002/14651858.CD001830.pub5>
2. Alajlan, S., & A, B. (2024). The effect of nano-hydroxyapatite on white spot lesions: A systematic review and meta-analysis. *Journal of Dentistry*, 151, 105402. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2024.105402>
3. Amend, S., Boutsiouki, C., Winter, J., Kloukos, D., Frankenberger, R., & Krämer, N. (2024). Clinical effectiveness of pit and fissure sealants in primary and permanent teeth of children and adolescents: an umbrella review. *European Archives of Paediatric Dentistry*, 25(3), 289–315. <https://doi.org/10.1007/s40368-024-00876-9>
4. Anil, A., Ibraheem, W. I., Meshni, A. A., Preethanath, R. S., & Anil, S. (2022). Nano-Hydroxyapatite (nHAp) in the Remineralization of Early Dental Caries: A Scoping Review. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 19(9), 5629. <https://doi.org/10.3390/ijerph19095629>
5. British Dental Journal, (2017). Super stick, super quick! *British Dental Journal*, 222(11), 904. <https://doi.org/10.1038/sj.bdj.2017.518>
6. 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>
7. Da Rosa, W. L. D. O., Piva, E., & da Silva, A. F. (2015). Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *Journal of Dentistry*, 43(7), 765–776. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.04.003>

8. De Oliveira, R. P., Baia, J., da Silva, T., Magno, M. B., Maia, L. C., Loretto, S. C., & da Silva E Souza, M. H. (2021). Does Addition of 10-MDP Monomer in Self-etch Adhesive Systems Improve the Clinical Performance of Noncarious Cervical Lesion Restorations? A Systematic Review and Meta-analysis. *Operative Dentistry*, 46(5), 224–239. <https://doi.org/10.2341/20-053-LIT>
9. Erdemir, U., Sancakli, H. S., Yaman, B. C., Ozel, S., Yucel, T., & Yildiz, E. (2014). Clinical comparison of a flowable composite and fissure sealant: A 24-month split-mouth, randomized, and controlled study. *Journal of Dentistry*, 42(2), 149–157. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2013.11.015>
10. Fleisch, A. F., Sheffield, P. E., Chinn, C., Edelstein, B. L., & Landrigan, P. J. (2010). Bisphenol A and related compounds in dental materials. *Pediatrics*, 126(4), 760–768. <https://doi.org/10.1542/peds.2009-2693>
11. Hannig, M., & Hannig, C. (2014). Possibilities and limitations of enamel regeneration—an up-to-date overview. *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift*, 69(3), 131-142.
12. Hellwig, E., Schäfer, E., Klimek, J., Attin, T. (2018) *Einführung in die Zahnerhaltung: Prüfungswissen Kariologie, Endodontologie und Parodontologie*. 7. Auflage Deutscher Zahnärzte Verlag, Köln.
13. 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>
14. Herman, K., Wujczyk, M., Dobrzynski, M., Diakowska, D., Wiglusz, K., & Wiglusz, R. J. (2021). In vitro assessment of long-term fluoride ion release from nanofluorapatite. *Materials*, 14(13), 3747. <https://doi.org/10.3390/ma14133747>
15. Jäggi, M., Karlin, S., Zitzmann, N. U., & Rohr, N. (2024). Shear bond strength of universal adhesives to human enamel and dentin. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 36(5), 804–812. <https://doi.org/10.1111/jerd.13204>

16. Jalannavar, P., Rajguru, K., Goud, S., Nanda, S., Mohapatra, S., Swain, A. K., & Surana, P. (2024). Effect of two different bonding agents on the microleakage used for fluoride releasing pit and fissure sealant. *Bioinformation*, 20(8), 855–858. <https://doi.org/10.6026/973206300200855>
17. Jordan, A. R., Meyer-Lueckel, H., Kuhr, K., Sasunna, D., Bekes, K., & Schiffner, U. (2025). Caries experience and care in Germany: results of the 6th German Oral Health Study (DMS 6). *Quintessence International*, 56(11), 30–39. <https://doi.org/10.3290/j.qi.b5986212>
18. Kaminedi, R., Penumatsa, N., Priya, T., & Baroudi, K. (2014). The influence of finishing/polishing time and cooling system on surface roughness and microhardness of two different types of composite resin restorations. *Journal of International Society of Preventive and Community Dentistry*, 4(5), 99–104. <https://doi.org/10.4103/2231-0762.146211>
19. Kanemura, N., Sano, H., & Tagami, J. (1999). Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *Journal of Dentistry*, 27(7), 523–530. [https://doi.org/10.1016/S0300-5712\(99\)00008-1](https://doi.org/10.1016/S0300-5712(99)00008-1)
20. Korkmaz, Y., Gurgan, S., Firat, E., & Nathanson, D. (2010). Effect of adhesives and thermocycling on the shear bond strength of a nano-composite to coronal and root dentin. *Operative Dentistry*, 35(5), 522–529. <https://doi.org/10.2341/09-185-L>
21. Koyuturk, A. E., Kusgoz, A., Ulker, M., & Yeşilyurt, C. (2008). Effects of mechanical and thermal aging on microleakage of different fissure sealants. *Dental Materials Journal*, 27(6), 795–801. <https://doi.org/10.4012/dmj.27.795>
22. Kucukyilmaz, E., & Savas, S. (2015). Evaluation of Different Fissure Sealant Materials and Flowable Composites Used as Pit-and-fissure Sealants: A 24-Month Clinical Trial. *Pediatric Dentistry*, 37(5), 468–473.
23. Kühnisch, J., Mansmann, U., Heinrich-Weltzien, R., & Hickel, R. (2012). Longevity of materials for pit and fissure sealing - Results from a meta-analysis. *Dental Materials*, 28(3), 298–303. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.11.002>

24. Kumagai, R. Y., Takagaki, T., Sato, T., Nikaido, T., Giannini, M., Reis, A., & Tagami, J. (2023). Resin Cement/Enamel Interface: A Morphological Evaluation of the Acid-Base Resistant Zone, Enamel Etching Pattern, and Effect of Thermocycling on the Microshear Bond Strength. *Journal of Adhesive Dentistry*, 25(1), 71–78. <https://doi.org/10.3290/j.jad.b3974603>
25. Lo, Y. F., Pitchika, V., Ilie, N., Hickel, R., & Kühnisch, J. (2020). Does etching time affect the in vitro performance of a sealant material? *Dental Materials Journal*, 39(5), 862–868. <https://doi.org/10.4012/dmj.2019-133>
26. Mejàre, I., Axelsson, S., Dahlén, G., Espelid, I., Norlund, A., Tranæus, S., & Twetman, S. (2014). Caries risk assessment. A systematic review. *Acta Odontologica Scandinavica*, 72(2), 81–91. <https://doi.org/10.3109/00016357.2013.822548>
27. Mézquita-Rodrigo, I., Scougall-Vilchis, R. J., Moyaho-Bernal, M. A., Rodríguez-Vilchis, L. E., Rubio-Rosas, E., & Contreras-Bulnes, R. (2022). Using self-etch adhesive agents with pit and fissure sealants. In vitro analysis of shear bond strength, adhesive remnant index and enamel etching patterns. *European Archives of Paediatric Dentistry*, 23(2), 233–241. <https://doi.org/10.1007/s40368-021-00655-w>
28. Naaman, R., El-Housseiny, A. A., & Alamoudi, N. (2017). The use of pit and fissure sealants-a literature review. *Dental Journal*, 5(4), 34. <https://doi.org/10.3390/dj5040034>
29. Nagura, Y., Tsujimoto, A., Fischer, N. G., Baruth, A. G., Barkmeier, W. W., Takamizawa, T., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2019). Effect of reduced universal adhesive application time on enamel bond fatigue and surface morphology. *Operative Dentistry*, 44(1), 42–53. <https://doi.org/10.2341/17-261-L>
30. Nahvi, A., Razavian, A., Abedi, H., & Charati, J. Y. (2018). A comparison of microleakage in self-etch fissure sealants and conventional fissure sealants with total-etch or self-etch adhesive systems. *European Journal of Dentistry*, 12(2), 242–246. https://doi.org/10.4103/ejd.ejd_63_18
31. O'Hagan-Wong, K., Enax, J., Meyer, F., & Ganss, B. (2022). The use of hydroxyapatite toothpaste to prevent dental caries. *Odontology*, 110(2), 223–230. <https://doi.org/10.1007/s10266-021-00675-4>

32. Ozan, G., Sancakli, H. S., Erdemir, U., Yaman, B. C., Yildiz, S. O., & Yildiz, E. (2022). Comparative evaluation of a fissure sealant and a flowable composite: A 36-month split-mouth, randomized clinical study. *Journal of Dentistry*, 123, 104205. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2022.104205>
33. Prabakar, J., John, J., Arumugham, I. M., Kumar, P., & Sakthi, S. (2018). Comparative evaluation of the viscosity and length of resin tags of conventional and hydrophilic pit and fissure sealants on permanent molars: An in vitro study. *Contemporary Clinical Dentistry*, 9(3), 388–394. https://doi.org/10.4103/ccd.ccd_131_18
34. Ren, Z., Wang, R., & Zhu, M. (2024). Comparative evaluation of bonding performance between universal and self-etch adhesives: In vitro study. *Heliyon*, 10(15), e35226. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e35226>
35. Rifane, T. O., Hirata, R., Araújo-Neto, V. G., Ottoboni, T., Feitosa, V. P., & Giannini, M. (2024). Effect of phosphoric acid etching and blasting with aluminum oxide on the enamel topography and adhesion of resin composite to intact or abraded enamel. *Dental Materials*, 40(11), 102–111. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2024.08.003>
36. Sato, A., Sato, T., Ikeda, M., Takagaki, T., Nikaido, T., Tagami, J., & Shimada, Y. (2023). Influence of different tooth etchants on bur-cut and uncut enamel. *Dental Materials Journal*, 42(3), 311–318. <https://doi.org/10.4012/dmj.2022-194>
37. Seidel, A. (2016). Untersuchungen zur Schmelzregeneration mit Apatitpasten und Adhäsiv-Apatitpasten. Med. Dissertation. Homburg/Saar
38. Simmons, E. W., Barghi, N., & Muscott, J. R. (1976). Thermocycling of Pit and Fissure Sealants. *Journal of Dental Research*, 55(4), 606–610. <https://doi.org/10.1177/00220345760550041001>
39. S3-Leitlinie Fissuren- und Grübchenversiegelung. AWMF-Registernummer: 083-002. Gültig vom 30. Juni 2024 bis 29. Juni 2029.
40. Uzel, I., Gurlek, C., Kuter, B., Ertugrul, F., & Eden, E. (2022). Caries-Preventive Effect and Retention of Glass-Ionomer and Resin-Based Sealants: A Randomized Clinical Comparative Evaluation. *BioMed Research International*, 2022, 7205692. <https://doi.org/10.1155/2022/7205692>

41. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, Inoue S, Peumans M, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. (2005). Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *Journal of Dental Research*, 84(2), 183–188. <https://doi.org/10.1177/154405910508400214>
42. Verma, P., & Muthuswamy Pandian, S. (2021). Bionic effects of nano hydroxyapatite dentifrice on demineralised surface of enamel post orthodontic debonding: in-vivo split mouth study. *Progress in Orthodontics*, 22(1), 39. <https://doi.org/10.1186/s40510-021-00381-5>
43. Williams, B., & von Fraunhofer, J. A. (1977). The influence of the time of etching and washing on the bond strength of fissure sealants applied to enamel. *Journal of Oral Rehabilitation*, 4(2), 139–143. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.1977.tb00976.x>
44. Zhang, D., Mao, S., Lu, C., Romberg, E., & Arola, D. (2009). Dehydration and the dynamic dimensional changes within dentin and enamel. *Dental Materials*, 25(7), 937–945. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.01.101>

7 Danksagung

An erster Stelle gilt mein besonderer Dank Prof. Dr. Hannig, für die wertvolle fachliche Anleitung, die stets konstruktive Kritik und die inspirierende Unterstützung während der gesamten Promotionszeit, die wesentlich zum Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben.

Mein Dank richtet sich ebenso an das gesamte Team der AG Hannig, insbesondere an Johanna Dudek und Norbert Pütz, für die kollegiale Zusammenarbeit, die Anleitung am Rasterelektronenmikroskop und am hochauflösenden Digitalmikroskop und die tatkräftige Unterstützung im Laboralltag.

Darüber hinaus danke ich meinen ehemaligen Kommilitonen Alessia-Sofia Lange und Dominique Bopp für die zahlreichen gemeinsamen Stunden im Labor sowie den inspirierenden fachlichen Austausch, der maßgeblich zur Fertigstellung dieser Arbeit beigetragen hat.

Ein besonderer Dank gebührt meiner Familie, meinem Lebensgefährten und meinen Freunden, die mich über die gesamte Promotionszeit hinweg ermutigt, unterstützt und begleitet haben. Eure Zuversicht hat mir Kraft gegeben und den Abschluss dieser Arbeit erst möglich gemacht.

Ebenso möchte ich mich bei dem Praxis-Team um Dr. Andreas Kirchhoff bedanken, für die stets anregende fachliche Inspiration und die konstruktive Begleitung meiner Arbeit.

Abschließend danke ich allen, die mich auf diesem Weg unterstützt haben. Sei es fachlicher, organisatorischer oder moralischer Art und somit wertvoll zur Entstehung dieser Dissertation beigetragen haben.

8 Lebenslauf

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

9 Anhang

9.1 Abkürzungsverzeichnis

AAP	Adhäsivapatitpaste
AAPD	American Academy of Pediatric Dentistry
ARBS	auto-polymerizing resin-based sealants
Bis DMA	Bisphenol A-dimethacrylat
Bis GMA	Bisphenol A-Glycidyl Methacrylat
BPA	Bisphenol A
3D	Dreidimensional
EDX	Energy dispersive X-ray spectroscopy
FAP	Fluorapatit
FRBS	fluoride-releasing resin-based sealants
GI	Glasionomer
HAP	Hydroxylapatit
LRBS	light-polymerizing resin-based sealants
10 MDP	10- Methacryloyloxyethyl- Dihydrogenphosphat
KHN	Koop-hardness numbers
RBS	Resin-based sealants
RMGI	resin-modified glass ionomer
REM	Rasterelektronenmikroskop

9.2 Materialliste

Anmischplatte (Glas)	ORBIS Dental Handelsgesellschaft GmbH Münster, Deutschland
Aqua dest.	ROTILABO®, Carl Roth GmbH & Co KG, Karlsruhe, Deutschland
Clearfil Universal Bond Quick	Kuraray Noritake, Hattersheim, Deutschland
Diamantierte Kugel	Nr. 242.104.018 VPE 5 Komet, Lemgo, Deutschland
Digitaler Timer	EU 609-0128, VWR International, Darmstadt, Deutschland
Drucksprühflasche	Bürkler GmbH & Co KG, Freiburg, Deutschland
Einmalzahnbürste	„Happy Morning“, Hager Werken GmbH & Co KG, Duisburg, Deutschland
Eppendorf Tubes (5.0ml)	Eppendorf SE Hamburg, Deutschland
Ethanol, 70%	Carl Roth GmbH & Co KG, Karlsruhe, Deutschland
FAP	S&C Polymer, Elmshorn, Deutschland
HAP	Sigma Aldrich, Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland
Heliobond	Ivoclar Vivadent AG, Saint Jorioz, Frankreich

Kalident first	Kalichem SRL, Brescia, Italien
Kühlschrank, 4 °C	CT 29311, Liebherr GmbH, Ochsenhausen, Deutschland
Lichtmikroskop	Keyence, VHX-5000, KEYENCE DEUTSCHLAND GmbH, Neu-Isenburg, Deutschland
Luft	The Original Compressed Gas Duster Plus, Falcon Safety, Branchburg New Jersey, Amerika
Microbrush	Kerr Hawe SA, Bioggio, Schweiz
Mikropulverspatel	VWR International GmbH, Darmstadt, Deutschland
Paro-Sonde WHO	Nr. 973/80, Carl Martin GmbH Solingen, Deutschland
Phosphorsäure	Gel Etchant 37,5%, Kerr Hawe SA, Bioggio, Schweiz
Polier- und Schleifapparat	Phoenix 3000, Variable Speed Grinder- Polisher, Buehler ITW Test & Measurement GmbH, Esslingen am
Polierbürste für das Winkelstück	Nr. 9685.204.060 VPE 5 Komet, Lemgo, Deutschland
Polymerisationslampe	Dentsply Smartlite PS, 5 W LED, 950mW/cm ² , Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Deutschland Neckar, Deutschland

Rasterelektronenmikroskop/ EDX	ESEM XL 30, FEI Eindhoven, Niederlande
Scaler	Nr. 961/204S, Carl Martin GmbH Solingen, Deutschland
Schleifpapier, Körnung 250-4000	Buehler ITW Test & Measurement GmbH, Esslingen am Neckar, Deutschland
Silikonpolierer (Brownie)	Nr. 9608.204.030 VPE 10 Komet, Lemgo, Deutschland
Silikonpolierer (Greenie)	Nr. 9618.314.030 VPE 1 Komet, Lemgo, Deutschland
Steriles Wasser	Ampuwa Fresenius Kabi Deutschland GmbH, Bad Homburg, Deutschland
Tetric EvoFlow	Ivoclar Vivadent AG, Saint Jorioz, Frankreich
Thymol 0,1%	Carl Roth GmbH & Co KG, Karlsruhe, Deutschland
Thermocycler Willeytec V 2.8	SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen- Westerham, Deutschland
Tücher	Light Duty Tissue Wispers, One Ply White Wispers, VWR International GmbH, Darmstadt, Deutschland
Ultraschallbad	Bandelin electronic, Typ RK 31, Berlin, Deutschland
Waage	Sartorius CP 423 S, d=0,001mg Sartorius Werkzeuge GmbH & Co KG, Göttingen, Deutschland

Well-Platte, 24er	CELLSTAR®, Greier Bio-One GmbH, Frickenhausen, Deutschland
Winkelstück, grün	KaVo Dental GmbH, Biberach An der Riß, Deutschland
Winkelstück, rot	KaVo Gentle Power, Lux 25 LP, SN 07- 2017395, KaVo Dental GmbH, Biberach An der Riß, Deutschland
Zementspatel	Nr. 1055/7, Carl Martin GmbH Solingen, Deutschland